

平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

『放射光用ミラーに関する加工技術の高精度化』

研究開発成果等報告書

平成 22 年 3 月 31 日

委託者 近畿経済産業局

委託先 株式会社 ジェイテック

目 次

第1章 研究開発の概要	2
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	2
1-1-1 研究開発の背景	2
1-1-2 研究目的	3
1-1-3 研究目標	4
1-2 研究体制	5
1-3 成果概要	6
1-3-1 パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置の開発	6
1-3-2 EEM 加工のスポット痕の微小化	6
1-3-3 プロジェクトの管理・運営	7
1-4 当該研究開発の連絡窓口	7
第2章 本論	8
2-1 パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置の開発	8
2-1-1 設計、製作	8
2-1-2 制御ソフト開発及び試運転	9
2-1-3 評価チェック	9
2-2 EEM 加工のスポット痕の微小化	10
2-2-1 スリットノズルによる加工液、加工条件の検討	10
2-2-1-1 加工特性に影響するパラメーター	10
2-2-1-2 微粒子の粒径および表面形状と加工特性	14
2-2-1-2-1 微粒子の粒径	14
2-2-2 EEM 微小加工スポットノズルの開発	17
2-2-2-1 スポットノズルによる加工液、加工条件の検討	17
2-2-2-1-1 加工液に含まれる粉末微粒子の特徴	17
2-2-2-1-2 加工液に含まれる粉末微粒子による加工量の違い	17
2-2-2-1-3 加工圧による加工量の違い	17
2-2-2-1-4 粉末微粒子の濃度による加工量の違い	17
2-2-2-2 EEM 微小加工パイプ型加工ノズルの開発	18
2-2-2-2-1 パイプ型加工ノズルの加工特性の解析	18
2-2-2-2-2 考察	18
第3章 全体総括	19
3-1 まとめ	19
3-2 課題	20
3-2-1 残された課題	20
3-2-2 新しい課題	20
3-3 事業化展開	22
専門用語	23

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 研究開発の背景

放射光は、X線領域で明るくかつ高い指向性を有するなど優れた光の性質を有し、例えば物質の種類や構造、性質を詳しく分析することができ、物質科学、生命科学、医学など様々な分野で幅広く利用され、医療・産業技術の発展に貢献している。また近年、基礎研究分野に加えて産業利用ニーズが高まりをみせ、放射光利用者は年々増加しており、これに伴い、より小さな試料やより高い空間あるいはエネルギー分解能での分析が求められ、光を扱う技術への高度化の要請が年々高まっている。

今日、大型放射光施設などの硬X線集光においては、ゾンプレートをを用いた光学系がある。しかし、受光領域として 0.1mm 程度が限界であること、所定の次数への回折効率が低いこと、リング状の格子の微細化に限界があること、等の理由から、集光強度および集光径には原理的に限界がある。また、硬X線領域では、100nm 程度に集光する場合でも、ワーキングディスタンスは高々10mm程度である。ビームサイズの微小化とともに、ワーキングディスタンスは更に短くなることから、X線ナノ分光イメージング用プローブとしての広範な応用展開を著しく制限しているのが現状である。

これに対して、KB型光学ミラーは集光強度および集光径、ワーキングディスタンスの自由度においてゾンプレートを大きく凌ぐ。このため、分析用のプローブ光学系として、測定速度や感度、分解能の点から遥かに高い性能が期待でき、1990年代後半にイメージング用の Sub- μm (1000nm) ビームの形成が開発の目標に挙がった。しかしながら、従来の研磨技術では要求される精度のミラーを製作することが不可能であったため、ミラーを用いたX線集光の研究は世界的に終焉した。

しかし平成17年大阪大学では独自の超平坦化基盤技術、すなわち加工物表面を原子レベルで平坦にすることが可能なナノ加工技術 EEM と、非球面の形状でも計測可能な表面形状ナノ計測技術 MSI および RADSI とにより、ナノ精度で 100mm 長の硬X線用 KB ナノ集光ミラー(高精度楕円ミラー)の製作に成功し、理化学研究所(SPring 8)との共同研究で硬X線を回折限界まで集光(世界最小集光径 36nm × 48nm) すること成功した。

このナノ形状精度のミラーは、KB ナノ集光ミラーとして画期的で、先端的放射光施設のスタッフを中心に高い評価を受けている。本集光ミラーにより、X線光電子分光法、蛍光X線分光法、X線回折法などのX線分析法において従来にない高分解能で元素分析や結晶構造解析等を実現することが可能になり、これまでにない新たな知見が多数得られることが期待されている。

ジェイテックでは平成17年度より大阪大学から技術移転を受け、KB ナノ集光ミラー『JM100』及び集光調整装置『JM1000』の事業化に成功しており、SPring-8 等国内の放射光施設だけでなく海外でも順調に納入実績をあげている。さらに、ジェイテックでは超精密加工技術 EEM および表面形状ナノ計測技術(MSI および RADSI)のパイオニアである大阪大学と、放射光施設 SPring-8 の(独)理化学研究所と(財)高輝度光科学研究センターとの共同開発により、本KB ナノ集光ミラー(100mm長)より、はるかに桁違いに需要の多い大面積のミラーについても、高性能な大型光学ミラーの実用化に目処をたて、放射光大型ミラーの分野でも海外メーカーの追従を許さないオンリーワンの企業を目指し、実績を上げつつある

1-1-2 研究目的

今日 SPring-8 に代表される第 3 世代放射光施設だけでなく、既に多数が稼動し、また、多くの建設計画のある第 3.5 世代の放射光施設においても、光学系の高度化が不可欠とされ、大型の非球面形状によって収差をなくし、かつ表面粗さの向上によって散乱損失を抑えたミラーへの置き換えによってスループットを向上したビームライン構築の需要が拡大しつつある。このとき、ミラーには、これまで以上に大きな開口数(NA)が求められ、より多くの光を取り込むためにミラーの長尺化、さらに設計入射角の増大が不可欠となる。しかし設計入射角が大きいほど、ミラー表面のバンプなどの欠点が反射強度分布上のスペckルに大きく影響し、コヒーレントを保存するためのスペckル対策が極めて困難になり、空間波長のより短い領域での形状創成に、これまで以上に高精度な加工技術、計測技術が要求される。

そこでジェイテックの特定ものづくり基盤技術の高度化を図るための特定研究開発(特定研究開発等計画の認定)では放射光施設向け X 線用ナノ形状用ミラーにおいてもものづくり基盤技術の高度化を目指し、高周波領域でバンプ、ピットのない加工形状精度を向上させ、さらに空間波長のより短い領域でのバンプやピットのない加工形状の微細化を図る。

加工形状精度を向上させ、加工形状の微細化を図るには、以下の 3 つの技術的課題により、現在の計測結果から加工予測することが難しく、加工誤差の大きな要因となっている。

高周波領域でのバンプ、ピットの解消

ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性

ミラー材料表面の酸素濃度むらによる加工速度の変化

本研究開発(平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業)では上記技術課題のうち、 について、現状よりさらに高周波領域でのバンプ、ピットのない加工を目指し、当社加工技術の海外の競合メーカーに対する優位性を保持し、さらに国際競争力向上させる。

1-1-3 研究目標

そのため、本研究開発では上記課題を解決するために現状のパイプノズル用 EEM 加工装置を基に、さらに高精度となるように位置決め精度を向上させ、サンプル台についても移動時のピッチング及びヨーイングをさらに抑えた図1のような超高精度の NC-EEM 加工装置を開発し、加工の高精度化を図る。加えて、本加工装置は加工誤差の要因となっている「ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性」、「ミラー材料表面の酸素濃度むらによる加工速度の変化」にも対応ができるように洗浄ユニットや干渉計が取付け可能なスペースを確保するように設計製作を実施する。

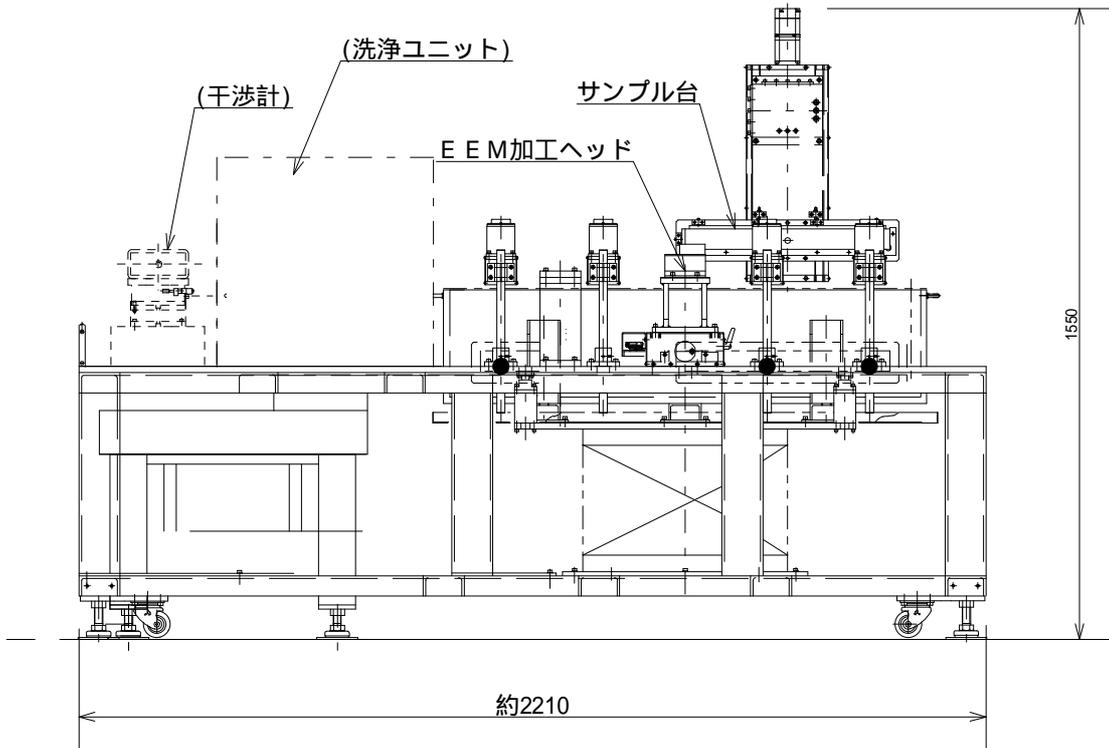


図1.パイプノズル専用超高精度NC-EEM加工装置

また、EEM 加工の精度を向上させるためには、サンプルステージの位置決め精度の高精度化だけでなく EEM 加工のスポット痕の微小化が必要不可欠となる。

すなわち、EEM 加工で使用する加工液及び加工条件の最適化を図り、ミラー製造工程における形状加工時のパイプノズルによる加工痕の微小化を実現し、加工分解能を向上させる。

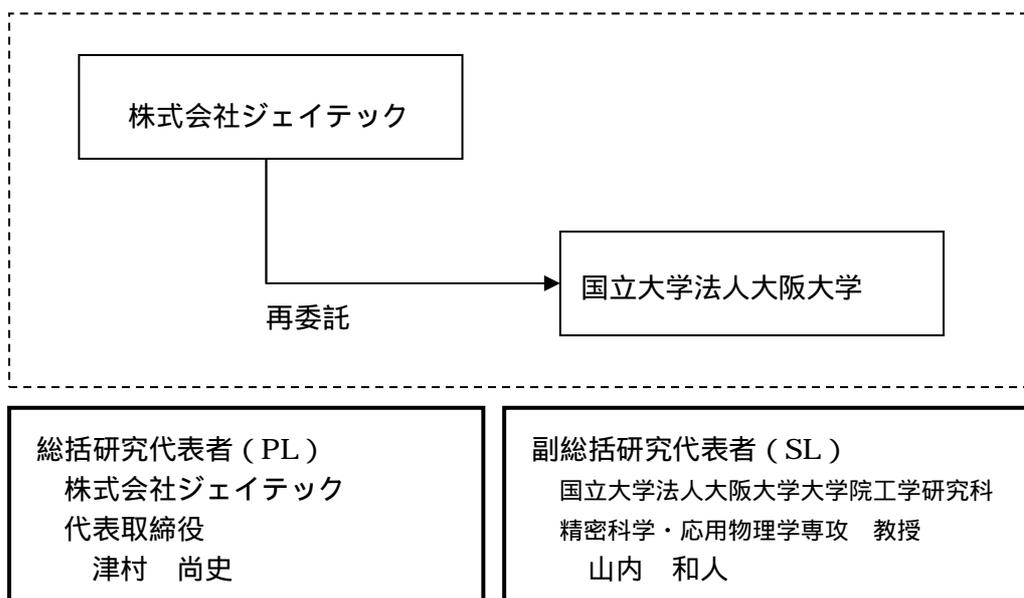
本研究開発では表1のスケジュールで以下の目標値の達成を目指す。

目標値：現状のパイプノズル用 EEM 加工装置を基にさらに高精度位置決め精度を向上させた新しい超高精度 NC-EEM 加工装置を開発し、また EEM ノズルの加工痕を現在実現している最小の加工痕の 60% に縮小することを目指し、空間波長の高周波領域までの加工を可能とする。

表1、研究のスケジュール

実施内容	9	10	11	12	1	2	3	
パイプノズル専用超高精度NC-EEM加工装置	●—————▶						▲	▶
EEM加工のスポット痕の微小化						▲		
-1 加工液、加工条件の検討	●	—————▶				▲		
-2 EEM微小加工ノズルの開発	●	—————▶				▲		
プロジェクトの管理・運営	●	—————▶						
・報告書作成							●—————▶	

1-2 研究体制



1-3 成果概要

本研究開発では1-1-3 研究目標 表1の研究スケジュールの遅滞なく、目標値どおりの成果を得られることができた。

1-3-1 パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置の開発

(設計・製作：株式会社ジェイテック担当、技術指導：国立大学法人大阪大学)

従来のパイプノズル用EEM加工装置を基に本研究開発を実現するために新しいパイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置(写真1 参照)を開発した。

本開発の作業項目は以下のとおりであった。

本装置の設計、製作

本装置の制御ソフト開発及び試運転調整

評価チェック



写真1、パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工システム

1-3-2 EEM 加工のスポット痕の微小化

(株式会社ジェイテック、国立大学法人大阪大学)

EEM 加工のスポット痕の微小化を目指すために現状の EEM 加工装置でスリットノズルでの加工条件の指標を作成し、上記のパイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置の完成後、実サンプルでのスポット痕の実証実験を実施した。

加工液、加工条件の検討(スリットノズルでの加工条件の指標作成：大阪大学、パイプノズルでのスポット痕微小化に向けての加工条件の検討：ジェイテック)

加工液、微粒子、加工液噴射パラメータに関して、加工速度、加工痕形状、表面粗さに対する影響の調査を行い、最適な加工条件の検討を行った。(加工圧、加工液濃度等各種加工条件の指標

を作成) また EEM 加工用のパイプノズルでの、加工深さ速度の特性を維持しながら、スポット痕の微小化に向けて加工液中の粉末微粒子の選定、濃度及びその他各種加工条件を見出した。

EEM 微小加工ノズルの開発(株式会社ジェイテック)

微小な安定した加工痕が実現するノズル形状を検討し、EEM 加工ノズルの加工痕の径を縮小することに成功し、技術的に空間波長の高周波領域までの加工を実現する目処を立てた。

1-3-3 プロジェクトの管理・運営

(株式会社ジェイテック)

下記の日時に大阪大学、(独)理化学研究所及び(財)高輝度光科学研究センターと当プロジェクト関連の会議を実施した。

1. 2009/10/9 13:00~15:00 (於、大阪大学) ジェイテック、大阪大学
2. 2009/12/3 14:30~16:00 (於、大阪大学) ジェイテック、大阪大学
3. 2009/12/28 17:00~19:00 (於、ジェイテック開発センター) ジェイテック、大阪大学、(独)理化学研究所、(財)高輝度光科学研究センター
4. 2010/2/9 10:00~12:00 (於、大阪大学) ジェイテック、大阪大学
5. 2010/3/10 17:00~18:00 (於、ジェイテック開発センター) ジェイテック、大阪大学

1-4 当該研究開発の連絡窓口

株式会社ジェイテック 開発センター

(〒567-0085 大阪府茨木市彩都あさぎ7丁目7番15号 彩都バイオインキュベータ)

代表取締役 津村 尚史

電話 072-643-2292

FAX 072-643-2391

E-mail tsumura@j-tec.co.jp

第2章 本論

2-1 パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置の開発

2-1-1 設計、製作

現状のパイプノズル用 EEM 加工装置を基に、さらに高精度となるように位置決め精度を向上させ、サンプル台についても移動時のピッチング及びヨーイングをさらに抑えた図2のようなパイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置を開発した。

本加工装置の構成は下記のとおりである。

パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置本体部

パイプノズル専用 NC-EEM 加工を行う加工装置本体部で主に2軸ステージ、加工液槽、加工ノズルステージで構成されている。

制御ユニット

加工装置本体の軸制御を実施するシーケンサ部、データ管理するホスト部及び加工液槽の攪拌機を制御するユニットを内蔵している。

送液ポンプ

加工液をパイプノズルに供給するダイヤフラムポンプ、配管ユニット及びエア抜きコントロールボックスで構成されている。

本研究のパイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置（写真2参照）の設計のポイントは以下のとおりである。

- ・ サンプル加工時の加工ヘッド速度マッピング（X軸）の設定のピッチで再現性よく走行できること。
- ・ 加工ヘッド（X軸）のヨーイングやピッチングを抑える。
- ・ 加工液の置換が容易なように加工槽及び配管が取り外し容易な構造及び継手にする。
- ・ ミラー表面のバンプ、ピットをオンマシンで計測するミラー表面計測機能(干渉計)が取付け可能なスペースを確保する
- ・ ミラーをオンマシン上で自動洗浄を実現する洗浄ユニットを搭載できるスペースを確保する

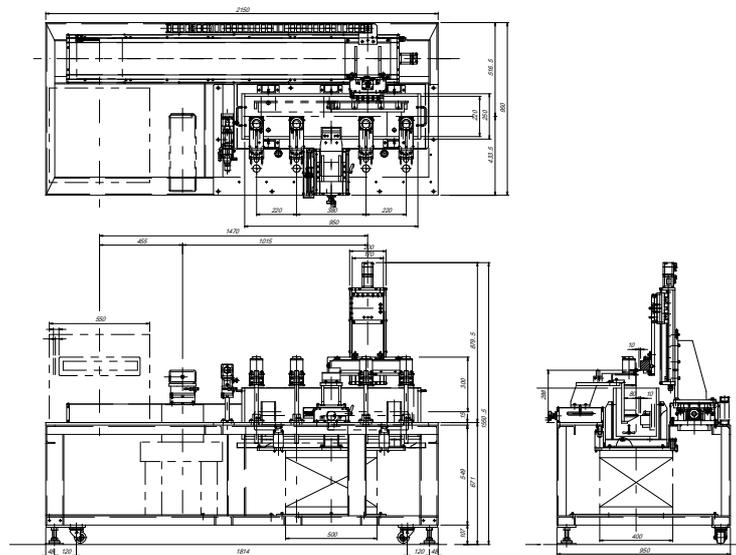


図2 .パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置本体部設計

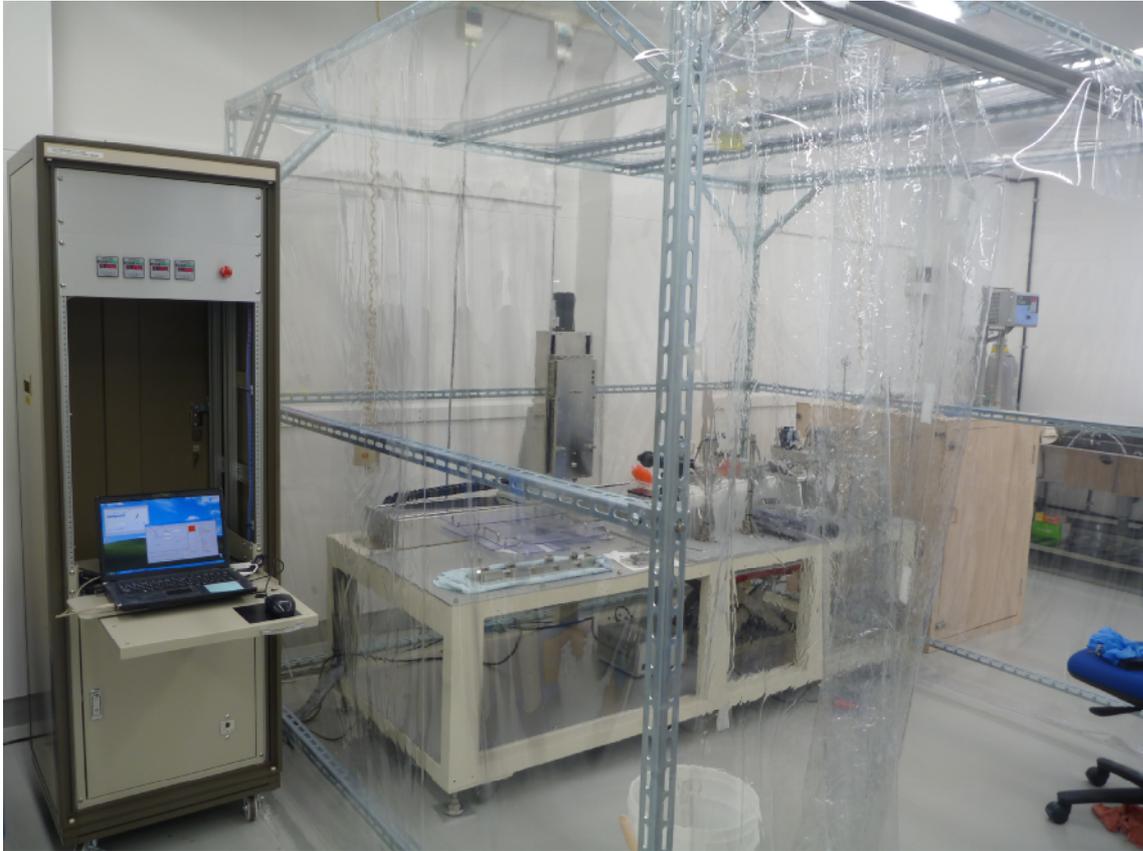


写真 1、パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置

2-1-2 制御ソフト開発及び試運転

パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置用の制御ユニットを開発し、従来と比べてに X Z 軸の高分解能化を図り、高精度化を実現した。

2-1-3 評価チェック

ピッチング及びヨーイングは加工領域だけでなくすべての領域で目標のスペックを満たした。

2-2 EEM加工のスポット痕の微小化

2-2-1 スリットノズルによる加工液、加工条件の検討

EEMにおいて、安定した加工量、優れた加工表面粗さを得るためには加工物表面上に安定した高速せん断流を発生させる必要がある。本研究では、スリットノズルを用いて加工液、微粒子、加工液噴射パラメータに関して、加工速度、加工痕形状、表面粗さに対する影響の調査を行い、最適な加工条件の検討を行った。（各種加工条件の指標作成）

2-2-1-1 加工特性に影響するパラメーター

(1)加工特性に影響するパラメーター

ノズル型加工ヘッドの場合、ノズル開口部から吐出された流れにより微粒子を加工物表面に供給し、また、付着した微粒子はせん断流により除去される。完全なEEM加工を実現するためには、この加工ヘッドに関する様々な加工パラメーターを最適に選択しなければならない。EEMのパラメーターは大きく二つに分けることができる。一つはどのような材質の微粒子を選択するかであり、もう一つは微粒子を超純水に分散させた加工液を試料に対してどのように吐出するかである。図3にノズル型加工ヘッドの加工液吐出パラメーターを示す。また、表4に各パラメーターの加工特性に対する影響を示す。

EEMは微粒子表面の反応性を利用した加工法であるので、その微粒子材料は加工特性に大きく影響する事がわかっている。微粒子の粒径については、流体の流れから与えられる揚力は半径の2乗に比例し、微粒子の個々の質量は半径の3乗に比例することから、加工物表面への微粒子の供給、除去に大きく影響する。そして、微粒子の表面形状は、EEMの平坦化メカニズムを考えると加工後の原子レベルにおける表面粗さに対して重要なパラメーターであると考えられる。

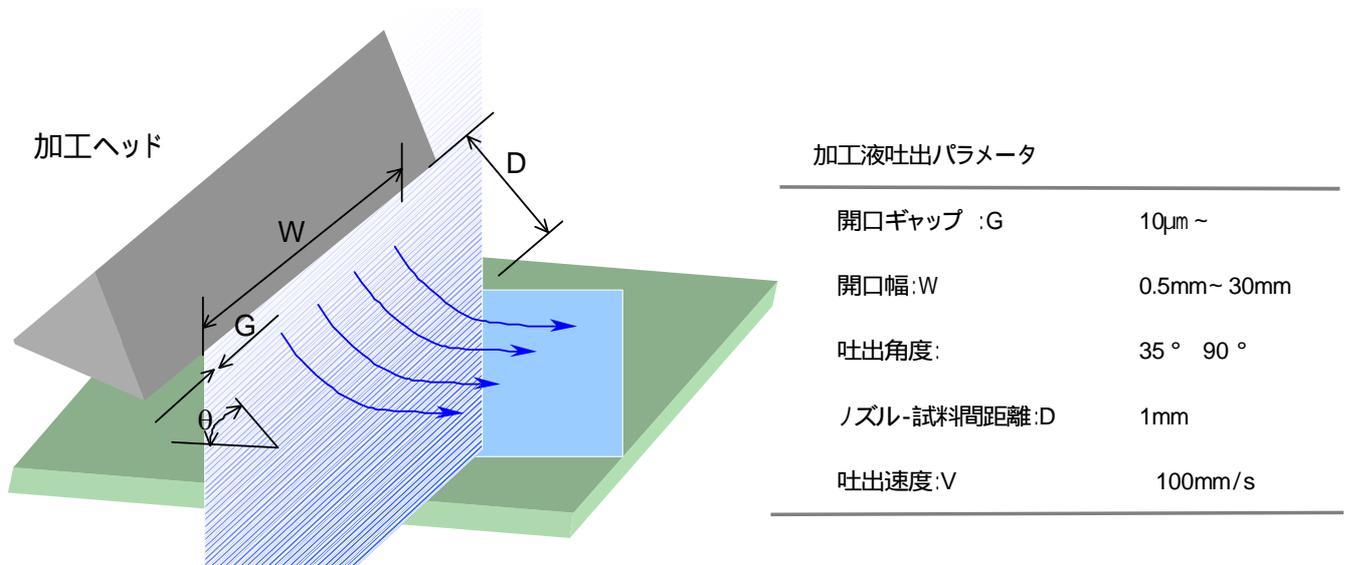


図3. ノズル吐出流れを利用した加工ヘッドの加工液吐出パラメーター

表 4 各パラメーターが加工特性に与える影響

パラメーター	加工特性に与える影響
微粒子の選択	
微粒子の材質	微粒子と加工物表面間の化学反応に対して強く影響し，加工速度が大幅に変化する．
微粒子の粒径	微粒子の加工物表面への供給，除去に対して，強く影響する．また，除去されるうねりの空間波長にも影響する．
微粒子の表面形状	加工後の表面の原子レベルにおける表面粗さに対して影響する．
加工液吐出条件	
平均吐出流速，吐出角度 ノズル 試料間距離	加工物表面への微粒子の到達量．到達した微粒子の持つ運動エネルギー，運動方向を決め，加工量，加工後の表面粗さに対して影響
ノズル開口ギャップ	吐出後の流れの中心領域における運動エネルギーの減衰に対して影響し，加工物表面上における流れの強さ，方向に対して影響する．その結果，加工量，加工後の表面粗さが変化する．

加工液吐出条件のうち，平均吐出流速とは背圧，流路長さ，開口ギャップで決まり，その時の流量を開口面積により割ったものである．加工特性に対しては，この平均吐出流速，ノズル-試料間距離，吐出角度は加工物表面上へ到達した時の微粒子の持つ運動エネルギーを決定し，また，加工表面上における流れの様子にも大きく影響すると考えられる．それゆえ，加工量，加工表面粗さについて最適な吐出条件を選択する必要がある．特に，ノズル開口ギャップはノズル吐出流れにおいて，流れの減衰に関して強く影響していることが報告されており，非常に重要なパラメーターである．

(2)気泡発生現象による吐出流速の限界

図 4 に基礎実験のために作製したノズルを示す．挟み込む箔により，開口ギャップ（流路のギャップ）を変化させることが可能である．図 5 に開口ギャップ 80 μm と 240 μm の時の背圧と吐出流量の関係を示す．また，図 6 に平均吐出流速と背圧の関係を示す．こうした流路における流れは矩形形状の流れであることが報告されている．粘性流と考えた場合、流量は粘性流のようなギャップに対して 3 乗には比例することになが、実際、平均吐出流速は全ての圧力において 240 μm 時の平均吐出流速は 80 μm 時の 1.3 ~ 1.4 倍にしかっていない．動圧から計算された流速と比較し、エネルギー損失を求める．流路内部で 240 μm の場合流路内におけるエネルギーは速度の二乗に比例すると考えると、例えば 15atm の場合は $38^2/54^2 = 0.495$ となり、80 μm の場合 $27^2/54^2 = 0.25$ となり、それぞれ、約 50%、約 75% のエネルギーが吐出されるまでに消費されていることがわかる．

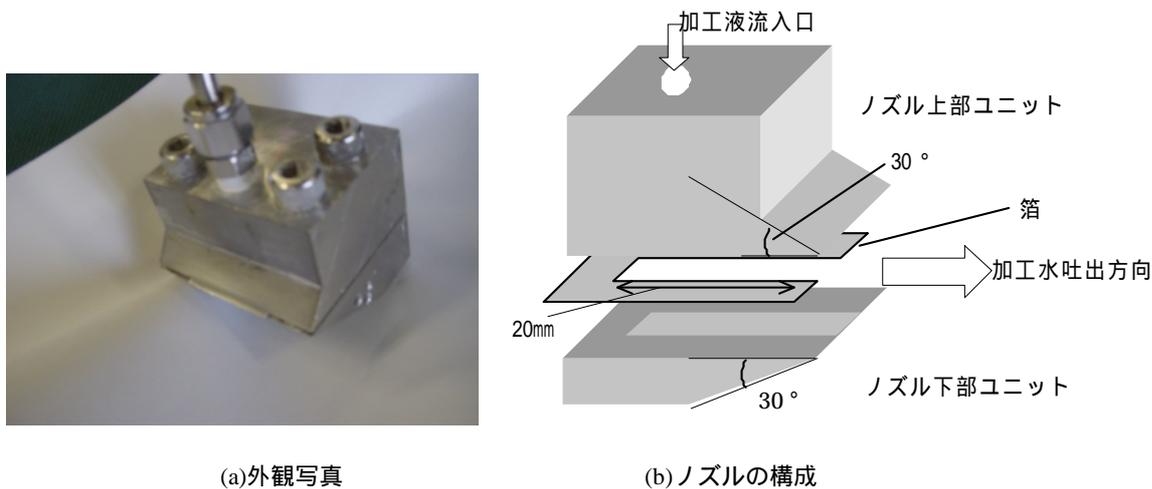


図4 作製したノズル型加工ヘッドの構成

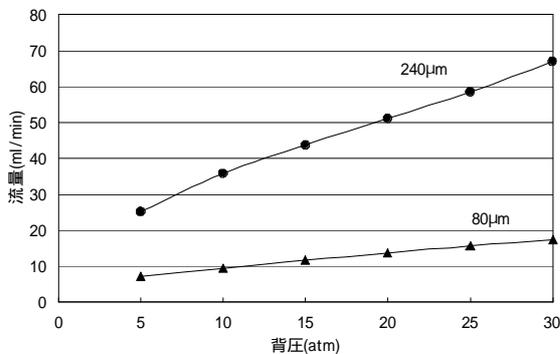


図5 作製した加工ヘッドにおける背圧-吐出流量特性

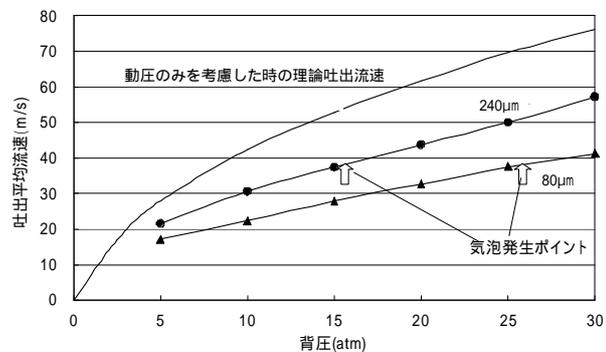


図6 作製した加工ヘッドにおける背圧-平均吐出流速特性

こうした結果は、流体力学では乱流現象によるものであると理解されているが、厳密に吐出流れの様子を知るためには、流体計算を厳密に行う必要がある。

吐出される流速は、背圧と流路の長さ、開口ギャップで決まるものであり、仮にノズルの流路長さが異なると、背圧と吐出される流速の関係は変わってしまうので、本研究においては、吐出される流れをほぼ矩形状として考え、以後、この平均吐出流速をパラメーターとしている。

また、流体中において高速で動いている流体と静止流体とが接触すると、その近傍において気泡が発生し、そのような状態では液中において連続性が損なわれ、流れが乱れると同時に、気泡が加工物表面上に衝突すると物理的破壊現象が起こる。ノズル型加工ヘッドの場合、気泡が発生する背圧(平均吐出流速)がその流体に与える限界の背圧(平均吐出流速)を決める。図の矢印は実際の加工液中(SiO_2 微粒子, 4vol%)における気泡の発生するポイントである。このように、開口ギャップが $80\ \mu\text{m}$ および $240\ \mu\text{m}$ の場合における気泡の発生する時の平均吐出流速が一致していることから、気泡発生現象が平均吐出流速に依存することがわかる。

気泡が発生する原因として、こうした高速流体と静止流体が接触している場においては激しい渦が発生していることが知られている。渦が発生すると、その中心近傍は遠心力により低圧になり、その圧力が蒸気圧以下になると液体が気化し、気泡が発生すると考えられる。

図7は渦による遠心力で発生する内部と外部の圧力差をモデル化したものである。

中心から半径 r_0 の円で囲まれた内部の圧力を P , 外部の圧力を P_0 とすると , 円周状において外向きの力の総和は

$$F = \int_{r_0}^r \rho l 2\pi dr \cdot r\omega^2 = \rho l 2\pi\omega^2 \int_{r_0}^r r^2 dr = \rho l 2\pi\omega^2 \cdot \frac{1}{3}(r^3 - r_0^3)$$

となる . 従って内部の圧力は断面積が $S = 2\pi r_0 l$ であるから

$$P = P_0 - \frac{F}{S} = P_0 - \frac{\rho l 2\pi\omega^2 \cdot \frac{1}{3}(r^3 - r_0^3)}{2\pi r_0 l} = P_0 - \rho\omega^2 \frac{1}{3r_0}(r^3 - r_0^3) = P_0 - \rho\left(\frac{v}{r}\right)^2 \cdot \frac{1}{3r_0}(r^3 - r_0^3)$$

$$= P_0 - \frac{\rho v^2}{3} \left\{ \frac{r}{r_0} - \left(\frac{r_0}{r}\right)^2 \right\} \quad [1.1]$$

となる . 図 8 に円周上における各流速時の r_0/r と発生する圧力差の関係を示す .

これより , わずか v が 10m/s であっても , 圧力差が 1 気圧における r_0/r は 0.5 となり , 渦による遠心力により内部と外部の圧力差が 1 気圧以上 , すなわち , 内部の圧力が蒸気圧以下の状態が液中で容易に存在すると考えられ , 定性的には , 気泡発生現象が液中における高速で回転する渦の発生が原因であるといえる . このことから , 作製した加工ヘッドは渦の発生を可能な限り抑制するために , ノズル先端部をテーパ状にしている .

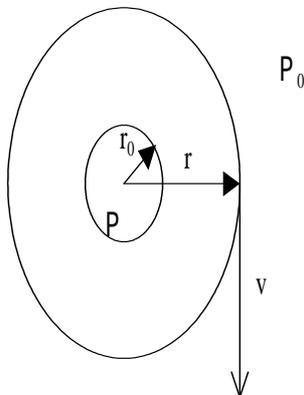


図 7 渦における負圧の発生

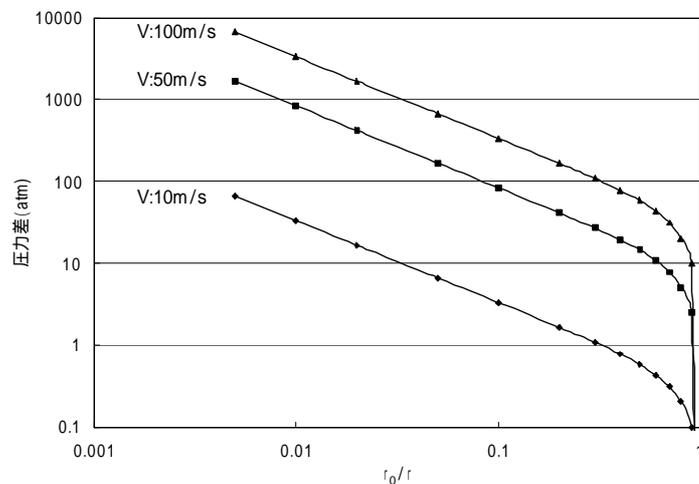


図 8 各流速における r_0/r と圧力差の関係

微粒子と加工物表面間の相互作用を考えると、微粒子表面の1点ではなく、ある程度の大きさの面積が同時に加工物表面と接触し、加工が行われていると考えるのが自然であることから、加工後の表面の原子レベルにおける粗さは微粒子の表面形状に強く依存する。

粒径は微粒子の加工物表面への供給と付着後の微粒子除去の特性に対して大きく影響する。なぜなら、粒径が異なると流体から与えられる運動エネルギーが大きく異なるため、また、付着した微粒子の除去に際しても、その容易さが大きく異なると考えられる。本研究では、微粒子材料としては様々な形状、粒径が容易に入手可能な SiO₂ を採用している。ここでは、その SiO₂ 微粒子の表面形状と加工特性の関係、および、微粒子の粒径と加工特性の関係について述べる

2-2-1-2-1 微粒子の粒径

(1) 粒径の重要性

EEM において、使用する微粒子の粒径は非常に重要なパラメーターである。その理由は、静止した微粒子の流体から与えられる力は半径の二乗に比例し、微粒子の質量も半径の3乗に比例するからである。EEM における微粒子の付着プロセスを考えた場合、微粒子は流れの流線からはずれ、加工表面に付着する。図9は微粒子が加工物表面上における付着プロセスを模式化したものである。すなわち、微粒子の質量が大きい場合、加工表面近傍において、流線が折れ曲がる箇所で微粒子が流線からはずれ、加工物表面に付着すると考えられる。また、付着後の微粒子をせん断流により除去する際、微粒子の粒径によりその取れやすさが大幅に変わってくる。また、加工表面の原子レベルの表面粗さを考えた場合、粒径の大きな微粒子の方が平坦性が向上すると考えられる。しかし、粒径が大きい場合、微粒子の持つ運動エネルギーは非常に大きくなり、加工条件によっては加工表面上に力学的ダメージを与える可能性があり、最適な加工条件の検討が必要となる。表2に微粒子の粒径に関する加工特性に対する影響をまとめる。

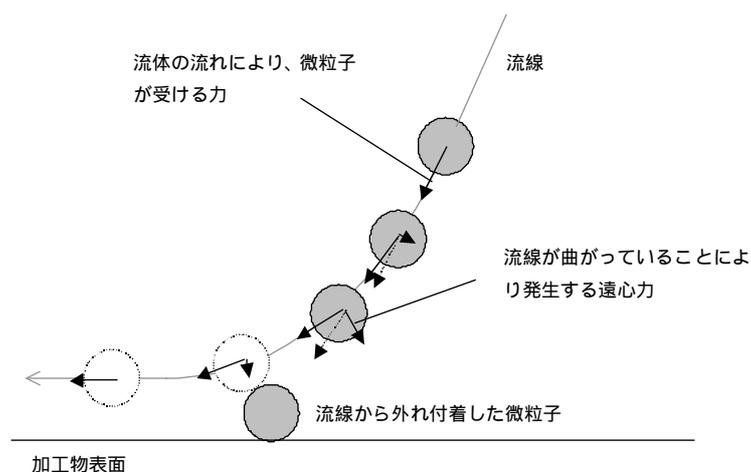


図9 加工物表面への微粒子の付着プロセス

表2 微粒子径の加工特性に及ぼす影響

	微粒子の粒径：大	微粒子の粒径：小
微粒子が流体から受ける力	大	小
微粒子の持つ運動エネルギー	大	小
加工物表面への付着確率	高い	低い
付着した微粒子の除去	容易	困難

(2) 粒径 0.2 μm および 2 μm の SiO_2 微粒子による加工特性の比較

次に、微粒子の粒径を変化させたときの EEM 加工特性について述べる。粒径が 2 μm 時における加工表面は前述したとおりであり、ここでは粒径 0.2 μm との比較検討を行っている。図 10 に粒径 0.2 μm の微粒子の TEM 像を示す。比較するために、粒径 2 μm の微粒子も混ぜ同時に測定を行っている。このように、0.2 μm の微粒子についても、粒径が整っていることがわかる。

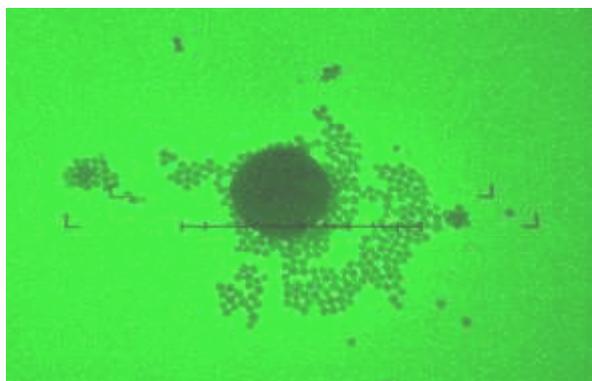


図 10 0.2 μm 球形微粒子と 2 μm

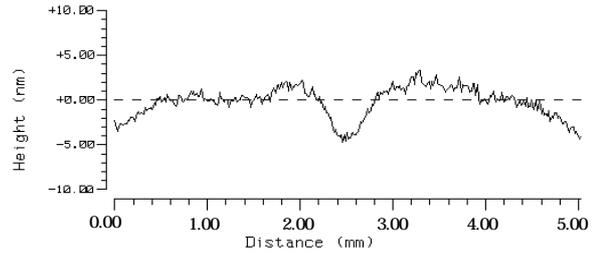
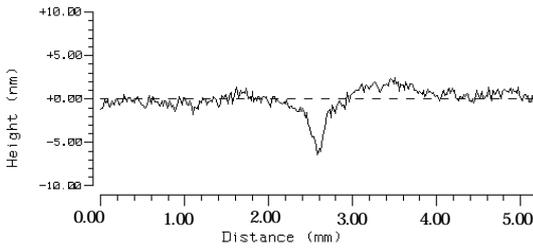
球形微粒子の TEM 像

表 3 粒径 0.2 μm および 2 μm によるスポット加工条件

微粒子	SiO_2 球形微粒子：粒径 2 μm , 0.2 μm
加工液濃度	1.0vol%
開口ギャップ	70 μm
開口幅	10mm
背圧(平均吐出流速)	15atm (27.8m/s)
吐出角度	35°
ノズル-試料間距離	0.8mm
加工時間	8時間(粒径 0.2 μm) , 1時間(粒径 2 μm)

7(nm)/480(min)=0.015(nm/min)

6(nm)/60(min)=0.1(nm/min)



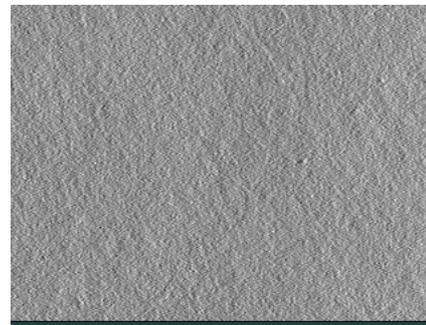
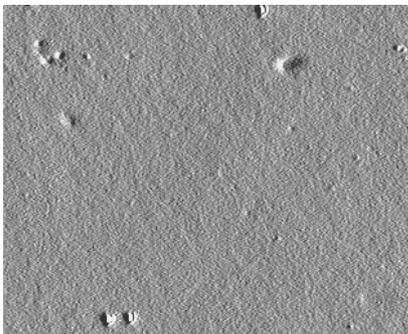
(加工深さ/加工時間 ; 0.015nm/min)

(加工深さ/加工時間 ; 0.1nm/min)

(a)粒径 0.2 μ m

(b)粒径 2 μ m

図 11 粒径 0.2 μ m 微粒子および粒径 2 μ m の球形微粒子によるスポット加工痕形状の比較



-1.00 (μm/mm) +1.00

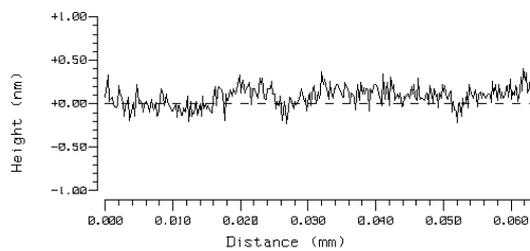
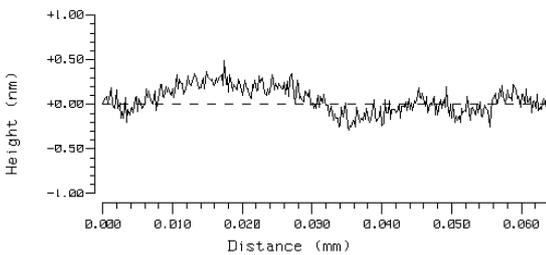
-1.00 (μm/mm) +1.00

表面スローププロファイル

表面スローププロファイル

(RMS:0.151nm , P-V:4.23nm)

(RMS:0.131nm , P-V:1.36nm)



断面プロファイル(a)粒径 0.2 μ m

断面プロファイル(b)粒径 2 μ m

図 12 粒径 0.2 μ m と粒径 2 μ m の球形微粒子による EEM 加工後の表面粗さの比較 (測定平均回数 16 回)

表 3 に評価のために行った実験条件を示す . この実験においては粒径 0.2 μ m の微粒子を使用した時の加工量が非常に少なかったため , ノズルを静止させ , 8 時間のスポット加工による評価を行っている . 比較のために 粒径 2 μ m の微粒子を用いた時の 1 時間のスポット加工を行った結果を載せる .

図 11 にスポット加工痕形状および、図 12 に加工痕の中の表面粗さを示す。以上の結果から、粒径 $2\ \mu\text{m}$ と $0.2\ \mu\text{m}$ の加工特性を比較すると、加工速度に関しては $2\ \mu\text{m}$ の粒径を用いた方が約 10 倍の加工速度であることがわかる。濃度が等しいので、加工液中には $0.2\ \mu\text{m}$ の方が微粒子の個数では約 1000 倍もの密度で存在することになり、トータルの表面積では非常に広く、もし、同じ確率で微粒子の供給除去がなされているなら、加工量は非常に大きくなると考えられる。しかし、実際は粒径 $0.2\ \mu\text{m}$ の方が加工速度が非常に遅い結果となった。また、表面粗さに関しては、 $0.2\ \mu\text{m}$ の方は微小な突起が存在していることがわかる。この理由は、粒径の小さい微粒子の場合、せん断流による除去が効率的になされていないことが原因といえる。すなわち、除去されない微粒子が堆積した場所はマスクとなり加工されず、ある確率でその堆積物は除去されるが、その間その部分は加工が進まず、加工後の表面に突起形状として残るものと考えられる。

したがって、EEM においては、高能率かつ平滑な表面粗さが得ることのできる粒径が大きい微粒子を選択する必要がある。

2-2-2 EEM 微小加工スポットノズルの開発

2-2-2-1 スポットノズルによる加工液、加工条件の検討

EEM 微小加工スポットノズルの開発に向け、2-2-1 のスリットノズルによる加工液、加工条件の検討結果をもとに加工液を選定し、各種加工条件（加工液の濃度、距離、加工圧、加工時間）の関係を見出した。

2-2-2-1-1 加工液に含まれる粉末微粒子の特徴

EEM 加工の加工精度を向上させるためには、ミラー製造工程の形状加工時の加工痕の微小化、すなわち加工ノズルの内径の微小化より加工分解能を向上させる必要がある。

本研究では従来使用していたものに加え 3 種類の粉末微粒子を新たに入手し、それらを懸濁した加工液の粘性や加工量の特性を分析した。実験に用いた粉末微粒子とその濃度は 8 種類である。

2-2-2-1-2 加工液に含まれる粉末微粒子による加工量の違い

4 種類の粉末微粒子を懸濁した加工液を準備し、これらの加工量の特性について検討した。2 種類のノズルの内径が異なる加工ノズルによる加工痕の深さを指標に、各粉末微粒子懸濁液の加工量の大小を比較した。

2-2-2-1-3 加工圧による加工量の違い

EEM 加工の加工量は加工液の流速に比例する。加工液の流速は加工圧に比して増加するが、加工液の濃度が濃くなると粘性が生じ加工圧に対して負の力として作用するため、加工量が加工圧に比して増加しない傾向が顕著になる。

2-2-2-1-4 粉末微粒子の濃度による加工量の違い

EEM 加工の加工量は加工液の粘性が低い場合、粉末微粒子の濃度に比例する。しかし加工液の濃度が濃くなると粘性が生じ、加工液の吐出圧に対して負の力として作用するため、加工液の流速が加工圧に比して増加せず加工量が粉末微粒子の濃度に比して増加しない。

2-2-2-2 EEM 微小加工パイプ型加工ノズルの開発

2-2-2-1 のパイプノズルによる加工液、加工条件の検討では各種加工条件(加工液の濃度、距離、加工圧、加工時間)の関係を把握した。この結果を元に微小スポット痕を発生できるパイプノズル及びその加工条件を検討した。

2-2-2-2-1 パイプ型加工ノズルの加工特性の解析

EEM 加工の加工精度を向上させるためには、ミラー製造工程の形状加工時の加工痕の微小化、すなわち加工ノズルの内径の微小化より加工分解能を向上させる必要がある。現在実現している最小の加工痕の 60%に縮小することを目標に掲げた。本研究では、加工痕の微小化を実現するために、穴の内径が従来より小さい内径のパイプ型加工ノズルを導入し実験に用いた。また、粉末微粒子により加工量が異なることを想定し、パイプ型加工ノズルに最適な粉末微粒子およびその濃度の選定作業も同時に行った。

実験の結果この結果、現在実現している最小の加工痕の 60%に縮小することに成功した。

2-2-2-2-2 考察

EEM 加工の加工精度を向上させるためには、ミラー製造工程の形状加工時の加工痕微小化、すなわち加工ノズルの内径の微小化より加工分解能を向上させる必要がある。本研究において穴の内径が従来より小さい内径のパイプ型加工ノズルの導入により、スポットの直径が従来の 60%程度まで小さい加工痕を実現することができた。(図 13 参照)

ノズルの内径を小さくすると加工量もその分減少する。内径が従来より小さいパイプ型加工ノズルを用いた実験では加工痕の深さが浅くなるが、微小内径のパイプ型加工ノズルの実用化までには加工量をいかに稼ぐかという点を解決しなければならない。

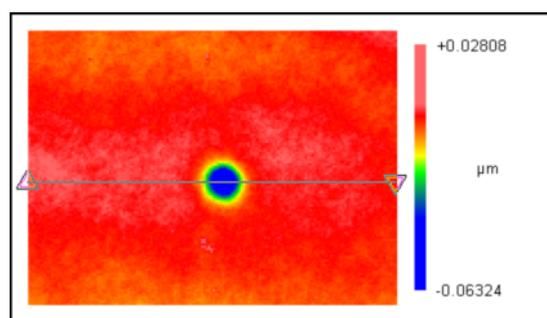


図 13.本研究で実施したパイプノズルによる加工痕

第3章 全体総括

3-1 まとめ

ジェイテックは大阪大学の従来の研磨技術の概念を変えた独自の超平坦化基盤技術（EEM，MSI及びRADSI）の技術移転を受け実用化に成功した放射光向けナノ集光ミラーにおいて、海外の競合メーカーに対する優位性を保持し、さらに国際競争力を向上させるためには、この超平坦化基盤技術を基にさらにスペックルのない高精度形状ミラーを実現するための加工、計測システムを構築していくことが必要不可欠である。

ジェイテックの特定ものづくり基盤技術の高度化を図るための特定研究開発（特定研究開発等計画の認定）は放射光施設向け X 線用ナノ形状用ミラーにおいてもものづくり基盤技術の高度化を目指し、高周波領域でバンプ、ピットのない加工形状精度を向上させ、さらに空間波長のより短い領域でのバンプやピットのない加工形状の微細化を図ることが目標である。

ところで加工形状精度を向上させ、加工形状の微細化を図るには、以下の3つの技術的課題により、現在の計測結果から加工予測することが難しく、加工誤差の大きな要因となっている。

高周波領域でのバンプ、ピットの解消（高精度化、更なる高周波対応）

現状の大阪大学の超平坦化技術での実績は実用レベルでは0.2mm程度の高周波領域までの加工実績しかなく、より高周波領域の対応を目指す場合、EEM ノズルの加工痕の微小化や EEM 加工装置の高精度位置決め機構などの更なる高精度化などが必須となる。

ミラー計測 加工間のサンプルセットの再現性

形状計測 EEM 加工を繰り返す場合、その都度ミラーセット作業を繰り返す必要があり、そのときのセット位置再現性が加工精度に影響する。

ミラー材料表面の酸素濃度むらによる加工速度の変化

ミラー製造では EEM 加工 形状計測を繰り返し行うが、ミラー加工時の Si 表面の酸素濃度むらは3次的に点在しており、加工の都度変化していく。しかし EEM 加工では酸素濃度により加工速度が影響し、計測データをもとにした加工データでは正確に加工できない要因となる。また加工表面の有機物の残留は加工ムラの原因となり、より高周波領域での加工精度を求めるには大きな問題となってくる。

本認定では上記問題点のうち および を解決するためにバンプ、ピットの測定を NC EEM 加工装置上で実施可能なミラー表面計測機能(干渉計)を備えたパイプノズル専用超高精度 EEM 加工装置を開発し、さらに を解決するためにミラーの洗浄の自動化をはかる予定である。

その中で本研究開発（平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業）では上記技術課題のうち、について、現状よりさらに高周波領域でのバンプ、ピットのない加工を目指し、パイプノズル専用超高精度 EEM 加工装置を開発し、目標の微小加工ノズルによる加工痕の微小化（150 μ m）に成功し、空間波長 0.1mm レベルの高周波領域までの加工の可能性の目処を立てた。

また本事業を通してナノ計測時の温度安定性が精度に大きく影響していることがわかり、計測室の恒温化及び測定プロトコルの開発も実施し、高精度化に寄与した。

3 - 2 研究開発後の課題

3 - 2 - 1 残された課題

今回の事業において のシリコン表面の酸素濃度むらはシリコン材料の製作条件(主にシリコンインゴット引き上げの速度)により大きく影響することがわかった。

そこで当初想定していた3つの課題は以下のように対応を変更する予定である。

高周波領域でのパンプ、ピットの解消

本事業では微小ノズルによる加工痕の微小化(150 μ m)を図り、空間波長 0.1mm レベルの高周波領域までの加工の可能性の目処を立てた。

来年度は予定通り、実際のミラーの試作を実施し、空間波長 0.1mm レベルの高周波領域までの加工が可能か実証する。

ミラー計測 加工間のサンプルセットの再現性

当初は EEM 加工装置に表面計測機能を付属し、計測および加工ごとに行うサンプルセットを解消し、再現性を向上させる予定であったが、酸素濃度むらの発生自体がシリコン材料の製作条件であるシリコンの引き上げ条件に大きく起因することがわかった。

そこで、EEM 加工装置に表面計測機能を付属することよりもまず酸素濃度むらの発生要因を解明することを優先することにした。そこでサンプルセットの再現性についてはセット位置再現性の優れたサンプルセット台を開発することにより対応する。

またミラー表面の有機物汚染などを解消するために洗浄機能も付属する予定であったが、有機物汚染が加工精度に影響し重要であるので、加工装置に付属するのではなく単独でミラー洗浄装置として開発する。

ミラー材料表面の酸素濃度むらによる加工速度の変化

酸素濃度むらはシリコン材料の製作条件であるシリコンの引き上げ条件に大きく起因することを見出した。そこでまずミラー材料表面の酸素濃度むらを解消するためにシリコン材料の製作条件によるシリコン材料の酸素濃度むらの調査及びその評価テストを実施することにした。

3 - 2 - 2 新しい課題

急峻な表面形状のミラー製造技術の開発

本事業を展開している上で、トロイダルミラー等現在の超平坦化基盤技術(EEM, MSI 及び RADS I)では製造することが困難な急峻な表面形状のミラーの需要が高くなり、其の製造に関する計測及び加工技術の開発が急務となった。

すなわち現在のナノ計測技術(MSI 及び RADS I)は干渉計を利用した計測方法であり、独自のステッチング機能により非球面形状も計測可能であるが、最近、新しい集光技術の研究や従来のミラーの高精度化の需要が活発になり、現在の RADS I では測定不可能な急峻な反射面形状のミラー(たとえば曲率が数m程度)の要求が多くなり、受注を断念せざるを得ないケースが急増し、新しい加工及び計測システムの構築が急務となってきた。

すなわち潜在市場の拡大化を図るために曲率数 m の急峻な反射面形状のミラーが計測可能な新しい計測装置を開発し、また回転球型 EEM 加工装置の改造を実施していく。

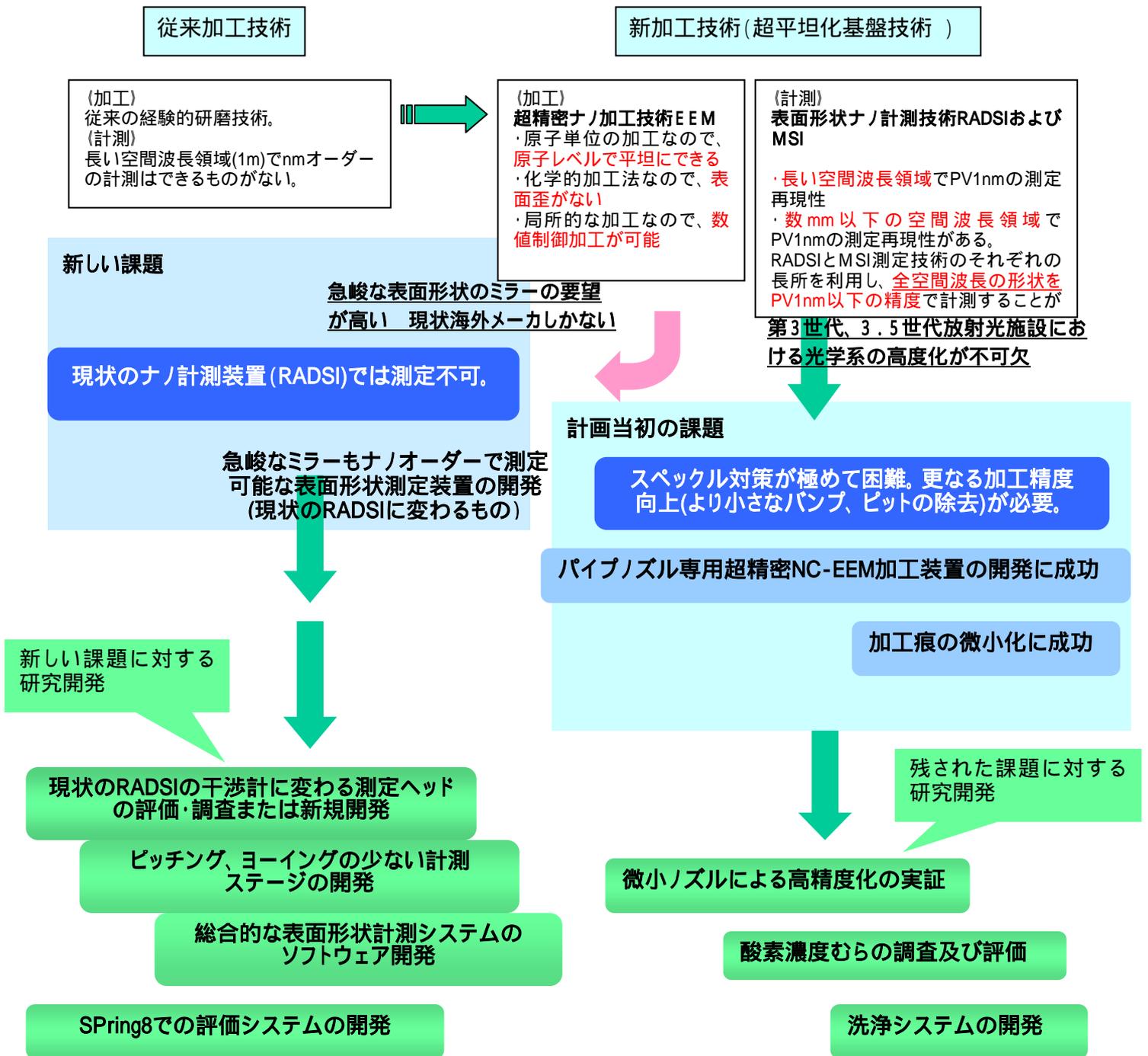


図 14 研究開発の状況

専門用語

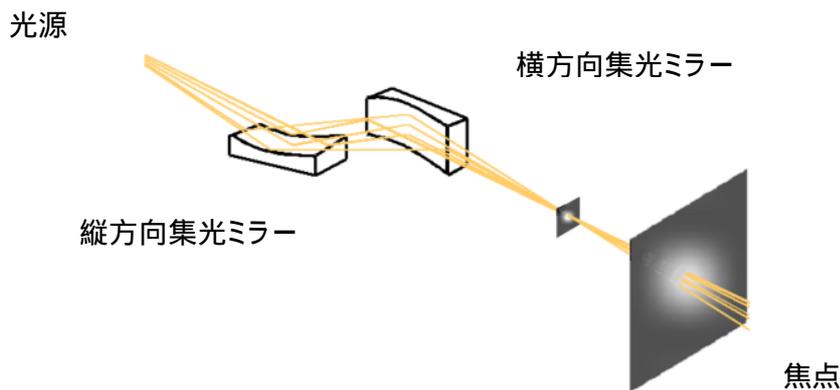
【放射光】

光速に近い高エネルギーの電子が、その進行方向を磁石などによって変えられた際に発生する電磁波を、放射光と呼び、1947年に初めて電子シンクロトロンで観測された。放射光は、電子のエネルギーが高く、その進む方向の変化が大きいのほどより絞られた明るい光となり、また、X線などの短い波長の光を含むようになる。

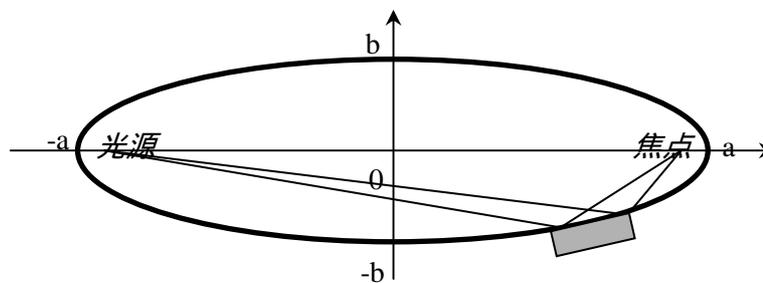
電子は負の電荷をもっているためその周りに電場をつくっている。高エネルギーの電子が磁場で曲げられると電子の周囲の光子が振り落とされて放出され、これが放射光となる。電子の進行方向を変えるために用いる磁石のタイプとしては、偏向電磁石と、特定の形に組み合わせた磁石（アンジュレータ、ウィグラー）の2種があり、それぞれ特徴ある放射光が得られる。

【KBミラー】

図Aに示すように、2枚の非球面ミラーを互いの鏡面法線が直交するように配置して、2次元的な結像をすることができる。この光学配置は Kirkpatrick と Baez の二人の頭文字をとって、KB (Kirkpatrick-Baez)型配置と呼ばれ、そのミラーをKBミラーという。この場合、図Bのようにそれぞれのミラーと光源及び焦点との位置関係より、タンジェンシャル焦点とサジタル焦点が一致するように、非球面ミラーの形状と斜入射角を決定することができます。



図A .Kirkpatrick-Baez(K-B)型光学系 (全反射と楕円の焦点の利用)



図B .光源、ミラー及び焦点の関係

【トロイダルミラー】

直行する2軸(水平方向と垂直方向)の曲率が異なる非球面ミラーで、回転軸中心をもったタル型かタイヤ型形状をしている。

点光源から出た発散光をほぼ1点に集光でき、一つのミラーで紫外から赤外までの幅広い波長域に対応できる非球面反射鏡である。従来から使用されている球面鏡と比較すると、非点収差を減らしてほぼ1点に集光することができる。分光器の集光素子や収差補正の目的で使われる。