プラズマ CVM および EEM によるシンクロトロン放射 X 線用楕円ミラーの作製と集光特性の評価 *

森 勇藏** 山内和人** 山村和也*** 三村秀和*** 佐野泰久** 斎藤 彰**

Alexei Souvorov+ 玉作賢治++ 矢橋牧名+ 石川哲也++

Fabrication of the Elliptical Mirror for Synchrotron hard X-ray by Plasma Chemical Vaporization Machining and Elastic Emission Machining and the Evaluation of the Focusing Performances

Yuzo MORI, Kazuto YAMAUCHI, Kazuya YAMAMURA, Hidekazu MIMURA, Yasuhisa SANO,
Akira SAITO, Alexei SOUVOROV, Kenji TAMASAKU, Makina YABASHI and Tetsuya ISHIKAWA

New fabrication methods referred to elastic emission machining (EEM) and plasma chemical vaporization machining (CVM) together with a new figure testing method based on stitching interferometry were applied to prepare the ultraprecise hard x-ray mirror optics. A steeply aspheric ellipsoid mirror for micro-focusing was fabricated and found to achieve nearly diffraction-limited performances. The focusing properties were predicted wave-optically from the measured surface profiles and compared to the observed results. They were in so good agreement that all factors such as incident beam coherency, beam profile measurement, mirror shape metrology and fabrication technology were concluded to be all in the advanced levels.

Key words: EEM, plasma CVM, ultraprecision machining, X-ray mirror, X-ray microscopy, micro-focusing, wave optics

1. はじめに

今日、医学、生物、半導体などの分野において X 線による分子構造の解明や、分析が盛んに行われている。特に、SPRing-8(Super Photon ring-8GeV)に代表される第3世代の放射光施設では、紫外から硬 X 線の広い波長領域において、高輝度かつコヒーレンスの優れた光を実現でき、様々な革新的な研究成果が挙がりつつある。ここで、物質の構造解析の有効な手段である X 線顕微鏡では、サンプルに照射する X 線の特性がその性能を決定しており、より小さく、強度が強いマイクロビームを得るための研究が盛んに行われている¹⁾。こうした集光を行うためには、回折現象を利用したゾーンプレートが主に用いられており、半値幅 $1\mu\text{m}$ 以下の集光スポットが実現されている。この方法は、光学的な調整が容易で、優れた集光特性が得ることが可能であることから、すでに実用化されている²⁾。しかし、集光効率は非常に低く、通常は最大でも 25%程度であり、回折現象を利用しているため、設計値の波長でしか用いることができない。これに対して、波長依存のない集光システムの構築を目的として、全反射非球面集光ミラーによる X 線集光が試みられている。特にミラーの設計、製作、姿勢調整が容易な 2 枚の非球面集光ミラーを利用した Kirkpatrick-Baez(K-B)配置による集光が行われている。例えば、O.Hignette らは、台形状の平面ミラーをベンディングすることで、各場所における弾性変形量の違いから、近似楕

円形状のミラーを実現しており、波長 $0.6\text{\AA}$ において、半値幅 $0.2\mu\text{m}$ の集光度を達成している³⁾。また、R. Signorato らはピエゾアクチュエータにより、ミラー表面形状を変化させることで、非球面形状を実現している⁴⁾。作り込みミラーにおいては、ミラー使用の利便性などから最も望まれるものであるが、その計測、加工の難しさから十分な性能を持つミラーは実現されていない。

著者らはプラズマ CVM(Chemical Vaporization Machining)および EEM (Elastic Emission Machining)によりサブナノメートルオーダーの数値制御加工システムを実現している。また、X 線平面ミラーの開発では、反射光束中の強度の変動を 5%以下に抑えるためには、 0.1mm 以上の全空間波長域にわたってサブナノメートルの形状精度が必要であることも明らかにしている。また、その空間波長域の凹凸を修正することで、均一な反射強度分布を得ることのできる X 線平面ミラーを実現している^{5)~8)}。

本研究では、プラズマ CVM および EEM をより実用性の高い非球面集光ミラーの加工に適用し、SPRing-8 1km 長尺ビームラインで集光強度プロファイルの計測を行うとともに、理論計算の結果と比較検討している。すなわち、ミラーの形状計測手法および理論計算方法、集光強度プロファイルの測定方法を相互に評価することで、それぞれが X 線集光ミラーの開発に対して十分な性能を持つことを確認している。

その結果、(1)作製した X 線非球面集光ミラーの集光度は、波長 $0.8\text{\AA}$ の硬 X 線において、半値幅 $0.2\mu\text{m}$ であり回折限界にせまるものである。(2)得られた集光強度分布は理論計算結果と一致。(3)焦点近傍における波動光学的挙動の観測、等の結果を得た。

* 原稿受付 平成 14 年 3 月 6 日

** 正 会 員 大阪大学大学院工学研究科精密科学専攻
(吹田市山田丘 2-1)

*** 正 会 員 大阪大学大学院工学研究科超精密科学研究センター(吹田市山田丘 2-1)

+ 高輝度光科学研究センター(兵庫県佐用郡三日月町光都 1 丁目 1-1)

++ 理化学研究所(兵庫県佐用郡三日月町光都 1 丁目 1-1)

Fig. 1 Employed ellipse used in the design of the mirror shape

Fig. 2 Designed profile of the mirror surface

2. 形状の決定

本研究では、全反射非球面集光ミラーによる 1 次元集光を目的としている。ここでは、ビームの入射方向に対して 90mm、その垂直な方向に対しては 2mm の領域において非球面形状を作製している。ミラー形状には、光源を点と考え、そこから出た光が 1 点に集光する楕円形状を採用している。図 1 に採用した楕円のパラメータおよび図 2 にミラー形状を示す。本研究では、1km 長尺ビームラインを使用することから、光源からミラーまでの距離を 1km としている。また、ミラー形状のスロープエラーによる集光特性への影響を少なくするためには、焦点距離を短くする方が望ましく、ここでは 300mm とした。本研究で用いた X 線ミラーの材料は Si であり、20keV の X 線まで使用できるように、最大入射角度が 1.55mrad (平均入射角度 1.4mrad) に設計されている。

図 3 はシミュレーションにより得た理想形状の場合の集光強度分布である。入射 X 線のエネルギーを 15keV ($\lambda:0.8\text{\AA}$)、入射角度を 1.4mrad、入射スリットの幅を 100 μm とし、フレネル-キルヒホッフ回折積分に基づく計算を行っている⁵⁾⁹⁾。これは、波動光学的に回折限界の集光強度プロファイルを表している。 f を焦点距離、 λ を X 線の波長、 D をミラーの開口巾とすると、集光強度プロファイルの第一極小点間で定義されるスポットサイズ d は、

$$d=2.0 \times \lambda f / D \quad (1)$$

で与えられ、ここでは、入射角度が 1.4mrad であることから、 $d=0.381\mu\text{m}$ となり、図 3 に示す強度プロファイルと一致している。

Fig. 3 Calculated intensity profile of the designed mirror

Fig. 4 Figure error profile of the fabricated mirror surface

3. 数値制御プラズマ CVM および EEM による X 線非球面集光ミラーの作製

プラズマ CVM および EEM による数値制御加工によりミラーを作製した。プラズマ CVM は、大気圧雰囲気中 (主に He) でガス中に混合した加工用のガス分子を分解するとともに、反応性の高い中性ラジカル(電気陰性度の大きいハロゲン原子など)を生成し、これを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を行う加工法である。大気圧雰囲気中なので、プラズマが局在して発生することから、空間制御性の高い加工が実現されている。EEM は微粒子表面と加工物表面の固体表面間の化学反応を用いた加工法であり、超純水の流れを局所的に発生させることで、さらに高い空間分解能を得ることができる。数値制御加工は、プラズマ CVM の場合、電極の滞在時間、EEM の場合は加工ヘッド滞在時間を制御することにより行っている。両者とも、化学的な加工法であることから、ミラー表面には、機械的なダメージや欠陥が導入されることはない。EEM により加工された表面は原子レベルに見ても非常に平滑な表面であり、表面粗さを原因とする散乱も他の加工法に比べて少ないと考えられる。

本研究においては、初期段階の加工を加工速度の大きいプラズマ CVM により数値制御加工を行い、そして、仕上げ時に EEM による数値制御加工を行うことで、設計された非球面形状を実現した。数値制御加工を行うためには、必要な精度で形状計測を行う必要がある。本研究では、二つの干渉計を用いた非球面形状計測を行っている。空間波長約 10mm 以上の領域においては、フィゾー型干渉計 (ZYGO : GPI-HP) を適用し、空間波長 0.5mm~10mm の領域においてマイケルソン型顕微鏡干渉計 (ZYGO-NewView200HR) を用いたステッチングによる計測データを適用している。この二つの形状計測データを組み合わせることで、サブミリメートル以上の空間波長

Fig. 5 (a) Side and (b) top of view of the experimental arrangement for a measurement of focused beam profile by a knife edge method

Fig. 6 Two sets of relationships between detected beam intensity and position of the Au wire, which are measured every 50nm and 25nm

Fig. 7 Comparison between measured and calculated results. Two profiles are obtained by differentiating intensities shown in Fig. 6. Another profile is calculated from the measured profile of the fabricated surface.

領域において、サブナノメートルの測定精度を得ている。

図 4 は、加工されたミラーの形状誤差プロファイルである。非球面形状にもかかわらず、P-V:7.79nm (RMS:0.92nm) の高精度の形状を実現している。形状計測の再現性は P-V:1nm 程度であり、追加加工を行うことで形状誤差をさらに小さくすることも可能であり、更なる形状修正を予定している。

(a) Measured cross-sectional intensity profiles

(b) Calculated cross-sectional intensity profiles

Fig. 8 (a) Measured and (b) calculated cross-sectional intensity profiles at every 1mm distance in the beam direction over the ± 5 mm area from the best focus position (Y: Position from the best focus position)

4. 放射光による集光特性の評価

4.1 測定装置

作製した X 線非球面ミラーの集光特性の評価を SPring-8 1km 長尺ビームライン BL29XU において行った。図 5 に評価実験の構成図を示す。入射 X 線のエネルギーは 15keV ($\lambda:0.8$ Å)とし、平均入射角度は設計値の 1.4mrad、入射スリットの幅は 100 μ m である。集光強度プロファイルはナイフエッジ法により測定した。ミラー表面に対して垂直に、直径 200 μ m の金ワイヤを走査させ、通り抜けてきた X 線の強度をアバランシェフォトダイオードにより測定している。ここで、ワイヤの

走査に関しては、ピエゾステージを用いることで、高い走査精度を保証している。また、ワイヤのビームに対する傾きの影響を排除するために、図 5(b)に示すように 25 μm のスリットを通過してきた光を測定している。測定された強度はイオンチェンバによる入射 X 線強度の測定値によって規格化され、そのデータを走査間隔で微分することにより、X 線の一次元の強度分布が求められる。

4.2 測定結果

図 6 に測定された強度変化、図 7 にその微分値である X 線の強度プロファイルを示す。測定は 2 回行っており、それぞれ 50nm および 25nm ステップでワイヤを走査している。また、図 4 の形状計測データを用い、理論計算から求めた集光強度分布もあわせて示している。半値幅で 0.2 μm の集光度を達成しており、ほぼ回折限界に等しいと言える。また、本実験における集光効率率は 80%でありゾーンプレートに比べてはるかに高い値であることも確認している。

測定プロファイルが理論計算とほぼ一致し、特に、特徴的な左サイドピークについても位置および高さが一致していることが分かる。このサイドピークの変化は、空間波長約 20mm 以上の形状誤差による影響であることを確認している。このことから以下の項目が確認されたと言える。

- 1) ミラーの絶対形状計測が正確に行われている。
- 2) ナイフエッジ法による強度分布計測が正確に行われている。
- 3) 理論計算により X 線集光強度分布が正しく算出されている。
- 1)~3) の項目のどれ一つでも、正確でなければ、理論計算による結果と実験結果が一致しない。このことは、さらに形状修正を行うことで、ミラーの形状精度を向上させ、理想強度分布により近い集光を行うことも可能であると示している。

4.3 ビームウエストの構造

図 8(a)にワイヤスキャンの測定位置と集光強度プロファイルの関係を示す。測定は、最もビームが絞られている位置から 1mm 間隔で 10mm 領域において行った。

図 8(b)は理想形状におけるシミュレーション結果であり、実験結果と傾向が一致している。これは焦点近傍における、干渉による光の強めあいと弱めあいが観測されたものであり、こうした X 線の波動光学的挙動からも、ほぼ回折限界に近い集光状態であることが確認できる。

これまで、ミラー設計および集光特性の評価では、光線追跡法による検討が行われることが一般的であった。しかし、今回の測定で得られた結果は、光線追跡法により説明することは不可能であり、光の干渉効果を取り入れた波動光学的手法を導入することにより、本研究で初めて評価されたものである。

そして、干渉計を利用した形状計測、プラズマ CVM および EEM による非球面ミラーの加工、フレネル・キルヒホッフ回折積分による理論計算、ビームプロファイル測定の高精度化を行うことで、図 7 および図 8 で理論計算結果と測定結果がほぼ一致するという結果を得ることができた。このことは、非球面集光ミラーにおいて得られるマイクロビームの集光度および波動光学的特長を理論計算により知ることが可能であることを示している。

非常に高いコヒーレンスを持つ X 線の利用が可能となった今日、様々な放射光実験において、光学素子の波動光学的特性を事前に知ることが重要となっている。本研究における形状計測、超精密加工、波動光学的理論計算、評価を組み合わせ

せたアプローチはこうした要請に対して適応することが可能であることを示しており、光学素子の開発が大きく進展することと考えられる。

5. おわりに

本研究では、プラズマ CVM および EEM により X 線非球面集光ミラーを作製し、集光特性の評価を行った。特に理論計算結果と測定結果を比較検討することで、集光特性の波動光学的考察を行った。以下に得られた知見を示す。

- 1) 数値制御プラズマ CVM および EEM により、焦点距離 300mm の X 線非球面集光ミラーの作製を行い、断面プロファイルによる評価で、P-V : 7.72nm, RMS : 0.92nm の形状精度を達成した。
- 2) 作製した X 線非球面集光ミラーにより、0.8Å の硬 X 線で半値幅 0.2 μm の集光度を達成した。
- 3) 測定した集光強度プロファイルとフレネル・キルヒホッフの回折積分理論に基づく理論計算プロファイルの比較を行った結果、ほぼ一致していることがわかり、形状計測、集光強度分布測定、波動光学的理論計算が正確に行われていることを確認した。
- 4) 集光光学系における波動光学的挙動を確認し、ほぼ回折限界に近い集光状態であることを確認した。

謝 辞

本研究の一部は文部省科学研究費 (COE 形成基礎研究費 08CE2004)ならびに新技術事業団 (現科学技術振興事業団)からの研究費を受けて行われたものであることを付記し、ここに深く謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) T. Wilhein, B. Kaulich, E. D. Fabrizio, F. Romanato, S. Cabrini, J. Susini: Differential Interference contrast X-ray microscopy with submicron resolution, *Appl. Phys. Lett.* **78**, 14 (2001) 2082.
- 2) W. Yun, B. Lai, Z. Cai, J. Maser, D. Legnini, E. Gluskin, Z. Chen, A. A. Krasnoperova, Y. Vladimirovsky, F. Cerrina, E. Di Fabrizio and M. Gentili: Nanometer focusing of hard X-rays by phase zone plates, *Rev. Sci. Instrum.* **70**, 5 (1999) 2238.
- 3) O. Hignette, J. Peffen, V. Alvaro, E. Chinchio and A. Freund: Towards the preparation of optical surfaces preserving the coherence of hard X-ray beams, *Proc. SPIE*, **4501** (2001) 43.
- 4) R. Signorato, J. Carre, T. Ishikawa: Performance of the SPRING-8 modular piezoelectric bimorph mirror prototype, *Proc. SPIE*, **4501** (2001) 76.
- 5) Y. Mori, K. Yamauchi, K. Yamamura, H. Mimura, A. Saito, H. Kishimoto, Y. Sekito, M. Kanaoka, A. Souvorov, M. Yabashi, K. Tamasaku, T. Ishikawa: Development of Plasma Chemical Vaporization Machining and Elastic Emission Machining Systems for Coherent X-ray Optics, *Proc. SPIE*, **4501** (2001) 30.
- 6) 森 勇蔵, 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** (2001) 607.
- 7) 森 勇蔵, 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** (2001) 131.
- 8) Y. Mori, K. Yamamura and Y. Sano: The study of fabrication of X-ray mirror by numerically controlled plasma chemical vaporization machining: Development of the machine for the X-ray mirror fabrication, *Rev. Sci. Instrum.* **71** (2000) 4620.
- 9) M. Born, E. Wolf, 草川徹, 横田英嗣: 光学の原理(II), 東海大学出版会, 東京 (1998).