

研究課題別評価書

1. 研究課題名

ラージスケールナノ精度加工・計測・転写プロセスの構築

2. 氏名

三村秀和

3. 研究のねらい

横方向において、数十ミリメートルオーダーのラージスケールにおいて、高さ方向にナノメートルの形状精度と表面平滑性を持つマスター表面を作製し、それを、ナノメートル精度で転写することにより、ナノ精度の形状と表面粗さを持つ表面を量産できる、一連のプロセスを構築する。将来、反射型光学素子に飛躍的な性能向上と低価格化をもたらす、革新的なナノ精度表面生産プロセスの構築を目指す。

4. 研究成果

4-1 研究背景

近年、急速に発展している科学技術分野の一つに波長がオングストロームから数 10 ナノメートルのX線光源の開発が挙げられる。将来、レーザーに近い理想的なX線の利用が可能になり、波長の短さを利用したナノメートル、オングストロームレベルの空間分解能をもつ加工・分析技術の開発が進むと考えられる。

しかしながら、X線光源の進歩のみでこれらの高分解能の技術開発が進むわけではない。X線は波長が短いために、理想的な集光や結像を行うためには、非常に高精度な光学素子が必須となる。X線を取り扱うための光学素子としては、X線は屈折しないために、反射型の素子を用いた光学系が主となる。また、その光学素子には、少なくとも数ナノメートル精度の表面粗さと形状精度が必要となる。その光学素子の大きさは、少なくとも数10mmの大きさである。

本研究の目的は、図1に示すようにX線用の光学素子の作製のためのナノ精度の加工・計測による表面創成プロセスを高度化するとともに、ナノ精度の転写による量産プロセスを新たに開発し、ラージスケール領域におけるナノメートルレベルの精度を持つ光学素子作製のための革新的な生産プロセスを構築することにある。特に、ナノ精度転写プロセスの開発はさきがけ研究から開始するプロセスである。

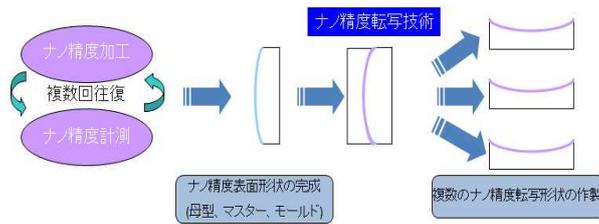


図1 本さきがけ研究で開発するプロセス

4-2 ナノ精度表面創成プロセス

本さきがけ研究では、ナノ精度表面創成プロセスにおいて、特に高分解能化を目指し研究を推進した。EEM(Elastic Emission Machining)を用いた加工精度の向上と高分解能化を実施するためには、微粒子を局所領域に供給し、単位スポット形状を微小化する必要がある。そのため、150 μm ϕ の円形開口のノズルを使用した。

ここで開発したシステムの特徴は、ダイヤモンドポンプの脈動を利用した自動逆栓システムと沈降分級を併用することで、フィルターの目詰まりを抑制したことである。本システムを採用することにより、最長6カ月(ポンプのダイヤモンドの寿命)に亘っての連続動作を確認した。

本さきがけ研究では、顕微干涉計を用いた高分解能形状計測装置を開発した。図2に開発した加工装置、マイクロステッチング干涉計、これらにより、取得した静止加工(スポット加工)形状を示す。 $\phi 200 \mu\text{m}$ の大きさの微小加工痕を得ることに成功した。



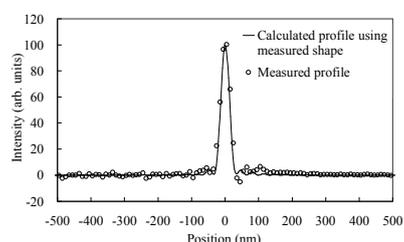
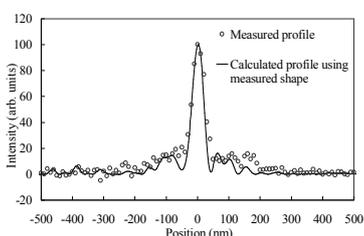
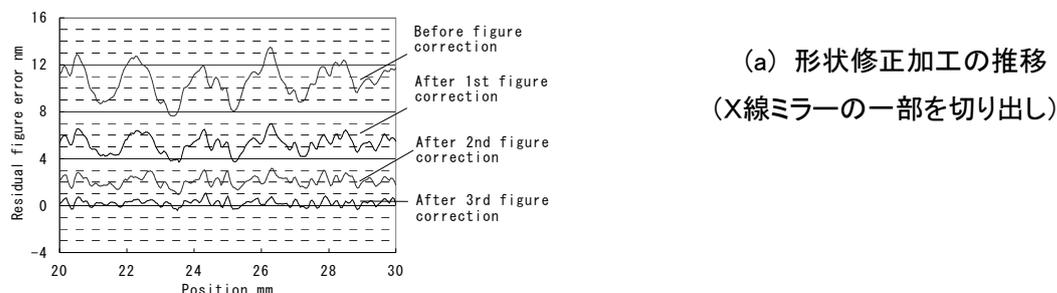
(a)高分解能EEM加工システム (b)開発したマイクロステッチング干涉計システム (c)スポット加工形状

図2 開発した高分解能表面創成システム

開発した形状計測装置には、表面粗さの評価用の顕微干涉計を自動計測用のステージに搭載し、30 μm の横分解能で計測領域全面に亘って自動で計測可能とした。全自動計測ソフトを作成し、ミラーを設置するだけで所定領域を計測することが可能なシステムを完成させた。

開発した加工・計測システムをX線ミラーの作製に適用した。図3(a)に加工経過の推移を示す。この図からわかるように、加工の形状誤差が大幅に改善された。特に、数100 μm の周期の細かな形状誤差が改善されている。また、加工されたミラーをSPring-8にてその集光特性の評価を

行った。その結果を図4(b)(c)に示す。ここでは、加工領域と未加工領域にX線を照射させたときに得られた集光強度プロファイルと比較している。この図から、集光X線の周辺における形状誤差に起因する散乱X線が除去されていることがわかる。また、本システムを用いて作製された7keV用のX線集光ミラーにおいても、理想的な集光特性を確認した。



(b) 形状修正前のX線ミラーの集光特性

(c) 形状修正後のX線ミラーの集光特性

図3 X線ミラーの作製と集光特性の評価

4-3 ナノ精度表面転写プロセス

将来、ナノメートルの精度をもつミラーを量産するためには、時間を要するナノ精度の加工と計測を繰り返す方法では不可能である。そこで、さきがけ研究ではこの問題を根本的に解決するナノ精度転写プロセスを提案した。従来の転写技術と違うのは、数10mmの領域における評価において、高さ方向に対して、ナノメートルの精度の転写を目指した点である。ラージスケール領域においてナノメートルの精度を実現するためには、①常温プロセスであること。②マスター表面に負荷をかけないこと。が必須である。①は、転写するプロセス雰囲気と使用する環境の温度が異なると、温度による変形の影響がでるために、ラージスケール領域での精度が保てない。また、②は、当然であるが、ラージスケール領域では、少しの負荷で形状がナノメートルレベルで湾曲するためである。

そこで、本研究では、ラージスケール領域におけるナノ精度での表面形状の転写を目的として、多孔質裏打ち電鍍法を提案した。図4に多孔質裏打ち電鍍法の概要を示す。本方法では、アルミナ多孔質材をたわみ抑制のための裏打ち材として用いている。電極を取り付けたマスター表面に多孔質材料を対面させ電解液の中に入れる。そして、電極に電圧を印加すると金属が電極表面から析出する。多孔質材料は内部に空洞があるために、金属がそのまま多孔質内部に浸透電析され、金属と多孔質が合体する。そして、電極層とマスター表面で分離し、電極層のマスター側の

界面が目的とする転写表面となる。

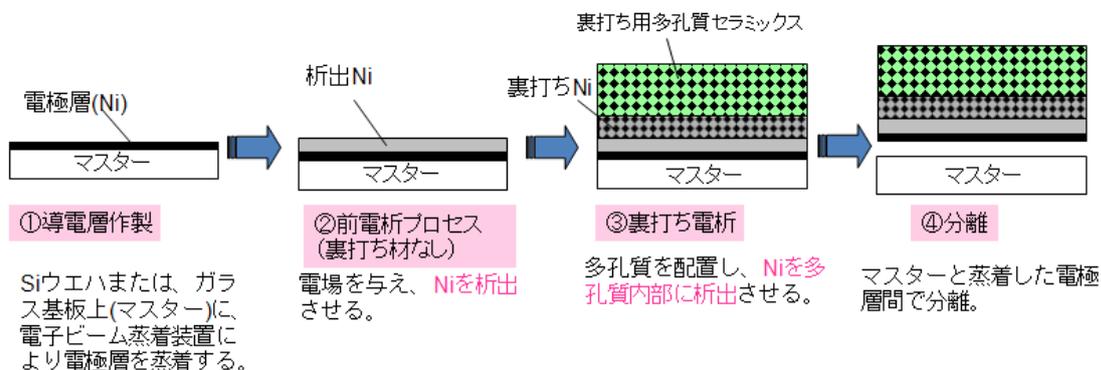
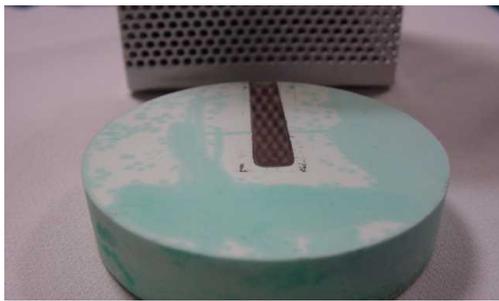


図4 多孔質裏打ち電鍍プロセスの概要

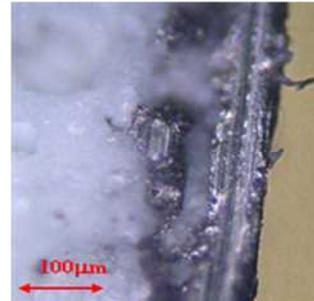
本プロセスの特徴は、ヤング率がガラス以上の非常に硬いアルミナ多孔質材料と析出金属を合体させることで、析出した金属の内部応力によるたわみを抑制することができ、ラージスケール領域における転写精度の飛躍的な向上を期待できる。また、多孔質材料と合体させるために、金属析出の厚みを薄くすることができ、従来の電鍍技術の問題点を解決する手法であるといえる。本研究では、腐食性を考慮し、一般的に電鍍法で用いられているニッケルを電析金属に選択した。

本研究では、電極層を形成する時に、バインダー層としてのCrの量を精密に制御することで、電析中は剥離しないが、電析終了後、意図的に剥離可能な条件を見つけた。この時、Crの密度は、1nm四方中に一個であり、ほとんどの領域が直接マスター表面と接触しているために、原理的にマスター表面の性質をそのまま転写することができる。また、本プロセスでは、多孔質内部に金属を析出する条件は限られており、再現性を得ることに時間を要した、最終的には安定した転写実験を行うことが可能となった。

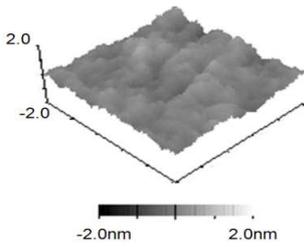
図5に、多孔質裏打ち電鍍を行ったサンプルの写真を示す。また、電極と多孔質材を切断し、断面を観察した結果を示す。これにより、金属が多孔質内部に浸透していることがわかる。また、転写表面の表面粗さとして500nm四方の領域と64 μm \times 48 μm の領域において、RMSで0.2nmを達成し、また、表面形状の転写精度としては、P-Vで100nmを確認した。特に、数10mmの領域において、このレベルの転写精度が報告されている例はなく、世界初である。



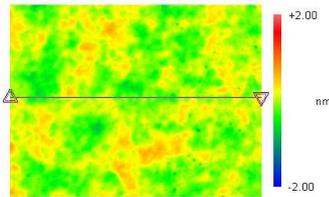
(a) 転写表面の写真



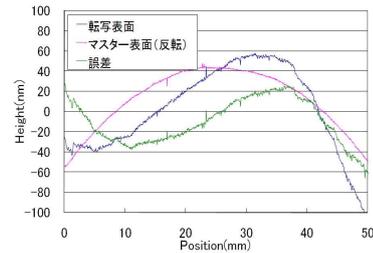
(b) 断面写真



(c) AFM 像 (500nm × 500nm)
RMS:0.183nm



(d)位相シフト干渉顕微鏡像
RMS:0.222nm



(e)フィゾー干渉計による評価
5mm × 50mm領域

図5 多孔質裏打ち電鍍により作製された転写面

5. 自己評価

さきがけ研究では、これまで長年にわたって研究をしてきたナノ精度の加工・計測プロセスの開発とともに、まったく新しく「多孔質裏打ち電鍍法」と名付けたナノ精度転写プロセスを提案し、その実現可能性に関して研究を精力的に行った。ナノ精度の加工・計測プロセスに関する研究は、これまで実績の延長でおこなったため、順調に研究を進めることができた。後者のナノ精度転写プロセスの開発においては、従来の専門外の電気化学の分野で勝負することになり、教科書を読むことからのスタートであったために進め方に関して回り道をした。再現性が得られない時は、少し焦りがあったが、軌道修正し、単純な実験系であるが、電析プロセス中に何が起きているのか探索することで、出口をつかむことができたと考えている。

最終的には図5に示すように、従来の電鍍法に比べて、飛躍的な転写精度の向上を確認することができ、本さきがけ研究によってはじめて、極限のナノ精度転写プロセスの実現の道が拓いたと考えている。

6. 研究総括の見解

ナノ精度表面創成プロセスでは、200 μm 中の微小加工痕の精度をもち、30 μm の横分解能で計測領域全面にわたり自動計測を可能とし、ミラーを設置するだけで所定領域を計測することが可能な高分解能表面創成システムを開発した。これをX線ミラーの作製に適応し、数 100 μm 周期の細かな形状誤差の改善、集光X線周辺における形状誤差に起因する散乱X線の除去等により、

7keV 用のX線集光ミラーにて理想的な集光特性を確認した意義は大きい。またナノメートル精度をもつミラーを量産するために、「多孔質裏打ち電鍍法」としてのナノ精度転写プロセスを新提案し、アルミナ多孔質材料と Ni 電析金属との選択、かつバインダー層の工夫により、50mmx5mm の評価領域にてピーク・バレー値で 100nm 以下の世界最高の転写精度を達成できた意義は非常に大きく、極限のナノ精度転写プロセス実現への道が開けたと言える。将来のナノ精度をもつ光学素子の大量生産手法として期待したい。

7. 主な論文等

A. さきがけ個人研究者主導で得られた成果で主なもの

①論文

1. H. Mimura, H. Ishikura, S. Matsuyama, Y. Sano, K. Yamauchi, Electroforming for replicating nanometer-level smooth surface, Nanoscience and Nanotechnology, in press, (2010).
2. 三村秀和, 湯本博勝, 松山智至, 佐野泰久, 山内和人, X 線ミラー用ナノ精度表面創成法の開発, -形状修正加工の高分解能化と X 線集光ミラーへの適応-, 精密工学会誌 76(3) 338-342, (2010).
3. H. Yumoto, H. Mimura, S. Handa, T. Kimura, S. Matsuyama, Y. Sano, H. Ohashi, K. Yamauchi, T. Ishikawa, Stitching-angle measurable microscopic-interferometer : Surface-figure metrology tool for hard X-ray nanofocusing mirrors with large curvature, Nuclear Instruments and Methods in Physics ResearchA, publish on-line (2010).

②特許

研究期間累積件数: 2 件

1. 発 明 者: 三村秀和、山内和人、岡田浩巳
発明の名称: 電鍍法による超精密部品の製造方法及び超精密光学部品
出 願 人: 大阪大学、ジェイテック
出 願 日: 2007 年 9 月 12 日 (特願 2007-237233)
2. 発 明 者: 三村秀和
発明の名称: 電鍍法における形状転写導電層の形成方法
出 願 人: 大阪大学、大阪 TLO
出 願 日: 2007 年 10 月 4 日 (特願 2007-260639)

③受賞

1. 2009 年度 日本放射光学会奨励賞「高精度X線ミラーの作製とナノビーム応用」(2009.1)
2. 社団法人精密工学会 2009 年度アフィリエイト認定 (2010.3)

④学会発表

[招待講演]

1. 三村秀和、高精度X線ミラーの作製とナノビーム応用、第 22 回放射光学会年会、放射光科学合同シンポジウム 予稿集 37 (2009.1)
2. 三村秀和、ラージスケールナノ精度形状転写法の開発、独立行政法人中小企業基盤整備機

構: 第 10 回産学技術交流マッチング定例会 (2008.2)

3. 三村秀和、超高精度X線ミラーの作製とその応用、第 62 回 物理学会秋季大会 シンポジウム 依頼講演 (2007.9)

B. 本研究課題に関連した成果で主なもの

①論文

1. H. Mimura, S. Handa, C. Morawe, H. Yokoyama, T. Kimura, S. Matsuyama, K. Yamauchi, Ray-tracing analysis in aberration of a laterally-graded multilayer mirror, Nuclear Instruments and Methods in Physics ResearchA, publish on-line (2010).

②著書

[解説記事]

1. 三村秀和、山内和人、大森整、X 線自由電子レーザー集光ミラーの開発、精密工学会誌 29-32 (2009).

③学会発表

[招待講演]

1. 三村秀和、ミラー光学素子による硬X線ナノ集光システムの開発、第一回日本放射光学会若手研究会 X線ナノ集光技術研究会 予稿集 27-28 (2009.8)
2. 三村秀和、放射光およびX線自由電子レーザー施設における集光光学系の開発、理研シンポジウム: 第5回「先進ものづくり技術によるアナライザーキーコンポーネント開発基盤の構築状況」予稿集 5 (2008.8)