

平成22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』

研究開発成果報告書

平成 23 年 9 月 30 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	1
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1-1-1 研究開発の背景	1
1-1-2 研究目的	3
1-1-3 研究目標	3
1-1-3-1 高周波領域でのバンプ、ピットの解消	3
1-1-3-2 ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性	4
1-1-3-3 軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築	4
1-2 研究体制	5
1-3 成果概要	6
1-3-1 高周波領域でのバンプ、ピットの解消	6
1-3-2 ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性	6
1-3-3 軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築	7
1-3-4 プロジェクトの管理、運営	8
1-4 当該研究開発の連絡窓口	8
第2章 本論	8
2-1 高周波領域でのバンプ、ピットの解消	8
2-1-1 パイプノズル専用超高精度NC-EEM加工装置を開発 (今までに取り組んだ研究開発)	8
2-1-2 EEM微小加工ノズルによるミラー作成、評価	8
2-2 ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性	9
2-2-1 サンプル台を試作 (今までに取り組んだ研究開発)	9
2-2-2 ミラー材料表面の酸素濃度むらの要因調査及び実証	9
2-2-2-1 要因調査	9
2-2-2-2 実証	9
2-2-3 ミラー洗浄装置の開発	10
2-2-3-1 装置の概要	10
2-2-3-2 設計、製作	10
2-2-3-3 評価	11
2-2-4 表面ナノ形状計測装置の開発	11
2-2-4-1 測定ヘッドの選定	11
2-2-4-2 表面ナノ形状計測装置の概要	12
2-2-4-3 設計、製作	12
2-2-4-4 評価	12
2-3 軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築	13
2-3-1 前処理加工装置(ローカルポリッシング装置)	13
2-3-1-1 装置の概要	13
2-3-1-2 設計、製作	13
2-3-1-3 評価	13
2-3-2 軟X線ミラーの製造技術の開発	14
2-3-2-1 軟X線全反射ミラーの設計	14
2-3-2-2 多層膜の設計	14
2-3-2-3 多層膜成膜チャンバーの開発	15
2-3-2-4 成膜パラメータの最適化	15
2-3-2-5 多層膜ミラーの作製	16
2-3-3 測定技術の相関評価	17
2-3-3-1 表面ナノ計測装置(RADS I及びMS I)との比較	17
2-3-4 軟X線用集光ミラー用集光装置による評価	17
2-3-4-1 At-wavelength計測法	17
2-3-4-2 硬X線集光実験	19
第3章 全体総括	19
3-1 まとめ	19
3-2 課題	21
3-2-1 残された課題	21
3-2-2 新しい課題	21
3-3 事業化展開	22
専門用語	22

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。

現在大型放射光施設などの硬X線集光においては、ゾーンプレートを用いた光学系がある。しかし、受光領域として $\phi 0.1\text{mm}$ 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ー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げられた。しかしながら、従来の研磨技術では要求される形状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を余儀なくされ、国内の放射光施設はもちろんのこと、世界の先端的放射光施設からも光学ミラーの高精度形状を実現する新しいナノ加工技術が望まれていた。

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超精密ナノ加工技術EEMを研究開発してきた。EEM加工は従来の切削加工のような工具(刃物)で被加工物を直接削るのではなく、粉末微粒子を吐出する加工ノズルがいわゆる工具の変わりとなり、化学作用を利用した原子レベルの形状ナノ加工技術で、加工面は従来の切削加工のような大きな機械的なひずみが発生しないのが特徴である。

さらに大阪大学では、長い空間波長領域を非球面形状でもナノメートルレベルで計測可能な表面形状ナノ計測技術(MSI及びRADSI)を開発し、EEM加工技術との組み合わせで 100mm 長の硬X線用KBナノ集光ミラー(高精度楕円ミラー)をナノメートルオーダーの形状精度で製作し、理化学研究所(SPring-8)との共同研究で硬X線を回折限界である世界最小径に集光することに成功した。

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た。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おり、特に最近生命科学や環境科学の分野では、X線顕微鏡がナノスケール分析に不可欠な顕微法と位置付けられ、『真の応用展開』への期待が急速に高まっている。

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、このKBナノ集光ミラーの実用化に成功しており、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、ジェイテックではこの超精密ナノ加工技術EEM及び表面形状ナノ計測技術(MSI、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、放射光用高精度形状の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、実績を上げている。現在ジェイテックではこの KB ナノ集光ミラーは『OSAKA Mirror』として商標登録して販売している。

さらに日本の国家基幹技術にも位置付けられている第4世代放射光：X線自由電子レーザー(XFEL)が2011年 Spring-8 に完成し(SACLA)、今年度末から供用開始が予定されている。これによって、結晶化を必要としない究極の解析法である単分子による分子解析や、強光子場を利用したX線領域の非線形光子など、新たな学問領域が拓かれるもの期待されている。特にタンパク質の構造解析では、創薬のために極めて重要でありながら結晶化できない膜タンパク質の構造を単一分子の状態で解き明かせる可能性がある(生体は3~4万のタンパク質で構成され、そのうち膜タンパク質は約30%を占め、市販薬の半数以上は膜タンパク質をターゲットにしている)。またX線非線形光学では、ノーベル賞を受賞したシュビンガーが、場の理論を構築する際に予想したシュビンガーリミットにおける真空の崩壊(真空からの粒子・反粒子対の生成)の実証が視野に入ったとされる。しかし真に高度な利用研究分野を開拓するには、このXFELの集光技術の確立が急務とされており、本KBナノ集光ミラーの更なる高度化が期待されている。

—当該分野の研究開発動向—

放射光施設においてビームラインの下流で使われる集光ミラー以外にもビームラインの川中、川上でも計測用途に応じた光のサイズやエネルギーを切り出すために様々な形状の放射光用ミラーが設置されている。X線領域では反射率の点から表面にすれすれに光を入射し、反射する斜入射光学系が必要なため、ミラー長は0.5m程度と長くなり、しかも表面粗さや表面形状としてナノオーダーの超高精度が要求されている。しかしながら大きさ、表面粗さ、表面形状のすべての仕様を満足するミラーは入手不可能で、いずれかの仕様を妥協しても、海外の限られた数社のメーカーや研究機関による特注品しかないのが現状である。その理由としては、従来の経験的研磨技術の延長ではナノ形状精度を実現するには限界があり、理想的な形状に作り込むことができず、加えて現在表面形状計測技術の開発も途上であったためと考えられる。そこでジェイテックではこの大型放射光用ミラーにおいても実用化に成功し、海外の競合メーカーと比べ精度ばかりでなく納期の点においても優位性を誇っている。

ところで今日 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、さらに設計入射角度も大きくなってきている。しかし設計入射角が大きいほど、ミラー表面のバンプ(凸形状)やピット(凹形状)などの欠点が反射強度分布上のスペックルに大きく影響し、コヒーレントを保存するためのスペック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、これまで以上に加工、計測技術の高度化が要求されている。

また次世代スーパーコンピュータと並び日本の国家基幹技術の1つである『X線自由電子レーザー』の光学系を実現するためには、500mm レベルという長い形状で形状精度 PV1nm という非球面ミラーが必要不可欠であるといわれている。

そこで硬X線領域において、海外メーカーでは本ミラーのようなKBミラー(非球面形状ミラー)の

製造に関する技術はイオンビームなどを使った加工法など積極的に研究開発されているが、当社が実現できる形状精度より1桁以上悪く(当社の形状精度PV1nmに対して、イオンビームはせいぜいPV50nm程度)、当社が技術的優位性を保持している。しかし海外メーカーもこの放射光利用産業の高度化の需要に応えるために研究開発は活発に進められている。

このような海外も含めた技術的動向のなかジェイテックではユーザーニーズに応えるため、また海外メーカーに対して、硬X線用KB集光ミラーの技術的優位性を保持するために、ミラーの加工表面形状の更なる高精度化を目指し、加工技術の高度化を進めていかなければならない。

また最近放射光施設において軟X線領域でのKB集光ミラーでも高度化の需要が高まってきているが、軟X線の場合の入射角は、硬X線より大きく、反射面の傾斜が急峻な場合が多い。ところが現在の表面形状ナノ計測技術RADSIでは干渉計を使い、基準平面ミラーと比較しながらスティッチング機能により、曲率のあるミラー全長にわたり低周波領域で高精度に測定することを実現しているが、曲率半径が約30m以下の軟X線用ミラーだと干渉縞が検出できず測定できない。すなわちいくらEEMによってナノ加工を実施しても、従来の計測装置で計測し形状を確認するしかなく、ナノメートルレベルの表面形状精度を保証することができず、受注できないのが現状である。

1-1-2 研究目的

ジェイテックでは従来の切削加工をはじめとする加工技術では製作することが不可能であった放射光用X線ミラーに要求される高精度表面形状の光学ミラーを大阪大学の従来の切削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。しかし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もとにさらにスペckルノイズの発生しない超高精度形状ミラーを実現するためにナノ加工及び計測技術の高精度化が必要不可欠である。

また大阪大学が開発した表面形状ナノ計測技術RADSIは干渉計を使い、基準平面ミラーと比較をしながらスティッチング機能により、曲率のあるミラーでもミラー表面形状をナノメートル精度で測定することを実現している。しかしさらに設計入射角が大きいと曲率も大きくなり、干渉縞が認識できずRADSIでは測定が困難になる。たとえば放射光施設で従来からよく使われる軟X線用ミラーやトロイダルミラー(直行する2軸の曲率が異なる非球面ミラー)などは表面が急峻なため現在の表面形状ナノ計測技術RADSIでは測定不可能で、ミラー製作が困難であった。

すなわちミラー形状精度では世界トップレベルでありながら、放射光施設で要求されるすべてのミラー形状に対して加工対応できず、市場対象が制約されているのが現状であった。

そこで本研究開発ではこの超平坦化基盤技術(EEM, MSI及びRADSI)をもとに、従来の放射光用ミラーの表面加工形状精度を飛躍的に向上させ、放射光用X線ミラーにおいて空間波長のさらに短い領域でのナノメートルレベルのバンプやピットのない加工形状の微細化をはかりスペckルノイズの発生しない超高精度形状ミラーを実現する。さらに従来加工できなかった軟X線用ミラーのように表面形状が急峻なミラーの加工に関してもRADSIに変わる新しい表面形状ナノ計測装置等を開発し、軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムを構築することにより、放射光施設で使われる軟X線～硬X線用のミラーまでほとんどの波長(エネルギー)領域で超高精度ナノ加工技術を確立する。

1-1-3 研究目標

本研究開発では放射光用ミラーの形状精度の高精度化を目指し、以下の目標を設定した。

1-1-3-1 高周波領域でのバンプ、ピットの解消

現状の大阪大学の超精密ナノ加工技術NC-EEMはナノメートルオーダーの形状加工が可能で

あるが、実用レベルで形状加工できる空間波長は 0.2mm 程度が限界である。そこでより小さな空間波長（高周波領域）におけるナノメートルレベルのバンプ、ピットの修正加工を目指すには、EEM 加工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要不可欠となる。

そこで上記問題点を解決するために超高精度位置決め NC—EEM 加工装置を開発し、さらに極小加工ノズルを開発し、NC—EEM 加工の加工痕の微小化(直径 150 μ m)に成功した。本研究開発では今までの研究成果で得られた極小加工ノズルを用いて、実際のミラーサンプルで 0.1mm の空間波長（高周波領域）までナノメートルレベルの形状精度の加工が可能か実証する。これにより R—EEM により 0.1mm 以下の高周波領域は加工可能であるので、ほぼ全周波数領域においてナノレベルの加工が可能となる。

1-1-3-2 ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性

ミラー製造工程での形状加工は形状計測と NC—EEM 加工を繰り返して実施するが、ミラーサンプルセット時の加工開始位置の再現性、またミラー加工時の Si 表面の酸素濃度ムラ、ミラー表面の有機物汚染など、NC—EEM 加工時の形状誤差を発生させる要因がある。そこで今までに形状計測及び加工時のサンプルセットの再現性を調査し、サンプルが損傷せずに繰り返し再現性の優れたセット方法を検討し、実際にサンプル台を試作、サンプルセットの繰り返し再現性を確認した。

そこで本研究開発ではミラー材料である単結晶 Si 材料製造時の加工条件(単結晶引上げ条件など)などの要因を調査し、材料の製造段階で酸素濃度むらの発生を抑える条件を調査した。本研究開発では見出した加工条件で Si 材料の引上げ加工を実施し、その材料で酸素濃度むらなどによる加工むら（点、スジ状等）が顕在化しないか確認する。

さらに加工物表面に残留する有機物汚染に関しては効率よく確実に除去できる洗浄ノズルを付属した洗浄装置を開発し、実証する。

また従来の大阪大学が開発した表面形状ナノ計測技術 RADSI では不可能であった軟 X 線ミラーのように曲率の大きい傾斜面（急峻な面）でもナノメートルオーダーの計測精度を実現する表面形状ナノ計測装置を開発する。現状の表面形状ナノ計測技術 RADSI で測定可能な曲率半径約 30m に対して約 2m 以下まで測定可能であることを目標とする。

以上の研究開発により、従来の放射光用ミラーの表面加工形状精度を飛躍的に向上させ、放射光用 X 線ミラーにおいて空間波長のさらに短い領域でのナノメートルレベルのバンプやピットのない加工形状の微細化をはかりスペックルノイズの発生しない超高精度形状ミラーを実現する。さらに従来加工できなかった軟 X 線用ミラーに関しても RADSI に変わる新しい表面形状ナノ計測装置等を開発することにより、形状計測が可能となり、放射光施設で使われる軟 X 線から硬 X 線までのほとんどの波長(エネルギー)領域で超高精度なミラーが加工可能となる。

1-1-3-3 軟 X 線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築

軟 X 線ミラーのように表面形状が急峻なミラーの表面ナノ形状加工システムを構築するには、本研究開発で開発する新しい表面ナノ形状測定装置や洗浄装置のほか、また加工においてもさらに急峻な非球面形状を加工するには前処理加工法の確立等が必要不可欠である。

そこで本研究開発ではさらに今回開発する表面ナノ形状計測装置の曲率限界(約 2m)まで加工可能な前処理装置(ローカルポリッシング加工)を開発し、軟 X 線ミラー用表面ナノ形状加工システムを構築する。

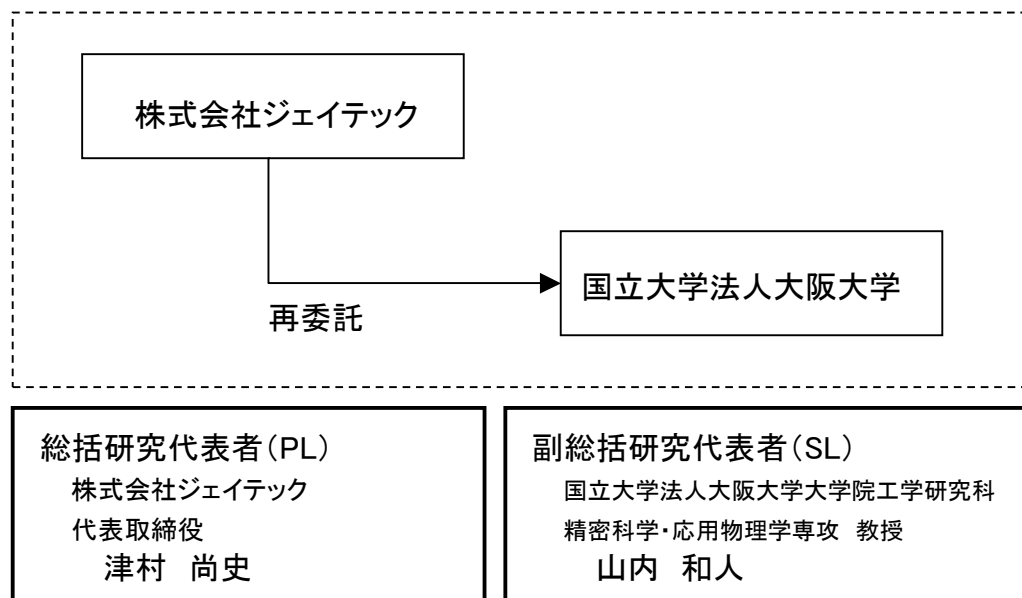
本研究開発では、軟 X 線全反射集光ミラーを評価する為に、例えば SPring-8 ではこの本ミラーを高精度に評価できる軟 X 線ビームラインはほとんどない。そこで SPring-8 にある大阪大学がこれまで開発してきた実験装置や手法をそのまま利用し、そこで硬 X 線を集光し、ここで得られた集光強度プロファイルを用いて波面誤差を算出することができる At-wavelength 計測法を確立することで、作製した軟 X 線全反射ミラー上の形状誤差を決定できる技術の開発を目指し、実際の評価用軟 X 線用ミラーを製作し、硬 X 線でミラー集光特性の評価を行い、本軟 X 線ミラー用表面ナノ形状加工システムの有効性を実証する。

本研究開発では表 1 のスケジュールで研究目標の達成を目指した。

表 1. 研究開発スケジュール (テーマ:放射光用ミラーに関する加工技術の高精度化)

実施内容	2月	3月	4月	5月	6月	7月	8月	9月
①高周波領域でのバンブ、ピットの解消 ①-2: EEM微小加工ノズルによるミラー作成、評価	●	→						
②ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性 ②-2: ミラー材料表面の酸素濃度むらの要因調査及び実証。 ②-3: ミラー洗浄装置の開発 ②-4: 表面形状ナノ計測装置の開発	●	→						
③軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築 ③-1: 表面ナノ形状加工装置の開発 ③-2: 軟X線ミラーの製造技術の開発 ③-3: 測定技術の相関評価 ③-4: 軟X線用集光ミラー用集光装置による評価	●	→	→	→	→	→	→	→
④プロジェクトの管理・運営 ・EEM加工微細化検討委員会の開催 報告書作成	○			○			○	○

1-2 研究体制



1-3 成果概要

本研究開発は下記の各研究項目に対して 表 1 の研究開発スケジュールどおりに遅延なく、それぞれ目標を超える成果を得ることができた。すなわち大阪大学の超平坦化基盤技術(EEM, MSI 及び RADSİ)をもとに、従来の放射光用ミラーの表面加工形状精度を飛躍的に向上させ、放射光用 X 線ミラーにおいて空間波長のさらに短い領域でのナノメートルレベルのバンプやピットの無い加工形状の微細化をはかりスペックルノイズの発生しない超高精度形状ミラーを実現した。さらに従来加工できなかった軟 X 線用ミラーに関しても RADSİ に変わる新しい表面形状ナノ計測装置等を開発することにより、放射光施設で使われる軟 X 線～硬 X 線用のミラーまでほとんどの波長(エネルギー)領域で超高精度ナノ加工技術を確立することができた。

1-3-1 高周波領域でのバンプ、ピットの解消

(1) EEM 微小加工ノズルによるミラー作製、評価 (株式会社ジェイテック)

前回試作開発した極小加工ノズルを用いて、実際のミラー (400L) を作製し、サンプルで 0.1mm レベルの高周波領域までの加工が可能であることを検証した。

1-3-2 ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性

(1) ミラー材料表面の酸素濃度むらの要因調査及び実証 (株式会社ジェイテック)

単結晶 Si 材料製造時の加工条件(単結晶引上げ条件)が安定している箇所を限定して材料取りを実施し、EEM 加工段階で酸素濃度むらなどによる加工むら (点、スジ状等) が顕在化しないか確認した。

(2) ミラー洗浄装置の開発 (株式会社ジェイテック)

メガソニックを使ったライン洗浄方式による洗浄方式により異物微粒子の再付着を防いだ洗浄装置を試作し、有機汚染物の除去効果を検証した。

(3) 表面形状ナノ計測装置の開発

(設計・製作：株式会社ジェイテック、技術指導：国立大学法人大阪大学)

従来の干渉計による表面ナノ形状装置 (RADSİ) に代わり、測定表面形状の急峻な面でも測定可能な共焦点光学を採用した新しい表面形状ナノ計測装置の試作開発した(写真 1 参照)。Z 軸を付属したヘッドが X 軸 (測定ミラーに対して長手方向) 方向に動作するガントリ構造で、測定ミラーをセットする測定ステージが Y 軸に動作して計測を行う。

試運転調整を実施し、測定プロトコルの開発修正等により、最大曲率半径 0.6m の急峻な形状のミラーの測定を実現した。この結果目標の曲率 2m を超える形状まで測定することができた。

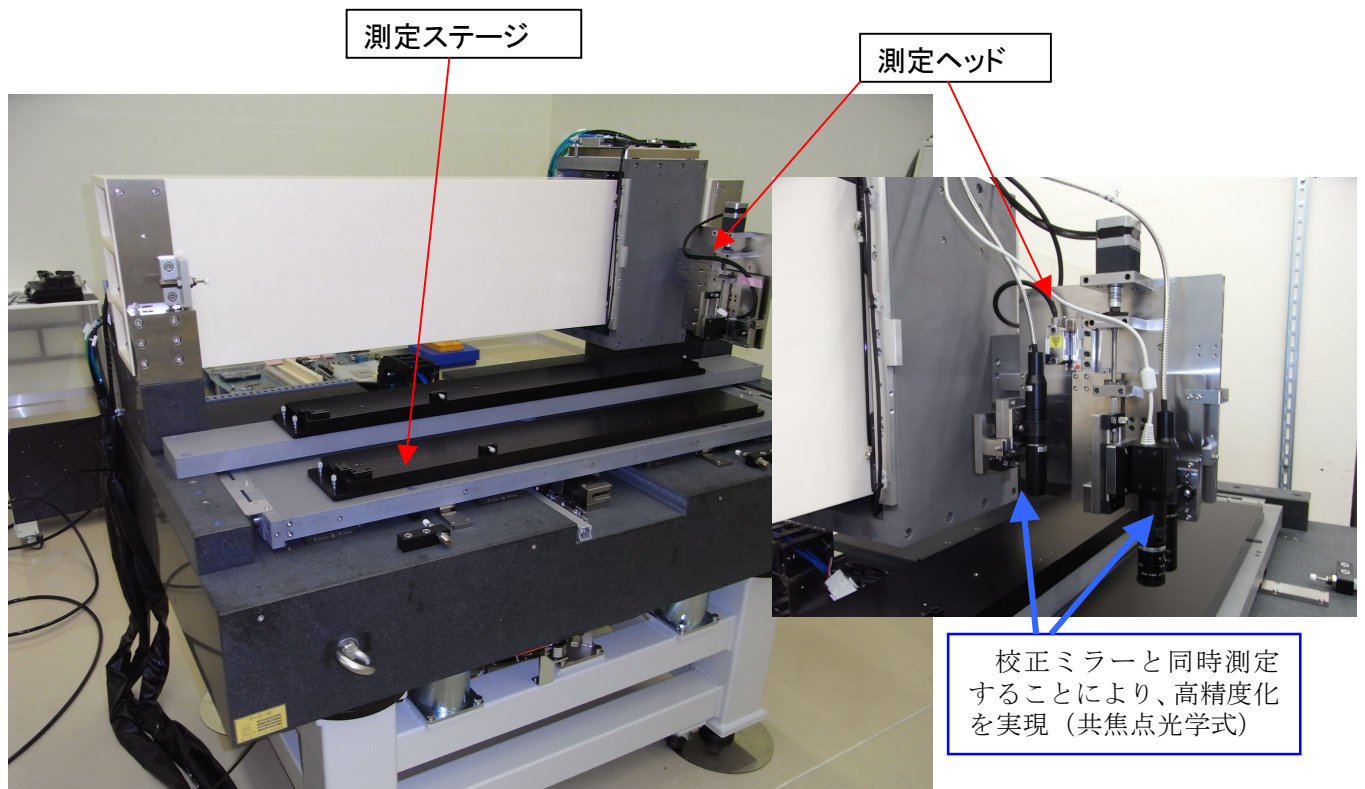


写真1. 表面形状ナノ計測装置

1-3-3 軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築

(1) 表面ナノ形状加工前処理装置の開発（株式会社ジェイテック）

ミラーの曲率限界（約 2m）まで加工可能な前処理装置の開発が有効であると考え、ローカルポリッシングによる表面前加工装置を試作し、シリコン及び合成石英の2種類の素材における加工条件を見出した。

(2) 軟X線ミラーの製造技術の開発（国立大学法人大阪大学）

軟X線全反射ミラーの設計をし、この表面形状の急峻な放射光用ミラーを多層膜形成の後、硬X線ビームラインでat-wavelength評価するために必要な多層膜の設計を実施した。

また軟X線ミラーの評価のために多層膜成膜チャンバーを試作し、多層膜成膜装置を完成させた。そこで表面形状ナノ計測装置の試運転調整と並行して、阪大では評価用のミラーを作製し、これにテスト成膜を行い、膜厚など精度確認した。

(3) 軟X線用集光ミラー用集光装置による評価（株式会社ジェイテック）

非球面ミラーを用いて、表面形状ナノ計測装置と既設の表面ナノ計測装置（RADSI 及び MSI）との比較データを取り、データの相関評価を実施した。その結果、相関誤差は約±100nmであった。

(4) 軟X線用集光ミラー用集光装置による評価（国立大学法人大阪大学）

SPring-8にある大阪大学がこれまで開発してきた実験装置や手法をそのまま利用し、そこで硬X線を集光し、ここで得られた集光強度プロファイルを用いて波面誤差を算出することができるAt-wavelength計測法を確立することで、作製した軟X線全反射ミラー上の形状誤差を決定できる

技術の開発に成功した。すなわち SPring-8 1km 長尺ビームラインにて 20keV の X 線で At-wavelength 計測を実施し、楕円ミラー上に存在する 2nm p-v の形状誤差を決定することができた。また再現性を確認したところ、約 0.5nm の精度で一致していることを確認した。

この結果今回試作した多層膜成膜装置を用いて多層膜コーティングをした軟 X 線ミラーが SPring-8 の硬 X 線ビームラインで反射可能となり、At-wavelength 評価により集光することができ、ミラー表面形状が設計どおりできていることを評価し、その有用性を確認することができた。また高精度軟 X 線ミラーが作製可能であることを実施し、本軟 X 線ミラー用表面ナノ形状加工システムの有効性を実証することができた。

1-3-4 プロジェクトの管理・運営

下記の日時に大阪大学と当プロジェクト関連の検討会（EEM加工微細化検討委員会）を開催した。

1. 2011/2/21 18:00~20:00（於、大阪大学）
2. 2011/5/31 18:00~20:00（於、大阪大学）ジェイテック、大阪大学
3. 2011/8/10 17:00~19:00（於、ジェイテック開発センター）
4. 2011/9/5 18:00~20:00（於、大阪大学）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 高周波領域でのバンプ、ピットの解消

2-1-1 パイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置を開発

（今までに取り組んだ研究開発）

従来のパイプノズル用 EEM 加工装置を基に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、新しいパイプノズル専用超高精度 NC-EEM 加工装置を開発した。

2-1-2 EEM微小加工ノズルによるミラー作製、評価

本研究開発では 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。本研究では今までに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。

その加工条件のもと微小加工ノズルを開発し、加工痕の微小化に成功し、従来と比べて高周波領域までの加工の可能性に目処を立てた。

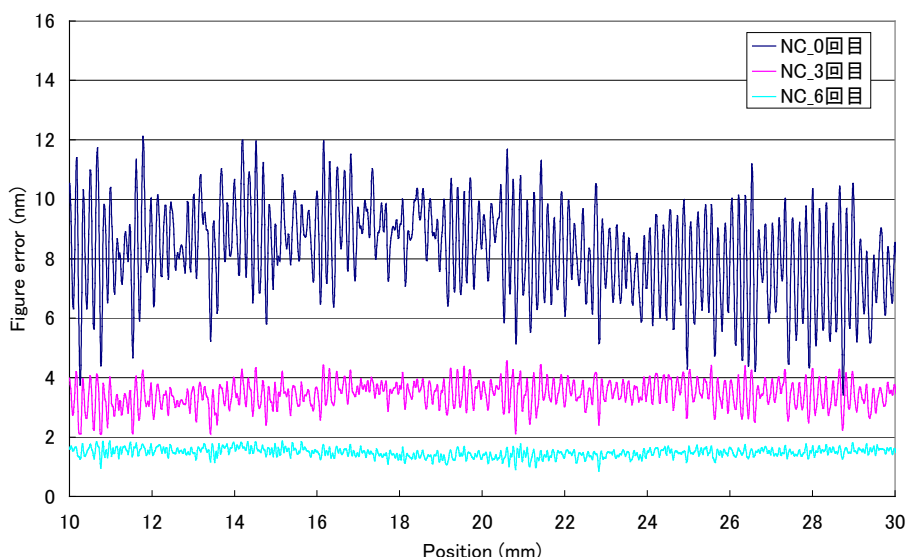


図 1. 370mm ミラーの形状誤差推移(高周波成分)

2-2 ミラー計測—加工間のサンプルセットの再現性

2-2-1 サンプル台を試作

(今までに取り組んでいる研究開発)

ミラーの製作においては加工と計測を繰り返して目標の形状に作り込む。その上で重要なことは計測および加工位置の位置決め再現性である。再現性が悪いと計測時と加工時の相関的なミラーの位置の精度が悪く、高精度なミラーの形状加工ができない。

そこでのような位置再現性のとれる加工用のサンプルホルダ、計測用のステージの試作開発を実施した。

2-2-2 ミラー材料表面の酸素濃度むらの要因調査及び実証

EEM 加工は固体表面間の化学反応を利用した超精密ナノ加工技術である。化学反応であるために、加工対象物の表面に濃度分布(酸素、ドーパント、シリコン粗密など)があると加工むらが生じてしまう。つまり、ミラー材料に使われる単結晶シリコンは、インゴット材料製造時の引上げ条件(引上げ速度、るつぼ回転数、温度、雰囲気など)により各種結晶欠陥や酸素濃度分布などが強く生じることで、EEM 加工液の微粒子が加工物表面に作用し易い部分と相対的に作用し難い部分ができ、加工むらが生じることになるのである。

2-2-2-1 要因調査

上述したように単結晶シリコンを EEM 加工したとき、加工むらが発生する場合がある。この要因は EEM 加工が化学反応を利用した加工方法であることから、シリコン結晶の均一性に問題があるためと思われる。酸素やドーパントの濃度分布が不均一であると縞状に、欠陥等であると点状のものになると思われる。これらはインゴット製造時の引上げ条件に起因することになるが、ここでは引上げ速度に着目した。引上げ速度の分布より引上げ速度がシリコン基板に何らかの影響を及ぼしていると考えられ、引上げ速度が速い部分では欠陥が生じ、急激な速度低下の部分で成長縞が顕著に現われ、その後ほぼ一定速度の部分では結晶が均一で安定していると推察される。

2-2-2-2 実証

本研究ではインゴット製造時の引上げ速度を一定にしてシリコン基板の製作を行った。図 2 に引上

げ速度を一定にして製作したシリコン基板の EEM 加工の結果を示す。図にあるように加工むらが生じておらず、引上げ速度を一定速度にすることにより EEM 加工に問題のないレベルで結晶性を均一にすることができた。これにより、加工むらが生じないため仕上げが容易になり、時間短縮を図ることができた。

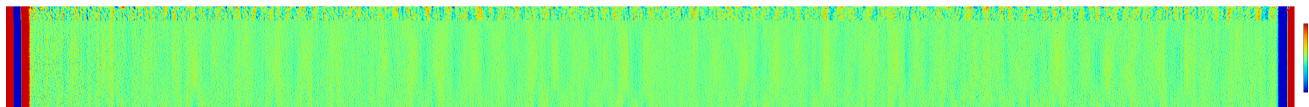


図 2. 引上げ速度を一定にしたシリコン基板を EEM 加工したときの表面

2-2-3 ミラー洗浄装置の開発

2-2-3-1 装置の概要

EEM 加工後のミラー加工表面に異物微粒子や原子分子レベルの金属汚染などが残留すれば、加工表面のバンプやピットの発生の原因になる。そこで効率よく確実に除去できる洗浄ノズルを付属した洗浄装置を開発し、実証する。

洗浄ノズルは加工液中での加工後、ミラー表面に残留する有機物汚染に関して効率よく確実に除去するために超音波（メガソニック）によるアシストを採用した。また再付着を解消する為にライン洗浄方式の洗浄装置を開発する。

超純水にメガヘルツの高周波を加えることで加速された水の粒子がミラーにぶつかり、その衝撃によりミラーからサブミクロンの微粒子を剥離させる（洗浄する）。周波数が高ければ高いほど効果があり、付着力の弱い非常に微細な微粒子の剥離に有効である。

加速度は周波数の倍数の 2 乗に比例して大きくなり、波長も小さくなって、より微細な微粒子に対して有効である。この周波数帯ではキャビテーションは発生せず、ミラー表面にダメージを与えることはない。

また、洗浄と同時に N₂ ブローを行うことでウォーターマークが残ることもない。

2-2-3-2 設計、製作

本ミラー洗浄装置は写真 3 のようにスライダユニット、洗浄槽、超音波発振器、純水供給/排水タンク、送液ポンプ、洗浄ヘッド（振動子ホーン、N₂ ブローノズル）、制御ユニットで構成されている。

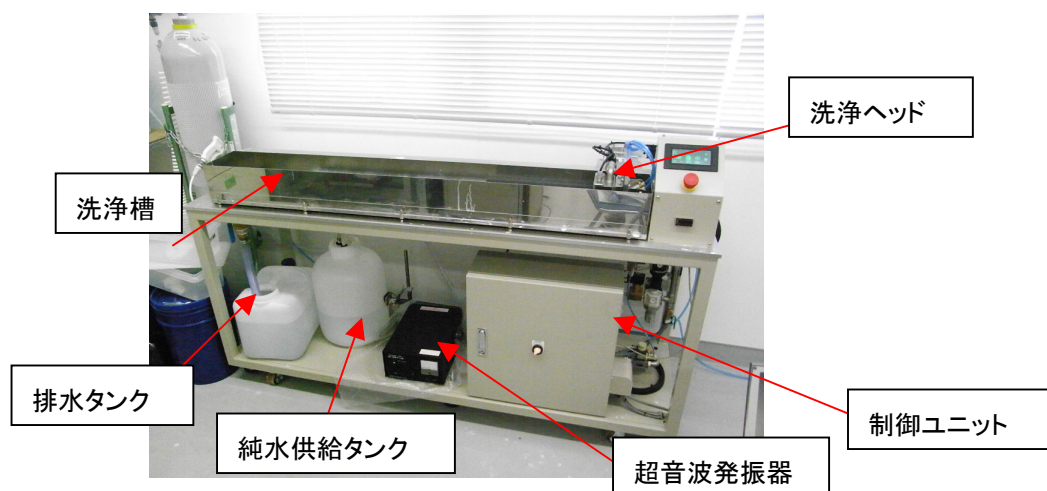


写真 2. ミラー洗浄装置

EEM 加工の終了したミラーを洗浄槽内の所定の位置にセットし、ミラー長さに対応したスタート SW を選択し、スタートすれば洗浄ヘッドが動作し、洗浄と N₂ ブローまで自動で行う。

洗浄ヘッドには振動子ホーンと N₂ブローノズルが取り付けられており、振動子ホーンよりライン状に吐出する加速された水の粒子の超純水がミラーを洗浄する。洗浄水の有効エリアは振動子ホーン下部 5~20mm であり、その間にミラーを設置する必要がある。直後に振動子ホーンの後設けた N₂ブローノズルによりミラーの N₂ブローを行う。

2-2-3-3 評価

実際のミラーサンプルで下記のパラメータによる最適化実験を実施し、その結果ミラー表面に付着した微粒子を効率よく取り除くことが確認できた。(図3参照、シリコンミラー表面に点在する微粒子を本ミラー洗浄装置により、除去することができた。)

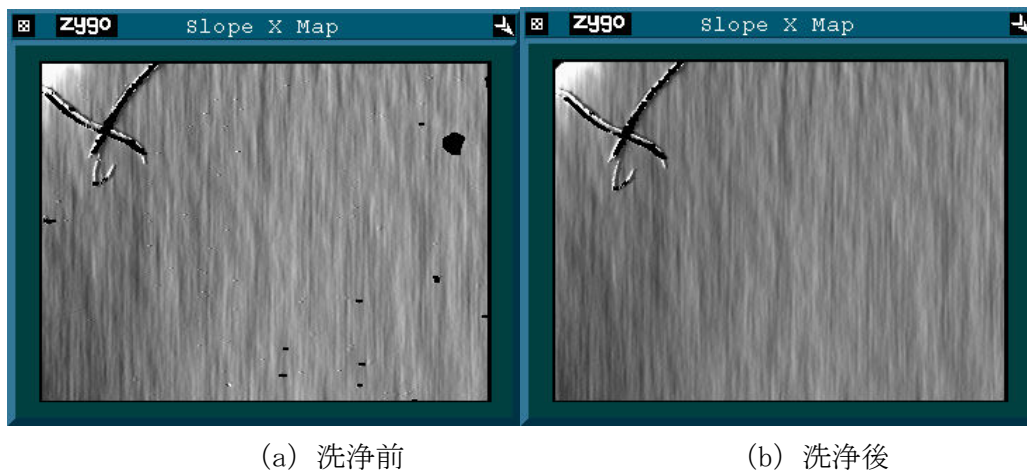


図 3. ミラー洗浄テスト

2-2-4 表面ナノ形状計測装置の開発

2-2-4-1 測定ヘッドの選定

当社では大阪大学の従来の切削加工技術の概念を変えた独自の超精密ナノ加工技術EEM及び表面ナノ計測技術MSI及びRADSIをもとに放射光施設向けの硬X線KB集光ミラーを製造販売し、海外も含めて高い評価を受けているが、近年、軟X線領域でのKB集光ミラーも高度化の需要が高まってきている。この軟X線ミラーは硬X線ミラーに比べ入射角が大きく反射面の傾斜が急峻な場合が多い。

しかし現在当社では放射光用X線ミラーの製造工程においてはRADSIによってミラー表面の形状を計測しているが、このRADSIは干渉計を使い、基準平面ミラーと比較しながらステッチング機能により、曲率のあるミラー全長にわたり低周波領域で高精度に測定することを実現しており、たとえば曲率半径が約30m以下だと干渉縞が検出できず測定できない。よって軟X線ミラーのように曲率の大きい急峻なミラーの場合、EEMによってナノ加工を実現しても、計測、確認することができず、高精度な形状ミラーを製造できなかったのが現状である。

そこで当社では軟X線用ミラーの需要に応え、軟X線領域でもスペックルのない高精度形状ミラーを実現するためには、RADSIに変わる新しい表面形状ナノ計測装置を開発することが必要不可欠であった。開発に先だって、本装置に採用するための干渉計に変わる測定面の傾斜に対して精度が優れた方式の計測プローブについて情報収集し、干渉計に比べて測定面の傾斜に対して計測精度が優れた共焦点方式に絞り下記の2機種で比較評価を実施した。

—比較評価結果—

- (a) 上記①、②の2種類の共焦点方式の計測プローブでデータ安定性を比較した結果、①のA社の標準偏差が19.1nmと適用不可であるのに対し、②のB社では1.53nmと10倍以上安定性

- が高く、実用レベルであるため、その後の検討は B 社のものを実施した。(図 4 参照)
- (b) 従来計測方法とのデータ比較を行い、差が 3%以内であり、形状計測での実用可と判断した。
- (c) 球面ミラーを傾斜させて測定しても、水平に置いた時のミラー形状計測結果と差はなく傾斜計測可能であった。
- (d) 段差が 1.822μ で校正済みの測定標準を計測した結果、計測誤差は 0.5%以内で計測絶対値についても問題なかった。
- (e) 球面ミラーに Rh コーティングを施し、反射率の大きく異なるコーティング前の形状計測結果と比較し、問題ないことを確認した。

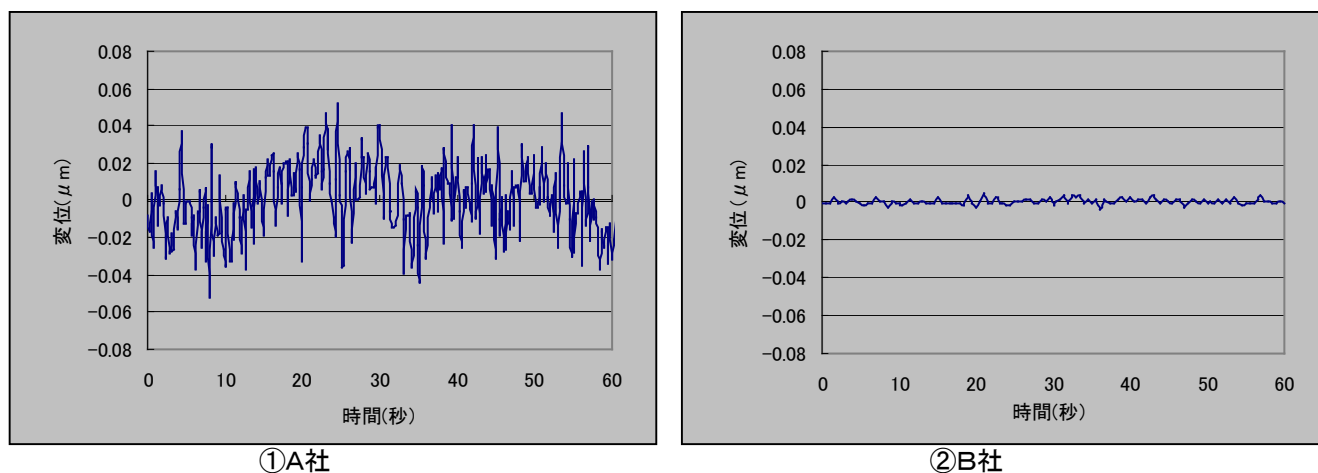


図 4. データ安定性の比較

結果、②の B 社製測定ヘッド高曲率ミラー対応の非接触 3 次元表面形状装置の計測プローブとして採用することに決定した。

2-2-4-2 表面ナノ形状計測装置の概要

並行に配置した 2 台の測定ヘッドにより、測定ミラーの表面形状の計測と補正用高精度形状ミラーの計測を同時に行う。補正用高精度形状ミラーの計測によりステージのピッチング等をリアルタイムに補正して測定ミラーのナノメートルオーダーの計測精度を実現している。

補正用高精度形状ミラーは当社のナノ加工技術によって製作した他社では実現できない PV 1nm の高精度形状の平面ミラーを使用している。

また、駆動方式もエアスライダを使用することで高真直度を確保している。

さらに専用恒温ユニットにて装置を覆うことで温度変化による形状変化を最小限に抑えている。

2-2-4-3 設計、製作

石定盤 (除振台含む)、リニアモータ駆動エアスライダユニット (X、Y 軸)、測定ヘッド、補正用超高精度形状ミラーステージ、計測ミラーステージ、レーザースケール、Z 軸ユニット、位置確認カメラ、空気圧調整ユニット、制御ユニット、専用恒温ユニット (エアコンプレッサ、エアタンク) で構成される。Z 軸を付属したヘッドが X 軸 (測定ミラーに対して長手方向) 方向に動作するガントリ構造で、測定ミラーをセットする測定ステージが Y 軸に動作して計測を行う。

2-2-4-4 評価

(1) 被験ミラーの選定

本計測装置開発の目的である曲率の大きい (曲率半径の小さな) ミラーに対する計測適合性を確認するために、ミラー中央部に曲率半径 0.6m と非常に大きい曲率を持つ非球面ミラーを形状計測評価の対象とした。

(2) 計測および評価方法

まず、測定ヘッドを本計測装置に取付け後、計測ヘッドの選定時にテストしたのと同等の安定性を有しているかどうかを確認した。

次に上記(1)の被験ミラーを長手方向に80mm、0.5mm間隔で5回、走査測定し、その平均値から得られた形状データを他社共焦点系測定装置により得られた形状データと比較することにより計測値の確からしさを検証した。

(3) 評価結果

本計測装置の計測安定性については、標準偏差が2.03nmと小さく、本計測装置の開発目的に十分な安定性を有していることを確認した。

また、他社の共焦点測定装置を用いた計測結果との比較においても、図5のように、その形状は高い一致性を持ち、データとしての信頼性は高いといえる。

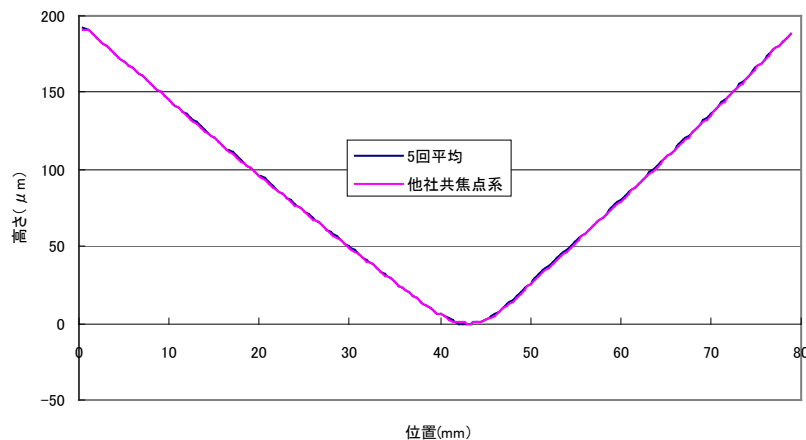


図5. 他社メーカーとの計測結果比較

2-3 軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築

2-3-1 前処理加工装置（ローカルポリッシュ装置）

2-3-1-1 装置の概要

小径の研磨パッドを高速回転すると同時にX、Y方向に移動させ、適度な研磨圧でミラー表面の前処理加工を行う。

特に曲率の大きいミラーの場合、反射面形状の高精度化や工程の短縮化を図るためにはさらにEEM加工前に本ローカルポリッシング装置での表面粗さの軽減が必要不可欠である。

また、研磨のパッドを変えればミラー材質の違い（石英、シリコン）にも対応可能である。

2-3-1-2 設計、製作

スライダユニット（X、Y軸）、手動上下軸（Z軸）、研磨ヘッド（θ軸）、研磨パッド、加工槽、制御ユニットで構成される。

主な仕様：最大加工ミラー長：1000mm、装置寸法：W1810×D780×H1318

2-3-1-3 評価

ミラーの反射面形状の高精度化や工程の短縮化を図るためにはさらにEEM加工前の、本ローカルポリッシング装置での表面粗さの軽減が必要不可欠である。そこでミラー素材である石英及びシリコンについてそれぞれ表面粗さ軽減のために加工条件の最適化を図った。

2-3-2 軟X線ミラーの製造技術の開発

軟X線全反射ミラーを開発する上で重要な点は、ミラーが正確に作製できているか形状計測とは別の手法でクロスチェックすることである。これを実現するためには、実際に軟X線ビームを用いて集光すればよいわけであるが、例えば SPring-8 には外部から機器を持ち込んで光学素子をテストできる軟X線ビームラインはほとんどなく、このようなビームラインでの実験はもっぱら共通装置を用いた比較的自由度の少ない実験に限られている。さらに、軟X線は空気との吸収が大きいので、光学系すべてを真空チャンバー内に収容する必要があるため、実験配置や使用機器の変更といった通常硬X線実験では気軽に行われていることが困難でありこれが実験の難易度を上げる要因となっている。このため本研究開発では、軟X線全反射集光ミラーに多層膜をコーティングすることで、硬X線領域での反射を可能にし、硬X線でミラー集光特性の評価を行うことを目指す。

2-3-2-1 軟X線全反射ミラーの設計

本研究開発では、評価用に軟X線ミラーを設計した(ミラー長:80mm, 中心入射角:7mrad, 焦点距離:75mm)。この時の形状と入射角を図6に示す。

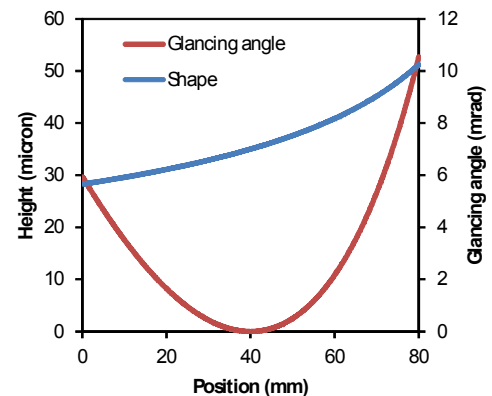


図6. 設計した楕円形状と入射角分布

2-3-2-2 多層膜の設計

実験に用いる硬X線のエネルギーはこれまで硬X線集光ミラーで用いてきた20keVと決めた。まず初めに、多層膜の層数を決定するために、設計した楕円ミラーにおいて、多層膜の層数と得られる反射率の関係を Parratt の漸化式を用いて計算した。図7に示すように、周期長(Λ)が4nmの時では、およそ20周期で飽和値に達していることがわかった。これによって多層膜の周期数は20とすることにした。さらに、動力学的な減衰因子である Nevot-Croce 因子を導入することで界面の表面粗さを考慮して反射率を計算した。反射率と表面粗さ σ (rms)の関係を図8に示す。この結果、概ね $\sigma < \Lambda/10$ の表面粗さであれば反射率低下は極めて小さいことが分かった。

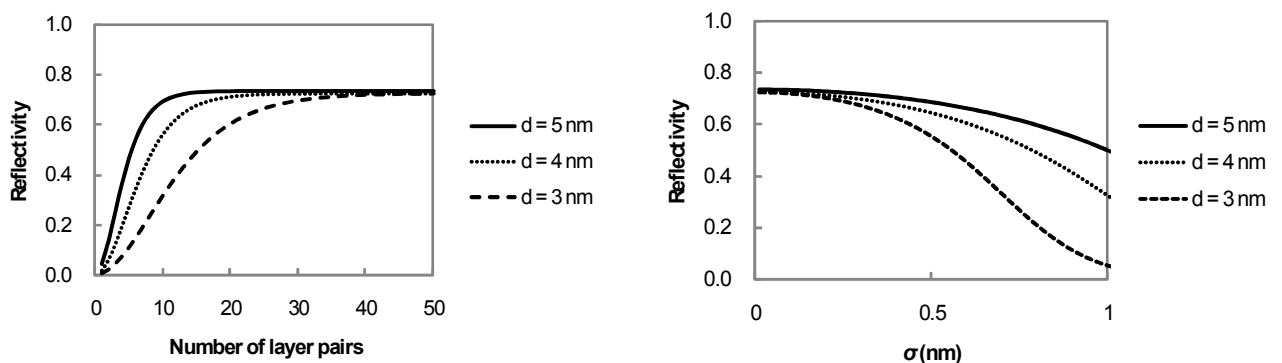


図7. Pt/C 多層膜の反射率の周期依存性(左)と反射率の界面粗さ σ 依存性(右).

Λ は周期長. エネルギーは20keV. 周期数は50周期.

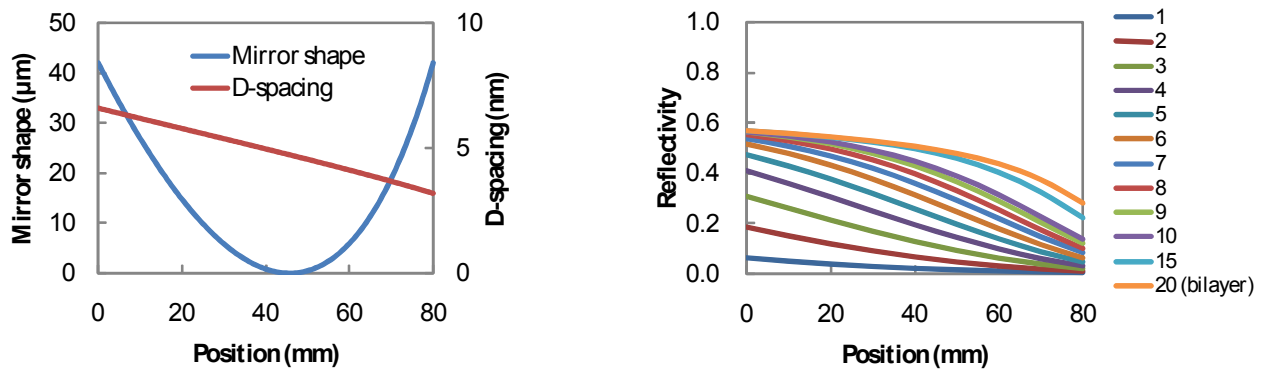


図 8. 計算した周期長分布(左)と反射率分布(右).

界面の表面粗さを $\sigma=0.4\text{nm}$ とし、様々な周期数で反射率を計算した。

楕円ミラーは光軸方向に沿った位置ごとに入射角が異なるため、場所ごとに周期長の異なる多層膜(グレーデッド)が必要である。屈折を考慮した以下の Bragg の式

$$\Lambda = \frac{\lambda}{2\sqrt{n^2 - \cos^2 \theta}}$$

により周期長を算出した。ここで Λ は多層膜周期長、 n は Pt と C の平均屈折率、 θ は斜入射角である。周期長分布と反射率分布(計面の表面粗さを $\sigma=0.4\text{nm}$ とした場合)の計算結果を図 4 に示す。この結果より、実際の楕円ミラーでも先ほど計算したように 20 周期でほとんど飽和値に達していることを再確認した。

2-3-2-3 多層膜成膜チャンバーの設計

多層膜の成膜法としてよく用いられている方法は、電子ビーム蒸着法、MBE (molecular beam epitaxy)、プラズマ CVD (chemical vapor deposition)、レーザー蒸着法、そして各種のスパッタリング法である。成膜法と多層膜の品質との間には密接な関係があり、過去に多くの研究結果が報告されているが、最近では DC あるいは RF を用いたマグネトロンスパッタリング法が主流となっている。マグネトロンスパッタリング法は成膜される膜の品質、成膜速度の制御性・安定性に優れており、他のスパッタリング法と比べても比較的低压、低電圧、そして何よりも高成膜速度が得られることから、工業的にも今日の薄膜作製における主流技術となっている。RF は、通常は絶縁体の成膜の際に用いられる。今回膜材量として決定された Pt 及び C を始め、上述の典型的な膜材量のほとんどが導電体あるいは半導体であることから、本研究開発では DC マグネトロンスパッタリング法を採用した。

2-3-2-4 成膜パラメータの最適化

成膜速度・表面粗さの観点から成膜パラメータの最適化を行った。所定の条件下で成膜された Pt 及び C 膜の膜厚分布を、フィゾー型位相シフト干渉計を用いて計測した。

さらに成膜条件の最適化を行うため、成膜速度と投入電力及び Ar 圧力との間の関係を調べた。また、グレーデッド膜厚分布の形成は最終的には基板キャリアの移動速度、すなわち滞在時間分布制御により行うため、この際に重要な情報となる膜厚と成膜時間との間の関係を調べた。成膜速度は干渉計によって評価した。

以上の実験結果から、多層膜の成膜に適した成膜条件を導くことができた。

このとき成膜した表面の表面粗さを調べるために、AFMを用いた評価を行った。集光ミラーの多層膜に求められる膜の厚さは数 nm であるが、ここでは表面形状の違いを分かりやすくするために、50 nm 厚の Pt 膜と 20 nm 厚の C 膜の評価を行った。基板には平坦度の高い表面が容易に入手できる Si(100)ウエハを用いた。図 9 に得られた AFM 像を示す。(a), (b), (c)はそれぞれ基板表面、Pt 膜表面、C 膜表面の AFM 像であり、計測された RMS (root mean square) 表面粗さはそれぞれ 0.1, 0.3, 0.1 nm であった。Pt 膜のみに関して表面粗さの悪化が見られた。これは、Pt 膜の微結晶化の影響と考えられた。多層膜のような非常に薄い膜の際には、このような微結晶化による粗さの悪化は生じないことを実験によって確認している(図 10 を参照)。

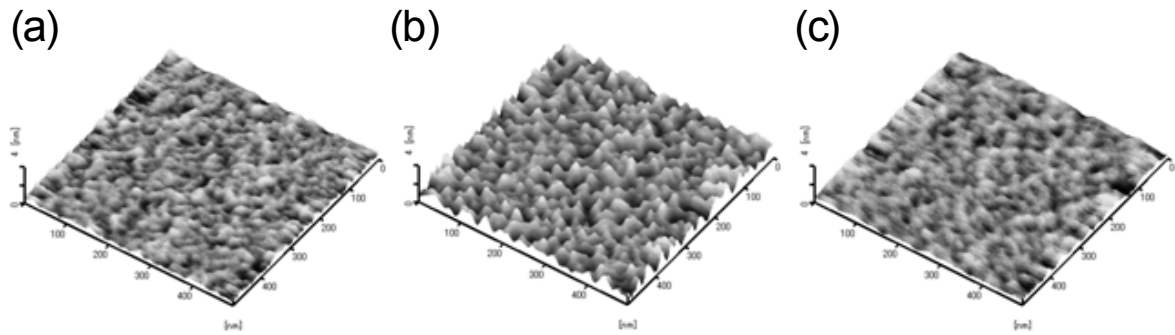


図 9. AFM 像. (a)基板表面, (b)Pt 膜表面, (c)C 膜表面

2-3-2-5 多層膜ミラーの作製

多層膜の特性と基板の種類、及び周期長との関係を調べるために、9 種類の多層膜試料(周期長分布なし)を作製し、AFM により多層膜の状態を評価した。

その結果をもとに楕円形状を有した合成石英製ミラー基板上に、グレーデッド多層膜を成膜した。Pt 膜、C 膜それぞれで最適な走査速度データを作成し、この走査を交互に行うことで Pt/C グレーデッド多層膜を基板上に成膜した。得られた多層膜の最上面を AFM で測定した結果を図 10 に示す。

また、多層膜試料の断面構造を断面 TEM により直接観察した(図 10)。TEM 像からははっきりとした周期構造を見て取れた。TEM 観察時に生じた電子線ダメージの結果、定量的な評価はできなかったが、本開発の多層膜成膜装置が有効な多層膜を正確に作製できていることを確認することができた。これら結果より、これまで検討してきたように、十分に平滑度の高い多層膜界面が得られていることを確認した。

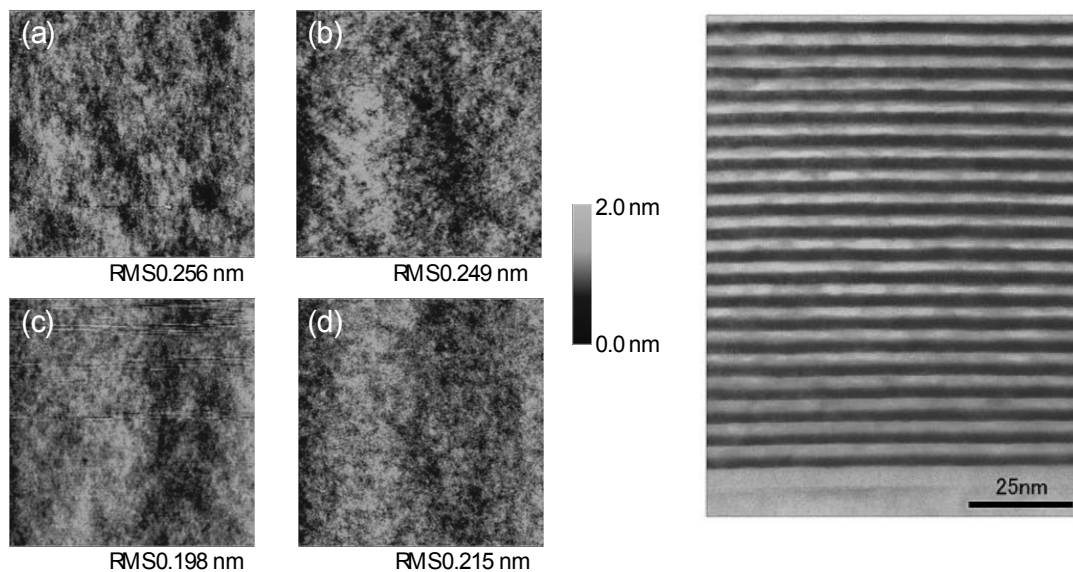


図 10. 多層膜成膜前後のミラー面 AFM 像(上)と多層膜の断面 TEM 像. (a) Mirror A 成膜前, (b) Mirror A 成膜後, (c) Mirror B 成膜前, (d) Mirror B 成膜後. (a)~ (b) 走査領域は $10 \times 10 \mu\text{m}^2$.

2-3-3 測定技術の相関評価

2-3-3-1 表面ナノ計測装置 (RADS I 及びMS I) との比較

本研究で製作した表面ナノ形状計測装置と従来の表面ナノ形状計測装置(RADS I 及びMS I)との相関評価を行った。評価に使用したサンプルは曲率半径が 100m 程度の楕円形状ミラーである。

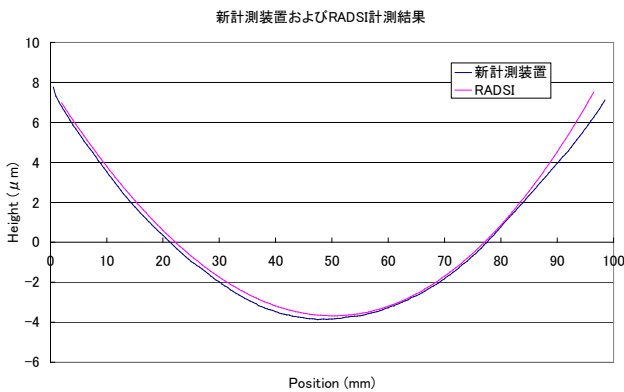


図 11. 新計測装置と RADS I の形状計測結果

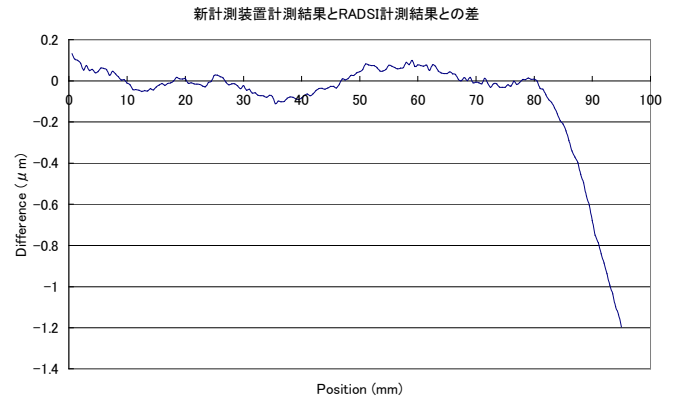


図 12. 新計測装置計測結果と RADS I 計測結果との差

新計測装置および RADS I の形状計測結果とそれらの形状差を図 11 と 12 にそれぞれ示す。新計測装置ではおおむね $11 \mu\text{m}$ 深さの測定形状が得られた。RADS I 計測との差は ±約 100nm であった。

2-3-4 軟X線用集光ミラー用集光装置による評価

2-3-4-1 At-wavelength 計測法

図 13 に At-wavelength 計測法の概念図を示す。ミラーを反射した X 線波面によって形成される集光プロファイルを考えてとき、光源が理想的な場合を想定すると、波面誤差(波面収差)は集光ミラー上に存在する誤差が原因で発生するはずである。X 線多層膜ミラーによって発生する波面誤差は、X 線ミラーの基板形状や、多層膜の厚みむらなどの積層誤差が原因であり、これらの誤差が合わさった結果が波面誤差となる。ここで、SPring-8 の 1km 長尺ビームラインを用いた場合、1km という距離のおかげで、入射スリット上の複素振幅波動場は、強度(I_1)・位相(Φ_1)ともに理想的な平面波として扱える。一方、X 線ミラーで反射した後の複素振幅波動場の位相情報(Φ_2)は物理的に直接観測できない未知数であり、これが求めたい情報である。X 線ミラーで反射した後の複素振幅波動場の振幅情報(I_2)は、ミラーの反射率によって決定される。十分平滑な X 線ミラーでは反射率は予測可能である。さらに、X 線ミラーで反射した後の乱れた波面によって形成される焦点面での強度情報(I_3)は観測可能であり、未知数はここでも位相情報(Φ_3)である。このように、X 線集光ミラー光学系では、X 線ミラー上で反射した後の複素振幅波動場の位相項(Φ_2)と集光点での複素振幅波動場の位相項(Φ_3)が未知数となり、他の強度情報を与えることで、この 2 つの未知数は位相回復アルゴリズム(G. R. Brady, et al., Opt. Express 17, 624 (2009))によって算出可能である。すなわち、At-wavelength 計測法はミラー面上で発生する波面誤差である位相情報を、集光ビームでの強度情報のみから求める位相回復問題に帰着できる。

本手法によってミラー上の位相誤差を決定できるか調べるために、シミュレーションによってその有用性を確認した。初めに、ミラー上に仮想的な位相誤差を与え、これによって得られる焦点面上の強度プロファイルを算出した。ここから実際の At-wavelength 計測法の手順に沿って、ミラー上の位相情報は未知であるとして、集光ビームの強度情報のみから位相回復アルゴリズムによって位相情報を算出した。図 14 は反復計算によって位相が徐々に回復されていく様子を示したものである。

この計算によって反復計算を繰り返すことで確かに位相情報をほぼ正確に回復することは可能であることを確認した。

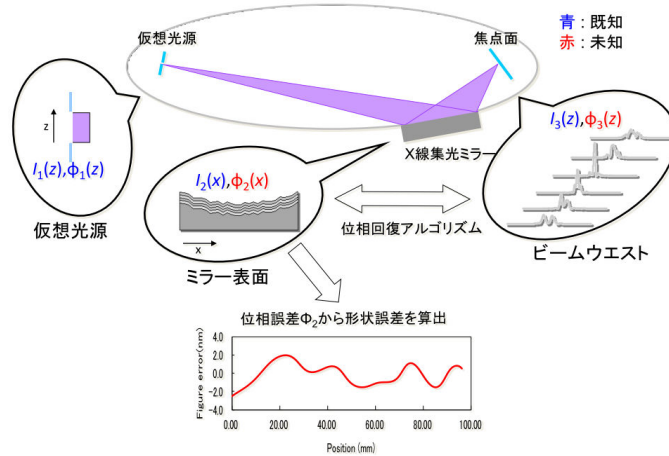
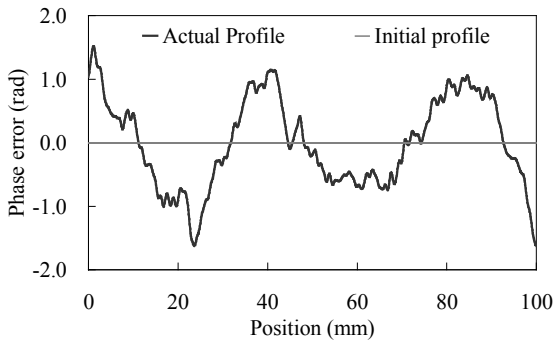
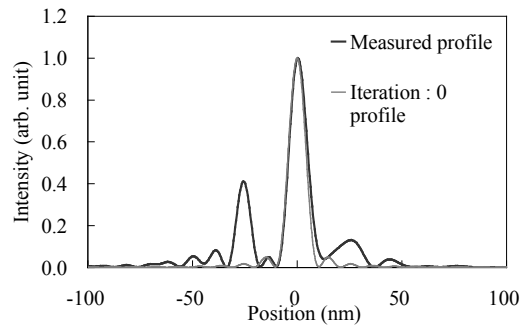


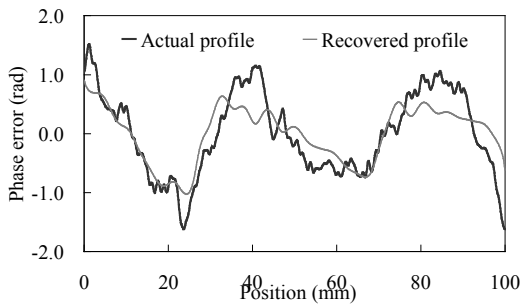
図 13. At-wavelength 計測法の概要



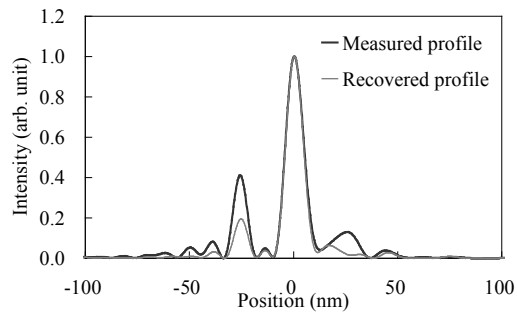
(a1) 想定した波面誤差プロフィール



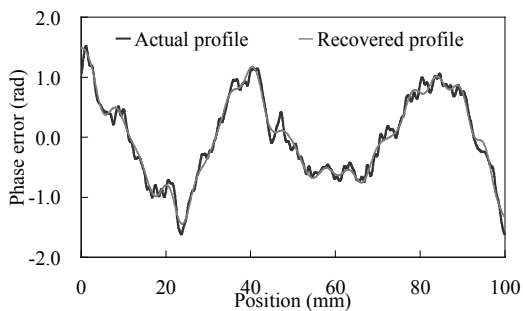
(a2) 想定した集光強度プロフィール



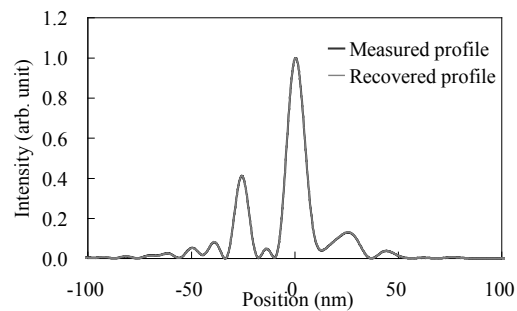
(b1) 反復計算 2 回目後の波面誤差プロフィール



(b2) 反復計算 2 回目後の集光強度プロフィール



(c1) 回復した波面誤差プロフィール



(c2) 回復した集光強度プロフィール

図 14. シミュレーションによる波面誤差回復精度の検討

2-3-4-2 硬 X 線集光実験

実際に X 線集光ミラーを使用して At-wavelength 計測法の有用性を実証した。実験は SPring-8 の 1km 長尺ビームライン(BL29XUL)下流棟の実験ハッチ 3 (EH3)において行った。実験時の X 線集光強度プロファイル計測装置の写真を図 15 に、またこのときの装置構成を図 16 に示した。基本的な装置構成は集光ミラー調整システム、ナイフエッジ、そのスキャナで構成されている。集光ミラー調整システムはミラー入射角を $0.5 \mu\text{rad}$ の精度でアライメントすることができる。集光 X 線ビームの強度プロファイルを測定するために、ナイフエッジとこれを走査するスキャナを用いた Extended knife-edge 法(S. Handa et al., NIMA 616 246-250 (2010))を採用した。

その結果、楕円ミラー上に存在する 2nm p-v の形状誤差を決定することができた。再現性を確認したところ、約 0.5nm の精度で一致していることを確認した。

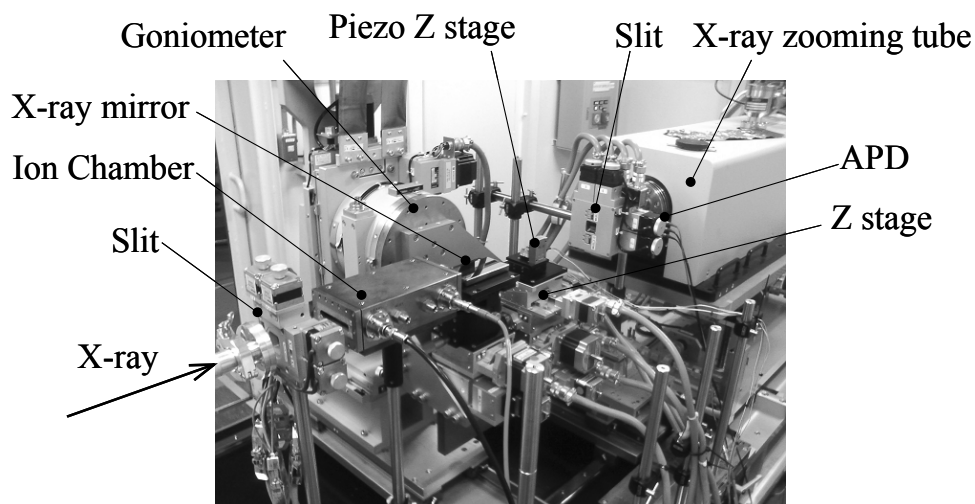


図 15. X 線集光強度プロファイル計測装置

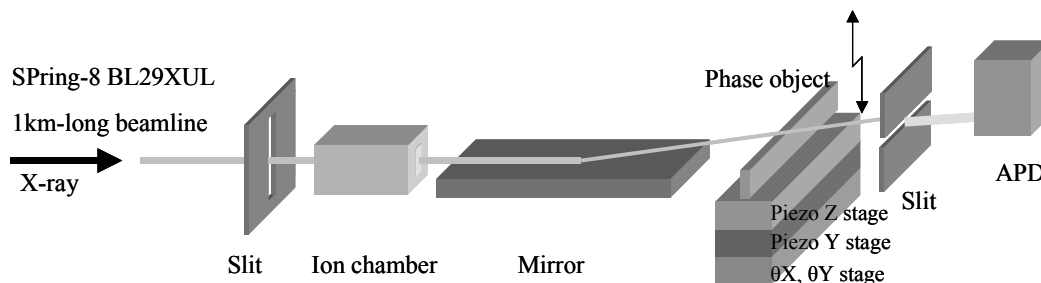


図 16. 実験配置

以上の研究開発によって、軟 X 線全反射ミラーを高精度に評価できる At-wavelength 計測の有用性を確認すると共に、これを用いることで超高精度軟 X 線集光ミラーが作製可能であることを実証した。

第 3 章 全体総括

3-1 まとめ

ジェイテックでは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、スペックルのない高精度形状ミラーを実現するために、放射光施設向け X 線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、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表面形状の微細化をはかり、スペックルノイズの発生しない超高精度形状ミラーの製造に技術的メドを立てた。さらに市場拡大を目指し、従来加工できなかった軟 X 線用ミラーに関しても RADSI に変わる新しい表面形状ナノ計測装置等を開発す

ることにより、軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムを構築し、放射光施設で使われる軟X線～硬X線までのほとんどの波長(エネルギー)領域で超高精度ナノ加工技術を確立した。

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た。

①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し、全ての空間波長領域において EEM 加工が実現できるためには、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。

②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。

③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むらの原因となり、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。

ジェイテックでは現在までに認定計画どおり技術的課題①の問題を解決するために超高精度位置決め NC-EEM 加工装置を開発し、EEM 加工の加工痕の微小化(直径 150 μ m)に成功した。本研究開発では今までの研究成果で得られた極小加工ノズルを用いて、実際のミラーサンプルで 0.1mm 以下の高周波領域までナノメートルレベルの形状精度の加工が可能であることを実証した。これにより既に関係していた再現性の優れたミラーサンプル台（技術的課題の②）と組み合わせて、R-EEM により 0.1mm 以下の高周波領域は加工可能であるので、ほぼ全周波数領域において EEM 加工によりナノレベルの加工が可能となった。

また技術的課題③においてはミラー材料である単結晶 Si 材料製造時の加工条件(単結晶引き上げ条件など)などの要因を調査し、材料の製造段階で酸素濃度むらの発生を抑える条件を調査した。本研究開発では見出した条件で Si 材料の引き上げ加工を実施し、その材料で酸素濃度むらなどによる加工むら(点、スジ状等)が顕在化しないか確認した。

また加工物表面に残留する有機物汚染に関しては効率よく確実に除去できる洗浄ノズルを付属した洗浄装置を開発、実証し、加工誤差の大きな要因となる問題点を解消し、形状精度を向上させ、加工形状の微細化を図る目処を立てた。

さらに本研究開発では放射光施設で要求されるミラーの表面形状の多様化に対応するために、新しい表面形状ナノ計測装置を開発し、軟X線ミラー用表面ナノ形状加工システムの構築することができた。

すなわち現在の RADSI では干渉計を利用したナノ計測技術なので、急峻な表面形状を測定するには限界がある。そこで干渉計を利用したナノ計測技術 RADSI とは異なった測定原理で、曲率の大きいミラー表面形状も測定可能な表面形状ナノ計測技術を開発し、現状の測定可能な曲率半径約 30m に対して目標の約 2m 以下を超える 0.6m まで測定可能であることを実証し、本研究開発で試作した洗浄装置、表面形状ナノ計測装置及び前処理加工装置（ローカルポリッシング装置）を用いて、実際に表面形状の急峻なミラー(Wolter ミラー)をナノメートルオーダーの形状精度で作成することがで

きた。

また SPring-8 にある大阪大学のこれまで開発してきた実験装置や手法をそのまま利用し、そこで硬 X 線を集光し、ここで得られた集光強度プロファイルを用いて波面誤差を算出することができる At-wavelength 計測法を確立することで、作製した軟 X 線全反射ミラー上の形状誤差を決定できる技術の開発に成功した。

この結果本研究開発で試作した多層膜成膜装置を用いて多層膜コーティングをした軟 X 線ミラーが SPring-8 の硬 X 線ビームラインで反射可能となり、At-wavelength 評価により集光することができ、ミラー表面形状が設計どおりできていることを評価し、その有用性を確認することができた。またこの結果により高精度軟 X 線ミラーが作製可能であることを実証し、本軟 X 線ミラー用表面ナノ形状加工システムの有効性を実証することができた。

3-2 研究開発後の課題

3-2-1 残された課題

本研究開発では、各研究項目においてそれぞれ目標を達成することができ、放射光用ミラーの加工技術の高精度化を図ることができ、さらに放射光施設で使われる軟 X 線～硬 X 線までのほとんどの波長(エネルギー)領域でのナノ形状加工システムを構築することができた。今後は本研究開発で構築した軟 X 線ミラー用表面ナノ形状加工システムにより、軟 X 線集光ミラーなどさまざまな表面形状の急峻な超高精度ミラーを実際に試作し、SPring-8 の実際のビームラインで集光評価し、再検証する予定である。

3-2-2 新しい課題

本研究開発では、各研究項目においてそれぞれ目標を達成し、放射光用ミラーの加工技術の高精度化を図ることができた。今後は軟 X 線集光ミラーなど急峻ミラーにおいても、今回高精度化を図った硬 X 線ミラーと同レベルまで形状加工の高精度化を達成するために表面ナノ形状計測装置の高精度化ついてさらに研究開発を進める予定である。またトロイダルミラーなど軟 X 線ミラーより更に急峻なミラーや放射光用ミラー以外の光学部品などに対象市場を拡大する為に NC-EEM 加工装置の加工ヘッドの多軸化をはかっていく予定である。

3-2-2-1 表面ナノ形状計測装置の高精度化

ナノレベルの形状加工を実現するためには、加工精度とその形状を確認する計測精度の両方の精度に依存する。すなわち軟 X 線ミラーなど表面形状の急峻なミラーの加工精度は、本研究開発で試作した表面ナノ形状計測装置の計測精度によって決まってしまう。

現在搭載している測定ヘッド（共焦点式測定計）の場合安定性は 2nm レベルであるが、測定精度の規格は $0.06 \mu\text{m}$ であり、従来の干渉計を使った RASDI と比べて 1 桁悪い、今後は下記の検討をし、更なる計測精度の高度化を目指す。

- ・表面ナノ形状計測装置の計測時の雰囲気温度が計測値に大きく影響していることがわかった。そこで計測装置を収納している恒温槽内の温度コントロールの高精度化を図る。
- ・測定回数や平均化処理など測定プロトコルを調整し、最適化を図る。
- ・ヘテロダイン干渉計（測定精度 $0.01 \mu\text{m}$ 以下）など高精度計測計により測定ヘッドの再校正を実施し、測定精度を向上させる。
- ・サンプルの材質や表面粗さによる精度の影響を調べる。
- ・曲率の大きいミラーに対応するために測定傾斜角度と精度との関係を調べる。

さらにX線光学ミラーに特化した従来の共焦点光学測定系に代わる新しい測定ヘッドの開発も検討していく予定である。

3-2-2-2 NC-EEM 加工装置の加工ヘッドの多軸化

NC-EEM 加工を実施する場合、加工ノズルと加工表面はある一定の距離を保つ必要がある。そこで軟X線用ミラーよりさらに表面形状が急峻で傾斜角度の大きな表面を加工するために、常に加工ノズルと加工表面間距離を常に一定に保つために NC-EEM 加工装置の加工ヘッド部の多軸化（加工ノズル-加工表面距離を制御）を図り、軟X線ミラーより更に急峻なミラーや放射光用ミラー以外の光学部品などに対応していく。

3-3 事業化展開

当社は平成 18 年度より新規事業の第 1 弾として放射光向けのX線用KB集光ミラーの実用化に成功し、海外の放射光施設も含め高い評価を得ている。また第 2 弾として放射光施設のビームラインの川上、川中で使用される大型の平面及び非球面形状のミラーの実用化にも成功している。

しかし最近ヨーロッパ（イギリス、フランス、ドイツ）、アメリカやオーストラリアの放射光施設からビームラインの立ち上げにより多数のミラーの引き合いが活発化してきているが、それらの放射光の使用エネルギーは軟X線利用（反射面が急峻なミラー）の場合も多く、またトロイダルミラーなどさらに急峻なミラー要求されることもあり、受注を辞退せざるを得ないものも少なくない。

そこで本研究開発では、国内外のメーカーに対して技術的優位性を図れただけでなく、急峻な非球面の高精度形状ミラーの製造プロセスを構築し、放射光施設のあらゆる反射型のミラーに対応できる技術的メドを立てた。今後はさらに他の産業分野における光学素子など対象市場の拡大に向けて更なる研究開発を進める予定である。

スケジュールとしては本研究期間(平成 23 年度)終了後直ちに、放射光施設においては従来受注できなかった急峻な表面形状のミラーの受注活動も実施し、また新しい産業分野への適用も考えていく。

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。

【軟X線、硬X線】

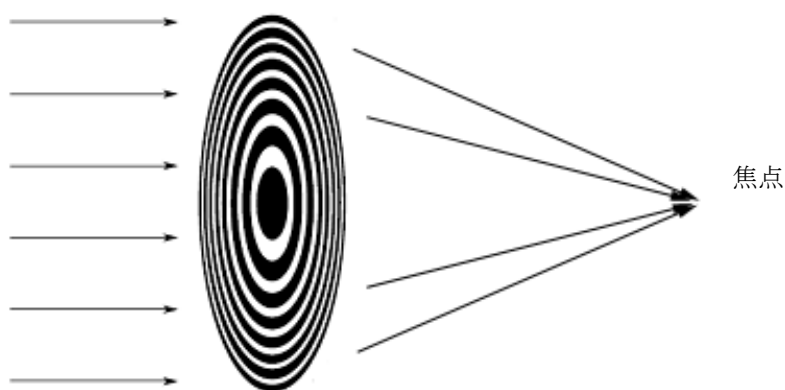
物質中におけるX線の透過能で軟X線と硬X線を区別するのが一般的である。軟X線は薄い空気層でも吸収されるような透過力の弱いX線。波長は比較的長く、金属の材料検査などに使用される。

また硬X線はエネルギーが高く透過力の強いX線。エネルギーは約 10(20)~100KeV で、X線天文学の分野でよく使われる。

【ゾーンプレート】

物質透過率の高いX線では、物質毎の屈折率が変わらないので、レンズは、役に立たない。そこで

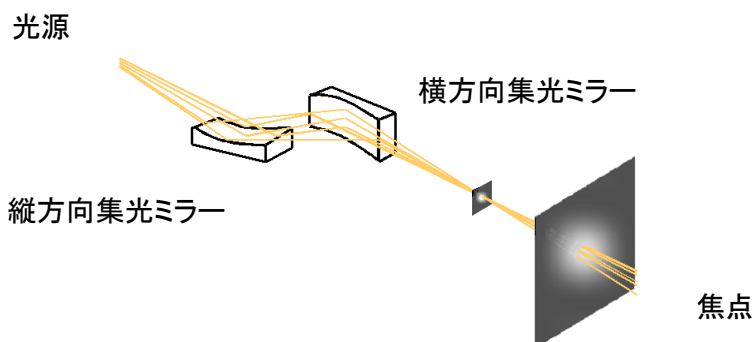
下図のように光の通るところと通らないところが交互に並ぶ同心円状のものを、ゾーンプレートといい、回折現象を利用した集光装置が使われる。



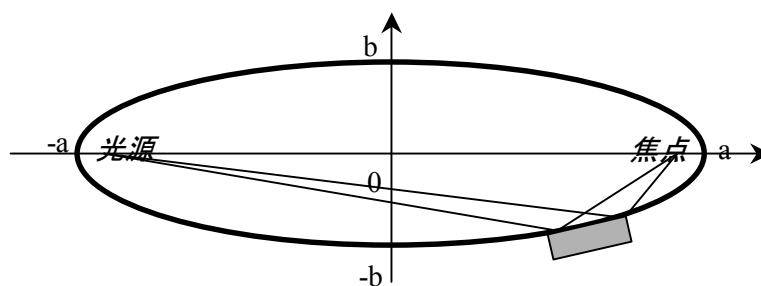
図A. ゾーンプレートによる集光

【KBミラー】

図B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C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る。



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



図C.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。

【X線自由電子レーザー (XFEL)】

XFEL とは、X線自由電子レーザー (X-ray Free Electron Laser) の略で、波長がX線 (可視光よりも波長がとても短い) 領域のレーザーである。XFEL は、物質を原子レベルの大きさで、かつ瞬時の動きを観察することができると考えられているまったく新しい「夢の光」である。そのため基礎研究にとどまらず、広く国民の生活に有意義な影響を及ぼすような画期的な光源として期待されている。そのような理由から XFEL 計画は、我が国の科学技術を牽引する世界最高性能の研究・技術開発として、『国家基幹技術』に認定され、兵庫県の SPring-8 に 2011 年 3 月に施設 (SACLA: SPring-8 Angstrom Compact Free Electron Laser の略) が完成し、2011 年 6 月 7 日には波長 0.12nm、10 日には波長 0.10nm の X 線レーザーを発振した。米国や欧州 (ドイツ) においても同様の計画が進行中であり、日米欧の間で熾烈な競争が行われている。