

EEM (Elastic Emission Machining) およびプラズマ CVM (Chemical Vaporization Machining) による高精度 X 線全反射ミラーの開発

石川哲也 理化学研究所播磨研究所 〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都 1-1-1
 高輝度光科学研究センター放射光研究所 〒679-5198 兵庫県佐用郡三日月町光都 1-1-1
 森 勇藏 大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センター 〒565-0871 吹田市山田丘 2-1
 遠藤勝義* 大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センター 〒565-0871 吹田市山田丘 2-1

Fabrication of Ultraprecise X-ray Total Reflection Mirrors by EEM (Elastic Emission Machining) and Plasma CVM (Chemical Vaporization Machining)

Tetsuya ISHIKAWA RIKEN/SPring-8 Kouto 1-1, Sayogun, Hyogo, 679-5148, JAPAN
 JASRI/SPring-8 Kouto 1-1, Sayogun, Hyogo, 679-5198, JAPAN
 Yuzo MORI Center of Ultra-Precision Science & Technology, graduate school of engineering, Osaka University 2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871, JAPAN
 Katsuyoshi ENDO* Center of Ultra-Precision Science & Technology, graduate school of engineering, Osaka University 2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871, JAPAN

Abstract

3rd and coming 4th generation synchrotron facilities, in which coherent hard X-rays can be utilized, encourage the realization of new instrumentations such as coherent imaging, scanning microscopy with diffraction limited resolutions. To establish advanced optical systems for such new instrumentations, unprecedented degree of accuracy is required especially in reflective optics. In this report, plasma chemical vaporization machining and elastic emission machining, which are fabrication methods having sub-nanometer accuracy in large-scale figuring and are actually utilized to fabricate ultraprecise X-ray optics used in Spring-8, are introduced.

1. はじめに

SPring-8 に代表される第 3 世代のシンクロトロン放射光施設では、高い強度に加えて、優れた平行度と可干渉性を併せ持つ X 線が利用可能となり、位相や屈折コントラストを利用した生体イメージング、集光ビームによるナノスペクトロスコープ等、様々な光学システムの開発と実用化が進められつつある¹⁻⁶⁾。しかし、X 線の集光や偏向、エネルギーフィルターとして重要な役割を担う X 線ミラーには、光の平行度と可干渉性の向上に伴い、従来以上の高い形状精度が要求されている。一方、極度に高い精度の物づくりを支える基盤技術の研究・開発も進み、EEM (Elastic Emission Machining) や PCVM (Plasma Chemical Vaporization Machining) 等の原子論的生産技術に基づく超精密加工システムが完成する等、原子スケールで平滑かつ形状精度 1 nm レベルの任意形状の表面を 10 mm から数 100 mm スケールの大きさに作りこむことが可能になりつつある⁶⁻¹⁶⁾。ここでは、シンクロトロン放射光のより高度な利用のために必要な高性能ミラーの開発と評価に関して、SPring-8 (理化学研究所) と大阪大学の精密科学専攻との共同研究の成果を概観する。

2. 超精密加工法

2.1 EEM (Elastic Emission Machining)

EEM は、微粒子と加工物表面間の化学反応を利用した超精密加工法である。Fig. 1 に加工原理を模式的に示す。加工物材料と反応性のある微粒子を、超純水の流れによって加工物の表面に供給し、表面間の化学結合が生じた後、さらに超純水の流れにより、微粒子を取り除くとき、

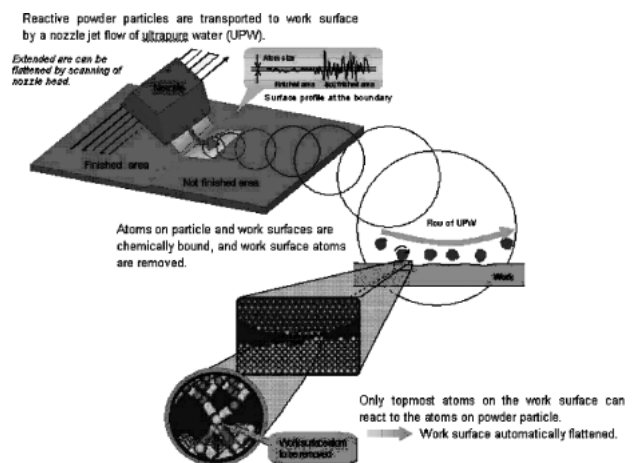
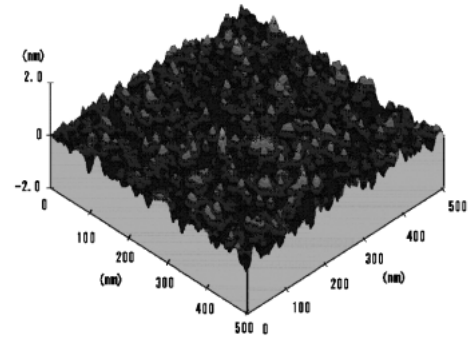


Figure 1. Atom removal process in EEM.



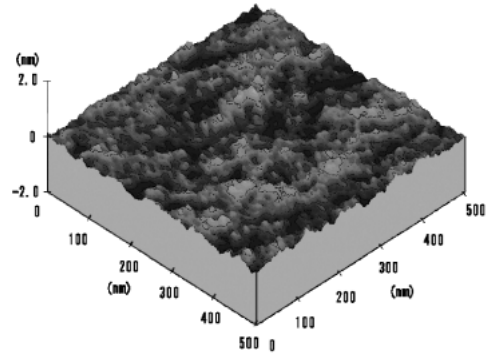
Figure 2. Photograph of numerically controlled EEM.

微粒子が加工物表面の原子を原子単位で持ち去ることによって加工が進む。化学的な原理に基づく加工法であり、原子レベルの平滑面を結晶学的な欠陥の導入を伴うことなく実現することができる。微粒子には、通常 SiO_2 等の金属酸化物が用いられ、ノズルから吐出する超純水の流れにより加工物上の特定の領域に供給される。ノズルを適当な速度で加工領域全域にわたって走査することにより、任意形状の創成が可能である。Fig. 2は、X線ミラー等の大面積加工物の表面において、ナノメートルレベルの形状精度と原子レベルの超平滑面を得ることを目的に設計・開発された数値制御 EEM 加工システムである。本装置では、加工環境が外気と完全に隔離できる構造になっており、また、数値制御ステージに超純水静圧支持を導入することによって加工環境の超清浄化が図られている。加工液中への有機物や酸素の混入を防ぐことは化学加工である EEM を安定に行うためにきわめて重要であることが分かっている。原子サイズに対して巨大な粒子 (0.01~数 μm) の表面の反応性を利用する EEM では、表面に存在する原子レベルの凹凸の底部の原子が微粒子表面の原子と反応する確率は極めて小さく、表面の凸部の原子が選択的に除去される。このため、通常の化学加工では、選択エッチングによって凹凸ができやすい結晶方位の表面であっても、原子レベルで平坦な表面の形成が可能である。EEM 加工された Si (001) 表面のマイクロラフネスを AFM によって計測した結果を Fig. 3 に示す。前加工面のマイクロラフネスは R_{RMS} で 0.183 nm [R_{max} : 1.603 nm, Ra: 0.146 nm] であるのに対して、EEM 加工面では、加工量が 2 nm の場合で、 R_{RMS} が 0.100 nm [R_{max} : 0.910 nm, Ra: 0.078 nm], 8 nm の場合では R_{RMS} で 0.087 nm [R_{max} : 0.841 nm, Ra: 0.068 nm] である。Fig. 4 は AFM によって測定された表面プロファイルの PSD (Power spectral density) 解析を行った結果である。加工量が、前加工表面のマイクロラフネスの Peak-to-valley (P-V) に相当する 2 nm の段階で、原子レベルの平滑面が得られており、EEM では表面の凸部から選択的に加工が進むことから、極めて能率的な平坦化が可能であることを示している。また、本加工法が化学的原理

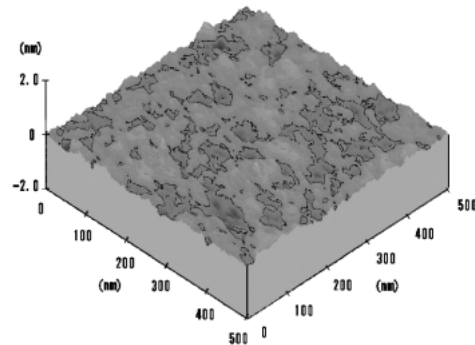


(a) Pre-machined surface (As-received wafer surface)

RMS : 0.183nm, Ra : 0.146nm



(b) EEM surface (removal depth : 2nm) RMS : 0.100nm, Ra : 0.078nm



(c) EEM surface (removal depth : 8nm) RMS : 0.087nm, Ra : 0.068nm

Figure 3. AFM observation of EEM surface of Si(001).

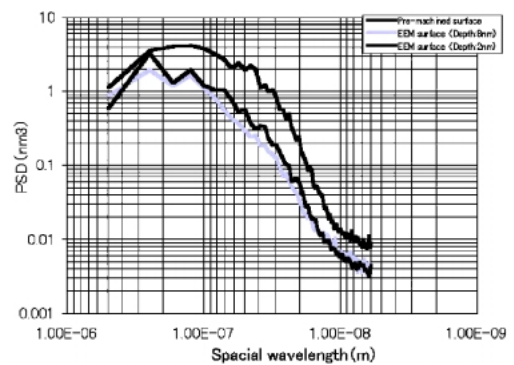


Figure 4. Power Spectral density curves of Si(001) surfaces with and without EEM finishing.

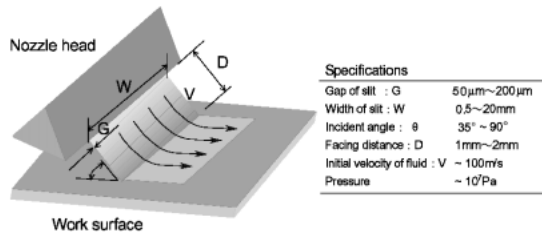


Figure 5. Typical EEM head for figuring.

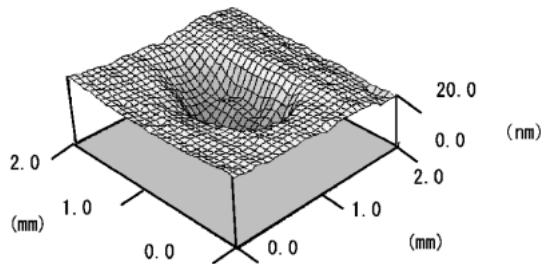


Figure 6. Typical profile of stationary removal.

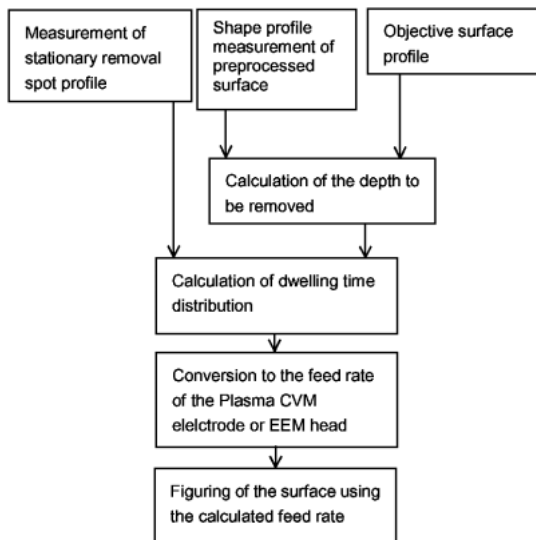
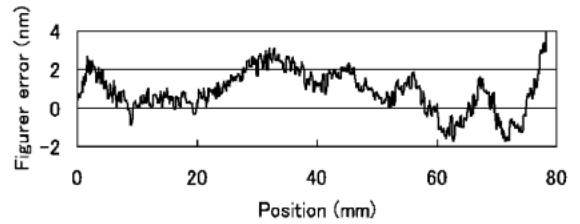


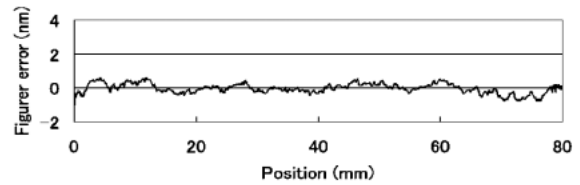
Figure 7. Procedures of numerically controlled figuring.

に基づくものであることから、幾何学的な精度だけでなく結晶学的な性質が重要となるプラグ光学素子にも適用可能であることは言うまでも無い。

Fig. 5 は、数値制御 EEM に用いる代表的なノズルの構造と各部の寸法の例を示している。Fig. 6 は、このノズルを用いることによって得られる静止加工痕の形状である。数値制御に基づく形状創成の手順を Fig. 7 に示す。前加工面形状を必要な精度で計測し、このデータと目的形状のデータをコンピューターに入力し、その差を必要加工量分布として、Fig. 6 の静止加工痕形状とのデコンボリューションにより、各点でのノズルの最適走査速度を算出する。Fig. 8 は、プラズマ CVM によって加工された楕



(a) Before EEM processing



(b) After EEM processing

Figure 8. Profiles before and after EEM processing.

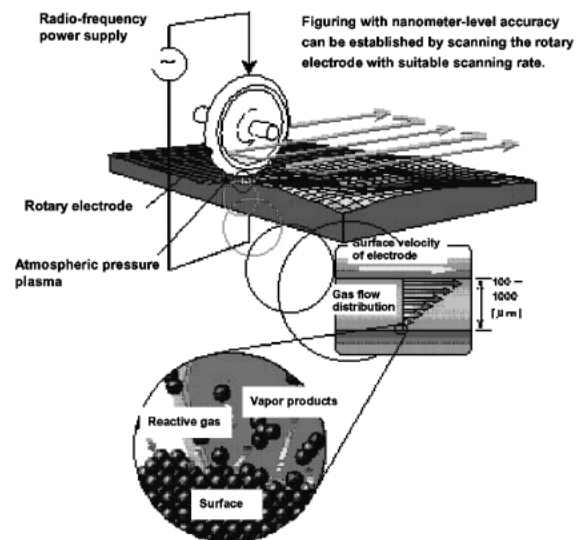


Figure 9. Removal mechanism of PCVM.

円面形状の形状誤差とこれを数値制御 EEM 加工を用いてさらに修正した後の形状誤差を示している。空間分解能 0.1 mm でサブ nm 精度の形状修正加工が行われていることが分かる。

2.2 PCVM (Plasma Chemical Vaporization Machining)

PCVM とは、高圧力ガス中（主として大気圧の He）で電極周りに局在した高周波プラズマを発生させ、そのガス中に混合した加工ガス分子を分解し、反応性の高いラジカル（電気陰性度の大きいハロゲンラジカルなど）を生成し、加工物表面原子と反応させて揮発性の物質に変えることにより除去加工を行うものである。Fig. 9 にその加工原理を模式的に示す。加工原理は純化学的であり、幾何学的のみならず、結晶学的にも優れた加工面を得ることができる。本加工法では、大気圧プロセスであることから、プラ

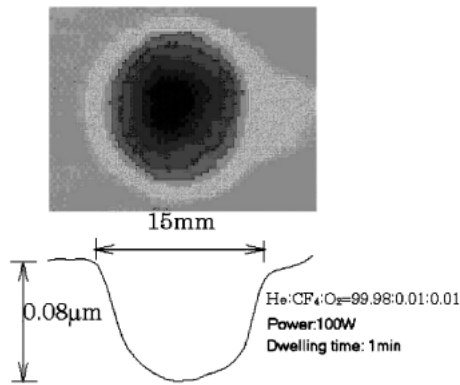


Figure 10. Stationary removal.

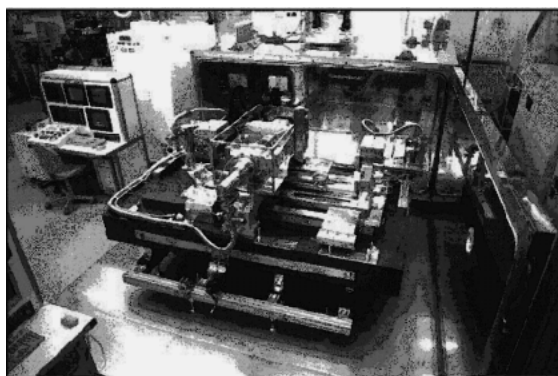
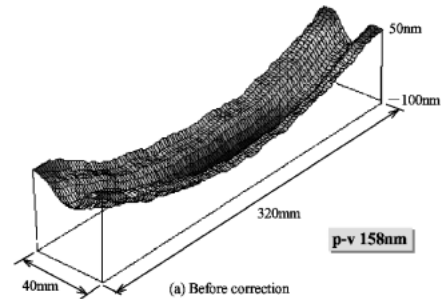


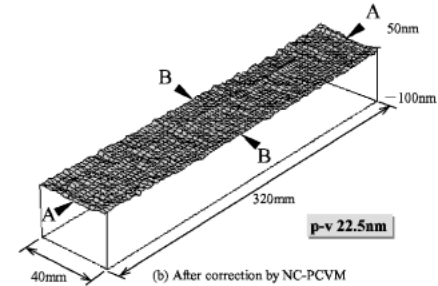
Figure 11. Numerically controlled PCVM system for X-ray mirror fabrication.

ズマの発生用に回転電極を用いており、回転によって発生する粘性流により、効率の良い反応ガスの供給および反応生成物の排出、ならびに電極の冷却を可能にしている。その結果、PCVMでは、従来の研削加工に匹敵する速度で加工を行うことができる。球型の電極を用いた場合、電極を静止させると **Fig. 10** にその一例を示す加工痕が形成され、試料ステージの送り速度を必要な加工量分布に応じて数値制御することにより、任意形状を10 nm以上の精度で作ることができる。**Fig. 11** に開発したX線ミラー等の大面積加工物用の数値制御PCVM装置を示す。加工装置内に設置された回転電極や数値制御試料ステージには、加工雰囲気ガスを作動流体とする気体軸受けシステムが採用されており、パーティクルの発生や潤滑油等の有機物による表面汚染のない清浄な加工雰囲気を実現している。

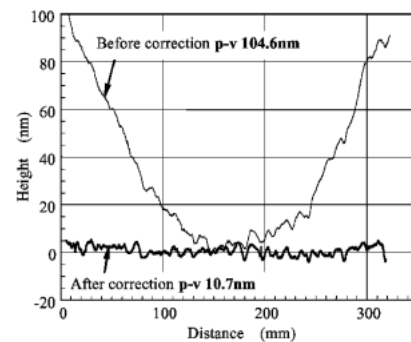
本加工法によって、形状創成加工を実施した例を **Fig. 12** に紹介する。長さ400 mmの硬X線用平面ミラーの加工例である。前加工面は機械研磨によって仕上げられたSi製の市販ミラーである。形状誤差が0.1 μm程度ある前加工面が、平面度1ナノメートルレベルにまで改善されていることが分かる。



3-D profile of premachined surface



3-D profile of figured surface by plasma CVM



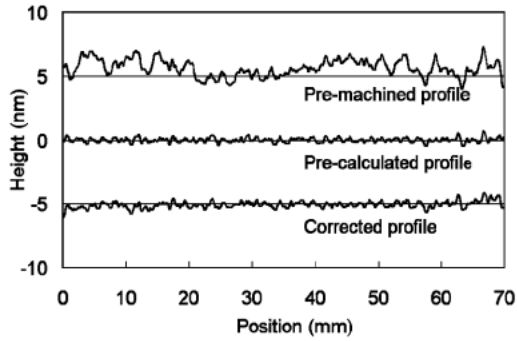
Cross-sectional profile along A-A line

Figure 12. X-ray flat mirror fabricated by numerically controlled PCVM.

3. シンクロトロン放射光用X線ミラーの加工

3.1 全反射平面ミラー

第3世代のシンクロトロン放射光源では、極めて高い平行度と可干渉性をもつ硬X線が利用に供されている。しかし、用いるミラーの形状誤差によって、反射光中にコントラストの非常に高い強度むらが生じることが問題となってきた。これを抑えるためには、 1 mm^{-1} 以上の高空間周波数領域までの実形状を評価し、1 nm以上の精度で修正する必要がある。従来より行われている斜入射ミラーの形状評価では、数mm程度までの空間波長領域を形状とみなし、誤差修正の対象としている。空間波長1 mm程度より短い領域の形状は粗さとして扱われ、その影響をDebye-Waller因子に帰結し、ミラー上の数ヶ所が、統計的な自乗平均粗さで評価されているに過ぎない。我々は、高い空間周波数領域の形状誤差までを正確に評価するために、マイクロスティッチング干渉計を開発し、 $10\ \mu\text{m}$



(a) Residual figure errors of pre-machined, pre-calculated and actually corrected surface



Reflected X-ray image of EEM processed surface



Reflected X-ray image of pre-machined surface

(b) Performance evaluation at 1km-long beamline of SPring-8

Figure 13. Fabrication and evaluation of total reflection mirrors.

の空間分解能で大型の全反射ミラーの全領域を計測した。本研究では、このデータをもとに PCVM および EEM による数値制御加工を行っている。Fig. 13は、空間波長0.5 mm から10 mm の領域に約 2 nm (P-V) の凹凸のあるミラーを数値制御 EEM によって形状修正した結果を示している。Fig. 13(a)は、加工前の形状と数値制御 EEM によって得られる形状の予測値および実測値である。実測値と予測値は細部にわたって一致しており、これは、計測の高い信頼性と加工性能の高さを同時に示すものである。Fig. 13(b)は、EEM 加工を行った部分とそうでない部分を用いて X 線を反射したときの反射光を X 線カメラによって撮影したものである。形状修正前の表面を用いた場合は、激しい強度むらがあるが、空間分解能0.1 mm の数値制御 EEM によって形状修正された表面の反射強度分布は非常に平滑であることが分かる。本結果は、全反射 X 線ミラーの表面形状をオフラインで詳細に評価して修正し、その結果に対応する効果を世界で最も高い平行度と可干渉性をもつ SPring-8 BL29XUL で確認したものであり、加工精度とビームラインでの評価が、極めて高い次元で明確に対応した事例である。

3.2 Kirkpatrick-Baez ミラー集光システムの開発

高分解能走査型 X 線顕微鏡システムの開発を目的に、EEM および PCVM により、焦点距離300 mm および150 mm の2枚の楕円ミラーを製作し、水平方向と垂直方向の集光を独立に行う Kirkpatrick-Baez 集光ユニット (Fig. 14) を開発した。ミラーの大きさは、長手方向に100 mm であり、曲面の最大深さは、焦点距離300 mm のミラーが約 3 μm 、焦点距離150 mm のミラーが約 6 μm である。

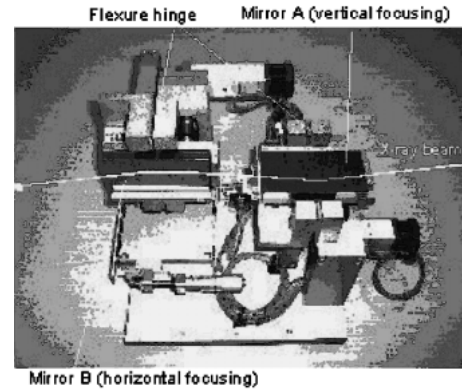
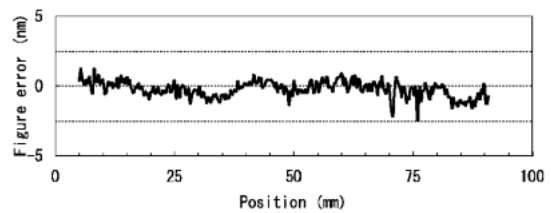
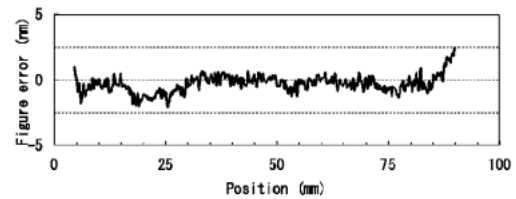


Figure 14. Kirkpatrick-Baez optical unit equipping elliptical mirrors fabricated by EEM and plasma CVM.

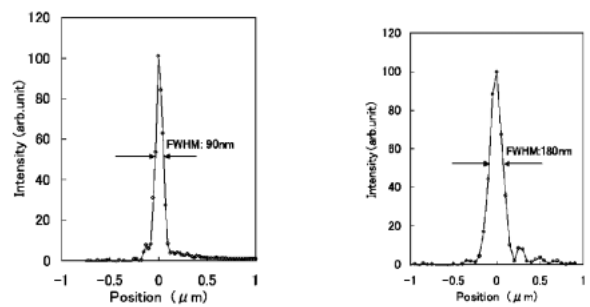


For vertical focusing mirror



For horizontal focusing mirror

(a) Residual figure errors of the mirrors to focus in horizontal and vertical direction



Horizontal direction

Vertical direction

(b) Focused beam profiles in horizontal and vertical direction

Figure 15. Residual figure errors and focusing performances of the mirrors.

Fig. 15(a)に示すように、双方ともミラーの形状誤差は 3 nm (P-V) 以下であり、従来技術では不可能な極めて高い形状精度が非球面形状において実現されている。本ユニ

ットの光学定数は SPring-8 の BL29XUL にあわせて設計されており、Fig. 15(b)は、本ユニットによって集光されたビームプロファイルを BL29XUL で評価した結果である。半値幅は水平、垂直方向がそれぞれ180 nm, 90 nm であり、ミラーによる Kirkpatrick-Baez 集光システムにおいて世界最小径を達成している。なお、本ユニットは、走査型 X 線顕微鏡として、すでに利用に供されている。

4. まとめ

数100 mm スケールの大面積表面を、形状精度 1 nm (P-V) で創製することを目的に開発された超精密加工法である EEM および PCVM の加工原理と特徴について述べ、これらを用いて、シンクロトロン放射光用全反射ミラーの製作を行い、SPring-8 の BL29XUL で評価した一連の研究経過を紹介した。放射光技術ならびに超精密加工技術は、ともに極めて広範な科学技術を支える重要な基盤技術であり、本研究の成果は、当該 2 分野の成果にとどまらず、生命科学の発展やナノテクノロジーの実用化・産業化に大きく貢献するであろうことを期待している。今回紹介した研究は、筆者らと高輝度光科学研究センター放射光研究所の Alexei Souvorov 氏、矢橋牧名氏、理化学研究所播磨研究所の玉作賢治氏ならびに大阪大学の山内和人氏、山村和也氏、三村秀和氏、佐野泰久氏、齋藤彰氏等との共同研究によって行われたものである。

参考文献

- 1) T. Ishikawa, K. Tamasaku, M. Yabashi, S. Goto, Y. Tanaka, H. Yamazaki, K. Takeshita, H. Kimura, H. Ohashi, T. Matsushita and T. Ohata: *Proc. SPIE* **4154** (2001), p. 1.
- 2) T. Ishikawa, K. Tamasaku, M. Yabashi, S. Goto, Y. Tanaka, H. Yamazaki, K. Takeshita, H. Kimura, H. Ohashi, T. Matsushita and T. Ohata: *Proc. SPIE* **4154** (2001), p. 1.
- 3) W. Yun, B. Lai, Z. Cai, J. Maser, D. Legnini, E. Gluskin, Z. Chen, A. A. Krasnoperova, Y. Vladismirsky, F. Cerrina, E. Di Fabrizio and M. Gentili: *Rev. Sci. Instrum.* **70**, 5 (1999) 2238.
- 4) O. Hignette, J. Peffen, V. Alvaro, E. Chinchio and A. Freund: *Proc. SPIE* **4501**, 43 (2001).
- 5) R. Signorato, J. Carre and T. Ishikawa: *Proc. SPIE* **4501**, 76 (2001).
- 6) Y. Mori, K. Yamauchi, K. Yamamura, H. Mimura, A. Saito, H. Kishimoto, Y. Sekito, M. Kanaoka, A. Souvorov, M. Yabashi, K. Tamasaku and T. Ishikawa: *Proc. SPIE* **4501**, 30 (2001).
- 7) Y. Mori, K. Yamauchi, K. Sugiyama, K. Inagaki, S. Shimada, J. Uchikoshi, H. Mimura, T. Imai and K. Kanemura: in *Precision Science and Technology for Perfect Surfaces*, edited by Y. Furukawa, Y. Mori and T. Kataoka, (Japan Society for Precision Engineering, Tokyo, 1999), p. 207.
- 8) Y. Mori, K. Yamauchi and K. Endo: *Precis. Eng.* **10**, 24 (1988).
- 9) Y. Mori, K. Yamauchi, K. Endo, T. Ide, H. Toyota, K. Nishizawa and M. Hasegawa: *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 621 (1990).
- 10) K. Yamauchi, K. Hirose, H. Goto, K. Sugiyama, K. Inagaki, K. Yamamura, Y. Sano and Y. Mori: *Computational Materi-*

als Science **14**, 232 (1999).

- 11) 森 勇藏, 山内和人, 杉山和久, 稲垣耕司, 三村秀和, 今井利幸: 数値制御 EEM (Elastic Emission Machining) 加工システムの開発—nm オーダでの加工精度の評価—精密工学会誌 **67**, 607 (2001).
- 12) 森 勇藏, 山村和也, 佐野泰久: 数値制御プラズマ CVM による X 線ミラーの加工に関する研究 (第 1 報)—X 線ミラー加工装置の開発—, 精密工学会誌 **67**, 131 (2001).
- 13) Y. Mori, K. Yamamura and Y. Sano: *Rev. Sci. Instrum.* **71**, 4620 (2000).
- 14) Y. Mori, K. Yamamura and Y. Sano: *Rev. Sci. Instrum.* **71**, (2000) p. 4627.
- 15) H. Takino, N. Shibata, H. Itoh, T. Kobayashi, H. Tanaka, M. Ebi, K. Yamamura, Y. Sano and Y. Mori: *Jpn. J. Appl. Phys.* **37** (1998) p. L894.
- 16) H. Takino, N. Shibata, H. Itoh, T. Kobayashi, H. Tanaka, M. Ebi, K. Yamamura, Y. Sano and Y. Mori: *Appl. Opt.* **37** (1998) p. 5198.



石川哲也

理化学研究所播磨研究所

E-mail: ishikawa@spring8.or.jp

略歴:

1982年東京大学大学院工学系研究科物理工学専攻博士課程修了。工学博士。高エネルギー物理学研究所放射光実験施設助手、東京大学工学部助教授、理化学研究所・マイクロ波物理研究室主任研究員を経て、現在、理化学研究所播磨研究所 X 線干渉光学研究室主任研究員。加速器工学、X 線光学等の研究に従事。



森 勇藏

大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センター

略歴:

1963年大阪大学工学部精密工学科卒業。1983年大阪大学工学部精密工学科教授、2001年大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センターのセンター長を併任。現在、大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センター客員教授、精密工学会の現会長ならびに精密工学会超精密加工専門委員会の現委員長。工学博士。超精密加工、物理化学加工、表面物性の研究に従事。



遠藤勝義

大阪大学大学院工学研究科附属超精密
科学研究センター

E-mail: endo@upst.eng.osaka-u.ac.jp

略歴：

1982年大阪大学大学院工学研究科精密工学専攻修士課程修了，金沢大学工学部助手，1986年大阪大学工学部助手，1992年助教授を経て，2001年大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センター教授，現在に至る。2003年より，超精密科学研究センター長，21世紀 COE プログラム「原子論的生産技術の創出拠点」の拠点リーダー。工学博士。精密科学，物理計測の研究に従事。