

X線用高精度ミラー 光学素子の製造

(株)ジェイテックコーポレーション
松坂俊一郎

1 はじめに

物質への高い透過性を持つX線は、レントゲン写真を始めとして、物質内部の状態を非破壊検査する目的で活用されてきた。X線を顕微鏡光源として使った場合、波長が短い故に、原理的に高い空間分解能を実現でき、先に述べた高い透過性と合わせて、サンプルの薄片化などの下準備なしに3次元構造の観察が可能となる。

高輝度なX線が利用可能な放射光施設は、巨大なX線顕微鏡とも呼ばれ、今日の様々な最先端研究に活用されているが、光源の性能を十分に活かしたX線顕微鏡として稼働するには、X線用光学素子の製造技術の進展が不可欠であった。

当社では、X線用光学素子のうち全反射ミラーにおいて、OsakaMirror (図1) と呼ばれる世界最高の性能を有する製品を安定的に製造する体制を構築しており、全世界の放射光施設に向けて高品質なミラーを供給し続けてきた。

本稿では、安定供給の源泉となる加工・計測のコアテクノロジーについて解説した後、生産技術への展開や、次世代ミラー製造のための新技術について解説する。

2 OsakaMirrorの製造

2.1 OsakaMirrorとは

光を整形する目的で使用されるX線光学素子において

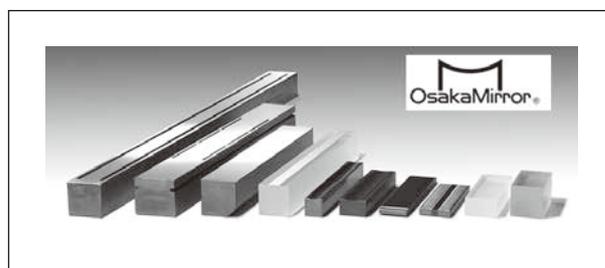


図1 OsakaMirrorの一例。大きな物で～1 mの長さを有し、空間周波数全域にわたって、ナノレベルの誤差で設計形状を実現している。理論限界の光学性能を達成することが可能。

は、色収差なく高効率であることから、全反射ミラーがよく用いられる。顕微鏡としての性能を突き詰めていけば、X線ビーム集光サイズにおいて回折限界を達成することが一つのマイルストーンになるが、これを実現するには、ミラー設計形状からの誤差(形状誤差)を、限りなくゼロにする必要がある。現実的に形状誤差をゼロにすることは不可能なので、全反射において、どれくらいの形状誤差が許容されるか検討すると、レイリーの条件から、 h を形状誤差、 θ を斜入射角、 λ をX線の波長としたとき、 $2h \cdot \sin\theta < \lambda/4$ を満たす必要がある。ここで λ を $\sim 0.12 \text{ nm}$ (10 keV)、 θ を5 mradと想定すると、 $h < 3 \text{ nm}$ となる。つまりミラー全長に渡って、形状誤差を3 nm以下にする必要があるのである。シリコンを基材とした場合、原子間距離で言えば十層程度になる、この厳しい仕様を実現するには、従来の研磨技術、計測技術の組み合わせでは実現が厳しかった。

この状況に対するブレイクスルーとして、2000年初頭、大阪大学山内栄誉教授のグループにより、加工・計測技

術両面において数々の技術創出がなされた。加工技術としてはEEM (Elastic Emission Machining)^{1,2)}が、計測技術としては、RADSI (Relative Angle Determinable Stitching Interferometry)³⁾とMSI (Microstitching Interferometry)⁴⁾が挙げられる。技術詳細は次項以降に述べるが、この成果によってもたらされ、当時、業界にインパクトを与えた回折限界集光結果を次に示す。

全反射ミラーを用いて光を集光させるのに、よく用いられるのはKB (Kerkpatrick-Baez) ミラーである(図2 (a))。このミラーは、2つの楕円鏡を直交するように組み合わせたもので、楕円の幾何学的な性質を利用して2次元集光することができる。図2 (b) に示すのは回折限界集光を達成した時に用いられたKBミラーの設計形状であり、図2 (c) に示すのは、実際に製造されたミラーの有効領域内の形状誤差である。水平方向集光用ミラー・垂直方向集光用ミラーともに、許容される形状誤差3 nmPV (Peak-to-Valley) に対し、2 nmPVで製造されていることを示している。そして図2 (d) には、放射光施設におけるX線ビーム集光スポットの結果を示すが、理論値の集光プロファイルと実験結果が一致していることが分かる。この実験結果から、RADSI・MSIによるオフラインでの形状計測結果が正しいこと、計測を元になされたEEMも想定通りに行われたことが証明され、X線ミラー製造における加工・計測の要素技術が確立されたと言える。この結果をきっかけに、これら要素技術を元に製造されたX線ミラーは国際的に高い評価を呼び、OsakaMirrorと呼ばれるようになった。その後、OsakaMirror製造の要素技術の移転を受け、正式に当社が製造を始めていくことになる。

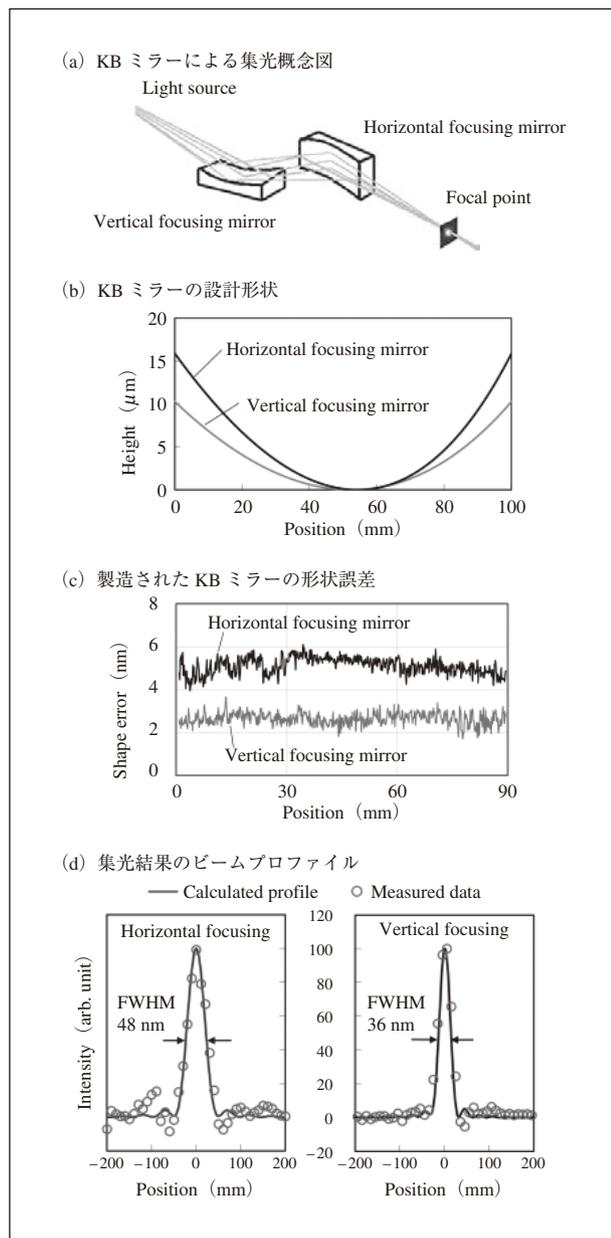


図2 OsakaMirrorで構成されたKBミラーでのX線集光結果。

2.2 OsakaMirrorの製造

(1)EEM加工原理

本来、加工というものは、何かしらのトレードオフが避けられないものである。例えば、空間周期の目線で言えば、大きな形状(低周期形状)を修正すると、ローカルな粗さ(高周期形状)が悪化する、ということは良く起こることである。X線ミラーでは、被加工面全域において、ナノレベルの平坦さが必要であることは先に述べたが、このトレードオフが従来の研磨技術でX線ミラーを製造することを困難としていた。

EEM加工原理について図3に示す。被加工物に対して反応性のある微粒子を超純水の流れによって被加工面に供給すると、微粒子と接したバンプ部分のみ化学的に結合が切られて除去される。これにより、微粒子が供給される箇所においては、原子的に平滑化されながら被加工物が除去されていく。微粒子がある流速をもって供給さ

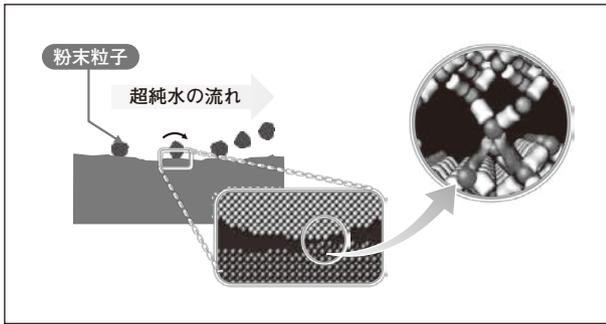


図3 EEMの加工原理。

れた箇所でのみ、この加工反応が起こることから、空間的に除去量をコントロールすることも可能である。つまり、EEMは、原子的平滑表面を維持しながら、決定論的に形状修正が可能（数値制御加工が可能）ということである。

(2)RADSИおよびMSIによる形状データ生成原理

EEMは決定論的に形状修正可能と先に述べた。その場合、形状誤差をゼロに近づけるのに必要なことは、正しくミラー形状を計測することである。EEMによって、数値制御加工が可能な空間波長は、サブミリメートルからミラー全長に渡るので、その空間波長帯全域において、サブナノメートルの精度で形状を正しく計測する必要がある。一つの計測機でそのような結果を出力できる市販装置は、開発初期には無く（現在もおそらく存在しない）、そこで開発された技術が、RADSИとMSIである。

RADSИはフィゾー干渉計を主計測機としており、大面積を一括計測できる利点を活用して、低周期形状を確定することができる。楕円ミラーに対して、フィゾー干渉計で計測できる視野は、リトレースエラーの問題で曲率のある方向（通常、ミラー長手方向）に制限がかかる。ミラー全面を計測するには、制限された視野を長手方向に移動させる必要があるが、これにはミラーを長手方向に傾斜させればよい。得られた各視野情報をつないでいく（ステッチングする）ことで、ミラー全面の形状を得ることができるが、その場合、何度ミラーを傾けたか、という情報が重要になる。角度情報を得るため、RADSИでは、フィゾー干渉計視野内に被験ミラーと参照基準平面ミラーを並べておく方法を採用した。被験ミラーと同

時に参照基準平面ミラー計測することで、参照基準平面ミラーの計測結果から角度情報を実測するのである。この構想を満たす独自の制御ステージを開発することで、各視野情報の相対角度を 10^{-8} radレベルで決定することが可能となった。

一方、MSIは白色干渉顕微鏡を主計測機としている。白色干渉顕微鏡は、視野は狭いが、採用する対物レンズに依存した顕微鏡分解能で面データを得ることができる。よって、適切な視野移動ステージとステッチングエラーを最小にするためのフォーカス制御機構を組み合わせれば、ミラー全面に渡って良質な高周期形状を得ることができる。しかしながら、視野の狭さから、RADSИのように参照物を同時に計測するようなことができない。そのため、各視野情報をステッチングして全面のミラーデータを得ようとした時に、ステッチング誤差の蓄積を解消することが難しい。結果として、低周期形状については、信頼度の低いデータとなる。これを解決するには、信頼度の低い低周期形状を、信頼度の高い外部データによって補正すればよい。

我々の場合は、外部データにRADSИの結果を採用できるので、最終的に、高周期形状から低周期形状まで、全区間で信頼のおけるミラー形状データを得ることが可能となった。図4には、データ生成の一例を示す。Combined shapeが最終的な形状データとなり、ミラー全長に渡って、信頼度の高いデータが得られていることが分かる。RADSИおよびMSIによって得られる形状データは、ラウンドロビンを経て、その信頼性が世界的に確認されており、このこともOsakaMirrorの信頼性を高める

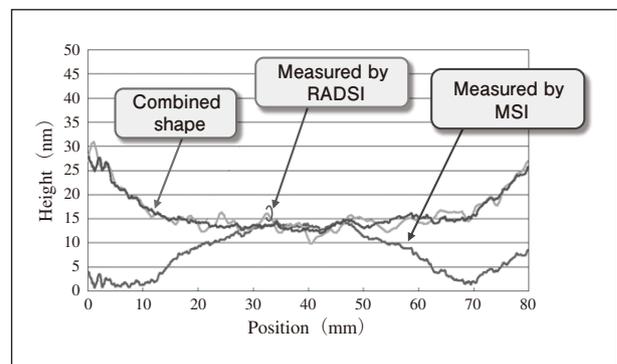


図4 RADSИ、MSIによって生成された形状データの一例。

こととなった。

(3)生産技術として成熟させる

ここまで、OsakaMirrorのコア技術について述べた。2005年の実用化から、現在では、年間200本にもなる出荷本数を誇るOsakaMirrorであるが、これを支える生産技術は、地道な努力と技術改良の積み上げによってなされてきた。実用化初期、まず取り組んだのは計測機・加工機のスケールアップと自動化であり、これを2年の間に速やかに実施し、ユーザーの求める品質に確実に応える体制を整えた。その後、製造設備は、年単位の安定性を持たせるための環境整備、メンテナンスを考慮したシステム再設計、冗長な運用体制の構築などによって、日々ブラッシュアップされていった。製造設備だけでなく調達の部分でも、放射光施設向けの光学素子というニッチなビジネスであるが故の様々な苦労を経験して現在に至っている。本項は特に苦労した点をかいつまんで述べる。

放射光施設用X線ミラーの基材は、放熱の観点から、ガラスよりもシリコンが好まれる傾向にある。光学の世界ではあまり一般的でないシリコンを基材として、1メートルを超えるようなパーミラーを作るとなると、均質な基材の安定供給元の確保が必要である。シリコンのインゴットと言え、ウェハを対象としたものがほとんどであることは想像に難くない。そんな中でも、当社の後工程とマッチするよう材料の調査、探索を行い、安定供給にこぎつけたことは、当社の努力の賜物と言える。

また、EEMは、一見、非の打ち所のない加工技術に思われるが、生産性という視点からは欠点がある。それは、単位加工体積が小さいことであり、端的に言えば、大きな形状を修正しようとする、とても時間がかかるということである。これは大量生産という観点からは大きな問題で、解決するには単位加工体積を大きくするか、修正量を小さくするかである。前者に対する取り組みは、大阪大学山内栄誉教授グループ内ですでに行われていたが、これと並行して、後者に対する取り組みを社内では行ってきた。

EEMを行う面は、形状誤差が小さいこと、EEMで数値制御加工が難しい高空間周波数領域をある程度整えておく、という要件がある。全体最適化の考えの中で、

EEMを行う面は、前加工面に当社内でもうひと手間加えることとし、その加工技術開発を行った。

詳細をここで述べることは控えるが、取り扱うミラーの面形状が、フラットだけでなく楕円を始めとする1D曲面ミラーも含むこと、ミラー外形が大きな角柱であることを考慮して加工機開発に取り組んだ。CCP(Computer Controlled Polishing)をベースに、X線ミラーに特化した装置を開発し、特にシリコンに対しては容易でなかった最適な研磨条件を探しだすことで、前出の要件を満たすようなEEM向けの面を安定的に用意できるようになり、これが生産性向上の足掛かりとなった。

近年では、EEM向けの面を用意する工程は、本社工場を飛び出し、栃木に新たに設けた生産技術センターに集約、本社はEEMに特化するという生産体制となり、更なる増産にも耐えることができるようになっていく。

3 次世代ミラー製造技術

3.1 自由曲面計測技術

X線ミラーに求められる要望は刻一刻と変遷していくが、近年では、より光を集めたいという需要などにより、2次元に曲率を持つ、いわゆる2Dミラーへの需要が高まっている。このような需要に対して、RADSI・MSIでは、計測が難しい、あるいは不可な場合があるので、当社では、新たな形状データ生成技術の開発に取り組んできた。独自に構築した超高精度CMM (Coordinate Measuring Machine) による3次元低周期形状計測や、CGH (Computer Generated Hologram) 干渉計による中-高周期形状計測技術などが挙げられるが、本項では、CGH干渉計計測について簡単に紹介する。

CGH素子は回折光学素子の一種で、入力された平面波を任意の自由曲面波に変換できる。通常、フィゾー干渉計は平面波を使うので、被験物が2Dミラーだと光が戻ってこられず、干渉縞を得られない。一方で、フィゾー干渉計に被験面の形状に合わせた自由曲面波を実現できるCGH素子を組み合わせると(これをCGH干渉計と呼ぶ(図5))、2Dミラーであっても、Nullフリンジを得ることができ、形状計測が可能になる。

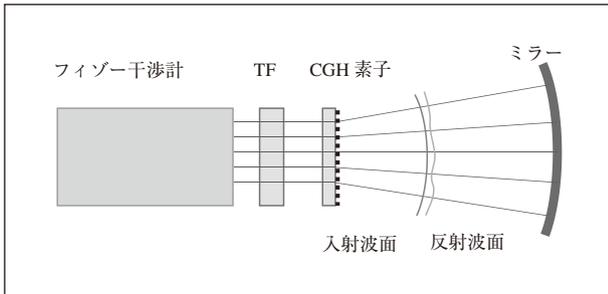


図5 CGH干渉計の概略図。CGH素子によって、平面波が任意曲面波に変換され、被験面に入射する。

X線ミラーで使われる2Dミラーは、回転楕円を代表として、ミラーの長手方向と短手方向の曲率が大きく異なるという性質を持つ。この性質を利用すると、ミラーをシリンダー形状に近似できる。

当社では、シリンダーCGHを組み合わせたCGH干渉計計測システムを構築し、計測方法、データ処理方法に対する技術開発を進めてきた。テストとして製造した2Dミラーを用いて放射光施設での集光実験を行ったところ、結果は良好であり、CGH干渉計計測の信頼性を確認できるものであった。

2Dミラーのような曲率を持った被験面に対してMSIを行うと、視野がさらに狭まるせいで、計測時間・データ処理時間が膨大になる。一方、CGH干渉計では、広い測定視野を維持できることから、その時間が圧倒的に圧縮可能であり、2Dミラーの工期短縮につながる。2Dミラーにおいても需要拡大に応える製造技術が整ってきた状況である。

3.2 CARE加工技術

X線を曲げるのに全反射ミラーが扱われることが多いと述べたが、全反射であるがゆえに斜入射角が小さく、大きな開口数を取れないため、極限集光を目指すには不利な点があった。その課題に対して、多層膜を積んだミラーを用いるということが考えられる。重元素と軽元素が交互に積層した多層膜を用いると、全反射でなくブラッグ反射が可能となる。よって、斜入射角が大きくとれ、大きな開口数を実現することができるのである。

しかしながら、多層膜ミラーに求められる表面精度は、全反射ミラーのものよりさらに厳しくなり、これまでで

上の平滑面が必要である。これを実現する技術として、大阪大学山内栄誉教授グループから技術移転を受けたCARE (Catalyst-Referred Etching)⁵⁾加工について、以下に述べる。

CARE加工は、加工ツールに触媒金属を用いたもので、加工ツール面を基準面として、この面に触れた被加工面の局所凸部にのみエッチング作用を引き起こす。この作用を被加工面全面に与えることで、原子的に平滑な面を得ることが可能となる(図6)。CAREは研磨剤のような微粒子を必要とせず、純水でのみで反応が起きることから、機械的要素が完全になく、ダメージ層を与えることがない。また、異物汚染も全くない、原子レベルでクリーンかつ平滑な面を得られることが特徴である。

詳細は割愛するが、加工ツールの最適化、長寿命化、加工条件最適化を経て、2021年にCARE加工は実用化がなされた。図7にCARE加工を施したシリコンのX線ミラーの表面粗さ評価結果を示す。評価範囲0.17×0.10

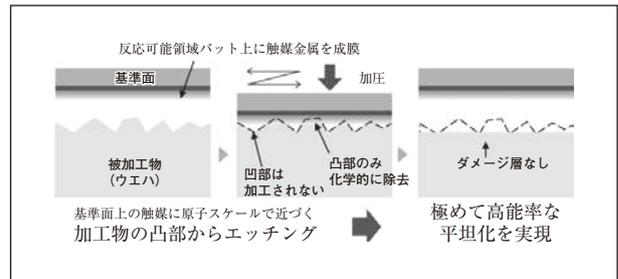


図6 CARE加工原理。

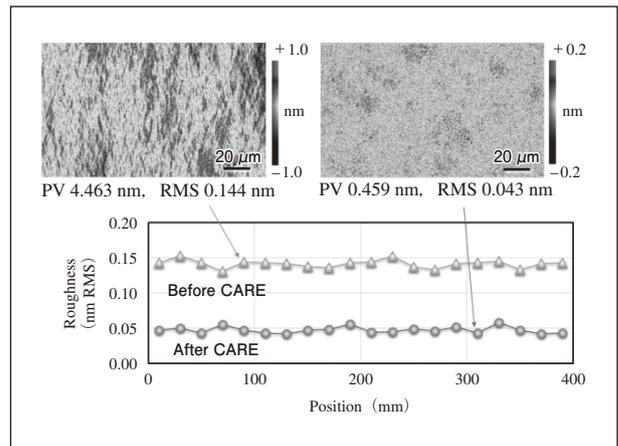


図7 CARE加工による粗さ改善の例。

mmの観察視野において、長さ400mmのミラー全面に渡って、CARE加工前0.15nmRMSの粗さが0.04nmRMSまで良化していることが分かる。

OsakaMirrorをさらに一段上のレベルに引き上げる本技術は、当社生産技術として組み込まれ、今後の需要拡大が期待される。

4 おわりに

大学発の技術を生産技術に昇華させ、ビジネスを起こし、社会に還元することが当社の持ち味の一つである。本稿で述べたOsakaMirror製造ビジネスの成功は、その一つの例であるが、当社が参画し、ビジネスが芽吹き始めている大学発の技術が他にもある。大学とのコラボレーションを広げ、放射光業界のみならず、現実社会でのイノベーションを実現させる仕事に引き続き邁進していきたい。

謝辞

OsakaMirrorの実用化にあたり、厚いご支援・ご協力をいただいた大阪大学山内和人栄誉教授、東京大学三村

秀和教授、名古屋大学松山智至教授、(国研)理化学研究所石川哲也センター長、(公財)高輝度光科学研究センター大橋治彦主席研究員に心より感謝申し上げます。また、CGH干渉計開発は、経済産業省 戦略的基盤技術高度化支援事業JPJ005698の助成を受けた。

参考文献

- 1) Y. Mori, et al., *Precis. Eng.* **9**, 123 (1987).
- 2) K. Yamauchi, et al., *Rev. Sci. Instrum.* **73**, 4028 (2002).
- 3) H. Mimura, et al., *Rev. Sci. Instrum.* **76**, 045102 (2005).
- 4) K. Yamauchi, et al., *Rev. Sci. Instrum.* **74**, 2894 (2003).
- 5) P. V. Pho, et al., *Proc. euspen's 20th Int. Conf. Exhib.* 2019 [https://www.euspen.eu/knowledge-base/ICE20238.pdf]

■ Manufacturing of high precision X-ray mirrors

■ Shunichiro Matsuzaka

■ JTEC Corporation

マツザカ シュンイチロウ

所属：(株)ジェイテックコーポレーション



ゼロから始める レーザーの 教科書

2017年4月刊行

宮崎大学 名誉教授
黒澤 宏 著

- 体裁：A5判 約125頁
- 定価：2,000円(税込)
- ISBN：978-4-902312-55-3

光のオンライン書店
<http://shop.optronics.co.jp/>

クレジット・代金引換・コンビニ払い・銀行振込

光のオンライン書店

検索