

平成30年度

戦略的基盤技術高度化・連携支援事業

戦略的基盤技術高度化支援事業

「高効率・高精度回転体型X線ミラーの製造技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成31年3月

担当局 関東経済産業局

補助事業者 公益財団法人長野県テクノ財団

## 目 次

### 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
- 1-2 研究体制
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

### 第2章 本論

- 【テーマ1】 マンドレル製作プロセスの高精度・大型化技術の開発
- 【テーマ2】 電鋳転写プロセスの高精度・大型化技術の開発
- 【テーマ3：事業目標】 X線ミラーの設計・製作・評価

### 最終章 全体総括

- 3-1 複数年の研究開発成果
- 3-2 研究開発後の課題・事業化展開

# 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

### ●研究開発の背景

近年、光学分野において、使用される光の短波長化が進んでいる。これは、光を用いた加工や分析機器の空間分解能が光の波長に依存しているため、フォトリソグラフィにおける光源の短波長化がその代表である。光は短波長になると名称が変わり、10nm-50nm の領域を極端紫外光(EUV)、1nm-10nm の領域を軟X線、1nm以下の領域を硬X線と呼ぶ。

特に、軟X線領域においては「水の窓(ウォーターウィンド)」と呼ばれる波長2.3-4.4nm領域があり、生体を構成するタンパク質の吸収係数の方が水の吸収係数よりも1桁程度大きいという特徴を持つ。この特性を利用すると、水の層を介してたんぱく質などの細胞物質を生きのまま高分解能に観察することができる。また、軟X線領域の光は、軽元素材料の組織、化学状態、構造分析に欠かせない。従って軟X線光電子分光、軟X線発光分光、軟X線顕微鏡などの軟X線を使用した分析技術は基礎科学から産業まで幅広く用いられている。

(参照：Blue Backs 放射光が解き明かす脅威のナノ世界)

本研究開発は上記特性を持つ軟X線を、理想的に集光・結像するための光学素子をターゲットとしている。

軟X線は、電子衝突型の簡易光源からX線自由電子レーザーまで多くの種類の光源がある。しかし、こうした光源の発展に対して、軟X線光学機器を構築する光学素子について、現在使用されている素子は光源性能を十分に活かしていない。その理由は、次の3点にある。

- 1) 軟X線領域は、可視光のようなレンズが存在せず、反射型のミラー光学素子が主となる。
- 2) 軟X線領域は波長が10nm以下と短いため、形状精度や表面粗さが一桁nm(RMS: Root Mean Square)レベルの超高精度なミラーが必要となる。
- 3) 現行技術によって2)の精度を満足しつつ、回転体ミラーを実現することが困難

2)の課題から一般的には図1に示すAの形状のミラーが利用されている。これは回転体の形状を成型するよりも、その一部分である方が、作製が容易であるためである。(参照：放射光ビームライン光学技術入門、放射光学会)

3)で言及される回転体ミラーとは、図1に示すB、Cのような回転軸に対して楕円関数などを回転させた輪環状の形状である。軟X線を理想的かつ効率的に集光・結像するためには、回転体ミラーが必要となる。理由は以下の3つが挙げられる。

1. ミラーであるため波長に依存して特性が変化しない。
2. 反射素子であるため集光効率が高い。
3. 受光面積が大きく集光効率が高い。

本研究の目的は、上記3つの特徴を活かすために、当グループが開発してきたBの回転体ミラーをさらに大型化し、受光面積を広げることで高効率のX線集光を実現することである。(図1参照)

図2に示す理想的な回転楕円ミラーやウォルターミラーが実現できれば、将来的には10nmレベルの空間分解能をもつ軟X線顕微イメージングや軟X線顕微鏡などが可能になる。(参照：青木貞雄 放射光学会誌2010) その結果、可視光の顕微鏡の空間分解能を大幅に上回る顕微鏡が実現する。細胞観察では、蛋白質のサイズと同等の分解能でのCT観察が可能となり医学、創薬分野において重要な観察手法となる。また、10nmオーダーの構造をもつナノ粒子、ナノ結晶から構成される電子デバイス、フォトニクスデバイスの組成、構造分析が可能となれば、多くの最先端の光学機器、半導体機器開発に貢献する。

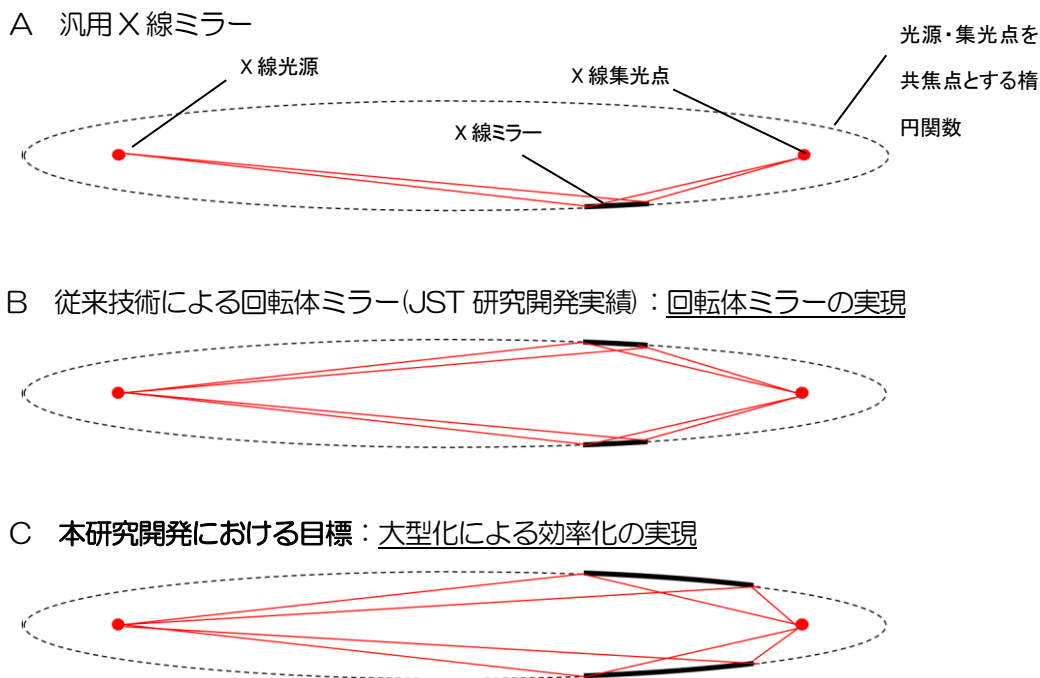


図1 X線集光に使用される汎用ミラー、従来技術によるミラーと本研究の目標ミラー (CはA、Bと比較し大面積で受光し、集光できる)

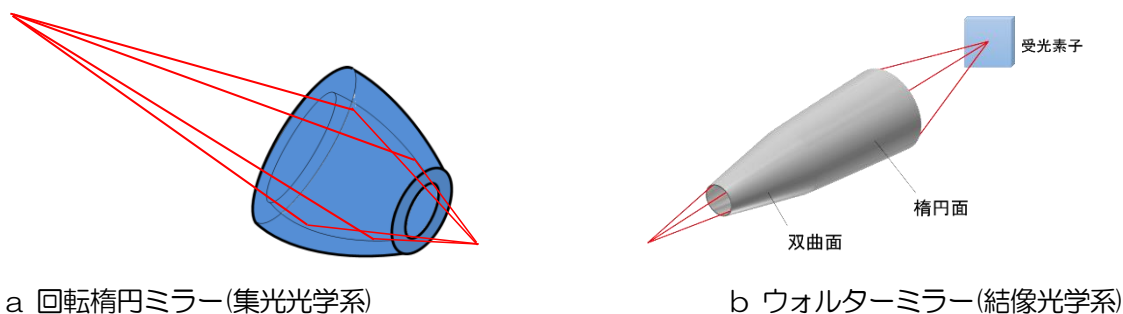


図2 代表的X線回転体ミラー

## ●研究開発テーマと目標

### 【研究目標】

当グループが開発してきた回転体ミラーは、小型の軟X線光源から大型放射光に至るまで多くのX線分析機器へ導入が期待されている。(参照：Slit J 次世代放射光検討会報告書(2016)より、) 実際には、SPring-8 から強い導入要請がある。しかしながら、現在の長さ 40mm のミラー (前述 図1 タイプ B のミラー) では、受け止める X 線のビームサイズが  $\phi 10\text{mm}$  程度であるため、すべての X 線を受光できない。SPring-8 の一般的な軟 X 線ビームラインでは、実験で使用する位置においてビームの大きさは 10mm 以上となり、大型化が必須である。また、小型の軟 X 線光源においてはさらに広がり角度が大きく、ミラーの長尺化・大型化が必要である。(前述 図1 タイプ C のミラー)

このように、川下産業での回転体ミラーの実用化においては、光源性能の活用のために集光精度を維持して受光面積を広くするための長尺化・大型化が不可欠である。本開発では、放射光施設の要請を川下産業のニーズを実現するため、下記目標を実現する。

目標：現在作製可能な 40mm 長さの回転楕円ミラーの 3 倍の、120mm 長さの回転体ミラーを作製することで、現行から受光効率を 3 倍として集光性能  $1\mu\text{m}$  以下を実現する。

### 【研究テーマ】

図3に回転体ミラーの作製プロセスを示す。この作製プロセスでは、【1】目的とする回転体ミラーの反転形状をもつマンドレルを高精度に作製する。その後、【2】電鍍法によりマンドレル表面に金属を析出させ、最後に電析物をマンドレルから分離して製品となる。

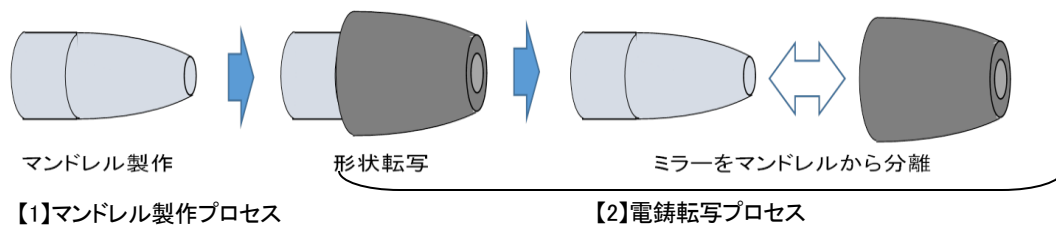


図3 回転体ミラー製作プロセス

高精度かつ大型化した回転体ミラーを実現するためには、高精度なマンドレル作製プロセスと高い転写性能をもつ電鍍プロセスの両方を高精度化、大型化する必要がある。このため、以下の研究テーマに細分化して、東京大学と夏目光学株式会社が連携をして研究を進める。

### 【テーマ1】マンドレル修正研磨プロセスの高精度・大型化技術の開発

目標値：120mm 長のガラス製マンドレルにおいて精度 10nm(RMS) 以下の実現

### 【テーマ2】電鍍転写プロセスの高精度・大型化技術の開発

目標値：120mm 長の回転体ミラーにおいて形状精度 20nm(RMS) 以下の実現

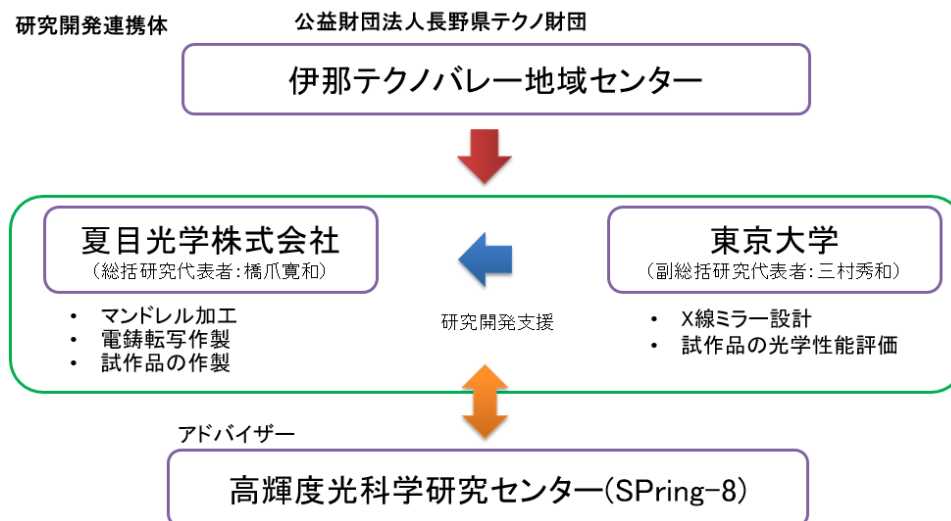
### 【テーマ3：事業目標】X線ミラーの設計・製作・評価

目標値：ミラー120mm 長で集光精度  $1\mu\text{m}$  以下の実現 (ユーザーニーズ)

## 1-2 研究体制

### ●研究組織及び管理体制

本事業の研究開発、管理の実施体制を以下に示す。



### ●研究者及び協力者

#### 夏目光学株式会社

氏名	所属・役職	担当テーマ
橋爪寛和 (PL)	取締役常務 テクノロジーセンター ・ 所長	【1】 【2】 【3】
平栗健太郎	テクノロジーセンター 技術開発係 ・ 係長	【1】 【3】
今村洋一	テクノロジーセンター 技術開発係	【1】 【2】 【3】
宮下洋明	テクノロジーセンター 技術開発係	【1】 【3】
向田貴志	テクノロジーセンター 技術開発係	【2】 【3】
田代昌玄	テクノロジーセンター 技術開発係	【1】 【3】
齋藤貴宏	テクノロジーセンター 技術開発係	【1】 【2】 【3】

#### 東京大学

氏名	所属・役職	担当テーマ
三村秀和【SL】	工学系研究科・准教授	【1】 【2】 【3】
竹尾陽子	工学系研究科・博士課程2年	【2】 【3】
久米健大	工学系研究科・博士課程3年	【2】
松澤雄介	工学系研究科・博士課程3年	【1】
山口豪太	工学系研究科・博士課程1年	【2】

平成30年4月時点

### 1-3 成果概要

#### 【テーマ1】 マンドレル修正研磨プロセスの高精度・大型化技術の開発

目標値：120mm 長のガラス製マンドレルにおいて精度 10nm(RMS) 以下の実現

成果：東京大学から夏目光学へマンドレル加工技術の移転を完了し、夏目光学によって高精度大型マンドレル研磨装置を開発した。東京大学においてはマンドレル形状を評価するための3次元形状計測装置の基本技術を構築し、夏目光学において120mm 長の大型マンドレル用形状計測装置を開発した。両開発装置を用いて120mm 長回転楕円マンドレルを製作した結果、形状精度 3.8nm(RMS)を実現した。

#### 【テーマ2】 電鍍転写プロセスの高精度・大型化技術の開発

目標値：120mm 長の回転体ミラーにおいて形状精度 20nm(RMS) 以下の実現

成果：電鍍転写プロセスの高精度・大型化技術の開発においては、夏目光学で、大型化に対応した動作機構を持つ電極蒸着装置の導入と、大型電鍍装置の開発により、120mm 長回転楕円ミラーの電鍍プロセスを開発した。また、電鍍条件の最適化によりピット0での 120mm 長回転楕円ミラーの製作を実現し、ミラー形状精度 11nm(RMS)を実現した。

#### 【テーマ3：事業目標】 X線ミラーの設計・製作・評価

目標値：ミラー120mm 長で集光精度  $1\ \mu\text{m}$  以下の実現（ユーザーニーズ）

成果：ユーザーである SPring-8 において、作製した 120mm 長回転楕円ミラーの X線光学評価を実施し  $1\ \mu\text{m}$  以下の集光サイズを実現したことによって、事業目標を達成した。

### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

夏目光学株式会社

テクノロジーセンター 所長 橋爪 寛和

TEL 0265-27-5171

FAX 0265-27-6171

E-Mail hirokazu@mflens.co.jp

東京大学大学院工学系研究科

精密工学専攻 准教授 三村 秀和

TEL 03-5841-6550

E-Mail mimura@edm.t.u-tokyo.ac.jp

## 第2章 本論

各開発テーマにおける成果は下記となる。

### 【テーマ1】 マンドレル製作プロセスの高精度・大型化技術の開発

マンドレルの高精度加工技術として、有機粒子を用いた非接触研磨法を開発した。この研磨法では、サイズ0.1mm以下の微小加工スポット痕が得られた。(図4) 続いて、装置の大型化を図り、120mm長のマンドレル研磨を可能とした。

開発した研磨法を用いて形状修正加工を行い、マンドレルの形状精度を向上させた。形状修正加工は、ワークの意図した位置に除去スポットを滞留させ表面除去するため、滞留時間と除去位置を正確に見積もることが高精度化において重要である。そのため滞留時間算出アルゴリズム(加工位置・滞留時間を算出するプログラム)を改良することにより、1回の修正加工における精度とその加工効率を改善した。

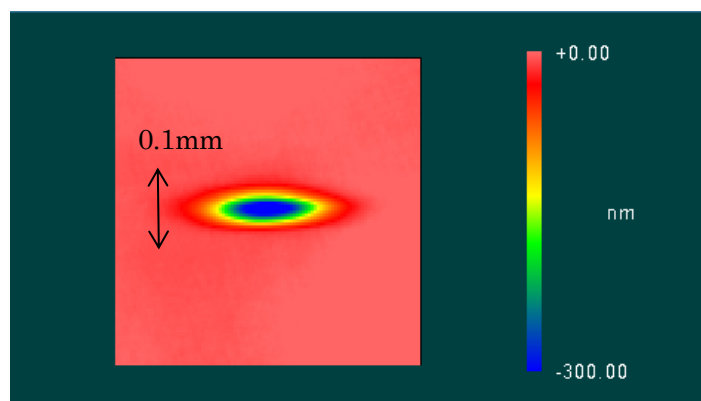


図4 確認されたスポット加工痕  
(視野0.5mm×0.5mm)

東京大学では、マンドレルの高精度な形状評価を目的に、既存の真円度測定装置を改造した。複数の1nm分可能レーザープローブを利用することによって形状計測装置を完成させた。測定条件、ジグなどの改良を得て、図5に示すようなマンドレルの3次元的な形状誤差を求めることが可能となった。東京大学で開発した同技術を夏目光学に技術移行し、測定方法の大型化を図り、120mm長回転楕円マンドレルの3次元計測において再現性1nmで計測可能であることを確認した。

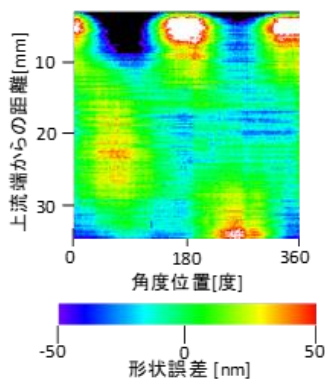




図5 マンドレル形状の測定例

以上の、マンドレル製作工程の高精度化・大型化と計測工程の高精度化・大型化によりマンドレル製作プロセスの高精度・大型化を図り、120mm マンドレルの形状精度を 3.8nm(RMS)まで向上させ、目標である 10nm(RMS)を達成した。(図6、図7)



図7 製作した 120mm マンドレル

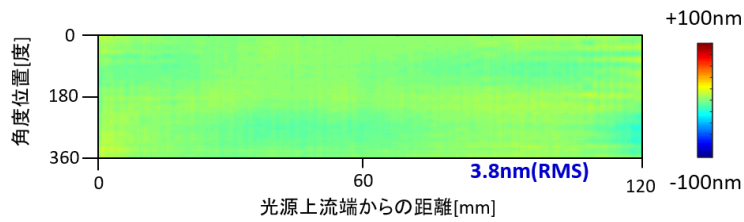


図8 120mm マンドレルの形状精度：3.8nm(RMS)

#### 【テーマ2】電鍍転写プロセスの高精度・大型化技術の開発

夏目光学では、電鍍プロセスを大型化するために、大型化に対応した動作機構を持つ電極蒸着装置を開発し導入した。さらに、120mm 長回転楕円マンドレルが電鍍できる大型電鍍装置を開発し、120mm 長回転楕円ミラーにおける電鍍条件の最適化に成功し、ピット0での 120mm 長回転楕円ミラーの製作を実現した。

(図9) その結果、ピット周辺部の残存応力によって生じていた形状誤差が低減され、ミラー形状精度 11nm(RMS)を実現し目標である形状精度 20nm(RMS)達成した。(図10)



図9 製作した 120mm 長回転楕円ミラー

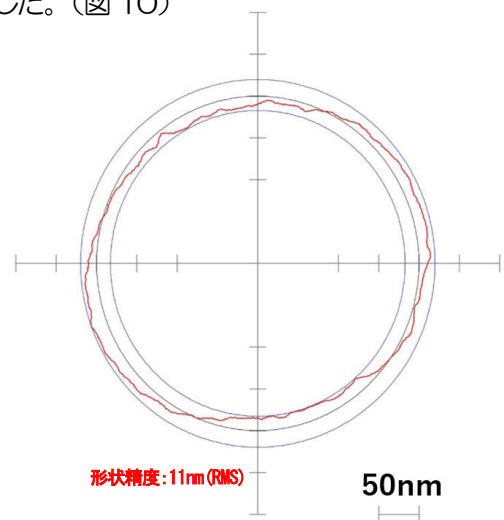
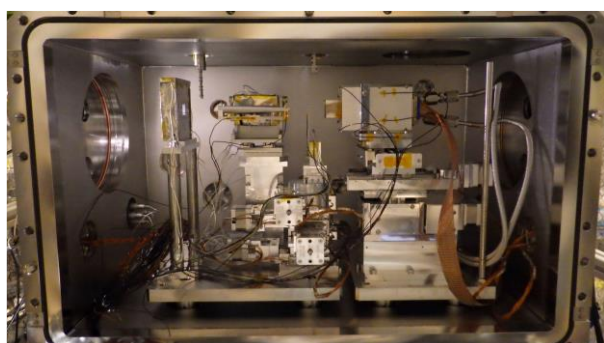


図10 120mm ミラーの形状精度

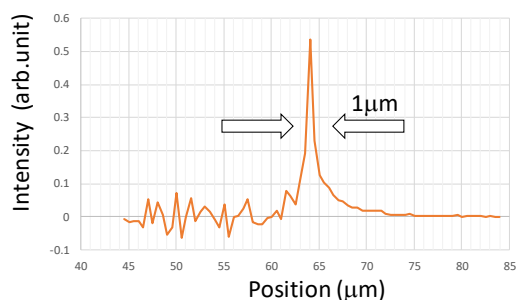
### 【テーマ3：事業目標】X線ミラーの設計・製作・評価

東京大学により、ユーザーである SPring-8 の軟 X 線ビームライン BL25SU に合わせた大型 X 線ミラーの光学設計を実施した。光学設計結果に基づき、ミラーの型となるマンドレルの設計を実施した。

夏目光学株式会社が作製した 120mm 長の回転楕円ミラー（図9）を SPring-8 で X 線による光学評価した。X 線集光実験の結果、図 1 1 に示すように  $1\mu\text{m}$  以下の集光サイズを確認し、**本事業の最終目標である「120mm 長の長尺回転楕円ミラーによる X 線  $1\mu\text{m}$  集光」を実現した。**



(a) 回転楕円ミラーによる軟 X 線集光実験の様子



(b) 測定された集光プロファイル  
(軟 X 線：波長 4nm)

図 1 1 SPring-8 における 1 20mm 長回転楕円ミラーの光学評価結果

## 最終章 全体総括

### 3-1 複数年の研究開発成果

複数年の研究開発により、以下の成果が得られた。

#### ●技術成果

##### 【テーマ 1】マンドレル修正研磨プロセスの高精度・大型化技術の開発

目標値：120mm 長のガラス製マンドレルにおいて精度 10nm(RMS) 以下の実現

成果：東京大学から夏目光学へマンドレル加工技術の移転を完了し、夏目光学によって高精度大型マンドレル研磨装置を開発した。東京大学においてはマンドレル形状を評価するための 3 次元形状計測装置の基本技術を構築し、夏目光学において 120mm 長の大型マンドレル用形状計測装置を開発した。両開発装置を用いて 120mm 長回転楕円マンドレルを製作した結果、形状精度 3.8nm(RMS) を実現した。

## 【テーマ2】電鋳転写プロセスの高精度・大型化技術の開発

目標値：120mm 長の回転体ミラーにおいて形状精度 20nm(RMS) 以下の実現

成果：電鋳転写プロセスの高精度・大型化技術の開発においては、夏目光学で、大型化に対応した動作機構を持つ電極蒸着装置の導入と、大型電鋳装置の開発により、120mm 長回転楕円ミラーの電鋳プロセスを開発した。また、電鋳条件の最適化によりピット0での 120mm 長回転楕円ミラーの製作を実現し、ミラー形状精度 11nm(RMS)を実現した。

## 【テーマ3：事業目標】X線ミラーの設計・製作・評価

目標値：ミラー120mm 長で集光精度  $1\ \mu\text{m}$  以下の実現（ユーザーニーズ）

成果：ユーザーである SPring-8 において、作製した 120mm 長回転楕円ミラーのX線光学評価を実施し  $1\ \mu\text{m}$ 以下の集光サイズを実現したことによって、事業目標を達成した。

### ●事業成果

研究開発成果により、製品として下記の素子が製造・販売可能となった。

具体製品1：「軟X線用回転楕円体ミラー」（図2-a）

楕円面の回転対称形状を持つミラーにより点光源を焦点へ集光させる光学系を実現する。

→本成果により、集光性能  $1\ \mu\text{m}$ 以下の軟X線集光ミラーが作製可能であることが示された。このことによりユーザーとして、既存分析より高精度かつ高効率な分析が実現できる。

具体製品2：「軟X線用回転体ウォルターミラー」（図2-b）

共焦点を持つ楕円面・双曲面の回転体ミラーにより結像光学系を実現する。2曲面が同一ミラー内に成形されるため、ユーザーにおけるアライメント手間が「具体的製品1」よりも軽減できることも付加価値となる。本事業により開発された技術により、本素子も同時に実現可能となった。

→本成果により、結像分解能  $1\ \mu\text{m}$ 以下のウォルターミラーの実現可能となる。このことより、ユーザーとしてX線イメージングにおける高精度化が実現できる。

### 3-2 研究開発後の課題・事業化展開

本研究開発事業で実証された大型 120mm 長回転楕円ミラーの光学性能はユーザーである SPring-8 で高く評価いただけた。この後の技術的課題は、大型化した本ミラーを継続かつ量産製造できる技術と投資が必要である。この後は夏目光学が主体に量産化を実現し、ユーザーへの販売とその他市場への拡販と供給を進める。

（2019年度から2020年度）また、東北地方における軟X線放射光施設建設が決定されたこともあり、本研究開発の成果を事業化展開できる期待が高まっている。引き続き市場動向に注視し、事業拡大を図る。

（2020年度から2021年度）