

修士論文
超軽量 X 線光学系の空間分解能向上のための研究

東京大学大学院 理学系研究科
物理学専攻
宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究本部
高エネルギー天文学研究系 山崎研究室
三石郁之

2009 年 2 月 8 日

概要

本修論では将来の X 線天文衛星の搭載に向けて、マイクロマシン技術を用いた独自の超軽量・高角度分解能の X 線望遠鏡の基礎開発を行った。X 線は物質に対する屈折率が 1 より小さいため、集光・結像には全反射を利用した斜入射光学系がよく用いられる。しかし全反射の許される反射臨界角は 1 keV の入射 X 線に対して数度と小さく、有効面積を稼ぐために多数の鏡を用意する必要がある。そもそも宇宙から飛来する X 線は地球大気によって吸収されてしまうため、人工衛星で観測する必要があり、搭載重量の制限からできるだけ軽量でなければならない。衛星プロジェクトの大型・長期化と、より短いスパンで打ち上げられる中小型衛星計画への期待から、X 線望遠鏡も軽量化・低労力およびコスト化が求められている。そこで注目されているのがマイクロポアオプティクスである。

マイクロポアオプティクスとは薄い基板に多数の穴構造を作り、その側壁を X 線反射鏡として利用するものである。従来の X 線望遠鏡に使われてきた鏡を縮小化することで、大幅な軽量化が可能となると考えられる。そこで我々のグループではマイクロマシン (MEMS) 技術の一つ、シリコン結晶異方性エッチングを応用した方法を提案し開発してきた (東大 興石修論 2007 年, Ezoe et al. Applied Optics 2006 など)。数百 μm の薄いシリコン基板に異方性エッチングで μm レベルの微細な穴を多数開け、原子レベルで滑らかな側壁 (結晶面) を鏡として利用する。基板が薄いため世界で最も軽い望遠鏡が原理的に製作可能である。エッチングによって一度に多数の鏡を製作できることから、低労力化・低コスト化も期待できる。我々は鏡を試作し、世界で初めて X 線反射に成功し、また一段型光学系を試作してイメージングにも成功した。しかし、この手法では反射面はフラットな結晶面による直線構造のみとなり、結像性能にとって大きな制約となる。また多数の鏡チップを理想曲面を近似するように並べる必要があった。

そこで我々は軽量性と高い角度分解能を同時に実現するための新たな MEMS X 線光学系を考案した (特許出願)。まず (1) シリコンドライエッチングもしくは (2) X 線 LIGA を用いてシリコンもしくは金属の微細な曲面穴構造体を作る。次に (3) 磁気研磨と (4) 水素アニールを用いて側壁を nm レベルに平滑化し、X 線鏡とする。最後に (5) 塑性変形もしくは弾性変形を用いて構造体を理想曲面に近づける。(1) および (2) の手法では穴の形状は直線的ではなく、曲面構造も可能なため、異方性エッチングのように角分解能は制限されない。ただし、側壁は $\text{rms} > 10 \text{ nm}$ と粗いことが知られており、(3) もしくは (4) の平滑化が必要となる。また穴は基本的に基板に対して垂直なため、平行光を点に集光結像するために、(5) をもちいて変形する。この方法では望遠鏡は一枚のウェハから一体型で製作が可能であり、鏡を一枚一枚製作し、並べる手間が省ける。角分解能は X 線回折で制限され、 $20 \mu\text{m}$ の穴幅なら分解能は 13 秒角が達成できる。

本論文では開発の第一段階として、まず (1) と (2) の手法を用いてそれぞれシリコンおよび Ni から成る約 1 cm 角の鏡チップを製作し、(3) および (4) を用いて側壁の平滑化の条件出しを行った。まずシリコンドライエッチングでの鏡チップの製作については、フォトリソグラフィやエッチングパラメータの条件出しを行うことで、穴幅の形状精度 $\sim 1 \mu\text{m}$ 、表面粗さ $\sim 30 \text{ nm}$ を達成した。そしてシリコンチップを水素アニールで平滑化することで、世界で初めて X 線反射の実証に成功した。反射プロファイルから見積もられる側壁の表面粗さは $\sim 7 \text{ nm}$ であり、4 倍程度の改善が見られた。同様に LIGA の条件出しを行い Ni チップで、シリコンドライエッチングよりも良い表面粗さ $\sim 9 \text{ nm}$ を達成した。Ni は水素アニールによる平滑化ができないため、磁気研磨で平滑化し、やはり世界で初めて X 線反射を実証することに成功した。見積もられた表面粗さは $\sim 4 \text{ nm}$ であり、やはり 2 倍程度の改善が見られた。これらの鏡チップによる側壁平滑化の条件出しと平行して、シリコンドライエッチングを行った基板の高温塑性変形についても試し、曲率半径 1000 mm の微少な球面変形に成功した。今後はこれらの条件出しをさらに進め、 $< \text{nm}$ のより滑らかな反射面を狙うと同時に、光学系の試作と結像性能の評価へと進む予定である。

目次

概要		i
第 1 章	X 線宇宙物理学と次世代宇宙 X 線光学系	1
1.1	X 線宇宙物理学	1
1.2	X 線光学の基礎	1
1.2.1	X 線の屈折率	1
1.2.2	X 線の反射率	5
1.2.3	表面粗さによる反射率の影響	7
1.2.4	散乱 X 線の強度	11
1.2.5	Plain-Wave Born Approximation : PWBA	12
1.2.6	Bidirectional Reflectivity Distribution Function : BRDF	13
1.3	宇宙 X 線望遠鏡	14
1.3.1	結像光学系に要求される条件	14
1.3.2	宇宙 X 線望遠鏡の構造	15
1.3.3	光学系の性能パラメータ	15
1.3.4	これまでの望遠鏡の製作方法と性能の比較	16
1.4	将来計画に向けた宇宙 X 線望遠鏡	18
1.4.1	多層膜反射鏡を用いた硬 X 線光学系の開発	18
1.4.2	マイクロポアオプティクスの開発	18
1.4.3	MEMS X 線光学系の開発	21
1.5	本修論の目的	22
第 2 章	MEMS 技術の基礎	23
2.1	MEMS (Micro Electro Mechanical Systems)	23
2.2	MEMS の製造技術	24
2.2.1	シリコン基板の選定	24
2.2.2	フォトマスクのデザインと製作	25
2.2.3	保護膜の成膜	25
2.2.4	リソグラフィ	26
2.2.5	エッチング	27
第 3 章	新 MEMS X 線光学系と必要な要素技術	30
3.1	新 MEMS X 線光学系の提案	30
3.2	要素技術 1 : シリコンドライエッチング	31

3.2.1	原理	31
3.2.2	プロセスパラメータ	33
3.3	要素技術 2: X 線 LIGA	35
3.3.1	原理	35
3.3.2	プロセスフロー及びパラメータ	37
3.4	要素技術 3: 磁性流体研磨	39
3.4.1	磁性流体とは	39
3.4.2	原理	40
3.4.3	プロセスパラメータ	41
3.5	要素技術 4: 水素アニール	41
3.5.1	原理	41
3.5.2	プロセスパラメータ	42
3.6	要素技術 5: シリコン高温塑性変形	45
3.6.1	原理	45
3.6.2	プロセスパラメータ	47
3.7	要素技術開発の分担	49
第 4 章	シリコン鏡チップの製作と X 線反射の実証	50
4.1	目的	50
4.2	鏡チップの製作と評価	50
4.2.1	フォトリソグラフィの条件出し	50
4.2.2	ドライエッチングの条件出し	57
4.2.3	磁気研磨	64
4.2.4	水素アニールの条件出し	72
4.3	X 線反射測定実験	73
4.3.1	入射 X 線に対する鏡チップの角度プロファイル	73
4.3.2	実験セットアップ	74
4.3.3	Al K α (1.49 keV) のライン確認	76
4.3.4	^{55}Fe 線源によるエネルギー較正	77
4.3.5	X 線の光軸合わせ	77
4.3.6	本測定	78
4.3.7	モデルとの比較	79
第 5 章	Ni 鏡チップの製作と X 線反射の実証	81
5.1	目的	81
5.2	X 線反射測定実験	81
5.2.1	入射 X 線に対する鏡チップの角度プロファイル	81
5.2.2	実験セットアップ	81
5.2.3	Al K α (1.49 keV) のライン確認	81
5.2.4	^{55}Fe 線源によるエネルギー較正	81
5.2.5	X 線の光軸合わせ	82
5.2.6	結果	83

第 6 章	光学系を目指した高温塑性変形	85
6.1	目的	85
6.2	光学系ウェハの高温塑性変形と評価	85
6.2.1	ベアシリコンの高温塑性変形とその評価	85
6.2.2	変形治具の形状評価	89
6.2.3	D-RIE プロセス後のウェハの高温塑性変形とその評価	92
第 7 章	結論と展望	97
7.1	結果のまとめ	97
7.2	今後の展望	98
7.2.1	シリコンドライエッチング	98
7.2.2	X 線 LIGA	98
7.2.3	磁性流体研磨	98
7.2.4	水素アニール	98
7.2.5	高温塑性変形	98
参考文献		99
謝辞		100

第 1 章

X 線宇宙物理学と次世代宇宙 X 線光学系

1.1 X 線宇宙物理学

宇宙物理学とは、宇宙で起こっている諸現象を物理学を用いて記述していく学問である。宇宙物理学の対象は多岐にわたり、太陽のような星や惑星、銀河、銀河団などの天体だけでなく、天体の活動や星間現象、超新星、活動銀河などの爆発・活動現象や宇宙の誕生とその進化を含む宇宙論までと幅が広い。ではこの宇宙物理学の中で、X 線宇宙物理学とはいったいどのような学問なのだろうか。

宇宙における X 線は 100 万 ~1 億 K にまでおよぶ銀河団中の高温プラズマからの熱的放射や、活動銀河核や超新星残骸のショックで相対論的に加速された電子によるシンクロトロン放射や逆コンプトン放射などの非熱的放射などに起因している。X 線を放射する天体は多岐に渡り、白色矮星、中性子星、恒星質量ブラックホール、活動銀河核の超巨大ブラックホールなどの高密度天体や、超新星残骸、銀河団などの高温プラズマ、さらには地球、月、金星、火星、木星、土星、彗星といった太陽系天体も X 線源として知られている。このように X 線宇宙物理学を通じ、近くは太陽系、果ては $z > 1$ の太古の宇宙で起こっている高エネルギー現象を理解することができる。

X 線は地球大気により吸収されてしまうため、大気圏外での人工衛星による観測が行われる。X 線宇宙物理学の発展はこの人工衛星に載せられる検出器と光学系の発展によるものが大きい。例えば分光能力の高い検出器があれば、銀河団の高温ガスの内部構造を知るための熱運動の速度分散が分離できたり、また各輝線の微細構造からプラズマの密度や温度についての精密なプラズマ診断が可能となる。同様に撮像能力が高く、有効面積が大きい光学系があれば、ショック構造を分解して見ることができ、また宇宙論的に遠方に存在する暗い天体の観測が可能であり宇宙論パラメータに制限をつけることが可能である。このように分光・撮像により X 線宇宙物理学はその対象を広げてきた。ここでは撮像の例として、銀河団 Abell 1689 と我々が観測したスターバースト銀河 NGC 4631 のイメージを図 1.1 に示す。このように X 線宇宙物理の発展には搭載機器の性能向上が不可欠である。

1.2 X 線光学の基礎

ここでは X 線光学の基礎物理について説明する。

1.2.1 X 線の屈折率

X 線に限らず一般に電磁波が物質中を進行するとき、角振動数 ω で振動する電場 E と物質中に誘起される電荷分布の偏り P が重なって伝搬する。電場を E 、分極電荷密度を ρ_p 、分極電流を j_p とすると、

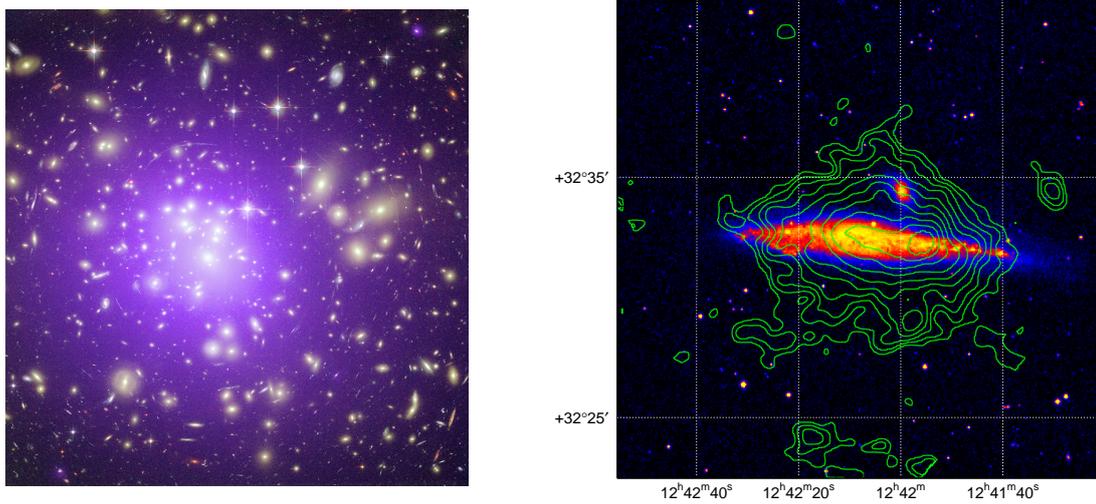


図 1.1: 左図: Chandra 衛星による Abell 1689 のイメージ。視野はおよそ $2' \times 2'$ 。右図: すざく衛星によるスターバースト銀河 NGC 4631 のイメージ。視野はおよそ $17' \times 17'$ 。

$$\operatorname{div} \mathbf{E} = \frac{1}{\epsilon_0} \rho_p \quad (1.1)$$

が成り立つ (MKS 単位系)。 ϵ_0 は真空中の誘電率で、 μ_0 を真空中の透磁率、光速 c とすると $\epsilon_0 \mu_0 = 1/c^2$ という関係にある。定常状態において、物質中に実電流と実電荷密度による電磁場はないものとする。 \mathbf{j}_p 、 ρ_p はそれぞれ分極 \mathbf{P} の時間変動による電流および電荷密度に対応し、時間 t として、

$$\begin{aligned} \mathbf{j}_p &= \frac{\partial \mathbf{P}}{\partial t} \\ \rho_p &= -\operatorname{div} \mathbf{P} \end{aligned} \quad (1.2)$$

と与えられる。電束密度 \mathbf{D} は電場 \mathbf{E} と分極 \mathbf{P} を用いて、

$$\begin{aligned} \mathbf{D} &= \epsilon \mathbf{E} + \mathbf{P} = \epsilon \mathbf{E} \\ \mathbf{P} &= \epsilon_0 \chi \mathbf{E} \end{aligned} \quad (1.3)$$

と表させる。 ϵ は物質の誘電率である。 χ は物質の電気感受率と呼ばれ、上式から、

$$\epsilon = \epsilon_0 (1 + \chi) \quad (1.4)$$

の関係が得られる。いま分極 \mathbf{P} は物質中の電子の総局振動の重ね合わせと考えられる。図 1.2 のように真空中から物質中に X 線が入射すると、この物質中の分極により電磁波の伝搬速度や位相が変化し、屈折、反射現象が生じる。屈折率 n は、

$$n = \sqrt{\frac{\epsilon \mu}{\epsilon_0 \mu_0}} \quad (1.5)$$

と表される。一般の物質では $\mu = \mu_0$ が成り立つので、以下では、

$$n = \sqrt{\epsilon\epsilon_0} \quad (1.6)$$

と考える。

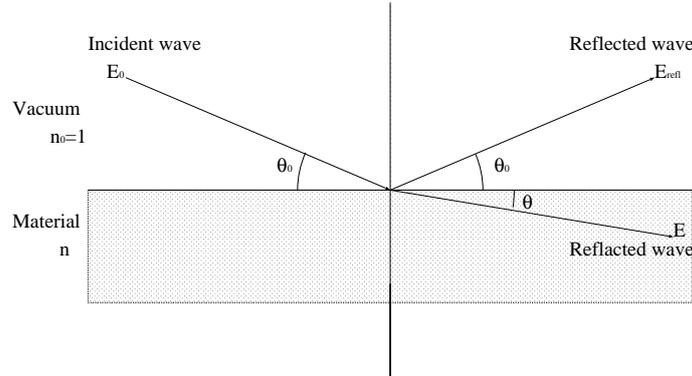


図 1.2: 物質における X 線の反射屈折。

屈折率 n は物質中の電磁波に対知る電子の応答を考えることで求められる。自由電子の運動方程式は古典論では、

$$m \left(\frac{d^2 \mathbf{x}}{dt^2} + \gamma \frac{d\mathbf{x}}{dt} \right) = -e \mathbf{E}_0 e^{i\omega t} \quad (1.7)$$

で与えられる。ただし電場は $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 e^{-i\omega t}$ の振動電場とした。左辺第 2 項 $\gamma \frac{d\mathbf{x}}{dt}$ は、物質中の電子が格子振動、電子同士の散乱などにより散乱され、速度を失う効果を現す振動項である。これより、

$$\mathbf{x} = \frac{e}{m(\omega + i\gamma\omega)} \mathbf{E}_0 e^{-i\omega t} \quad (1.8)$$

と解ける。したがって分極と誘起される電流は、単位体積あたりの電子数を n_e とおいて、

$$\begin{aligned} \mathbf{P} &= -n_e e \mathbf{x} = -\frac{n_e e^2}{m(\omega + i\gamma\omega)} \mathbf{E}_0 e^{-i\omega t} \\ \mathbf{j}_p &= -n_e e \frac{d\mathbf{x}}{dt} = i \frac{n_e e^2}{m(\omega + i\gamma\omega)} \mathbf{E}_0 e^{-i\omega t} \end{aligned} \quad (1.9)$$

となり、誘電率は

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_0 - \frac{n_e e^2}{m(\omega^2 + i\gamma\omega)} = \epsilon_0 \left[1 - \frac{\omega_0^2}{(\omega^2 + i\gamma\omega)} \right] \quad (1.10)$$

で与えられる。ここで $\omega_0 = \sqrt{\frac{n_e e^2}{m\epsilon_0}}$ はプラズマ振動数と呼ばれる。 γ は振動項なのでいま 0 とすると、式 (1.4)、(1.6)、(1.10) から屈折率 n について、

$$n^2(\omega) = 1 - \frac{n_e e^2}{m\omega^2 \epsilon_0} = 1 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2} \quad (1.11)$$

の関係が得られる。 ω_0 は例としてアルミニウムでは、 $\hbar\omega_0 \sim 15$ eV となり、紫外線から軟 X 線の領域にくる。すなわち、エネルギー ~ 100 eV 以上の X 線領域では、 $\omega > \omega_0$ から n は 1 よりも小さく、したがっ

て電磁波は真空中から物質に入るときに全反射される。ただし、 n は非常に 1 に近い値のため、物質表面に対して極めて浅い角度で入射する必要がある。X 線を考えるときに普通の可視光とは異なり、直入射・屈折系ではなく、物質表面での全反射を利用した斜入射系を用いるのはこのためである。また、 $\omega > \omega_0$ では金属のような自由電子の存在する物質だけでなく、ガラスのような絶縁体も上のモデルで近似できることが知られている。

さらに、より一般的には $n_e(\mathbf{r})$ は位置依存性を持ち、結晶構造因子 $F(\mathbf{r})$ を用いて、以下のように波数 \mathbf{K} について、

$$n(\mathbf{r}) = \frac{1}{v_c} \int_{\text{単位格子}} F(\mathbf{r}) e^{-i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}} d\mathbf{r} \quad (1.12)$$

とフーリエ変換される。ただし v_c は結晶の単位格子体積である。平均的に散乱角 0 の前方散乱 ($\mathbf{K} = 0$) と考えると、このときの構造因子を F_0 とおいて、平均の電気感受率 χ_0 は

$$\chi_0 = -\frac{e^2}{m\omega^2\epsilon_0 v_c} F_0 \quad (1.13)$$

となり、屈折率 n は式 (1.4) と (1.6) から、

$$n = 1 - \frac{e^2}{2m\omega^2\epsilon_0 v_c} F_0 \quad (1.14)$$

と与えられる。さらに実部と虚部に分けて、

$$n = 1 - \delta - i\beta \quad (1.15)$$

と置く。 F_0 は原子散乱因子と異常分散項に分けられる。異常分散項は X 線の振動数が原子の吸収端に近いとき、共鳴効果により屈折率が変化する効果を表している。いま、原子散乱因子と異常分散項の和を $f_1 + if_2$ とおいて、

$$F_0 = f_1 + if_2 \quad (1.16)$$

と表す。単位格子中の電子数を Z_c とおくと、 $n_e v_c = Z_c$ により、上式から、

$$\begin{aligned} \delta &= \frac{\omega_0^2}{2\omega^2} \frac{f_1}{Z_c} \\ \beta &= \frac{\omega_0^2}{2\omega^2} \frac{f_2}{Z_c} \end{aligned} \quad (1.17)$$

と求まる。物質が単体の場合、 $N_A Z_c \rho / A$ (N_A はアボガドロ数、 ρ と A はそれぞれ物質の密度と原子量) から、数値を代入すると、

$$\begin{aligned} \delta &= 4.2 \times 10^{-4} \frac{\rho (\text{g cm}^{-3})}{A} f_1 \left(\frac{\hbar\omega}{1\text{keV}} \right)^{-2} \\ \beta &= 4.2 \times 10^{-4} \frac{\rho (\text{g cm}^{-3})}{A} f_2 \left(\frac{\hbar\omega}{1\text{keV}} \right)^{-2} \end{aligned} \quad (1.18)$$

と求まる。図 1.3 に金とシリコンの光学定数 δ, β と原子散乱因子 f_1, f_2 のエネルギーによる変化を示す。

β は物質での吸収を表す因子である。これは真空中の電場 $E = eE_0 e^{-i\omega(t-nz/c)}$ の物質での屈折を考えるとすぐに理解できる。すなわち n の虚数部分の存在により、 $e^{\omega\beta z/c}$ の項が生じる。波の強度は振幅の2乗に比例するので、減衰項として $e^{-2\omega\beta z/c}$ が生じる。これから線吸収計数

$$\mu = \frac{2\omega}{c}\beta \tag{1.19}$$

が導きだせる。

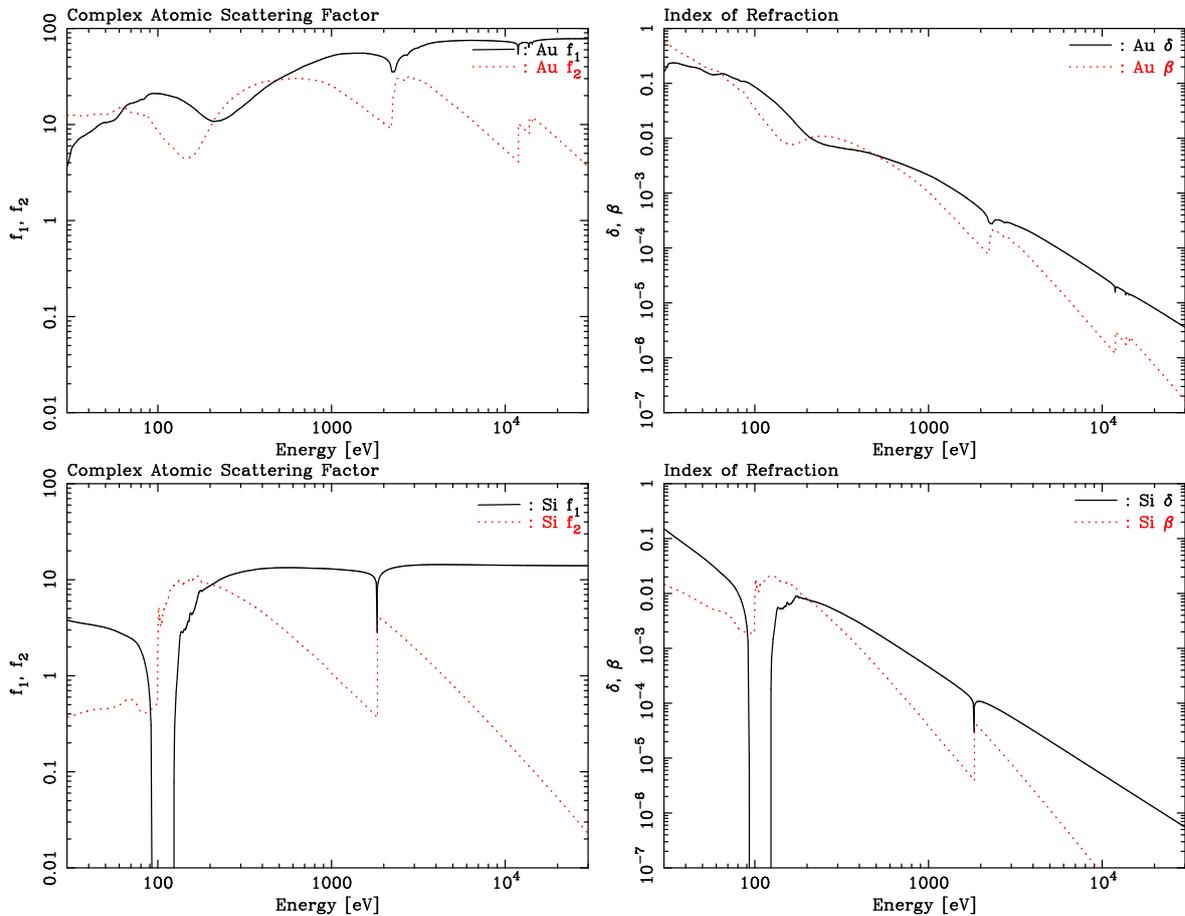


図 1.3: 金とシリコンの光学定数および原子散乱因子。

1.2.2 X線の反射率

前節で示したように、X線領域では物質の屈折率 n は1よりも小さい。よってX線が空気中からより密度の大きい物質の表面にある臨界角 θ_c よりも小さい角度で入射すると、図 1.2 のように全反射が起きる。 θ_c は吸収を無視すると ($\beta = 0$)、スネルの法則 $\sin(\frac{\pi}{2} - \theta_c) / \sin \frac{\pi}{2} = n = 1 - \delta$ と、 θ_c が小さいことから $\sin(\frac{\pi}{2} - \theta_c) = \cos \theta_c = 1 - \frac{\theta_c^2}{2}$ を用いて、

$$\theta_c = \sqrt{2\delta} = 1.66 \sqrt{\frac{\rho(\text{g cm}^{-3})}{A}} f_1 \left(\frac{\hbar\omega}{1\text{keV}} \right)^{-1} \tag{1.20}$$

と求まる。図 1.3 を見ると、金の場合には $1 \text{ keV} = 1000 \text{ eV}$ では $\delta \sim 0.002$ 、 $f_1 \sim 50$ である。 $\rho = 19.3$ 、 $A = 197$ 、 $\hbar\omega = 1$ を上式右辺に代入すると $\theta_c = 3.7^\circ$ と求まる。一方、 $\theta_c = \sqrt{2\delta}$ から臨界角は、

$0.06\text{rad} \cong 3.6^\circ$ である。これより確かに上の式が成立していることが分かる。図 1.4 に様々な物質の臨界角のエネルギー依存性を示す。金のように原理量と密度が大きいものほど、大きい斜入射角が許されることが分かる。グラフのでこぼこは吸収端による効果であり、例えばシリコンでは 1.84 keV に K 吸収端がある。

物質の表面で図 1.2 のように屈折した波は、 $\theta < \theta_c$ では、エバッセント波と呼ばれ、その侵入深さは図 1.5 のように指数関数的に減衰し、 $\theta > \theta_c$ では普通の X 線の吸収にもとづく侵入深さとなる。いま図 1.2 のように、入射波、反射波、屈折波の電場の大きさをそれぞれ E_0 、 E_{refl} 、 E とし、斜入射角を θ_0 とおくと、物質の境界での電場の境界面に平行な成分が等しいことと、電束密度の境界面に垂直な成分が等しいことから、

$$\begin{aligned} E_0 + E_{\text{refl}} &= E \\ \sqrt{\epsilon_0} (E_0 - E_{\text{refl}}) \sin \theta_0 &= \sqrt{\theta} \end{aligned} \quad (1.21)$$

が成り立つ。ただし、入射電場ベクトルは境界に対し垂直とした。上式から求まる反射波に対する強度が反射率となる。上より、

$$\frac{E_{\text{refl}}}{E_0} = \frac{\sin \theta_0 - n \sin \theta}{\sin \theta_0 + n \sin \theta} \quad (1.22)$$

となる。さらにスネルの法則 $\sin(\pi/2 - \theta_0) = n \sin(\pi/2 - \theta)$ および式 (1.15) を用いて、反射率 $R_\perp = |E_{\text{refl}}/E_0|^2$ は、

$$R_\perp = \frac{a^2 + b^2 - 2a \sin \theta_0 + \sin^2 \theta_2}{a^2 + b^2 + 2a \sin \theta_0 + \sin^2 \theta_2} \quad (1.23)$$

と求まる。ただし、 a 、 b はそれぞれ、

$$\begin{aligned} 2a^2 &= \sqrt{\left((1-\delta)^2 - \beta^2 - \cos^2 \theta_0\right)^2 + 4(1-\delta)^2 \beta^2} - \left((1-\delta)^2 - \beta^2 - \cos^2 \theta_0\right) \\ 2b^2 &= \sqrt{\left((1-\delta)^2 - \beta^2 - \cos^2 \theta_0\right)^2 + 4(1-\delta)^2 \beta^2} + \left((1-\delta)^2 - \beta^2 - \cos^2 \theta_0\right) \end{aligned} \quad (1.24)$$

で与えられるパラメータである。これをフレネル (Fresnel) の式と呼ぶ。式 (1.21) で入射電場ベクトルを境界に対し平行とすると、反射率 R_\parallel は、

$$R_\parallel = R_\perp \frac{a^2 + b^2 - 2a \cos \theta_0 \cot \theta_0 + \cos^2 \theta_0 \cot^2 \theta_0}{a^2 + b^2 + 2a \cos \theta_0 \cot \theta_0 + \cos^2 \theta_0 \cot^2 \theta_0} \quad (1.25)$$

である。 $\theta_0 \sim 0$ の臨界角付近では、この 2 つの反射率の違いは小さい。また式 (1.25) からわかるように、 n が小さいほど反射波の振幅が大きくなり、反射率が向上する。式 (1.20) から原子量に対する密度の比が大きいかつ f_1 が大きな物質ほど反射材として適していることが分かる。図 1.6 に入射角が $0.1 \sim 5^\circ$ のときの、Au、Si の反射率をエネルギーの関数として示した。図中の反射率のとびは、図 1.4 のときと同じく、吸収端によるものである。図 1.7 にエネルギー 1000~20000 eV のときの、反射率の角度の関数として示した。原子量の大きな金属は反射臨界角は大きいのだが、金属中の自由電子による吸収も大きく反射波の強度が減ってしまうためである。原子量の小さな物質でも、臨界角以下では高エネルギーの方が反射率が高いことが見てとれる。これもエネルギーが高い方が吸収の効果が小さいからである。

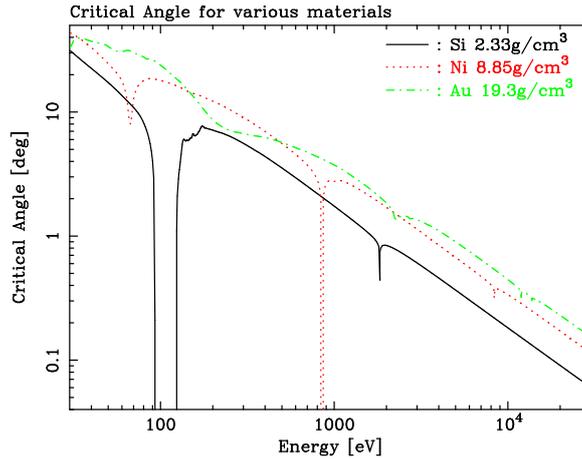


図 1.4: 金、ニッケル、シリコンの臨界角のエネルギー依存性。

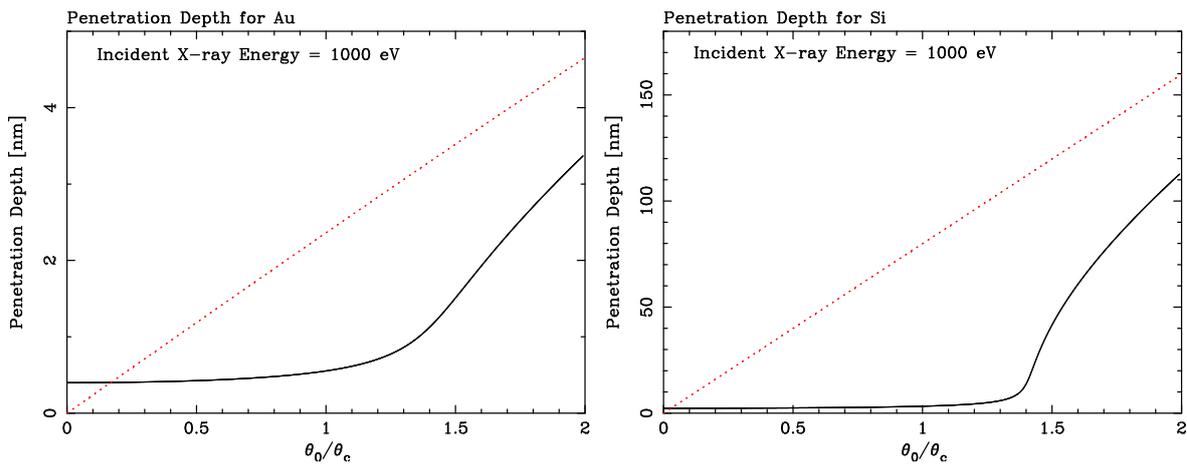


図 1.5: 金とシリコンの侵入深さ。

1.2.3 表面粗さによる反射率の影響

前節で論じたような X 線の全反射が理想的に成り立つためには、その波長 ($\sim \text{\AA}$) 程度まで反射材を磨きあげなくてはならない。それはそれは物質の表面が荒れていると散乱波が干渉し、反射率が理想より減少するためである。この効果を表す因子はデバイウォラー因子と呼ばれ、以下のように導出される。

表面の局所的な高さ h が平均面 $\bar{h} = 0$ を中心にガウス分布

$$P(h) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left(-\frac{h^2}{2\sigma^2}\right) \quad (1.26)$$

をしているとすると、この面に入射した波長の λ の平面波 $e^{-i(\omega t - \frac{2\pi z}{\lambda})}$ は、入射波と反射波で図 1.8 のように $2h \sin \theta$ だけ光路差が生じる。そのため反射波の強度は I は入射波の強度 I_0 に対して、

$$I = I_0 \left| \int_{-\infty}^{\infty} P(h) \exp i \left(\frac{2\pi}{\lambda} (z + 2h \sin \theta) - \omega t \right) dh \right|^2 \quad (1.27)$$

$$= I_0 \exp \left[- \left(\frac{4\pi\sigma \sin \theta}{\lambda} \right)^2 \right] \quad (1.28)$$

のようになる。ここで、 σ は表面の荒さの標準偏差である。すなわち

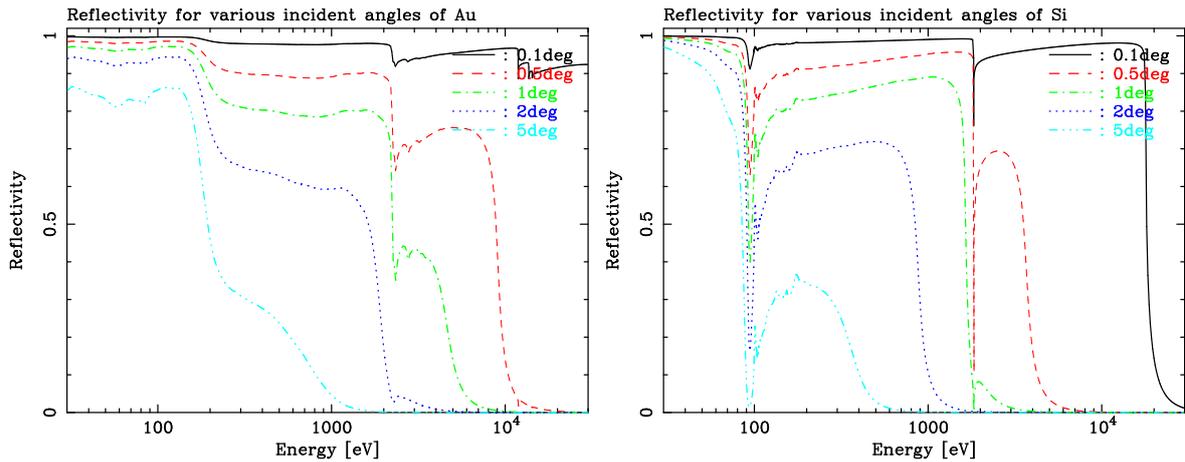


図 1.6: 金とシリコンの各入射角度における入射エネルギーに対する反射率。

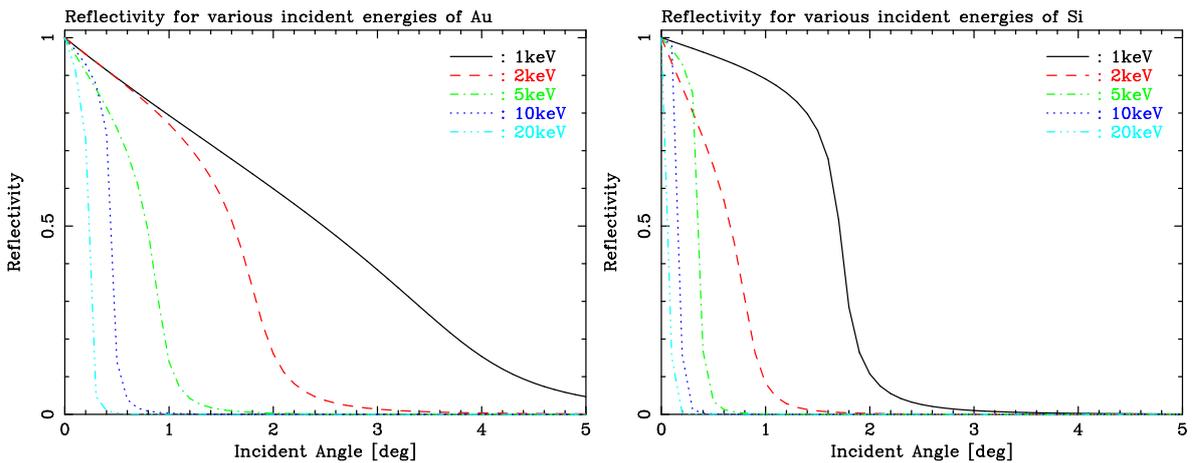


図 1.7: 金とシリコンの各入射エネルギーにおける入射角度に対する反射率。

$$\exp \left[- \left(\frac{4\pi\sigma \sin \theta}{\lambda} \right)^2 \right] \quad (1.29)$$

がデバイウォラー因子であり、その分だけ、反射率は減少する。この効果はエネルギーが高いほど、また斜入射角度が大きいほど大きい。図 1.9 に 1 keV における Au とシリコンの反射率の $\sigma = 0, 10, 30, 50 \text{ \AA}$ での変化を示した。X 線はエネルギーが高いため、表面が \AA レベルで荒れているだけでも入射角 1° 以上の反射率は大きく減ってしまう。現在の技術では、後述する X 線望遠鏡の製造方法として最も理想的とされる、直接表面を研磨する方法でも、表面荒さの標準偏差は \AA 程度であり、図のような高エネルギーの X 線でこの効果は避けられない。

なおこのデバイウォラー因子に影響を及ぼす表面粗さの標準偏差 σ は、可干渉長スケールでの粗さである。可干渉長とは、電磁波がコヒーレントでいられる距離のことを指す。例えば理想的な電磁波ではある光路差での位相差は変わらず、干渉を起こす。しかし、実際はレーザーのような位相が非常にそろったものであっても、量子力学的不定性から時間が経てば、もしくは距離が離れば位相はランダムにずれて、互いに干渉しなくなる。干渉する光路差の目安となるのが可干渉長であり、

$$l_c = c\tau \sim \frac{c}{\Delta\nu} = \frac{|\lambda^2|}{\Delta\lambda} \quad (1.30)$$

と表される。ここで、 $\Delta\lambda$ は自然幅、 τ は可干渉時間である。例えば Al K α の可干渉長は $\sim 2 \text{ \mu m}$ と見積も

られる。一般に自然光のコヒーレント長は数 μm 程度であり、レーザー光では数キロにおよぶ場合もある。

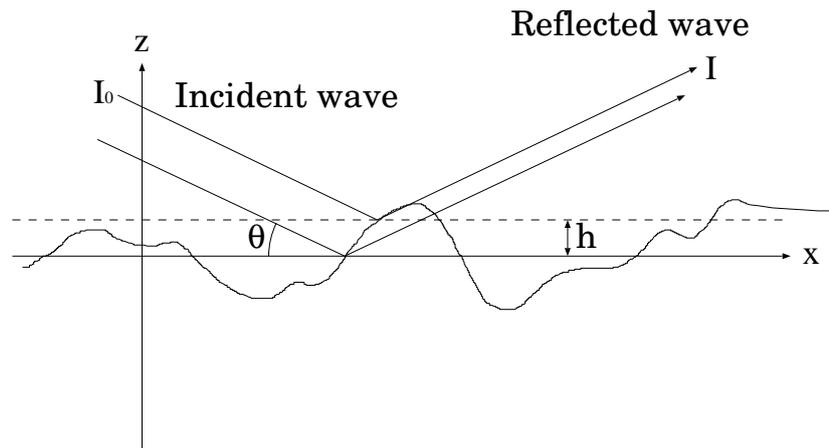


図 1.8: 粗さのある物質表面上での反射。

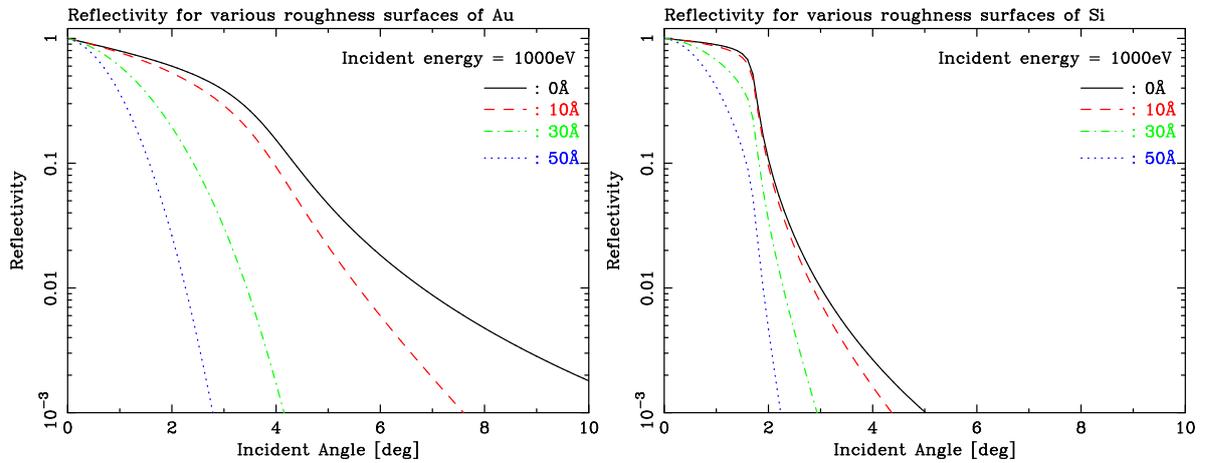


図 1.9: 金とシリコンに 1 keV の X 線が入射したときの入射角度に対する反射率の表面粗さの影響。

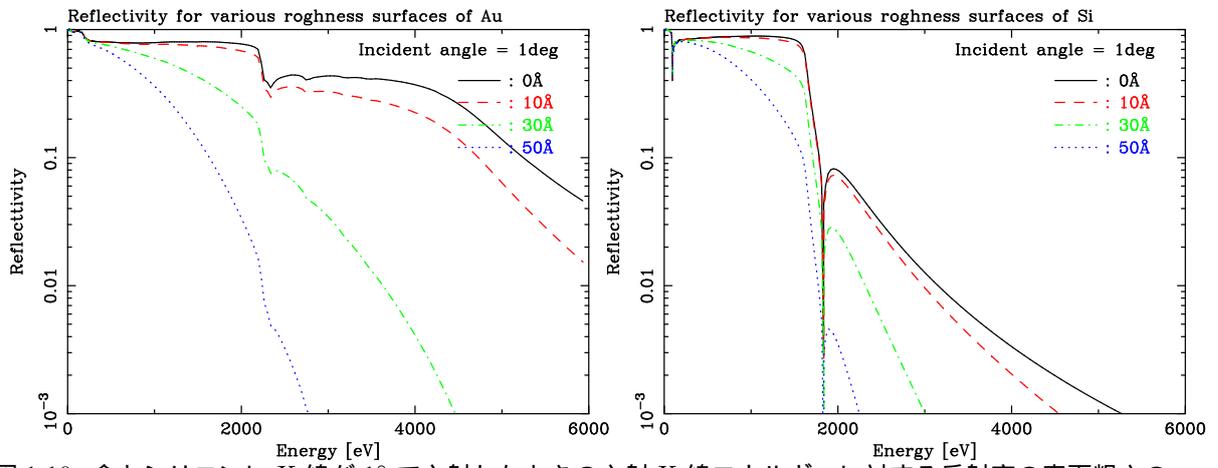


図 1.10: 金とシリコンに X 線が 1° で入射したときの入射 X 線エネルギーに対する反射率の表面粗さの影響。

1.2.4 散乱 X線の強度

ふつうに取り扱う結晶は粒界、転位などの格子欠陥を多く含み、3次元的な周期性が乱れている。それをモデル化したものがモザイク結晶で、多数の周期性の乱れない微小領域（モザイク片）がわずかな方位のずれの分布をもって集合していると考えられる。モザイク結晶では互いに干渉しあえる領域が小さいので、入射線は結晶中でほとんど1回だけ散乱を受ける。このような場合に成り立つのが運動学的回折理論である。たいていの無機、有機結晶にはこの理論が適用される。非晶質固体や液体の場合にも成り立つ。

結晶に限らず任意の形態をもつ物質による X線のトムソン散乱を考える。その際、運動学的回折理論では、X線は物質中で1回だけ散乱を受け、また、入射線は物質中で回折のために弱まることはないとは仮定される。なお運動学的回折理論は、散乱理論に置いて相互作用が十分弱いときに用いられるボルン近似に対応する。物質からの散乱波の振幅は物質に含まれる各電子からの散乱波の振幅を、電子の位置による波の位相のずれを考慮して、加えあわせたものになる。物質の各部分から生じた散乱は異なる位相をもって互いに干渉しあい、その結果、散乱波の強度は方向によって異なってくる。

いま、図 1.11 のように入射波と散乱波の波数ベクトルを k_0 、 k とするとき、散乱ベクトル K は、

$$\begin{aligned} \mathbf{K} &= \mathbf{k} - \mathbf{k}_0 \\ K &= \frac{4\pi}{\lambda} \sin \frac{\Theta}{2} \end{aligned} \tag{1.31}$$

と表される。ここで Θ は散乱角である。すると点 A からの散乱波は、散乱体中の任意の原点 O からの散乱波との間に位相差 $(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0) \cdot \mathbf{r} (= \mathbf{K} \cdot \mathbf{r})$ を生ずる。ここで位置 \mathbf{r} での原子の数密度を $\rho(\mathbf{r})$ とすると、微小体積要素 $d\mathbf{r}$ で散乱される波の振幅は、 $\rho(\mathbf{r}) \exp(i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r} d\mathbf{r})$ に比例する。したがって、強度 I_0 の X線が入射した場合の散乱体全からの散乱波の強度は、構造因子と呼ばれる、

$$\int_{\text{散乱体}} \rho(\mathbf{r}) e^{-i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r}} d\mathbf{r} \equiv A(\mathbf{K}) \tag{1.32}$$

に1個の電子による散乱振幅 $-r_e$ を乗じたもので表されるので、

$$I = I_0 \frac{P r_e^2}{r^2} |A(\mathbf{K})|^2 \tag{1.33}$$

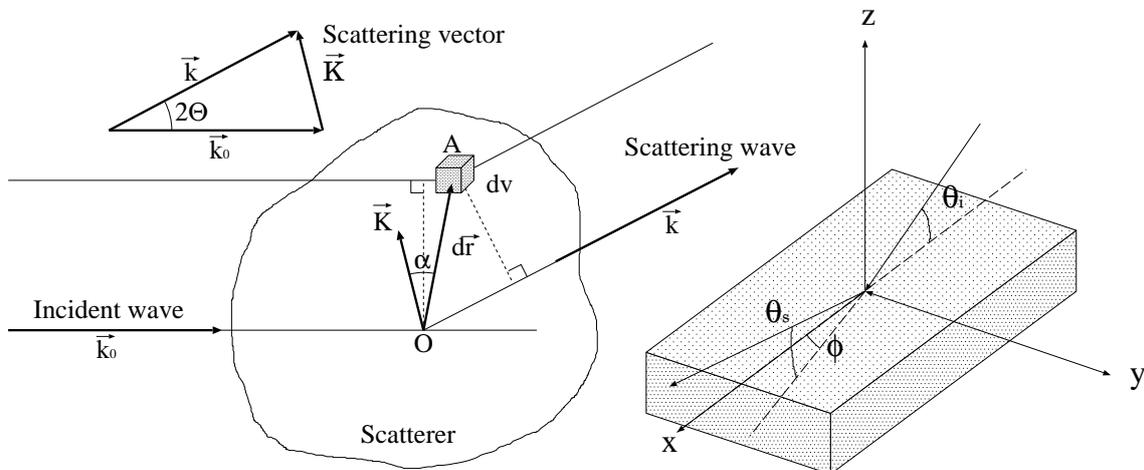


図 1.11: 大きさをもつ物質による X線のトムソン散乱。

図 1.12: 物質表面による X線の散乱。

となる。

ここで1個の電子による散乱波の強度 $I_e = I_0 \frac{P r_e^2}{r^2}$ (P は偏光因子) であるから、

$$I = I_e |A(\mathbf{K})|^2 = I_e \left| \int_{\text{散乱体}} \rho(\mathbf{r}) e^{-i\mathbf{K}\cdot\mathbf{r}} d\mathbf{r} \right|^2 \quad (1.34)$$

のように書き換えられる。

次に図 1.12 のような物質表面での X 線の散乱を考える。粗さのある平面を考えたときに、図 1.8 のように平均の表面に x 、 y 軸を、それらに垂直に z 軸を定義する。これから K のそれぞれの方向に対する成分は、 xz 面内から X 線が入射したとする。図 1.12 での K (K_x, K_y, K_z) の成分はそれぞれ、

$$\begin{aligned} K_x &= \frac{2\pi}{\lambda} (\cos \theta_i - \cos \theta_s \cos \phi) \\ K_y &= \frac{2\pi}{\lambda} (-\cos \theta_s \sin \phi) \\ K_z &= \frac{2\pi}{\lambda} (\sin \theta_i + \sin \theta_s) \end{aligned} \quad (1.35)$$

となる。ここで物質表面上での反射に運動学的回折理論を適用すると、反射 X 線強度は、

$$I = I_0 R_0 \left| \frac{1}{S} \int_S dx dy \exp[-iK_z Z(x, y)] \exp[-i(K_x x + K_y y)] \right|^2 \quad (1.36)$$

と導くことができる。ここで R_0 は式 1.23 および 1.25 から求まる X 線反射率、 S は X 線照射領域である。

以上から X 線の散乱 (正反射でない散乱成分) について考える。いくつかの理論があるが代表的な 2 つの方法について述べる。いずれも $K \cdot z$ の小さい場合のみ適用されるものがある。

1.2.5 Plain-Wave Born Approximation : PWBA

式 (1.36) より

$$\begin{aligned} I &= I_0 R_0 \frac{1}{S} \int_S dx dy \frac{1}{S} \int_S dx' dy' \exp((-iK(Z(x, y) - Z(x', y')))) \\ &\quad \times \exp(-i(K_x(x - x') + K_y(y - y'))) \end{aligned} \quad (1.37)$$

と変形する。ここで相対座標 $(X, Y) \equiv (x' - x, y' - y)$ を導入し、 $g(X, Y)$ を

$$g(X, Y) \equiv \left\langle (z(x', y') - z(x, y))^2 \right\rangle \quad (1.38)$$

と定義する。 $g(X, Y)$ は $R = \sqrt{X^2 + Y^2}$ の距離だけ離れた 2 転換の粗さを表しているが、 $R \rightarrow \infty$ のときには $g(X, Y)$ は無限大にはならないはずである。(さもなければ、 $R \rightarrow \infty$ のときは反射率が 0 となってしまう。) よって、適当なカットオフ ξ をつけ、例えば、

$$g(R) = 2\sigma^2 \left(1 - \exp\left(-\left(\frac{R}{\xi}\right)^{2h}\right) \right) \quad (1.39)$$

とし、 $g(X, Y)$ を適当な値 2σ に収束させるようにする。

ここでさらに $(z(x', y') - z(x, y))$ がガウス分布をすると仮定すると、式 (1.37) は、

$$I = I_0 R_0 \frac{1}{S} \int \int_S dX dY \exp\left(-\frac{K_z^2 g(X, Y)}{2}\right) \exp(-i(K_x X + K_y Y)) \quad (1.40)$$

と書き直される。さらに Correlation Function $C(X, Y)$ を、

$$C(X, Y) \equiv \langle z(x', y') z(x, y) \rangle = \sigma^2 - \frac{1}{g}(X, Y) \quad (1.41)$$

と定義することにより、式 (1.39) を

$$I = I_0 R_0 \exp(-K_z^2 \sigma^2) \frac{1}{S} \int \int_S dX dY \exp(K_z^2 C(X, Y)) \exp(-i(K_x X + K_y Y)) \quad (1.42)$$

ここで $F(K_z, R) \equiv \exp(K_z C(X, Y)) - 1$ とすると、 $R \rightarrow \infty$ では $F \rightarrow 0$ となるため (無限大の平面状に光が当たっている場合には散乱は0になるはずであるため)、式 (1.39) を正反射成分と散乱成分に分けることができる。よって $I = I_{\text{spec}} + I_{\text{diff}}$ と分けて、

$$I_{\text{spec}} = I_0 R_0 \exp(-K_z^2 \sigma^2) \delta(K_x) \delta(K_y) \quad (1.43)$$

$$I_{\text{diff}} = I_0 R_0 \exp(-K_z^2 \sigma^2) \int_0^\infty dR R F(K_z, R) J_0(K_z, R) \quad (1.44)$$

となり、式 (1.44) は式 (1.28) に一致している。これは正反射成分と散乱成分の反射強度を同時に得ることができ、 $K_z \sigma$ が小さい場合には、比較的实验結果を再現している。ただし式 (1.39) が物質の表面状態を与えるわけであるが、これが形状測定の結果と一致しないことも多く、問題も多いが、最近では粗さが比較的大きい表面に対しても適用できる Distorted-Wave Born Approximation : DWBA がよく使われている。

1.2.6 Bidirectional Reflectivity Distribution Function : BRDF

この理論は正反射でない散乱成分のみを取り扱う。まず物質表面を表面波長の異なる正弦波の重ね合わせと考え、入射 X 線は表面のその多数の回折格子 (図 1.13) によって散乱させると考える。ただし回折格子の回折条件の式、

$$m\lambda = D(\cos \theta_i - \cos \theta_s) \quad (1.45)$$

での $m = 1$ の回折光のみについて考える。ここで表面上の凹凸 ($Z(x, y)$) のフーリエ変換の 2 乗を Power Spectral Density (PSD) として、

$$PSD_2(f_x, f_y) = \frac{1}{A} \left| \int_0^A \exp(2\pi i(f_x x + f_y y)) Z(x, y) dx dy \right|^2 \quad (1.46)$$

の式で与えることで、回折格子による 1 次散乱強度を、

$$\frac{dI}{d\theta_s} = I_0 \frac{16\pi^2}{\lambda^4} \sin \theta_i \sin^2 \theta_s \sqrt{R(\theta_i, \theta_s)} PSD_2(f_x, f_y) \quad (1.47)$$

で与える。ここで λ^4 はレイリーの blue-sky 因子、 \sin の項は幾何学的効果、 $R(\theta)$ は式 (1.23)、(1.25) の $R_0(\theta)$ であり、この項は臨界角付近の散乱強度の急激な変化 (Yoneda 効果) を補正するためにある。

ただ注意すべき点は、BDRF は式 (1.36) での、 z 方向の変位による位相の変化 $\exp(-iK_z Z(x, y))$ を考慮していないことである。よって当然ながら $K_z Z(x, y) \ll 1$ となる非常に滑らかな面内でのみ適用できる。実際の X 線散乱測定では 1 次元のみの測定が普通であるので 1 次元の式を与えると、

$$\frac{dI}{d\theta_s} = I_0 \frac{\pi}{\lambda} \sin \theta_i \sin^2 \theta_s \sqrt{R(\theta_i)R(\theta_s)} PSD_1(f_x) \tag{1.48}$$

$$PSD_1(f_x) = \frac{1}{L} \left| \int_0^L \exp(2\pi i f_x x) Z(x) dx \right|^2$$

となる。

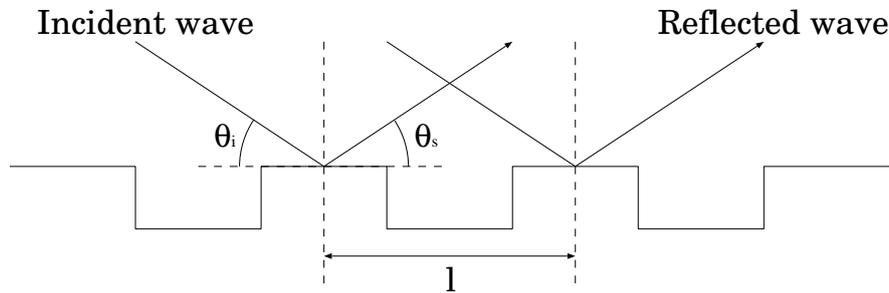


図 1.13: 回折格子による X 線の散乱。

1.3 宇宙 X 線望遠鏡

1.3.1 結像光学系に要求される条件

一般的に光学系が結像するために必要な条件として「レイリーの 1/4 波長条件」および「アッペの正弦条件」が挙げられる。前者は、物点からでたすべての光線が、光学素子を経て像点に至るまでの光学的距離 (空間的な光路長に屈折率をかけたもの) の差の絶対値が、使用する波長の 1/4 以下でなくてはならないというもので、これは光源から放射された X 線が異なる経路を経て焦点で互いに干渉しあって像を形成するための条件である。後者は、光軸上の物点 O から光学素子の任意の点を見込む角を α 、同様に光軸上の像点 I から見込む角を α' としたとき、式 (1.49) が成り立たなくてはならないというもので、これは光軸近辺に広がりのある物体が、歪みなく像面で結像できるための条件である。

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \alpha'} = \text{const.} \tag{1.49}$$

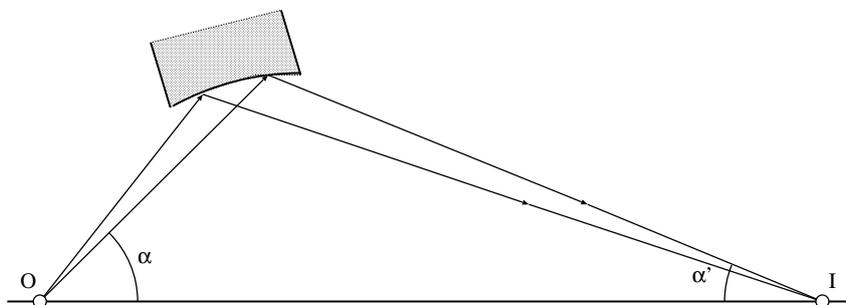


図 1.14: アッペの正弦条件。

1.3.2 宇宙X線望遠鏡の構造

前節で示したようにX線に対する物質の屈折率は1よりもわずかに小さいために、光学望遠鏡のように直入射させて集光させることは非常に難しい。そこで、X線をおおよそ 1° 以下で入射させる全反射を利用した斜入射光学系が、宇宙X線望遠鏡では一般的に用いられている。

この斜入射光学系の中に、共通の焦点を持つ回転放物面と回転双曲面を同軸上に組み合わせ、2回反射させて集光させる Wolter 型光学系がある。回転放物面の内側を反射面として用いれば、光軸に平行に入射してきた光は1点に集光するが、光軸からずれて入射してきた光では収差が大きすぎて像を結ぶことはできない。このために2回反射させて収差を限りなく抑えている。

また、図 1.15 のように、この Wolter 型光学系にも回転放物面の凹面と回転双曲面の凹面の組み合わせによる I 型、凹面と凸面の組み合わせによる II 型、凸面と凹面の組み合わせによる III 型がある。このうち、同じ焦点距離で最も入射角を小さくできる I 型が宇宙 X 線望遠鏡に採用されている。

一方、光学望遠鏡と同様の X 線の直入射光学系として、反射面に多層膜をコーティングして用いるものもある。これにより、物質の全反射の臨界角を超えた入射角でもブラッグ条件を満たすときに干渉によって高い反射率が得られるため、望遠鏡の入射角を大きく設定できるので、集光力の高いかつ広い視野での観測が可能になる。しかし、有効な帯域はブラッグ条件を満足する波長の $1/10$ 程度に制限されるため広いエネルギー帯域での撮像ができない。

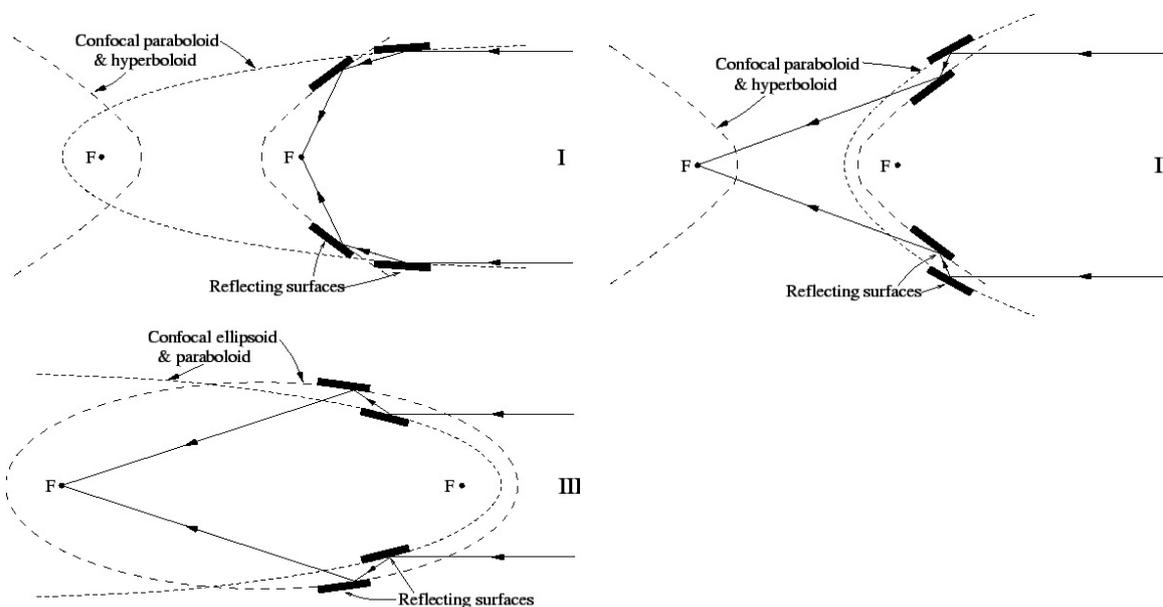


図 1.15: Wolter 型光学系の種類。上段左 : I 型、上段右 : II 型、下段左 ; III 型。

1.3.3 光学系の性能パラメータ

ここで X 線望遠鏡を評価するための二種類の性能パラメータがある。一つは「有効面積」と呼ばれる光軸方向から見た反射面の面積（開口面積）に反射を掛けた量である。式で表すと有効面積 S_{eff} は以下のようになる。

$$S_{eff}(E) = \int S(\theta) R^2(\theta, E) \quad (1.50)$$

ここで、 $S(\theta)$ は Wolter 型光学系の一段目の反射鏡に入射角が $\theta \sim \theta + \delta\theta$ の間にある開口面積、 $R(\theta, E)$ は入射角 θ 、エネルギー E のときの鏡面の反射率を表す。

有効面積を上げるために、宇宙 X 線望遠鏡では図 1.16 のように同じ焦点を持つ反射鏡を同心円上に多数並べられている。さらに有効面積を上げるためには、口径を大きくすることが必要となる。しかし斜入射光学系では X 線の臨界角を超えるほど大きくしても全反射が起こらないために口径の大きさには限度がある。したがって、焦点距離を一定とすれば、口径内に占める反射鏡の枚数を多くして開口面積 S を大きくすることが有効面積を上げる重要な鍵となる。同時に反射率を上げるために反射面に用いられる物質をできるだけ大きな原子番号の物質を用いることも一つの手段である。いずれの方法でも有効面積と引き替えに望遠鏡の重量化が問題となりうる。

二つ目のパラメータが結像性能である。光軸に平行に入射した X 線が反射鏡によって焦点面で結像されたとき、理想的には 1 点に結像するが、実際にはある程度広がりを持ってしまう。この広がりをもとに通常は、焦点を中心として、全反射強度の 50% が含まれる円の直径の大きさで表し、HPD(Half Power Diameter) と呼ばれている。これを小さくするためには、できるだけ理想曲面上に非常に滑らかな面を持った形状精度の良い反射鏡を配置しなければならない。

1.3.4 これまでの望遠鏡の製作方法と性能の比較

これまでに打ち上げられた X 線望遠鏡の製作方法を大きく分類すると (1). 解像力を重視した非球面型 (直接研磨)、(2). 集光力を重視した多重薄板型 (非研磨)、(3). 性能は少し劣るが両者の特徴を兼ね備えた非球面多重薄板型に分けることができる。どの方式をとるかは観測目的あるいは衛星の大きさや重さによって決められている。以下では順にこれらの製作方法とその性能に関して述べる。

(1) は超精密非球面加工法により、Wolter I 型の光学系に合うように鏡面形状を回転放物面と双曲面に直接研磨したもので、角度分解能を 1 秒角以下にすることが可能である。しかし、鏡面基板 (石英ガラス、ゼロデュア) の厚さは 15~25mm 厚くなり、集光力を増大するために口径を大きくするとともにその中に複数の反射鏡を共焦点配置に設置しなければならない。そのために斜入射角が $1\sim 2^\circ$ と大きくなって、観測できるエネルギー領域が制限される。したがって、焦点距離を長く設計する必要があり、重量も大きくなる。また、鏡自身が厚いために開口効率も非常に小さくなってしまふ。世界初の撮像衛星 *Einstein* 衛星や 1999 年に打ち上げられた *Chandra* 衛星 (図 1.16 左) などの望遠鏡がこの方法を用いて製作された。

(2) は解像力は悪くても集光力をできるだけ大きくするために考案されたこの方式は、Wolter I 型の二つの反射面を回転 2 次曲線の代わりに円錐面で置き換え、基板の長さを短く、厚さを 0.1~0.3mm と極力薄くし、多数の鏡 (100 枚程度) を共焦点配置に設置することができる。鏡面基板は直接研磨せず、アルミニウム薄板にアクリルを塗布し、その上に金を蒸着することによって、超平滑な鏡面を実現している。これによって開口効率を 60% 程度にまで大きくすることができるが、鏡面の形状精度は十分ではなく、解像力は多数の鏡の組み上げ精度あるいは基板形状のうねりによって決められるが、X 線の入射方向から見た反射面の幅がそのまま投影されるため、基板の長さを短くすることによって改良することも可能である。1993 年に打ち上げられた日本の「あすか」衛星 (図 1.16 中) の望遠鏡などがこの方法を用いて製作された。

(3) は解像力が優れ、集光力を大きくするために考えられた中間的な方式である。すなわち、非球面に研磨成形された雄型の母型からレプリカ鏡を作り、基板を薄くする。これには離形法の確率と形状保持ができる薄い基板素材が必要になる。これまでに金を離型剤として炭素繊維にて強化されたエポキシ基板や、電鑄法で作られたニッケル基板に熱衝撃によって写し取る方法が試みられている。基板の厚さはおよそ 1mm 以上で開口効率は 30% 程度だが、解像力は 10 秒角以下が達成できる。2000 年に打ち上げられたヨーロッパの *XMM-Newton* 衛星 (図 1.16 右) の望遠鏡などがこの方法を用いて製作された。

2005年に打ち上げられた日本の「すざく」のX線望遠鏡では(2)と(3)を組み合わせただけで、金が蒸着されたガラス母型に薄いアルミ基板を圧着して金のみを剥しとる方法を用いて製作された。これにより集光力および解像力は「あすか」衛星よりも高く、比較的軽量である。

図1.17にこれまでに打ち上げられた宇宙X線観測衛星搭載の望遠鏡についての性能のまとめを示す。より良い角度分解能を達成するには、より重い鏡が必要であることが見て取れる。これは主に鏡の剛性が、鏡の厚みの三乗に比例して増してゆくことに起因している。これまでで最高の角度分解能を達成したのはChandra衛星の望遠鏡であり0.5秒角を誇る。一方、これまでで最軽量を達成したのは「あすか」衛星の望遠鏡である。

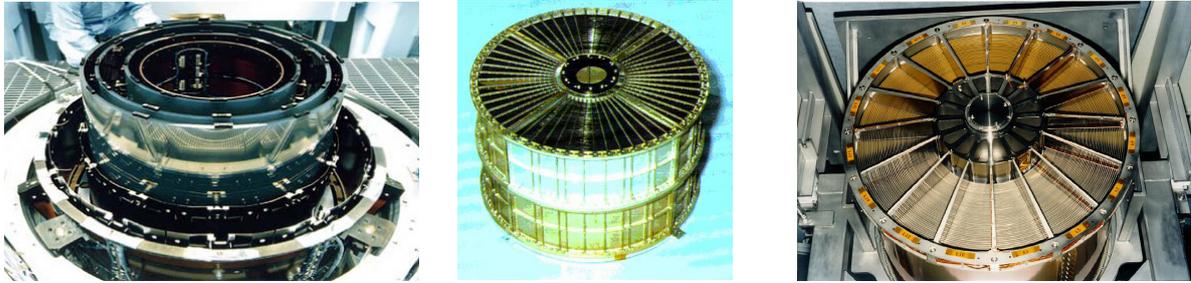


図1.16: これまでに打ち上げられた代表的なX線望遠鏡。左から順にChandra, あすか, XMM-Newton。

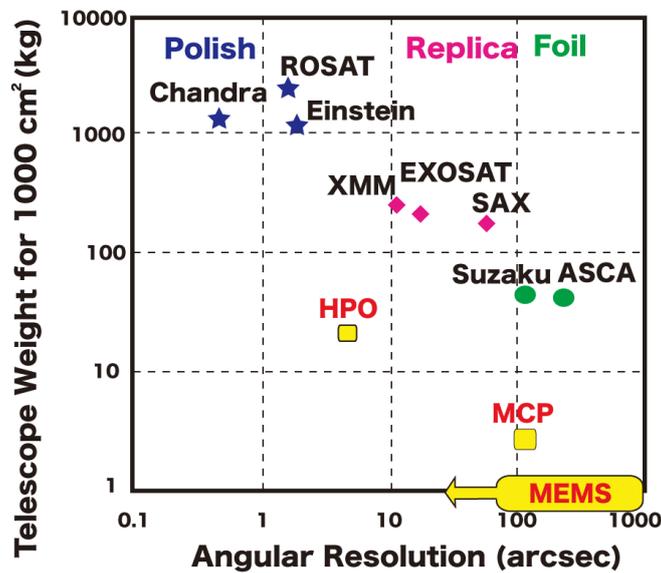


図1.17: 衛星に搭載されたX線望遠鏡の性能の比較。横軸は角度分解能、縦軸は1 keVでの有効面積1000 cm²を達成するために必要な重量。星、菱形および丸印がそれぞれ直接研磨、レプリカ、フォイル方式の鏡の製法を表す。黒字は衛星プロジェクト名を示す。黄色は、次世代用マイクロポアオプティクス性能の期待値。

1.4 将来計画に向けた宇宙X線望遠鏡

1.4.1 多層膜反射鏡を用いた硬X線光学系の開発

近年の超薄膜技術の進展に伴い将来計画としての多層膜を用いた硬X線光学系の開発が進められている。単層膜では全反射の臨界角が 0.5° 以下となってしまう10 keV以上の反射は実用的ではない。しかし、反射面の深さ方向に100層程度の周期的な構造を形成すれば、ブラッグ反射により数10 keVまで高い反射率が得られる。このときの膜厚はX線の侵入深さと同じ程度であり、式(1.51)で与えられるブラッグ条件を満足することが必要になる。

$$m\lambda = 2d \sin \theta_m \left(1 - \frac{2\delta - \delta^2}{\sin^2 \theta_m} \right). \quad (1.51)$$

ここで m は反射の次数、 θ_m は波長 λ の m 次光の斜入射角を表し、 d は結晶では格子定数であるが多層膜の場合には周期長であり、一組の重元素(d_H)と軽元素 d_L の層厚の和($d = d_H + d_L$)として与えられる。 δ も同様に2種類の物質の厚さの加重平均として与えられる。

日本の次の宇宙X線天文衛星Astro-H(2013年頃打ち上げ予定)ではこの方法を用いたX線望遠鏡が搭載される予定である。「すざく」衛星と同様にPt/Cの多層膜を蒸着されたガラス母型にアルミ板を剥し取る方法で製作している。有効なエネルギー領域は0.5~80 keVの予定である。

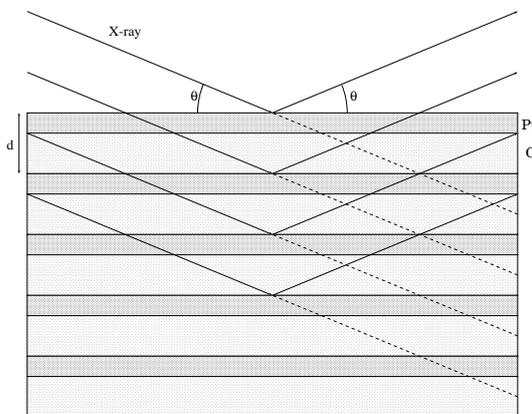


図 1.18: Astro-H 衛星搭載予定の Pt/C 多層膜反射鏡の概念。

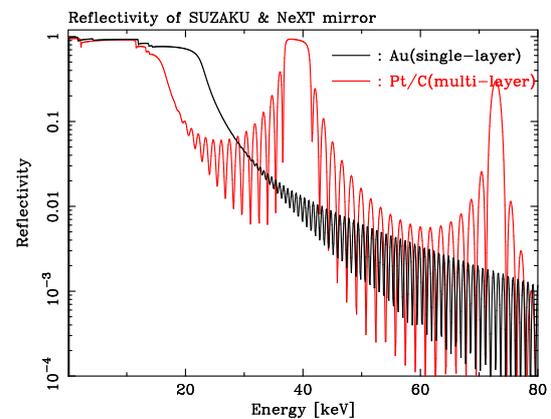


図 1.19: 「すざく」衛星の Au 単層膜と Astro-H 衛星の Pt/C 多層膜の理論的な反射率の比較。

1.4.2 マイクロポア光学系の開発

X線望遠鏡を宇宙に打ち上げるには数100万円/kgの打ち上げ費用が必要となる。図1.17に示したこれまで打ち上げられた衛星の望遠鏡の重量を参考にするとその額がいかに莫大であることがわかる。将来の巨艦衛星や、コストを抑えた中小型衛星のため、近年でさえも軽量の光学系が求められている。しかし、ただ軽量であってはサイエンスからの要求を満たすことができない。したがって、これまでの性能を持ち合わせたままに軽量のX線光学系を製作しなければならない。

そこで着目されているのがマイクロポア光学系である。図1.20のように、これまでのX線望遠鏡を例えば $1/A$ 倍したとすると、鏡一枚の重量は A^{-3} に比例して減少する。このままでは有効面積も損なわれてしまうために鏡の枚数を A^2 に比例して増やす必要がある。その結果、光学系の重量は $A^{-3+2}=A^{-1}$

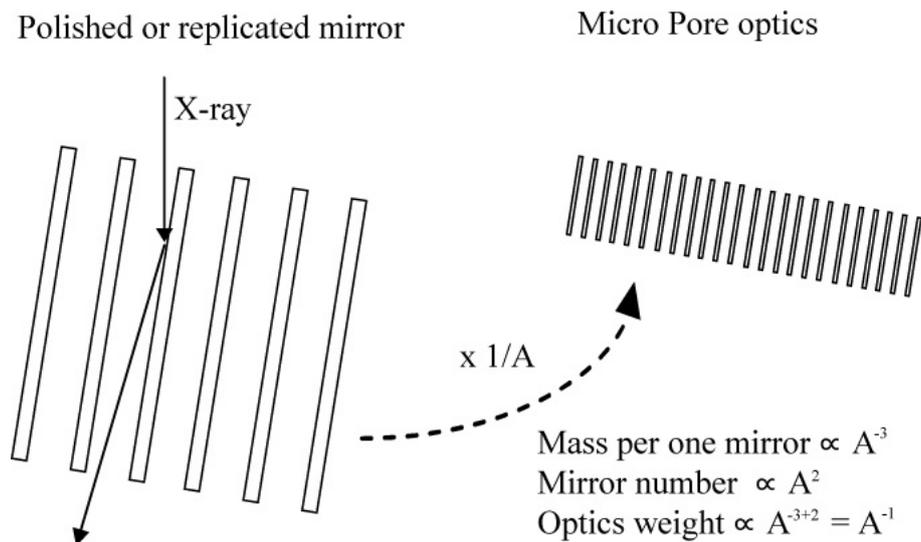


図 1.20: マイクロポアオプティクス概念。

となる。すなわちこの A の値をできるだけ大きく設定すればするほど縮小により、軽量化が可能となる。

この原理をもとに世界ではさまざまなマイクロポアオプティクスの開発が進められている。代表的なものとして挙げられるのは MCP (Micro Channel Plate) と HPO (High-performance Pore Optics)、さらに我々のグループが考案した MEMS X-ray Optics である。以下ではまず前者二つについて順に説明する。

MCP は元々は電子を二次元的に検出し増倍する電子増倍素子であり、直径数十 μm の小さな穴が多数空いたガラス基板でできている。この穴の側壁を X 線の反射面として利用することで、従来の X 線光学系よりも一桁以上の軽量化が実現可能である [1]。開発は主にイギリスの Leicester 大学を中心として行われており、図 1.21(左) のように MCP を球面状に変形してできる Lobster-eye 光学系を用いて全天モニタを行う計画が検討されている。また図 1.21(右) のように球面状に変形した MCP を 2 段状に並べた Wolter I 型の光学系も開発されている。また有効面積を向上させるために側壁に金属のコーティングに成功した例もある。角分解能は穴の配置によって制限され、典型的な角分解能は 2 分角である。

HPO は表面研磨したシリコンの片面に図 1.22 のようにリブ状構造を形成してスタックして変形するものである。リブの反対面が X 線の反射面となる。円錐状の母型形状に沿って曲げることで Wolter I 型光学系の鏡モジュールの一つが作られる [2]。モジュールを組み合わせれば Wolter I 型光学系の完成である。この方法は穴の大きさが基板の厚みで制限され、およそ 200 μm であるため、MCP よりも一桁ほど重くなることが予想されている。一方、シリコン基板自体のフラットネスや剛性のため、角分解能はおよそ 5 秒角以下となることが期待されている。これは欧州宇宙機関 ESA を中心に開発が進められており、2020 年頃打ち上げ予定の超巨大衛星計画 IXO への搭載を目指している。

図 1.17 に示すようにこれら 2 種類のマイクロポアオプティクスは従来の望遠鏡に比べ、一桁以上軽量でありながら、優れた角度分解能を達成することが期待されている。

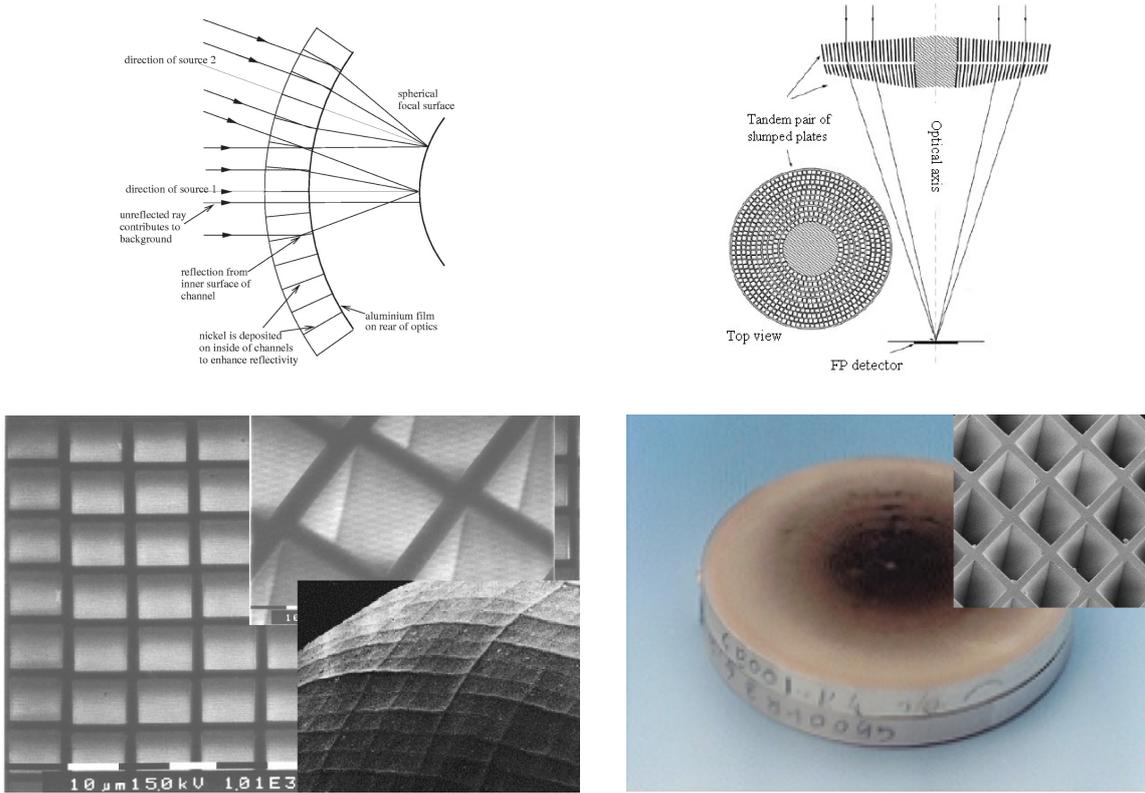


図 1.21: MCP X 線光学系の概念図。左上: MCP を用いた Lobster eye 光学系。右上: MCP を用いた Wolter I 型光学系。左下: Lobster eye 用 MCP。右下: Wolter I 型用 MCP。

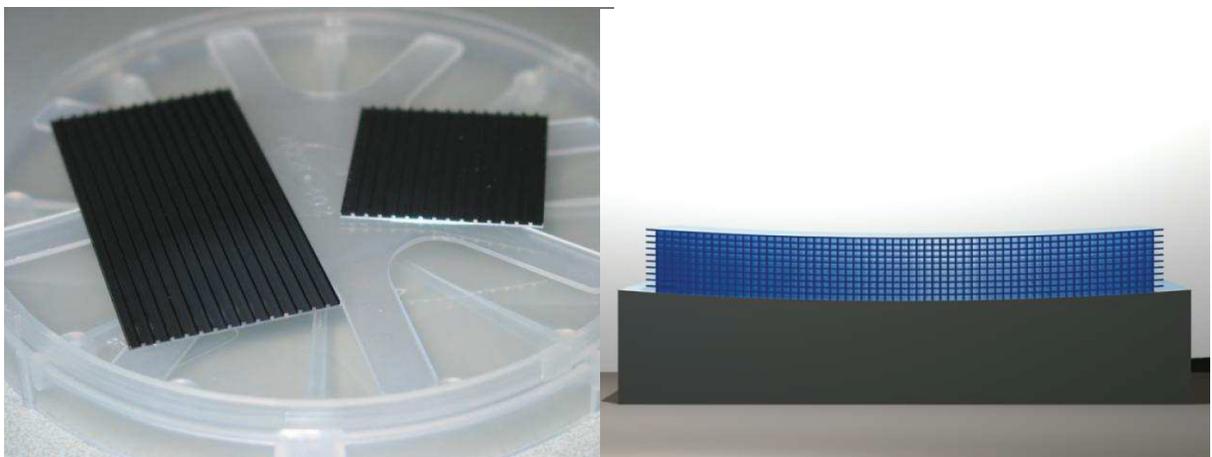


図 1.22: HPO の製作行程。左: 研磨されたリブ形状のシリコン基板、右: 左のシリコン基板が円錐状の母型に重ねられて曲げられている様子

1.4.3 MEMS X 線光学系の開発

我々のグループでは 2004 年度から HPO や MCP を凌ぐ性能を持つ、世界最軽量の独自のマイクロボア光学系を考え開発を進めてきた [3-5]。マイクロボア光学系は薄い基板に細かい穴を開け、その側壁を X 線鏡として利用することである。そのためには側壁は nm オーダーかそれ以下に滑らかでなくてはならない。この目的のため、我々は半導体微細加工を使ったマイクロマシン技術に着目した。特に、シリコン結晶異方性エッチングと呼ばれる方法では、KOH エッチング液に対する結晶面によるエッチングレートの違いから、エッチング後に非常に滑らかなシリコン (111) 結晶面を得ることが可能である。

この手法の利点は主に 2 つ存在する。一つは μm スケールの微細な穴が製作可能であることから、基板は数百 μm オーダーに薄くでき、そのため原理的に世界最軽量の X 線光学系が可能であることである。二つ目は、一回のエッチングで多数の穴すなわち鏡を製作可能である点であり、従来一枚一枚製作していた鏡を一括して大量生産できる。そのため低コストとなる。

我々はシリコン (110) 基板を用いた図 1.23 のような製作プロセスフローを考え、実際にこの手法で製作した側壁で、X 線反射を世界で初めて実証することに成功した。また光学系の試作プロセスを立ち上げ、土台と鏡チップからなる図 1.24 に示すような、一段型光学系を試作した。鏡チップの側壁粗さは、エッチング中に超音波をかけることで格段に向上し、 2 \AA を達成している。そして本光学系を用いて Al K_{α} に対するこの方法で世界で初めてのイメージの取得に成功した [6-7]。

図 1.17 に、この手法での MEMS X 線光学系の期待される性能を示す (矢印は除く)。ここで異方性エッチングの側壁は結晶面に沿うため基本的にフラットであり、そのため図 1.23 に示すように、多数の鏡チップを配置して理想曲面を直線近似する必要がある。角度分解能は、並べる鏡チップのサイズと焦点距離に依存し、典型的に数分角と考えられる。

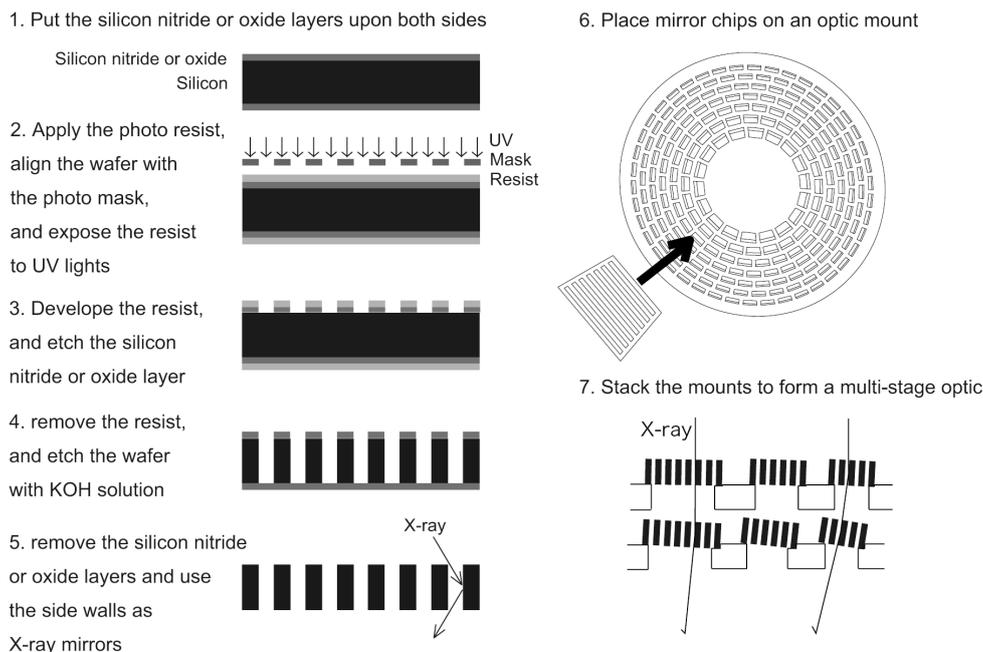


図 1.23: 従来の MEMS X 線光学系のプロセスフロー。

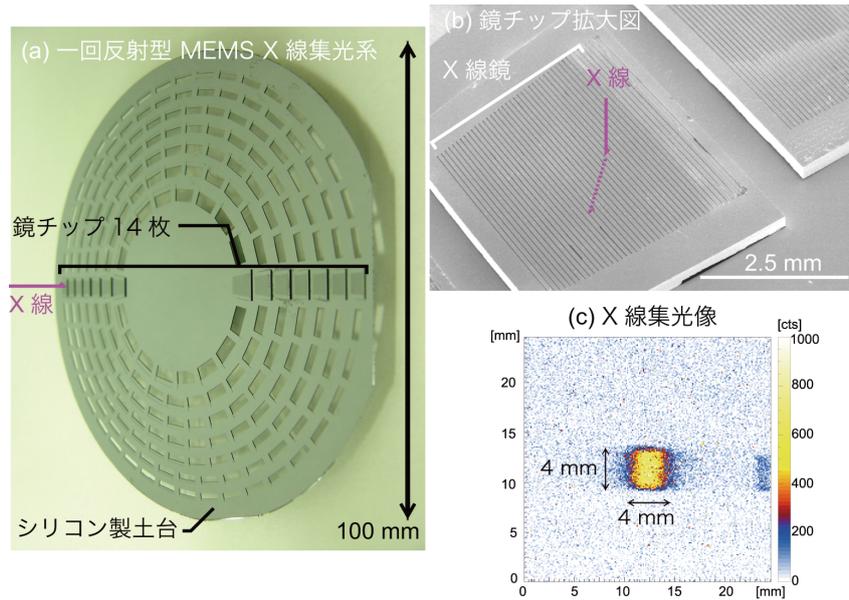


図 1.24: (a) 試作した 1 回反射型 MEMS X 線光学系。(b) 鏡チップの拡大図。(c) Al K_{α} 集光像。

1.5 本修論の目的

本修士論文の目的は、我々のグループが世界にさきがけて開発してきた MEMS X 線光学系をさらに進め、世界最軽量かつ秒角の角度分解能を持ち合わせた究極のマイクロポアオプティクスを開発することである。本論文ではまず §2 で MEMS の基本的なプロセスについて説明を加えた後、§3 で新しい MEMS X 線光学系を提案する。そして、§4, 5 で鏡チップを使った X 線反射実証のための要素技術の条件出しと実験について述べ、形状や表面粗さについて評価する。そして §6 で変形技術の条件出しと評価を行って最後に §7 で今後の可能性について述べる。

第 2 章

MEMS 技術の基礎

MEMS とは Micro Electro Mechanical Systems の頭文字を取ったものであり、「微小電気機械システム」と訳される。その言葉どおり半導体の微細加工技術を駆使して作製されたマイクロメーターサイズの微小な部品から構成される電気機械システムであり、マイクロマシンとも呼ばれる。MEMS プロセスの基本について説明してゆく。

2.1 MEMS (Micro Electro Mechanical Systems)

シリコンをはじめとした半導体の集積回路の製作に用いられるフォトリソグラフィと呼ばれる加工技術を基本とした立体的な微細加工技術を「マイクロマシニング」と言う。この「マイクロマシニング」を用いるとシリコン基板などにセンサ、回路、アクチュエータ、あるいは微細構造体のような様々な要素を集積化した、高度な働きをする小型システムを実現することができる。このような小型システムを「MEMS(Micro Electro Mechanical Systems)」と呼び、情報機器周辺をはじめとする広い分野でシステムの鍵を握る重要な要素として用いられている。

MEMS 技術を用いて商業的な面で最も成功した Texas Instruments 社の DMD(Digital Mirror Device) を図 2.1 に示す。これは CMOS 半導体基板上に $16\mu\text{m}$ 角の可動ミラー ($\pm 12^\circ$) を 1080×1024 などの 2 次元アレイ状に配置されたもので、一つ一つのミラーが 1 画素となって画像を構成し、光源やレンズ系との組み合わせられてコンピュータ用のプロジェクタ、投影型 TV ディスプレイ、劇場用デジタル映写機など画像映写装置に広く応用されている。

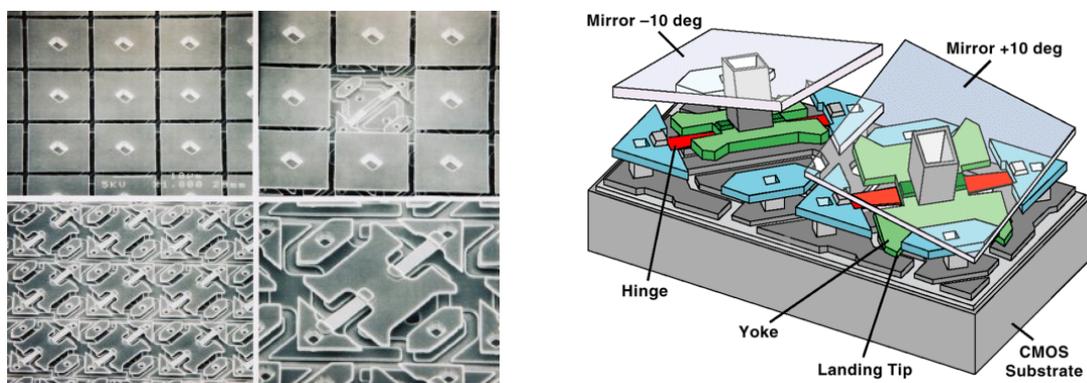


図 2.1: 代表的な MEMS デバイス Texas Instruments 社の DMD(Digital Mirror Device)。

2.2 MEMS の製造技術

MEMS を製作する行程は基本的には (1) シリコン基板の選定、(2) フォトマスクのデザインと製作、(3) 保護膜の成膜、(4) リソグラフィ、(5) エッチング (6) 実装に大きく分けることができる。以下では、その詳細について順に説明する。

2.2.1 シリコン基板の選定

MEMS デバイスの製作はシリコン基板が主流である。シリコン基板は (100), (110), (111) 結晶面のうちいずれかの結晶面が表面になるように切断、研磨された形で販売されている。シリコンは §2.2.5 に述べる強アルカリ溶液等で結晶異方性を持つために、どのような形状にエッチングをしたいかを念頭においてシリコン基板を選択する必要がある。

シリコン基板には通常 B, P, As などの不純物がドーブされており、一定の不純物濃度になるように管理されている。不純物濃度は通常抵抗率 ($\Omega\cdot\text{cm}$) で表され、濃度が高いほど抵抗率が低くなる。シリコン基板は不純物元素の種類によって、p 型シリコン基板 (不純物は B)、n 型シリコン基板 (不純物は P, As) に区別される。基板上電気回路やピエゾ抵抗を製作するときには、p 型か n 型か、不純物濃度などを考慮する必要があるが、単にマイクロ構造体として用いる場合は特に気にしなくても良い。

シリコン基板の外周には 1ヶ所、あるいは 2ヶ所が直線状に切断されている。これは orientation flat (通称オリフラ) と呼ばれ、シリコン基板の結晶面によって切断のされ方が異なっている。このオリフラによって、シリコン基板の結晶方向を目視で確認可能であり、一般的な精度は $\pm 2^\circ$ である。

基板の直径は 1, 2, 3, 4... インチなど様々なサイズがあり、径が大きいほど生産性が向上するため、近年の半導体 IC プロセス用には 8~12 インチが主流となっている。一方 MEMS プロセスでは必ずしも最先端の生産設備を要しないことと、多品種少量生産になることが多いため 4~8 インチが用いられることが多い。基本的に装置によって扱える基板の径は決まっており、一つの生産ラインは決まった径の基板しか流せないため、あらかじめ装置が扱える基板の径を知っておく必要がある。

基板の厚さは 100~1000 μm 程度である。一つの基板面内の位置によって厚さは均一ではなく、このばらつきは一般に 5~10 μm だが、MEMS の需要の高まりによって、最近では厚さにばらつきの少ない基板の供給が始まっている。

単なるシリコン基板の他に薄いシリコン/シリコン酸化膜/シリコンというサンドイッチ構造の SOI (Silicon On Insulate) 基板もしばしば用いられる。薄いシリコン層の厚さは通常 50 μm 以下で、活性層シリコンと呼ばれる。SOI 基板を用いる場合、活性層のシリコンをそのままマイクロ構造体として用いる事が多くマイクロ構造体の厚さを正確に決定することができる。

MEMS ではシリコン基板の他に、パイレックスや石英のガラス基板、プラスチックシートが用いられる場合もある。ガラス基板は流体デバイスなどに用いられることが多い。ガラス基板はフッ酸によって流路を比較的容易に形成が可能である。またプラスチックシートは打ち抜き加工によって微細加工されることが多い。ガラス基板やプラスチックシートを 100 μm 以下で微細加工する場合は、ホットエンボス、

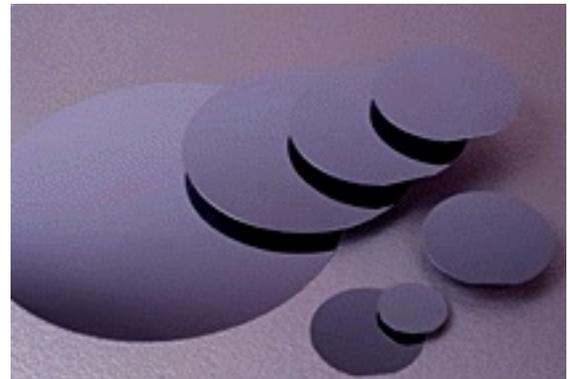


図 2.2: 様々な大きさのシリコン基板。

ナノインプリント技術などの微細形成技術が用いられる。

2.2.2 フォトマスクのデザインと製作

フォトマスクは、MEMS の製造過程で用いる原板となる。したがって後のプロセス、例えばレジストやエッチングの種類、エッチング後の状態などをあらかじめ考慮してデザインしなければならない。

フォトマスクは石英ガラスに遮光材料が成膜されている。遮光材料として代表的なものにエマルジョン(写真乳剤)と金属薄膜が用いられ、それぞれエマルジョンマスク、ハードマスクと呼ばれる。エマルジョンはゼラチンに臭化銀 (AgBr) の微粒子を分散させたもので、露光・現像を行うと Ag が還元析出して黒化像になり、同時に未露光部が消失する白黒写真と同じ原理である。エマルジョンの厚さは数 μm 程度であり、実用的な最小パターンもその程度の大きさになってしまう。製作には露光後に現像を行えばフォトマスクとなる。

一方、ハードマスクの遮光材料として一般的なものが Cr(クロム)である。Cr は遮光性が高く、安定で、形成後の残留応力が小さいなどの特徴から用いられている。エマルジョンマスクよりもさらに微細なパターンが可能である。ガラス基板上に Cr と電子ビーム用のレジストが塗布された状態で販売されており、製作行程としては電子ビーム描画装置での露光、現像、ベーク、Cr のエッチングという流れで行われる。

フォトマスク表面に異物が付着すると不要な遮光部となって精度低下やパターン欠陥の原因となるので、フォトマスクの管理は慎重を要する。

2.2.3 保護膜の成膜

一般的にシリコンの保護膜にはシリコン酸化膜 (SiO_2)、シリコン窒化膜 (Si_3N_4) が用いられる。シリコン酸化膜は熱的に接合させることができる。また化学的気相成長法 (CVD: Chemical Vapor Deposition) と呼ばれる原料がガスで供給されシリコン基板表面上における触媒反応によって成膜することもできる。酸化膜は必要な膜厚が $2\mu\text{m}$ 以下なら、熱酸化によって容易に得られる。熱酸化は強い圧縮の内部応力をもつが、これは 1 個のシリコン原子が酸化物になるのに単結晶シリコンに比べて約 2 倍の体積を必要とするからである。熱酸化膜を形成した場合、このことを念頭に置いておく必要がある。APCVD 酸化膜 (AP: 常圧 Atmospheric Pressure) は熱酸化と同様に簡単なプロセスで成膜することができるが、KOH 溶液においては熱酸化膜に比べて 3 倍以上早くエッチングされてしまうことがわかっている。他にも LPCVD 酸化膜 (LP: 低圧 Low Pressure) もあるが、これも KOH 溶液中でのエッチング速度が無視できないほど大きい。また、酸化膜の除去にはフッ酸 (HF) を用いることによって比較的簡単にできる。

シリコン窒化膜はシラン系のガスとアンモニアガスを用いた LPCVD または PECVD (PE: Plasma Enhanced) で成膜される。これらのプロセスは酸化膜の場合に比べてずっと複雑である。しかし酸化膜に比べて窒化膜は KOH 溶液中ではるかに溶解しにくい。このエッチング速度はあまりにも小さいのでこれまでにまだその値が特定されていない。これが窒化膜の大きなメリットでもありデメリットでもある。すなわち保護膜として十分機能はするが、パターンニングもしくは除去が難しい。加熱リン酸を用いればエッチング速度が遅い ($10\text{nm}/\text{min}$) ものの可能である。しかし、リン酸の取り扱いが面倒かつパターンニングするためには保護膜として酸化膜を用いなければならない。そのため気体によるエッチングが一般的である。

表 2.1 にそれぞれの膜の成膜方法を示す。

表 2.1: シリコン酸化膜とシリコン窒化膜の代表的な成膜方法。

保護膜	成膜方法	反応	温度	圧力
シリコン酸化膜	熱酸化	$\text{Si} + \text{O}_2 \rightarrow \text{SiO}_2$	1000°C	
	(AP)CVD	$\text{SiH}_4 + \text{O}_2 \rightarrow \text{SiO}_2 + 2\text{H}_2$	~400°C	~10 ⁵ Pa
シリコン窒化膜	LPCVD	$3\text{SiH}_2\text{Cl}_2 + 4\text{NH}_3 \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4 + 6\text{HCl} + 6\text{H}_2$	650~800°C	20~200Pa
	PECVD	$\text{SiH}_4 + \text{NH}_3 \rightarrow \text{Si}_x\text{N}_y^* + (\text{H}_2) + (\text{N}_2)$	250~400°C	30~500Pa

* プラズマでは成膜条件が複雑で化学的に安定した膜ではないため Si_xN_y または SIN と表示する。

2.2.4 リソグラフィ

エッチング用のパターンを形成するプロセスがリソグラフィである。基本的には半導体プロセスと同様に紫外～可視光を光源に用いるフォトリソグラフィが中心である。図 2.3 がその一般的な行程を表わす。以下では各行程ごと、ただし図 2.3(1) は前節で紹介したようにシリコン基板の上に保護膜の成膜であるため、(2) から順に説明する。

図 2.3(2) は、現像液に可溶性樹脂と不溶性感光剤を混合して有機溶媒に溶解した状態となっている高分子材料のフォトレジストを、塗布して乾燥させる行程である。このフォトレジストにはポジ型とネガ型の 2 種類あり現像後に露光部が消失するものをポジ型フォトレジスト (感光剤はジアゾキノン)、露光部分が残るものをネガ型フォトレジストという。まず下地となるシリコンとフォトレジストとの界面の密着をよくするために、密着性向上剤 (プライマー) である HMDS (ヘキサメチルジシラザン) をスピコートし、連続してフォトレジストを同様にスピコートする。スピコートとは回転する基板の上に液を滴下して、遠心力と液の粘性・濡れ性を利用して液を基板の上に広げる方法である。このときの膜厚 T は回転数 ω によって決まり、

$$T \propto \frac{1}{\sqrt{\omega}} \quad (2.1)$$

が成立することが知られている。ただし膜厚は液の粘度にも大きく依存する。一方、すでに凹凸のあるシリコン基板に対してはスピコートすることはできない。したがってこの場合はスプレーコートする必要がある。しかしスピコートと比べると平坦度が低い。

塗布後にベークすると有機溶媒が揮発して固化する。現像液中の溶解速度はこのベーク条件に依存する。ベーク温度が低いか時間が短いと、現像速度は大きくなるもののコントラストは低下し、鮮明で精度の高いパターンは得られにくくなる。また、温度が高いと熱的に感光と同じ反応が起こってしまうので注意が必要である。

図 2.3(3) は、フォトレジストを塗布したシリコン基板の上にフォトマスクを介して UV 光 (代表的には g 線 436nm や i 線 365nm) を露光する行程である。ポジ型レジストの場合、感光剤のジアゾキノンは感光するとケトンになり、さらに水と反応することでカルボン酸になり、アルカリと容易に反応して溶解するようになる。したがって現像液はアルカリ性である。

ネガ型レジストの場合、原理がポジ型とは全く異なり、感光によって架橋反応と呼ばれる樹脂 (ゴムの一種) の高分子成分がお互いに絡み合うように結合をつくる、ある種の硬化反応が起きる。この架橋反応によって現像液に不溶になる。ネガ型は感光速度が大きく、さらに基板への密着性が良好である。また化学耐性・プラズマ耐性がポジ型と比べて高いために、エッチング保護膜として良好な特徴をもつ。しかし現

像液で膨潤を起こしやすいために解像度はポジ型に比べて劣る。

図 2.3(4) は、露光したフォトリソレジストを現像液に浸し、ポジ型では露光部分、ネガ型では未露光部分をアルカリ性の現像液により溶解させる行程である。現像は化学反応であるから温度に敏感であり、よく管理する必要がある。また後のプロセスによっては現像後にポストバークもしくはハードバークと呼ばれるバークを行う。これはフォトリソレジストをより硬化させて保護膜としての機能の向上をはかるものであるが、この際にレジスト形状が変化する恐れもある。

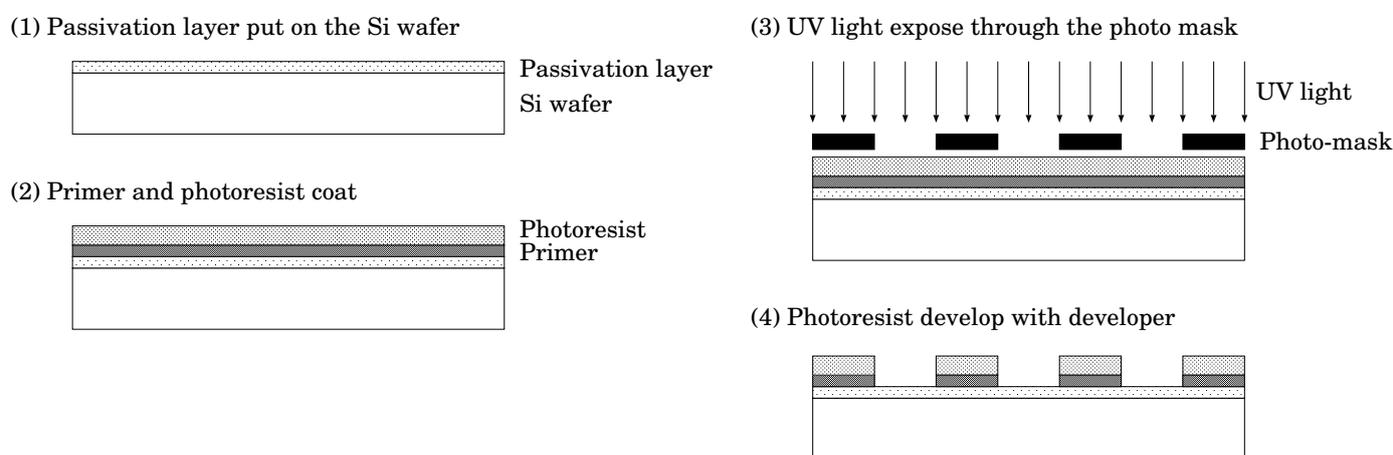


図 2.3: ポジ型レジストを用いたフォトリソグラフィの一般的な行程。

2.2.5 エッチング

エッチングとは対象となる材料を化学的に加工もしくは溶解することをいう。MEMS の製造において、構造体を作製する主要技術に「サーフェスマイクロマシニング」と「バルクマイクロナシニング」がある。前者はシリコン基板上の保護膜に対して構造体を形成するもので、後者はシリコン基板そのものをエッチングして構造体を形成するものである。また対象となる材料によってエッチャント（エッチングする溶液もしくはガス）は異なり、同じ材料でも設計によって最適なエッチャントを選択する必要がある。

エッチング方法には大きく分けて図 2.4[a]、[b] のような液体中で行うウェットエッチング、図 2.4[c]、[d] のような気体中で行うドライエッチングがある。また、方向に依存せずにエッチングを行う等方性エッチングと、依存する異方性エッチングがある。等方性エッチングには [a]、[c] のように保護膜の下側もエッチングされてしまう再度エッチングが生じる。これを利用した技術を犠牲層エッチングと呼ばれ、サーフェスマイクロマシニングに用いられる。異方性エッチングでは、単結晶材料のウェットエッチングの場合、[b] のように結晶方向にエッチング速度が依存する性質を利用するでき、結晶異方性エッチングと呼ばれ、バルクマイクロナシニングに用いられる。またドライエッチングでは、[d] のようにイオンを基板に照射するイオンエッチングがあり、反応性イオンエッチング (RIE) と呼ばれる。フッ素イオンのような反応性イオンを用いると、高速でしかも基板の材料を保護膜よりも選択的にエッチングできる。特に深いエッチングを行う Deep-RIE(D-RIE) は、バルクマイクロナシニングによく用いられる。各種のエッチング方法を表 2.2 に示した。

図 2.4[a] は主にシリコンの保護膜として用いられるシリコン酸化膜のエッチング時に行われる。その場合フォトリソレジストを保護膜としてエッチャントはフッ酸 (HF) が一般的である。このエッチングには 2 つ

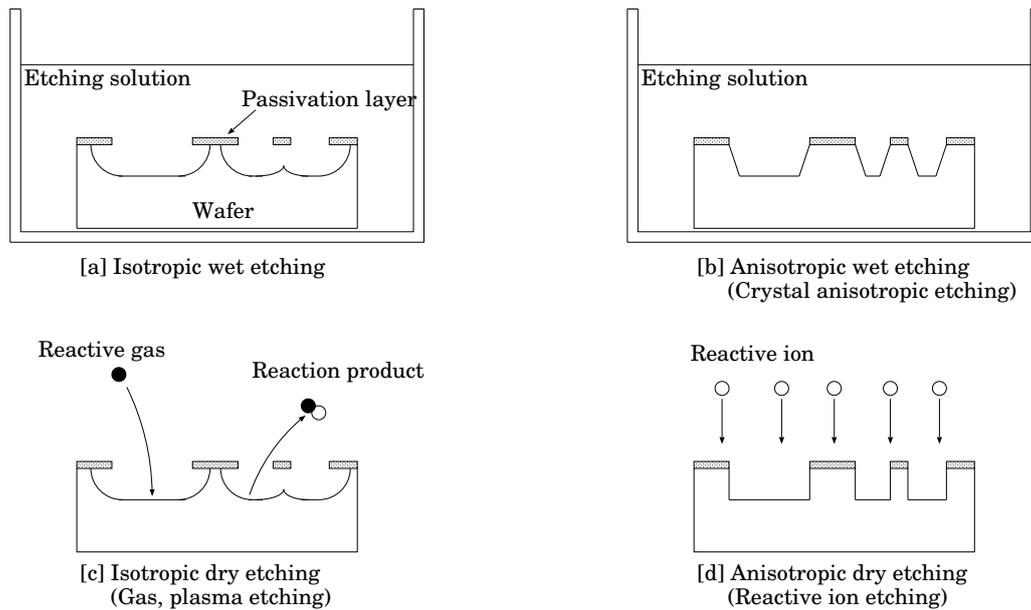


図 2.4: ウェットエッチングとドライエッチング。

表 2.2: エッチングの例。

材料	エッチング液	エッチングガス	等方性/異方性	保護膜の例
Si	HF + HNO ₃	——	等方性	SiO ₂
Si	KOH, TMAH 他	——	結晶異方性	SiO ₂
Si	——	SF ₆ + C ₄ F ₈	垂直異方性	フォトレジスト
SiO ₂	HF	——	等方性	フォトレジスト
SiO ₂	SF ₆ , C ₄ F ₈ + H ₂	——	等方性	フォトレジスト
Si ₃ N ₄	——	SF ₆ + C ₄ F ₈	垂直異方性	フォトレジスト
フォトレジスト	——	O ₂	等方性	Si, SiO ₂

の基本的なステップで進行すると考えられている。第一に水素イオンがシリコンと酸素結合を断ってシリコンと水酸イオンとの結合を基板表面に作る。この反応に続いて第二にフッ化物イオンがこのシリコン水酸イオンの結合に反応して SF₄ を生成する。この物質は水溶液中に溶ける性質があり、H₂SiF₆ のかたちで溶解する。したがってその化学反応は以下のような式で表され、常温でのエッチング速度はおよそ 0.1 (μm/min) である。



図 2.4[b] は主にシリコンの結晶異方性を用いた行程である。原子番号 14 のシリコン原子は 4 価の電子をもち、その 4 本の枝が互いに共有結合してできる結晶はダイヤモンド結晶構造と呼ばれるもので、格子常数は $a = 5.43\text{\AA}$ である。図 2.5 に示したシリコンの結晶構造を見ると、ダングリングボンド (未結合枝) は (100) 面では 2 本なのに対し、(110) 面と (111) 面では 1 本である。これは (111) 面が (100) 面よりもエッチングされにくいことを意味している。また (111) 面のバックボンド (背面の固体原子と結合した枝) は 3 本なのに対し、(110) 面では表面に露出した 2 本のボンドとバックボンドが 1 本であるために (111) 面よりもエッチングされやすい。したがって 3 種の結晶面のエッチング速度を $R_{(100)}$ 、 $R_{(110)}$ 、 $R_{(111)}$ と

すると、 $R_{(110)} > R_{(100)} > R_{(111)}$ で表される。この違いを利用すると (111) 面だけがほとんど溶解されずに、エッチングされた凹部ではエッチングの遅い (111) 面が現れる。

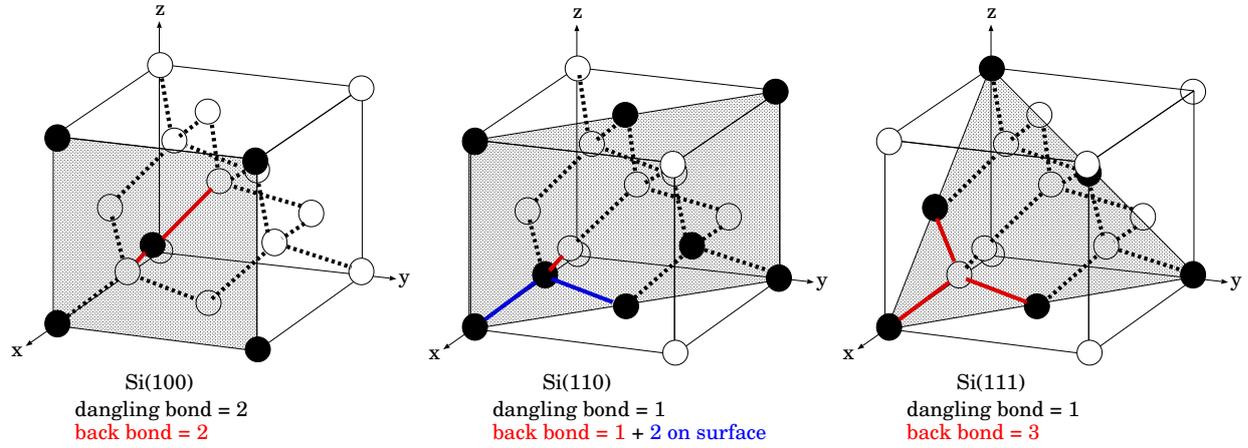


図 2.5: シリコンの結晶構造。左から (100) 面、(110) 面、(111) 面である。各結晶面上にある原子を \bullet 、ダングリングボンド (赤)、バックボンド (青) を表している。

図 2.4[d] は主に D-RIE(Deep-Reactive Ion Etching) というシリコン基板を貫通するほどのエッチング能力のある装置を用いる。これについては次章で詳しく述べる。

第 3 章

新 MEMS X 線光学系と必要な要素技術

§1.4 で述べた様に世界最軽量の望遠鏡を目指すためには μm スケールの微細加工すなわち MEMS 技術が必須である。我々の従来の手法はシリコン異方性エッチングで開けた \AA レベルに滑らかな結晶面をそのまま X 線反射鏡として用いるものであった。この手法では軽量性は実現できるものの、鏡面がフラットなため、鏡を並べる手間と角度分解能への制限が存在した。そこで本章ではこれらの問題点を解決するための、新たな MEMS X 線光学系の概念とその要素技術について述べる。

3.1 新 MEMS X 線光学系の提案

従来の MEMS X 線光学系の最大の問題は、滑らかな鏡面を得るために結晶異方性エッチングを用いたことにより、フラットな鏡面しか得られないことであった。そこで、我々は曲面が可能な微細構造の製作方法と研磨プロセスでこれを解決することを考えた [7-8]。

新しい MEMS X 線光学系は 5 つの要素技術から成る。図 3.1 に概念図を示す。(1) シリコンドライエッチングもしくは (2) X 線 LIGA 技術により、シリコンもしくはニッケルの曲面穴微細構造を製作する。これらの手法では曲面穴構造が得られるものの、側壁は粗く ($\text{rms} > 10 \text{ nm}$)、X 線の全反射による反射成分はほとんど見込めない。そこで (3) 磁性流体研磨によって側壁を nm レベルかそれ以下に平滑化する。シリコン構造体に関してはさらに (4) 水素アニールによる平滑化も行う。基板に対し穴は常に垂直なため、平行光を点に集光結像するため、最後に (5) 高温塑性変形もしくは弾性変形で構造体を球面状に曲げることにより、Wolter I 型光学系の一段分が得られる。これを 2 段重ねれば Wolter I 型光学系が得られる。

この手法の利点は、第一に曲面穴構造と球面変形により、理想に近い鏡面形状が可能なことである。鏡が薄いため、本来二次曲面であるべき Wolter I 型光学系の曲面を円錐で近似していることによる影響はほぼ無視できる。第二に一体成型であるため、従来の MEMS X 線光学系のように鏡チップを一つ一つ配置する組み立て工程を減らすことが可能である。第三に、従来の MEMS X 線光学系と同じく穴の径は μm オーダーが可能であるため、基板は数百 μm 程度に薄くできるため、世界最軽量となりうる。また第四に、一度のプロセス行程で X 線鏡を大量生産可能である。

分解能を制限するのは、穴幅が狭いことによる X 線回折のぼけである。ぼけ $\Delta\theta$ によるイメージの広がりは以下のような式で表される。

$$\Delta\theta \sim \frac{\lambda}{d} \sim 13'' \left(\frac{\lambda}{12.4 \text{ \AA}} \right) \left(\frac{d}{20 \mu\text{m}} \right)^{-1} \quad (3.1)$$

ただし、 λ は X 線の波長であり、 d は穴の幅である。すなわち、 $20 \mu\text{m}$ の穴幅では分解能の限界は約 13 秒角と見積もられる。穴幅が大きくなることは、基板が厚くなり光学系が重くなることを意味するから、

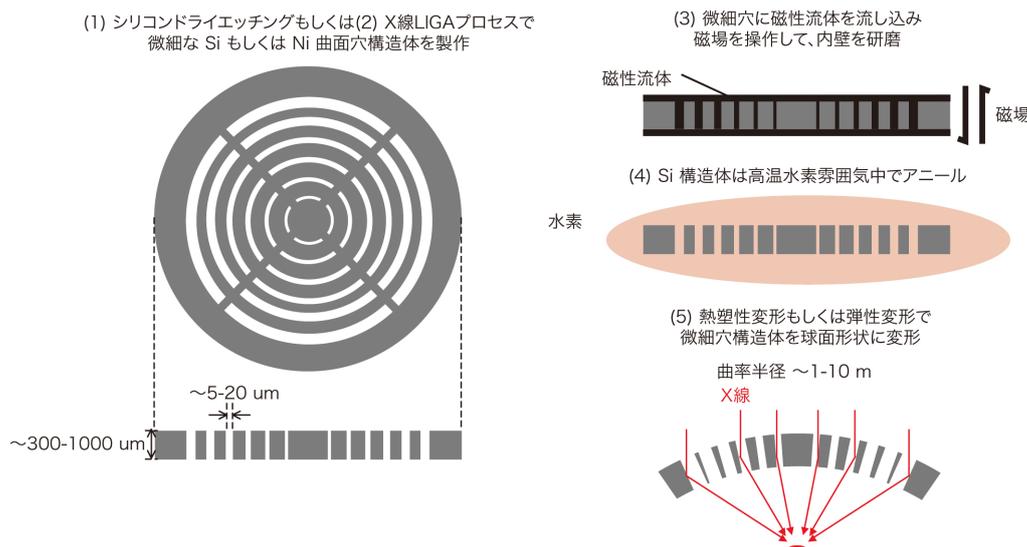


図 3.1: 新 MEMS X 線光学系概念。

これは角度分解能に制約を設けるとマイクロポア光学系の軽量化には限界があることを意味する。我々の目標はこの回折限界で角度分解能が決まる、「究極のマイクロポア光学系」である。

3.2 要素技術 1：シリコンドライエッチング

3.2.1 原理

シリコンドライエッチングとは反応性の気体（エッチングガス）や、イオンやラジカルによって材料をエッチングする方法である。エッチングガスには F 原子が含まれているものを使用し、例えば SF_6 、 CF_4 、 NF_3 、 XeF_2 、 F_2 などがこれにあたる。これらのガスは放電エネルギーによって生成されるフッ素ラジカル (F^*) がシリコンと結合して SiF_4 となる。反応式は以下になる。



これはシリコンだけでなくシリコン酸化膜およびシリコン窒化膜にも適用することができる。ただし、これらのガスをそのまま使用すると図 2.4[c] のように等方的なエッチング反応を起こし、保護膜直下を大きくエッチングするマスクアンダーカットが生じてしまう。このためシリコン基板温度を -100°C 以下にするか、または $\text{SF}_6 + \text{O}_2$ の混合ガスによるエッチングする方式があるが、大きな開口幅に不向きな点や \pm 数 $^\circ\text{C}$ の誤差で形状が変化する制約の多い技術である。これに変わって、Bosch 社が開発したボッシュプロセスと呼ばれる SF_6 をエッチングガス、 C_4F_8 をシリコン側壁の保護膜として、これらを交互に切り替えることでシリコンを深くエッチングする方式がある。原理を図 3.2 に示す。C を含む C_4F_8 のようなガスを用いた場合はテフロン ($-\text{CF}_2$) $_n$ 系の保護膜がプラズマ重合で形成されて垂直異方性を実現している。この方法では周期的にエッチングするため、それに対応した特徴的な凹凸が側壁にできるために表面粗さは結晶異方性エッチングに比べて大きい。

D-RIE プロセスはプラズマの発生法により分類され、容量結合型（平行平板型）、誘導結合型（Inductive Coupled Plasma: ICP）、電子サイクロトロン共鳴型に分けられる。図 3.3 に D-RIE 装置の概略を示す。

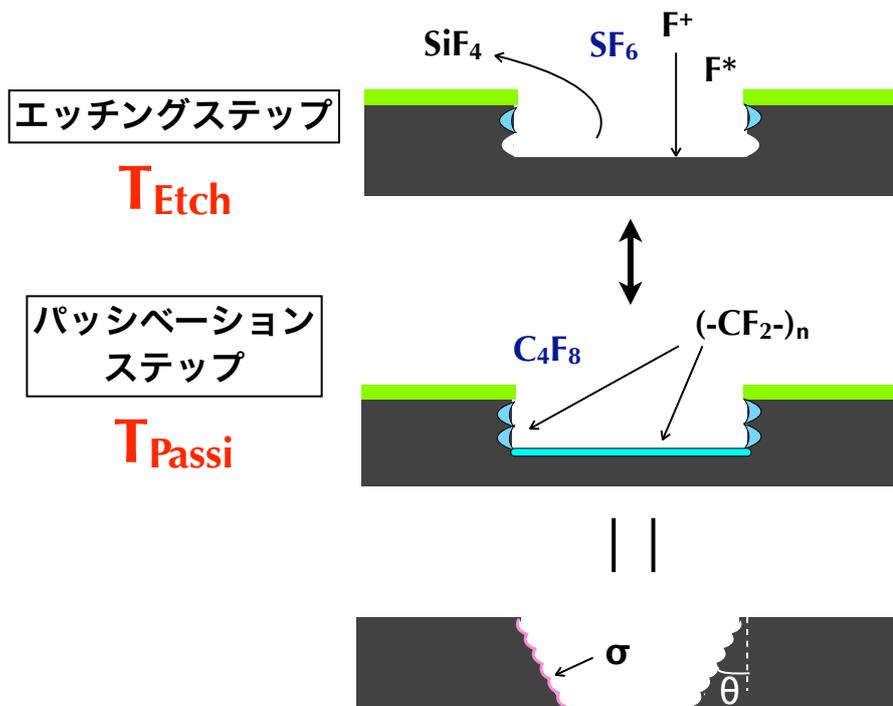


図 3.2: D-RIE ボッシュプロセスの概念図。

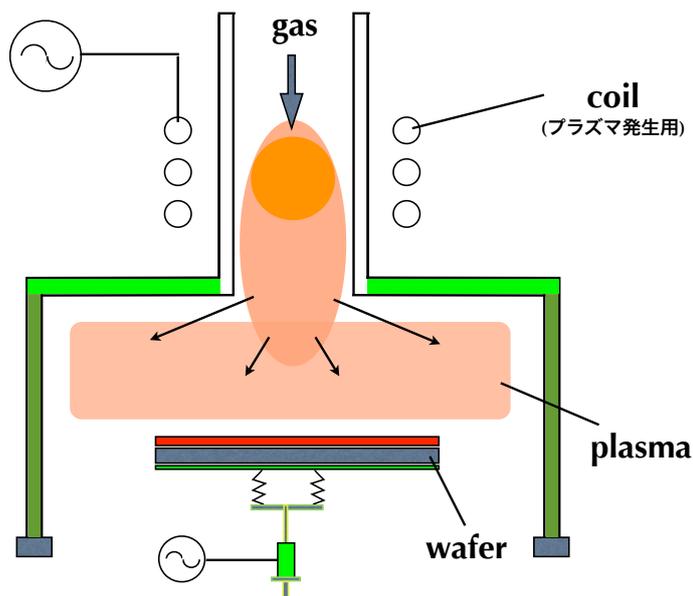


図 3.3: D-RIE 装置の原理図。

図 3.4 に DRIE(ボッシュプロセス) で製作された構造体の例を載せる。この図からも分かる通り、DRIE では基本的に保護膜のパターンに従った自由な形状の穴を開けることが可能である。保護膜としては、通常のフォトレジストの他に、シリコン酸化膜や金属膜がよく用いられる。一般にフォトレジストは Si との選択性が低く、深く基板を掘るためには厚く塗らなくてはならない。次に選択性が高いのはシリコン酸化

膜であり、最も高いのは金属膜である。金属膜の場合、事前にフォトリソを使って、金属膜自体を酸などでエッチングしてパターンニングしないといけない。以下では、本研究で用いたICPのボッシュプロセスでのプロセスパラメータについて述べる。

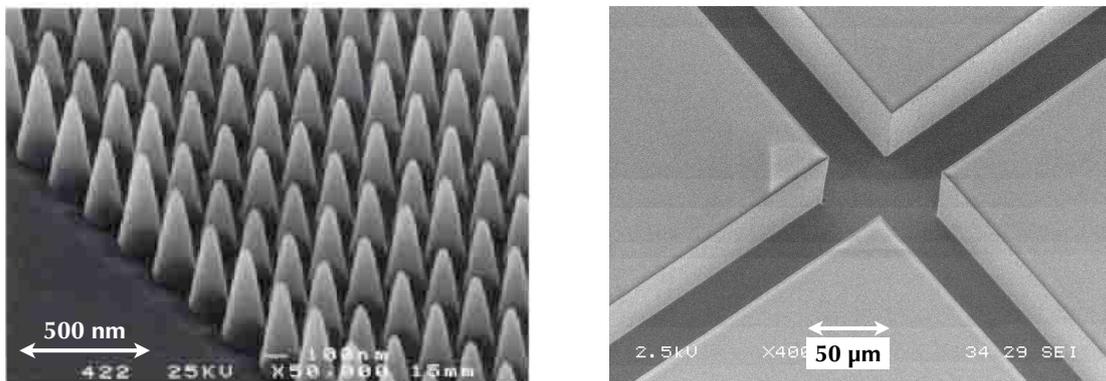


図 3.4: D-RIE プロセスにより製作された構造体の例。

3.2.2 プロセスパラメータ

ボッシュプロセスでのプロセス条件は多岐に渡る。ここでは本研究で実際に条件出しに使用した代表的なプロセスパラメータについてまとめる [9]。

1. サイクルタイム

サイクルタイムとはエッチングと保護（以下、パッシベーションと呼ぶ）の各々のプロセス時間のことであり、エッチング形状とエッチングレートに大きく影響を及ぼす。エッチングとパッシベーションは交互に行うため、一セットで一サイクルと呼ぶ。例えば、エッチングとパッシベーションの時間をそれぞれ 3 sec, 2 sec とすると、1 時間のプロセスでの合計サイクル数は 720 回となる。一般に、エッチング時間のパッシベーション時間に対する比が大きすぎると、エッチングレートは上がるが、図 3.5 に示すような逆テーパ形状となる。一方、小さすぎると図 3.5 に示すように、底部でパッシベーション過多となって形状が乱れたり、エッチングが停止してしまうこともある。サイクルタイムの合計値を長くすると、側壁のこぼこ（スキヤロップ）が大きくなって、粗さが増す。サイクルタイムが短すぎるとエッチングが円滑に行われぬ可能性がある。このようにして、最適なエッチングとパッシベーションのサイクルタイムを見つける必要がある。

2. ガス流量

ガス流量はエッチングレートに直接影響を及ぼす。当然のことながら、エッチングガス流量が増え、エッチングレートは急激に増加し、また逆テーパ形状となる。しかし多量のエッチングガスを用いているにも関わらず、ガスをイオン化するためによりプラズマソースパワーが不十分な場合、効率良くガスがイオン化（電離）されず、エッチングレートも頭打ちとなる。一方、パッシベーションガス流量を増やすとエッチングレートは下がるが、側壁粗さは低減される。流量が少ないと保護能力が不十分となり、エッチング形状が崩れてしまう。

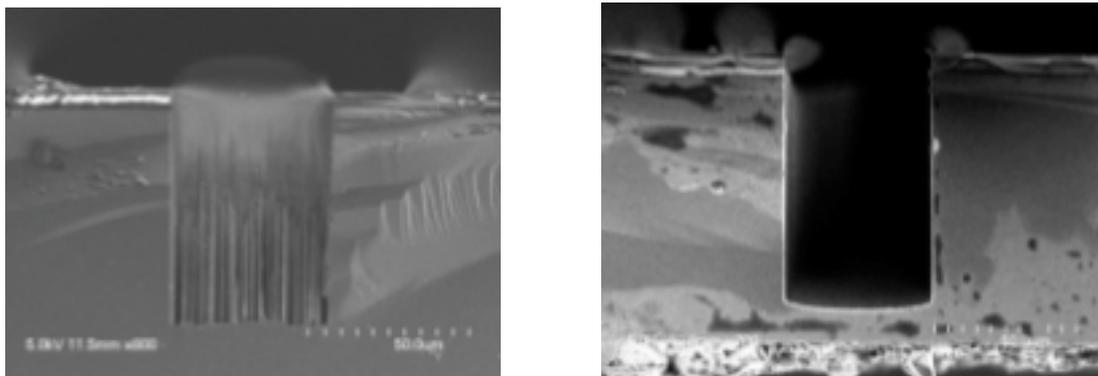


図 3.5: 左図: パッシベーション過多の状態。右図: バランスの取れたサイクルタイムを採用した場合。

3. プラズマソースパワー

プラズマパワーは気体をプラズマ化するためのパワーであり、ガス流量と同様、エッチングプレート、パッシベーションに影響を及ぼす。一般的にエッチング時のプラズマソースパワーが高いほど、エッチングレートは速くなり、逆テーパとなる。普通、エッチングステップの方がデポジションステップに比べるとより高いパワーを採用する。気をつけなければならないのは、活性反応種の密度を上げるとイオン密度も上がることである。過度のイオンは側壁保護膜も除去してしまう。加えて強いイオンパッチは、側壁の破損やマスクのエッチングレート増大などを引き起こしてしまう。図 3.6 にプラズマソースパワー (コイルパワー)、ガス流量とエッチングレートの関係の例を載せる。プラズマソースパワーが同じ場合は、ガス流量が多い程エッチングレートは速く、同様にガス流量が同じときはパワーを上げることでエッチングレートは速くなる。但し、あるガス流量に対してパワーを上げていっても、活性反応種がそれ以上効率的に生成されず頭打ちになる。ガス流量に関しても同様であり、こちらもある流量でエッチングレートは収束する。よって最適なパワーを選択することが必要である。

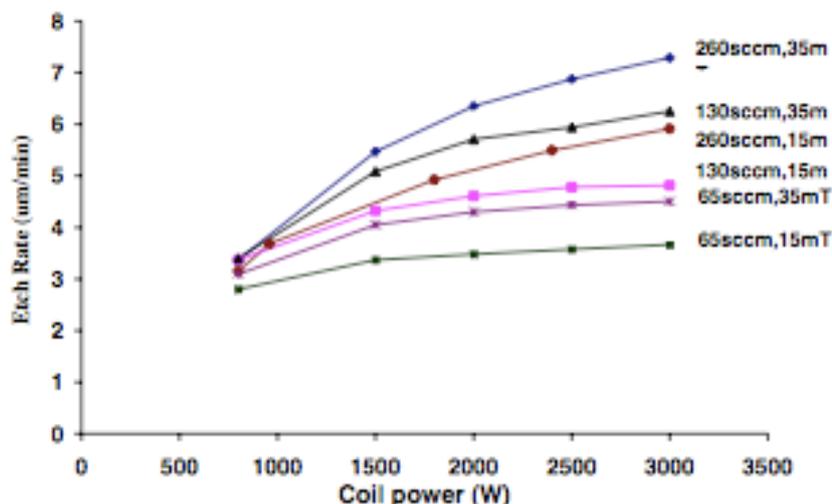


図 3.6: コイルパワーおよびガス流量とエッチングレートの関係の例 [9]。

4. 圧力

チャンバー内の圧力を高くすることで活性反応種が増え、エッチングレートが速くなり、逆テーパーとなる。圧力を低くすると、エッチングレートは落ちるが、パッシベーションブレイクダウン（側壁保護膜の剥がれ）を防ぐことができる上、側壁の粗さを抑えることができる。圧力はチャンバー内のバルブの開度によってコントロールできる。当然この圧力はガス流量やプラズマソースパワーを考慮しつつ最適化する。

5. プラテンパワー

プラテンパワーとは、基板バイアスパワーとも呼ばれ、ウェハ上下の電極によって与えられるパワーである。パッシベーションステップ中にエッチング対象物の底部にできる保護膜は、エッチングステップ中にプラテンパワーで、指向性良く加速されたイオンの衝撃の結果取り除かれ、エッチングが進む。このため、通常はエッチングステップのみプラテンパワーは印可され、エッチングレートとテーパ角に影響を及ぼす。大面積をエッチングするような場合はデポステップ中にもプラテンパワーを印可しエッチングレートを速くする。

6. プラテン温度

プラテン温度は基板の下にある下部電極の温度を変えるパラメータである。この電極に接触しているエッチング対象物の温度をほぼ直接的に制御することができる。パッシベーションステップはこのプラテン温度に強く依存しており、温度を下げていくと保護膜の付くレートが速くなる。これは化学反応に起因しているエッチングステップ中のラジカル活性反応種のエッチングを抑制することにより、結果として保護レートを速くしているためである。プラテン温度は通常 -20 から 10 程度の範囲で設定が可能である。スキヤロップに影響を及ぼすため、このパラメータは表面粗さを考える上で重要なパラメータである。

以上の各パラメータとそのエッチングへの影響をまとめたものを表 3.1 に示す。

3.3 要素技術 2 : X 線 LIGA

3.3.1 原理

LIGA とは、ドイツ語のリソグラフィ (Lithographie)、電鍍 (電気メッキ、Galvanoformung)、成形 (Abformung) の頭文字を組み合わせた加工技術である。ここでいうリソグラフィとはシンクロトロン放射光による X 線リソグラフィを指しており、UV 露光と組み合わせる場合は UV-LIGA と表記するなど区別されるのが一般的である。シンクロトロン放射光では、電子は相対論的に加速されているため、ピーミング効果により高い指向性と物質に対する強い透過性を持った X 線を放出する。これにより厚さ数十 μm から数 mm の非常に厚いレジストを露光し、幅が数 μm という高アスペクト比の構造体や線スペース数百 nm という超微細加工を行うことができる。露光および現像されたレジストは主に Ni-Fe などの電気めっきを行うことにより金型へと転写され、その金型を用いて成型を行うことによりプラスチック製品の大量生産などへと利用される。また、電鍍で転写した金属構造体それ自身を完成品として用いることもできる。図 3.7 に典型的な X 線 LIGA プロセスフローを示す。

LIGA プロセスの特徴は、第一に強力な X 線による高アスペクト比 (50 以上) の正確な構造体が可能で

表 3.1: ドライエッチングのパラメータのエッチングに及ぼす影響 [9]。↑は増加、↓は減少、↔は効果なしもしくは無視できることを表す。

	エッチングレート	エッチング角度 ↑: 逆テーパ ↓: 順テーパ	保護膜破れ	表面粗さ (スキヤロップ)
エッチングガス流量を増やす	↑↑	↑↑	↑	↑
パッシベーションガス 流量を増やす	↓ or ↔	↔	↓ or ↔	↓
$T_{Etch}: T_{Passi}$ のサイクルタイム の比を増やす	↑	↑	↑ or ↔	↑
エッチング中 の圧力を上げる	↑↑	↑	↑	↑
パッシベーション中の プラズマソースパワーを上げる	↓ or ↔	↓ or ↔	↓ or ↔	↓ or ↔
エッチング中の プラズマソースパワーを上げる	↑	↑	↑	↑
エッチング中の プラテンパワーを上げる	↑ or ↔	↑ or ↔	↔	↔

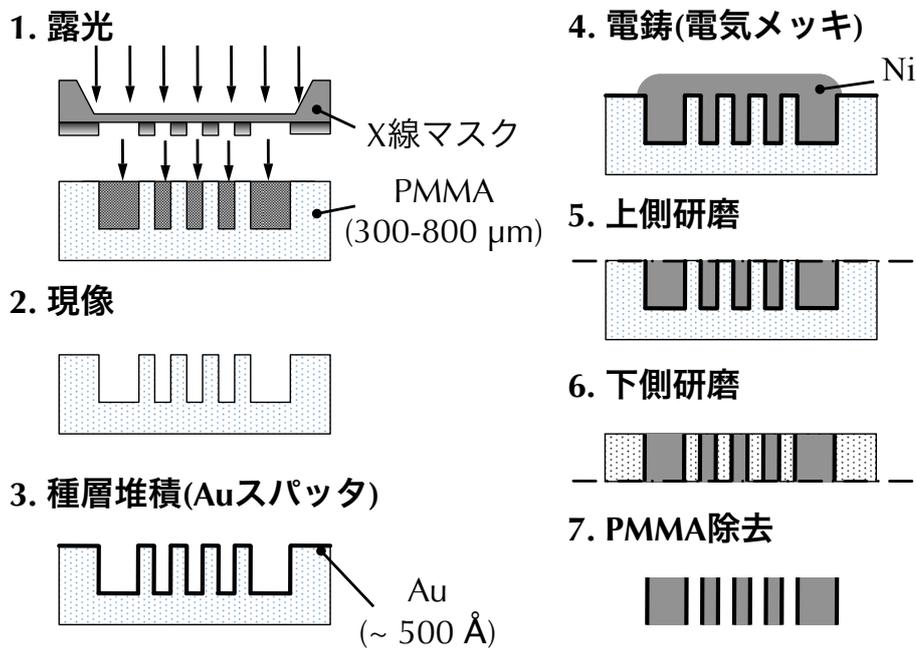


図 3.7: X線 LIGA のプロセスフロー。

あること、第二に側壁粗さは 10 nm レベルが可能であること、第三に金型成形により高範囲な材料選択が可能であること(樹脂、金属、セラミックスなど)、さらに第四に X 線露光時に入射光に対してレジストを傾けることで三次元の微細構造体が可能であることである。自由な形状の金属曲面穴構造が可能であり、

表面粗さが比較的低いことから、X 線 LIGA は本研究の目的にうってつけの技術である。図 3.8 に LIGA による微細構造体の例を示す。

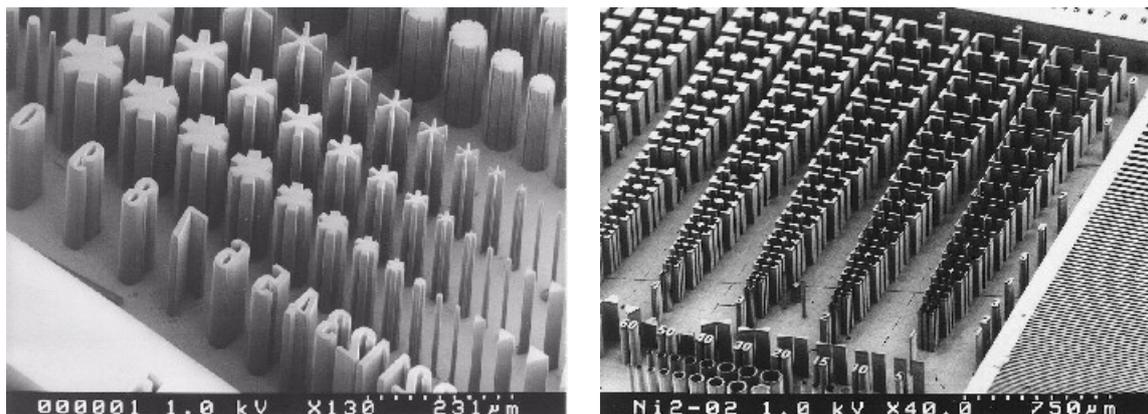


図 3.8: LIGA プロセスにより製作された三次元構造体の例。左図: PMMA 構造体。右図: Ni 構造体。

3.3.2 プロセスフロー及びパラメータ

以下では LIGA のプロセスフローとパラメータについて説明する。

1. 露光

X 線平行光をレジストに当てて、露光する。レジストには露光された部分が光により分解し、露光および現像後に露光部分が現像されるポジ型と、露光された部分が現像液に対して溶解性が低下し、現像後に露光部分が残るネガ型のレジストがある。ポジ型レジストではポリメチルメタクリレート (PMMA)、ネガ型レジストはエポキシ系厚膜レジスト SU-8 などがある。PMMA はラジカル重合により重合度が 10000-15000 程度であり、熱可塑性で複雑な形状への加工が可能である。SU-8 は高い粘度のため厚塗りが可能であり、高い光透過性を持つため深い部分にまで露光可能、などのメリットがある反面、疎水性で基板への密着性が悪く基板への塗布が難しい、露光による内部応力の発生が著しく形状の歪みが起こりやすい、露光・現像後の剥離が難しい、などデメリットがある。

ここでは本研究で用いたポジ型レジストである PMMA の露光効率について述べる。放射光によるレジストの露光機構は一次的ではなく、X 線吸収に伴い励起された光電子による二次的効果が支配的となる。つまり、励起された光電子により、レジスト中でさらに多数の二次電子が生成され、これらがレジスト分子の分解や結合反応の要因となっているものと考えられている。従って、吸収エネルギーに比例して反応が起こるものと考えて良い。図 3.9 に PMMA 露光時の光分解反応機構を示す。露光プロセスにおけるパラメータは露光時間および露光量の二つがある。一般に露光時間を長くしたり、露光量を多くすることで PMMA の下部にまで X 線が届き、深いパターン製作が可能となる。しかし長くし過ぎたり、露光量を多くし過ぎてしまうと、マスクでも完全に遮蔽されない X 線の量も増えてしまうため、微細なパターンが作れない。

2. 現像

露光後にはレジストの現像を行う。現像には現像液、現像停止液、リンス液と呼ばれる三液を使用する。現像停止液を用いることにより、より早く現像を止めることができる。特に現像時間が短い

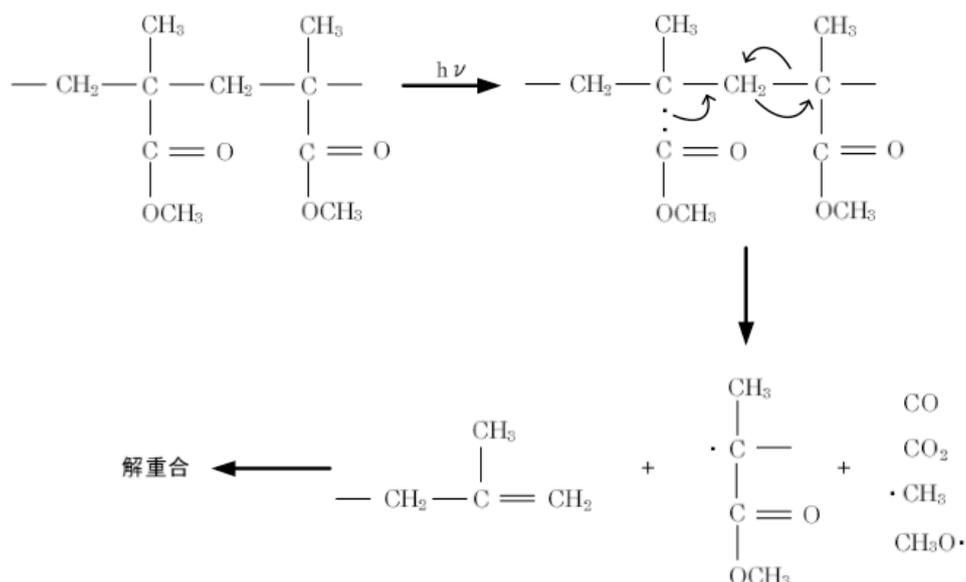


図 3.9: PMMA 露光時に起きる光分解反応。

場合には停止液は必須である。現像液としては、PMMA の場合は GG 現像液を用いる。

現像プロセスにおけるパラメータには、現像時間、現像液の種類、温度、濃度などがあり、特に重要なのが現像時間である。これは現像時間がパターン精度やスリット形状に大きく影響するためである。一般的に現像時間が適切でない場合、パターン精度が悪くなり、テーパ角がついてしまう。なぜなら、現像時間が長過ぎたり（すなわち露光量が少ない）たり、短すぎる（すなわち露光量が多い）ときには、ビームの広がり分や吸収体で吸収しきれずに少し露光されてしまった部分なども現像されてしまい、パターンが広がったり、ビームの広がり角度分のテーパがついてしまうためである。また現像時間はスリット幅にも大きく依存し、スリット幅が小さい場合、現像液が奥まで届きづらく、通常現像時間は長くなってしまふ。つまり、現像時間の最適化には、製作したいスリット幅とパターン、さらには露光量とのバランスを考える必要がある。

3. 電鍍 (電気メッキ)

電鍍とはメッキ技術を利用して厚みのある金属構造体を作る技術であり、電鍍技術で製造される構造体は本研究のように最終的な金属構造体として、もしくはモールドイングに使用する金型として利用される。一般的にメッキは金属を溶かした溶液中に陰極側に被メッキ物の表面に金属を堆積させるものである。メッキに使用される金属は基本的に溶液中で電離する金属であれば使用でき、電解液が微細孔も含め、細部まで十分に行き渡り、内部応力が小さければ選択が可能である。本研究での素子では Ni を堆積させるためのメッキ浴としてスルファミン酸ニッケルを使用した。電鍍後は PMMA をクロロホルムに浸けて除去し、PMMA のパターンを転写した Ni 構造体を得る。つまり、PMMA のパターン精度や表面粗さが、そのまま最終的に得られる構造体の性能となる。

4. 研磨

電鍍を行った後、金属構造体は不要な部分を上下面ともに研磨によって除去する。研磨によって厚みが実効的に PMMA のものよりも減るため、PMMA の厚さは最終的にほしいサンプル素子の大き

さによって選択する必要がある。一般的には 200 - 300 μm のサンプルが欲しい場合には 300~800 μm とする。

3.4 要素技術 3 : 磁性流体研磨

3.4.1 磁性流体とは

磁性流体研磨とは、磁性流体と呼ばれる液体でありながら磁場を印可すると半固体となる素材に砥粒を混ぜた液体を用いた研磨方法であり、シリコン基板やガラスの表面研磨やステンレス管の内壁研磨に使われている技術であり、nm オーダーの平滑化が可能であることが知られている [10]。磁場を印可しない時には液体であるため、本研究のような μm スケールの穴の開いた微細な構造体の内壁にも侵入することができ、磁場を変化させることで図 3.1 のように内壁を研磨することができるのではないかと考えた。

磁性流体には 2 種類あり、磁性体の粒の大きさで大別される。粒の直径が小さい (~ 10 nm) ものは磁性流体 (Magnetic Fluid : MF) と呼ばれ、粒の直径が大きい (~ 5 μm) ものは磁気粘性流体 (Magnetorheological fluid : MRF) と呼ばれる。磁性体としては鉄、コバルト、ニッケルなどの金属や酸化鉄、酸化クロムなどの金属酸化物などが用いられる。これらの磁性微粒子を厚さ \sim 数 nm の界面活性剤でコーティングし、油や水などの媒質に分散させたコロイド溶液が MF もしくは MRF である。図 3.10 に磁性流体の概念図と磁場中での例を示す。磁性流体に磁場を印可することにより、磁力線に沿って磁性微粒子が配列する。磁場の印可をやめると同時にもとの液体に戻る。もともと磁性流体は 1960 年代のはじめ、NASA のスペースプログラムにおいて宇宙空間の無重力状態におけるロケット用液体燃料磁気的な輸送制御、あるいは宇宙服の液体封止材としての利用を狙って開発された。

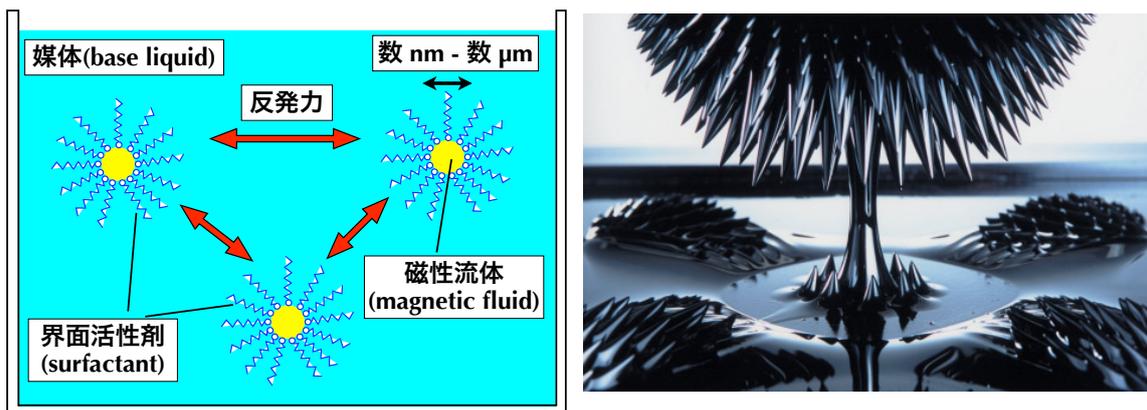


図 3.10: 右図: 磁性流体の概念図。右図: 磁場中での磁性流体の例。

図 3.10(左) に流体中での微粒子の様子を示す。流体中では磁場や遠心力がかかっても微粒子同士は均一に分散する。ここで凝集の要因となる磁気的引力 (磁気双極子相互作用) や電気的引力 (ファンデル・ワールス力) は、微粒子の微小さゆえ非常に小さい。そもそも表面の界面活性剤層の反発力で、粒子はある距離以上接近できず、凝集は起こらない。また粒子や媒質に働く重力も、粒子の終端速度 (粒子が媒質中を沈降・浮上するとき重力と流体抵抗が釣り合って等速運動になるときの速度) が粒子の微小化に伴って小さくなるために、この運動エネルギーは熱運動 (ブラウン運動) に比べ小さく、結果として、粒子は沈降も浮

上もせず媒質中を漂う。

磁性流体は磁場をかけることで粒子の磁化が磁場方向にそろうが、零磁場では熱攪乱により磁化が粒子内で固定されずランダムに回転するために、集団平均の磁化が零になるといういわゆる超常磁性を示すことが知られている。すなわち残留磁場は存在せず、磁場印可をやめると磁化が消滅してもとの液体に戻る。この磁場への応答性と液体特有の機密性、流動性と利用して、回転軸のシール、医療ではがん治療の造影剤などで広く利用されている。

3.4.2 原理

磁性流体研磨とは、磁性流体と研磨剤としての砥粒を混ぜ合わせた混合溶液である。磁性微粒子そのものには nm オーダーの研磨性は一般にないため、研磨剤としてダイヤモンドスラリーのような微粒子を混ぜることが必要になる。溶液を対象とする構造体に流し込み、磁場を変化させることで磁性流体を動かし、その動き追従して研磨剤が移動することで研磨が行われる。

図 3.11 に MF, MRF を用いたときの研磨プロセスの図を載せる。MF の場合には、まず磁場がかかっていない状態では研磨剤と MF がバラバラに混在し、磁場がかかると同時に磁束に沿って MF が一直線上に並ぶ。磁場が逆向きに変わる際に、磁場が弱くなるため自重により (重力により) MF は下に落ちる。そして一時的に再び MF と研磨剤が混在する。次に磁場が逆向きにかかると同時に、再び MF が一直線上に配列され、上に持ち上がる。この際に MF の間にある研磨剤を押し出す。このプロセスを何度も繰り返すことで、上下に MF が動き、この動きに研磨剤が押し出され上下に動く。このとき研磨剤と研磨対象物がこすれることで研磨することができると考えられる。MRF についても全く同様だが、MF と異なり、MRF の方が通常、研磨剤より大きいいため、MRF が研磨剤を押し付けるかたちで研磨対象物と接触し、この結果研磨される。

MF もしくは MRF の磁性粒子に働く磁力 F は、次式で表される。

$$F = V\chi H \text{grad } H \quad (3.3)$$

ここで V は磁性粒子の体積、 χ は磁性粒子の磁化率、 H は磁場強度を表す。すなわち磁性粒子が大きく、また磁場強度およびその位置的な勾配が大きければ大きい程か効力は強い。すなわち一般に磁性粒子が大きな MRF の方が MF よりも加工力は大きいと考えられる。

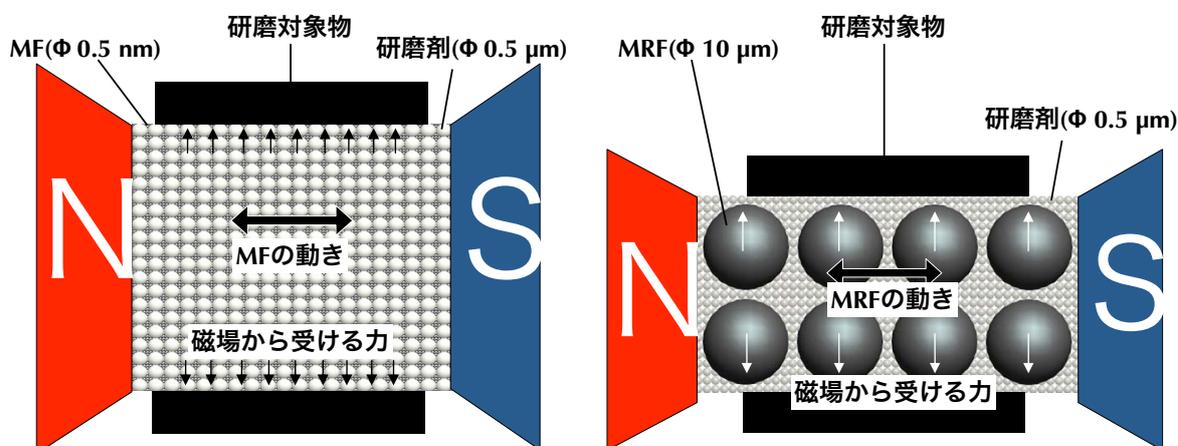


図 3.11: 左図: MF の研磨プロセス。右図: MRF の研磨プロセス。

3.4.3 プロセスパラメータ

以下では、磁性流体研磨における代表的なプロセスパラメータをまとめる。

1. 磁性流体

上で述べた通り磁性流体には MF と MRF の 2 種類が存在し、MRF は MF に比べ強い加工力を持つ。しかし、粒子の径が大きいため本研究のような数十 μm 以下の微小な穴の内壁の研磨の場合、中に入って行かないため原理的に用いることができない。また MRF は大きいため、残留磁化の時間 (径に依存) が長く、上下方向の運動が小さくなる。すなわちこれはある程度のタイムスケールの間 (周波数の逆数程度の時間スケール) で磁化したままの状態であると、重力によって下がり、磁束方向に配列したままであるため、研磨能力が下がってしまう。これにより研磨時間が長くなりうる。

2. 磁場

磁場の絶対値は強ければ強いほど、加工力は大きくなるためできるだけ大きい方が望ましい。同様に変化の周波数は磁性流体が追従できる範囲で速い方が研磨回数を増やす上で望ましい。

3. 研磨剤

一般に細かい研磨剤を用いる方が仕上がる面粗さは小さくなるが、加工力は落ちる。そのため除きたい粗さ及び最終的に目標とする粗さを考慮した上で、段階的に異なる研磨剤を用いるなどの最適な選択が必要となる。

3.5 要素技術 4 : 水素アニール

3.5.1 原理

アニールとは、一般的には基板を高温に保ち原子同士の拡散を促すことで欠陥を減少し均一化、応力を緩和させることで結晶性を向上させる熱処理プロセスを指す。例えば表面化学の分野では、スパッタリング等によって表面が荒れたときに、融点以下の温度で加熱しアニール工程を施す。これにより不純物を脱離させたり、バルク結晶に近い様に拡散させたりすることで表面の構造が均一で安定な状態にしている。アニールは一般的には非酸化性である例えば水素や窒素、不活性ガスであるアルゴン雰囲気中で行われるため、それぞれ水素アニール、窒素アニール、アルゴンアニールと呼ばれる。アニールにより、シリコンの表面粗さの大幅な改善例がいくつも報告されているため、我々はこのプロセスに着目した。具体例として、水素アニール前後のシリコン形状を図 3.15 に示す。アニール後はシリコン原子の移動によって形状が丸みを帯びているのが分かる。

シリコンの水素アニールによる変化はまだ正確な理解はされていない。水素アニール中で起きていると考えられる、現在有力な 2 つの理論を以下で紹介する。

1. Gibbs-Thomson 効果 結晶が局所的に凸凹があり曲率をもつ場合、正の曲率をもつ凸部分は融点が下がり溶けやすく、負の曲率をもつ凹部分は融点が上がり溶けにくくなる。いま固相と気相の界面を考える。このような結晶界面の原子は結晶内部の原子より他の原子と結合していない未結合手 (ダングリングボンド) や結晶欠陥が存在する。図 3.5.1 中の結晶内部の緑の原子に着目すると、六つの全ての手が他の原子と結合している。これに対し表面にある原子は二つのダングリングボンドを持ち、凸部分の原子は四つのダングリングボンドを持つ。固相の原子にとってはダングリングボンド

を持たない状態が安定であり、ダングリングボンドが多い原子ほど高いエネルギーをもち、不安定な状態にある。このように結晶表面は内部と比較するとエネルギーが高く、これを表面エネルギーと呼ぶ。この表面エネルギーは表面積に比例し大きくなる。凸部分は分子吸着により表面積が大きくなるのに対し、凹部分は吸着により表面積が下がる。つまり、エネルギーが低く安定するために、凸部分はへっこむ方向に、凹部分はより分子が吸着し出っ張る方向に原子は動く。この結果凸部分は融点が下がり(動きやすくなり)、逆に凹部分は融点が上がる(動きにくくなる)。

2. Mullins-Sekerka 理論 曲率をもった界面の形がどのように不安定化してゆくかを扱う理論である。熱は拡散場であり、温度変化がゆっくりであれば温度場はラプラス場で表すことができる。この温度場は尖ったものの近くで急峻に変化し、そこで温度勾配が最大になる。一方、熱の移動が温度勾配由来であることから、尖ったところほど熱の放出が大きく、より大きな潜熱を出して速く成長する。つまりラプラス場の効果は Gibbs-Thomson 効果と逆の作用をする。この二つの作用が相まって、特別の波数の揺らぎのみが成長する。これが Mullins-Sekerka 不安定である。凸部分はラプラス場の性質で不安定になり、どんどん成長するように見えるが、一方で、Gibbs-Thomson 効果があり、曲率が大きくなると分子が取り付きにくくなり成長は抑制される。これにより結局ある決まった波数の揺らぎのみが選択されて成長することになる。

実験的に得られたトレンチ上部の曲率と、水素アニールプロセス時間の関係を調べてみる。すると図 3.13 の左図のように各圧力において曲率を K とすると、 $K \propto t^{-1/4}$ の関係があり、これは Mullins-Sekerka 理論の結果に一致する(図 3.13 中の左図の B はスケール因子であり、定数)。また図 3.13 中の右図はこの結果を受け、Mullins の連続体理論に基づいてシミュレーションを行った結果であり、実験結果を再現している。これにより、水素アニールによるこのようなマクロ変形は、図 3.14 のように表面のシリコン原子による自己拡散によるものと考えられている。

以上より水素アニールは表面粗さの改善には非常に有用であると考えられるが、自己拡散により形状も大きく変わってくるので注意が必要であることが分かる。

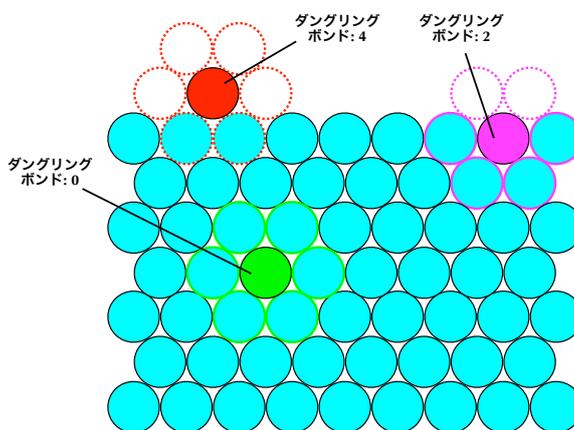


図 3.12: 表面エネルギーの概念図。

3.5.2 プロセスパラメータ

以下ではアニールのプロセスパラメータについて述べる。

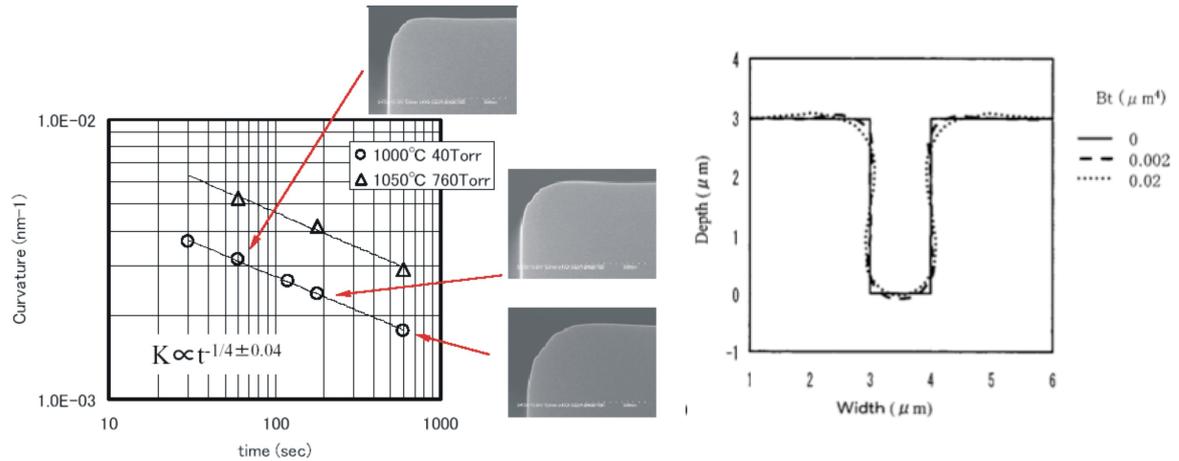


図 3.13: 左図: 水素アニールのプロセス時間の関数としてプロットしたトレンチ上部の曲率の実験値 [11]。
 右図: Mullins-Sekerka 理論に基づいた形状変化のシミュレーション [12]。

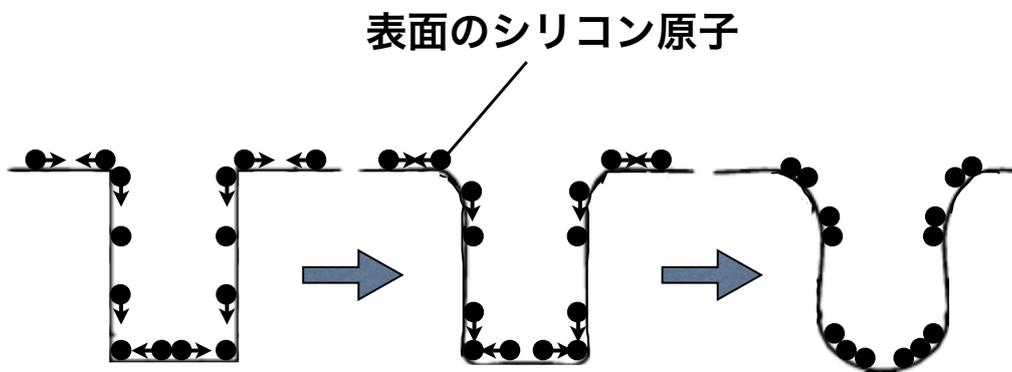


図 3.14: トレンチ表面にあるシリコン原子の自己拡散の概念図。

1. プロセス温度

シリコンのトレンチ構造を、圧力と時間を変えずに、温度のみを変化させて水素アニールを行った例を図 3.15 に示す。水素アニールによって形状が丸みを帯びているのが分かる。また温度が高くなるとより丸く変化しているのも確認できる。

2. ガス圧力

同様に図 3.16 に温度、時間を変えずに圧力のみを変化させた例を示す。水素圧力を小さくするとトレンチ上部の曲率は小さくなり、より丸く、変形量が大きくなっている。

3. プロセス時間

図 3.17 にプロセス時間および温度による表面粗さの違いを示す。アニール時間もしくは温度を最適化することで、表面粗さは Å レベルに滑らかになることが分かる。

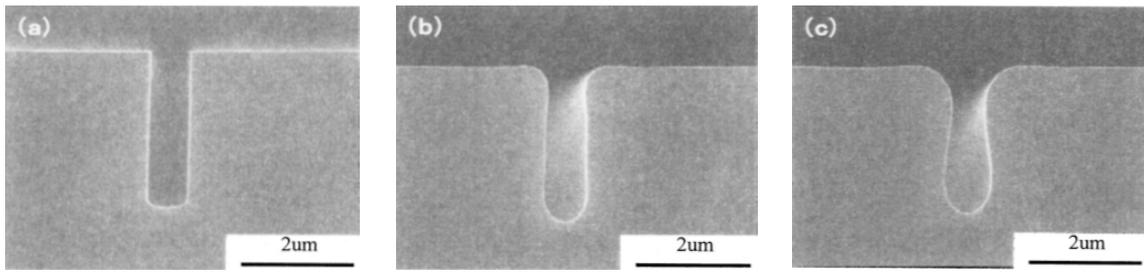


図 3.15: 水素アニール前後のトレンチ部分の SEM 画像 [12]。左図 (a): 水素アニール前。中央図 (b): 水素アニール後 (3 min, 1000 Torr, 40 Torr)。右図 (c): 水素アニール後 (3 min, 1100 Torr, 40 Torr)。

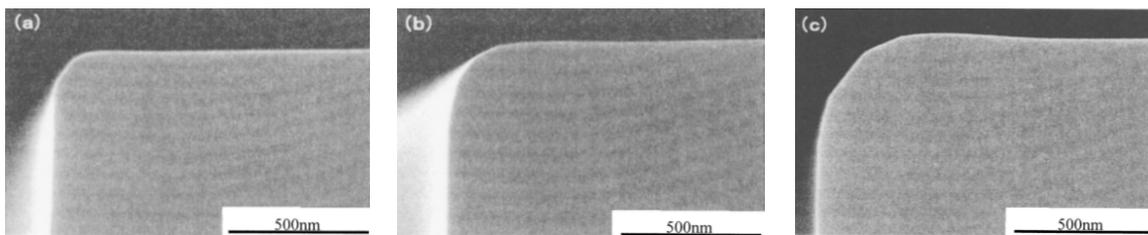


図 3.16: 水素アニール後 (1000 Torr, 3 min) のトレンチ上部の SEM 画像 [12]。(a: 300 Torr, b: 100 Torr, c: 40 Torr)

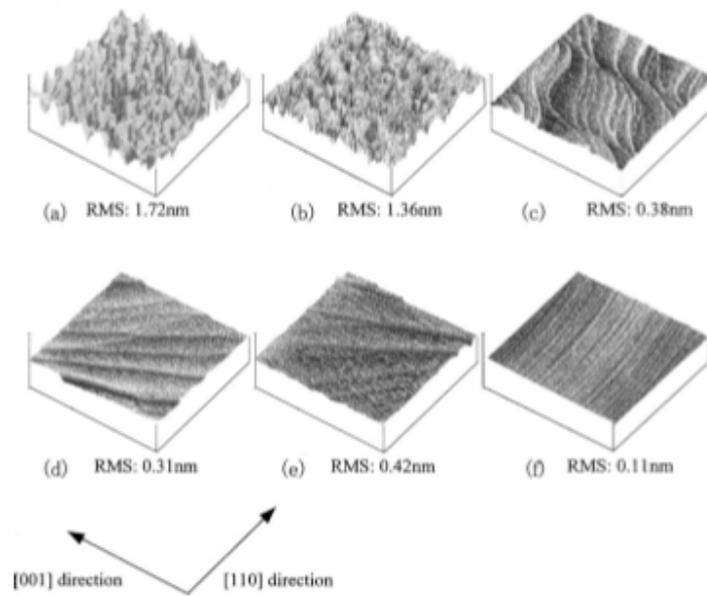


図 3.17: $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$ スケールの水素アニール前後の原子間力顕微鏡イメージ [12]。(a) 水素アニール前。(b-f) 水素アニール後 (b: 3 min, 900 Torr, c: 1 min, 1000 Torr, d: 3 min, 1000 Torr, e: 10 min, 1000 Torr, f: 3 min, 1100 Torr)。

3.6 要素技術 5：シリコン高温塑性変形

3.6.1 原理

塑性変形 (plastic deformation) とは、変形のための荷重を取り除いた後、元に戻らずに形状を保つ変形のことであり、材料の弾性限界を超えた永久変形を指す。例えば金属の場合、物質の融点以下の高温において荷重をかけることにより、物質を塑性変形させる。我々はこれをシリコン構造体を用いた新 MEMS X 線光学系製作における最終プロセスとして、光学系の曲面形状への変形に用いる。Ni 構造体の場合、常温で弾性変形が可能であるためここでは割愛する。

シリコン単結晶はヤング率が鋼に相当するほど大きく、常温での弾性変形は難しい。また最近まで高温塑性変形も困難であると考えられていた。しかし近年、水素もしくはアルゴン雰囲気中でシリコンの融点付近まで高温にすることで、プレス加工による塑性変形が可能であることが報告された [13, 14]。例を図 3.18 および図 3.19 に示す。

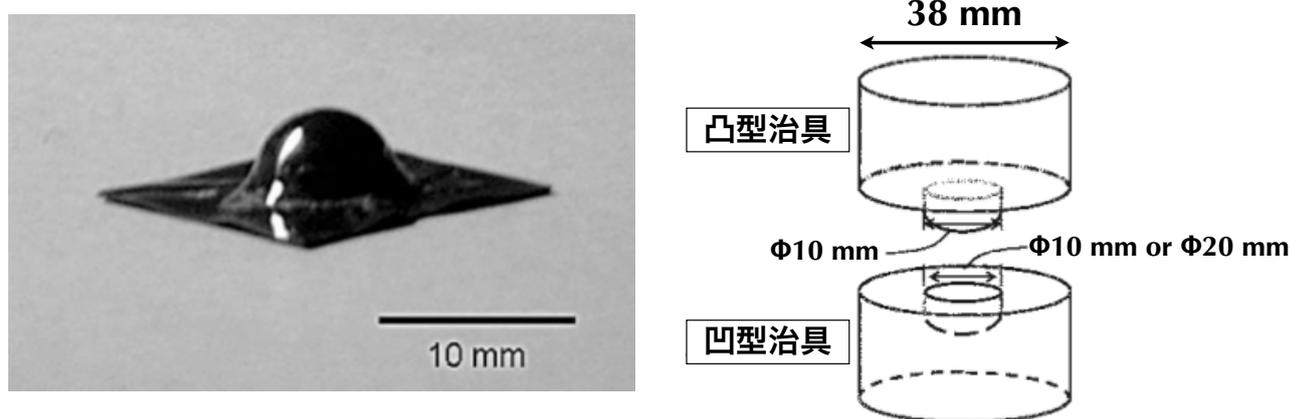


図 3.18: 左図: 厚さ 0.33 mm、 $18 \times 18 \text{ mm}^2$ の Si(100) ウェハの球面変形 [13]。右図: 高温塑性変形の模式図。治具の材質は C グラファイト [14]。

シリコン結晶の塑性変形は以下の 2 種類の原理で生じていると考えられている。一つはすべり変形 (slip deformation) である。これは、トランプカードをずらすような変形で、与えられた結晶によって決まっている特別な結晶面をすべり面とし、すべり面上の特別な結晶方向をすべり方向とするせん断変形のことである。「すべり」とは、せん断応力により限界を超えた原子の結合が切れ、ある面 (すべり面) を境にしてずれが生じる現象を指す。すべり面上の線のことをすべり線と言い、このすべり線は結晶構造によって密度、形状が異なり、面心立方晶ではすべり線の密度は密、形状は直線的、体心立方晶では疎、波状的であることが知られている。また、すべり線の間隔は大体数 100 原子直径程度であり、すべり帯 (すべり線が幾つか集まったところ) は数 1000 原子直径程度のスケールである。単結晶、多結晶を問わず、個々の結晶粒の内部では、塑性変形は主にすべり変形の組み合わせによって起こっていることが知られている。

二つ目は双晶変形 (twin deformation) である。これは結晶が応力を受けて変形するとき、原子が双晶面を境界として鏡対称に配列を変えることによる変形である (図 3.21)。衝撃的な荷重がかかったり、低温での変形で起こりやすい。また結晶構造により起こりやすさは異なる。双晶変形は面心立方晶では起こりやすく、体心立方晶では起こりにくい。最密六方晶では非常に起こりやすい。

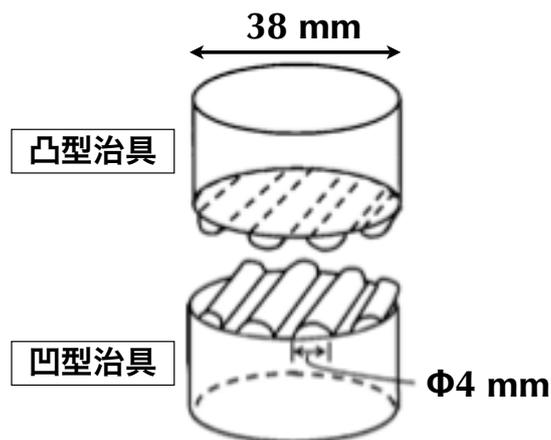
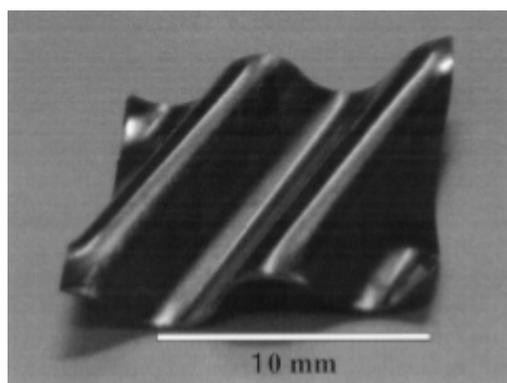


図 3.19: 図 3.18 と同じ。ただし波形変形。

結晶構造	すべり面	すべり方向
面心立方晶 (Al, Cu, Si)	(111)	(110)
体心立方晶 (Na, Ba, Mo)	(110)	(111)
最密六方晶 (Mg, Zn, Co)	(0001)	(2110)

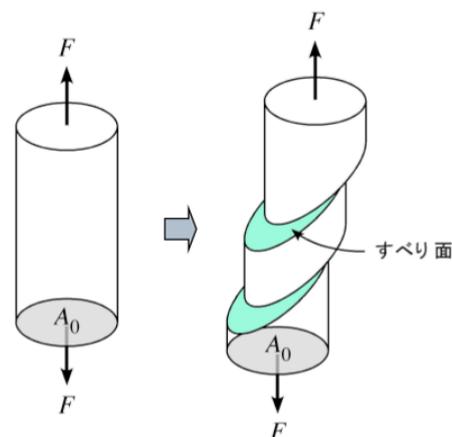


図 3.20: すべり変形概念図。

結晶構造	双晶面	双晶方向
面心立方晶 (Al, Cu, Si)	(111)	(112)
体心立方晶 (Na, Ba, Mo)	(112)	(111)
最密六方晶 (Mg, Zn, Co)	(1012)	(1011)

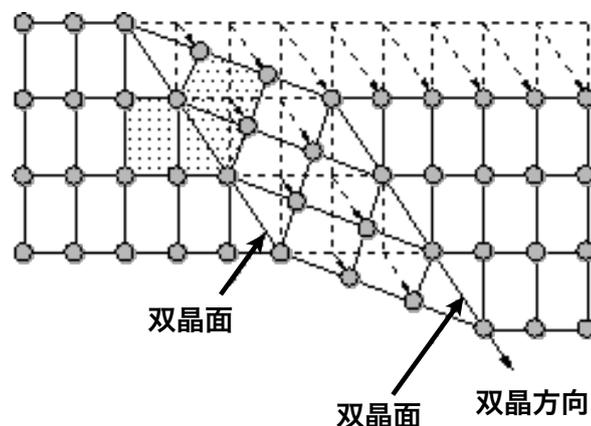


図 3.21: 双晶変形概念図。

次に原子レベルでどのようなことが起こり塑性変形が起こっていくのかを考える。一般に金属においてはその構成原子は三次元的に規則正しく配列されている。この三次元配列が乱れると、乱れている部分と

乱れていない部分の境界は線状となる。この境界は転位と呼ばれ、その種類には刃状転位と螺旋転位、二つが混合している混合転位がある。刃状転位は原子面が途中から抜けており、転位のない結晶に余分面をむりやり押し込んだ形の結晶欠陥である。転位線に垂直方向に結晶面がずれている。これに対し螺旋転位は、転位線に対して平行に結晶面がずれている。金属の塑性変形はこの転位の動きによるものである。転位の性質としては、転位の周辺に応力場ができ、原子の配列の乱れが周辺に影響をおよぼし、ひずみ、応力が生じる、格子の乱れは5-6原子の範囲、小さな力でも転位は増殖し、転位が次々に生じる、などが挙げられる。仮に転位のような欠陥がない理想的な原子配列をしているときにあるせん断応力 τ がかかり、破線を境界とする原子の結合が全て切れ、1原子間距離だけ移動する場合を考える。すると上下面の原子の結合が全て同時に切れ、隣接した原子の位置に入り、再度原子同士が結合する(図3.22)。このとき原子の数は非常に大きいため、結合を切るために必要な外力は大変大きいものになってしまう。しかし、実際にはこのような理想的な配列をしている金属はなく、欠陥を持っているため、かなり小さな力でこのような変形を行える。

ここでは例として刃状転位が存在する箇所にせん断応力が作用する場合に起こる変形のマカニズムを考える。図3.23中に記されている二つの原子(赤とマゼンダ)に着目すると、赤色の原子は刃状転位のため格子間隔が通常より狭くなっているため、もとの格子間隔に戻ろうと右側に力が働く。逆にマゼンダ色の原子は通常より格子間隔が大きいためもとに戻ろうとし左側に力が働く。このような状態のときに図にあるように各原子に働く力と同じ向きにせん断応力がかかると、二つの原子の結合は切れやすく、小さなせん断応力で切れる。この結果真ん中図のように転位が一原子間距離だけずれる。これを順次繰り返して転位が結晶の端まで移動して抜けることで塑性変形する。このように塑性変形は、どの部分にどの程度の力を加えるか、ということが非常に重要となる。

3.6.2 プロセスパラメータ

以下ではシリコン高温塑性変形の代表的なプロセスパラメータについて述べる。

1. プロセス温度

プロセス温度は塑性変形の形状に重要である。シリコンの融点(1414°C)になるべく近い方が塑性変形が忠実に行われ、低温では弾性変形となって、治具を外すともとの形状に戻ってしまう恐れがある。しかし、温度が高すぎるとシリコン表面が溶けるなどにより形状への影響が懸念される。

2. 圧力

プロセス温度と同様に圧力は形状精度に影響を及ぼす。圧力が高い方が当然ながら、より治具に沿った変形が期待される。しかし低温で圧力をかけすぎると、結晶面が治具形状によって、すべらず割れる可能性があるため、これも温度と合わせて最適化が必要である。

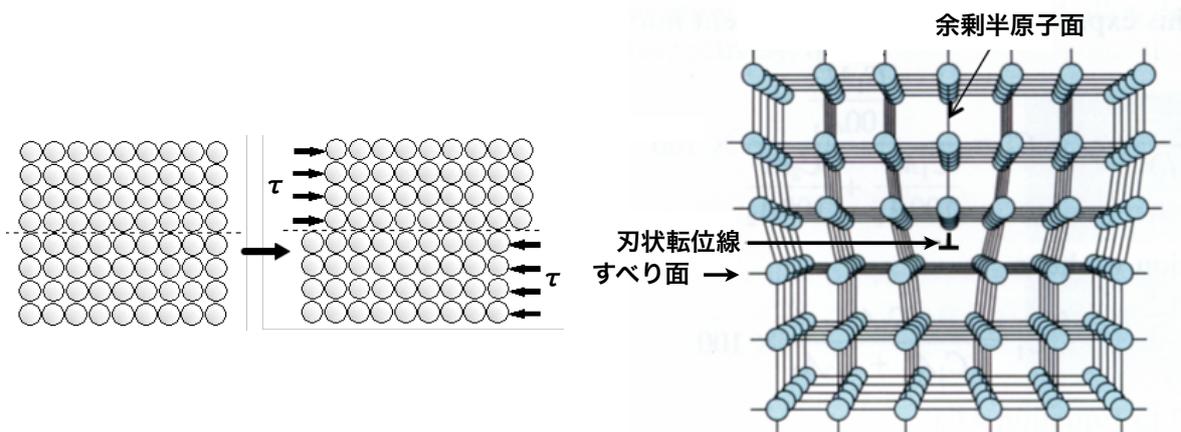


図 3.22: 左図: 原子の配列が理想的な場合に外力がかかったときの塑性変形のイメージ図 [15]。原子一列分が動いているとした。右図: 刃状転位している場合のイメージ図 [15]。

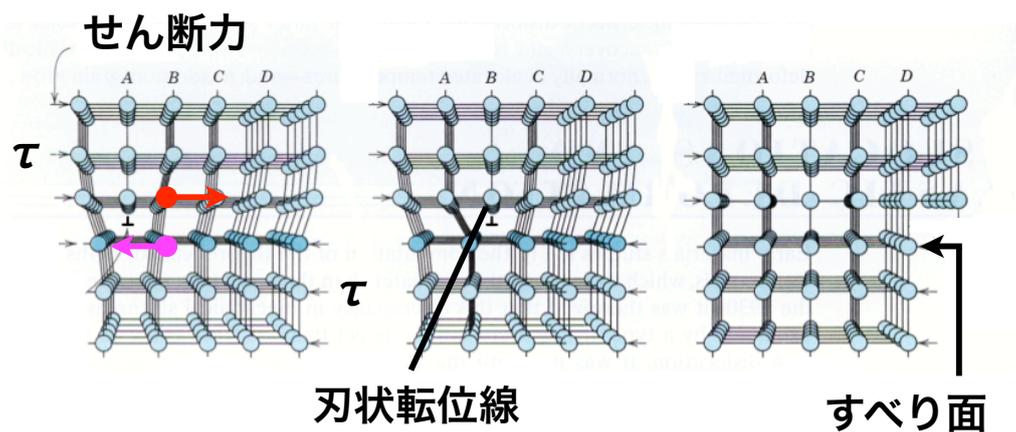


図 3.23: 刃状転位が存在する箇所せん断応力が作用したときに起こる塑性変形のイメージ図 [15]。刃状転位がすべり面上を移動することで塑性変形が行われる。

3.7 要素技術開発の分担

新 MEMS X 線光学系には以上で述べたような 5 つの要素技術の開発が新たに必要となる。そこで我々は日本を代表するマイクロマシン技術の専門家と共に開発を進めた。表 3.2 に各要素技術の開発の担当と項目をまとめる。私は開発項目全般に目を光らせると同時に、特にシリコンドライエッチングの条件出しおよび、各工程後の鏡と光学系の形状および粗さ測定と X 線評価を主導した。

表 3.2: 新 MEMS X 線光学系開発の作業分担。

開発項目	研究者名 (機関)
シリコンドライエッチング および鏡の評価と X 線測定	江副 祐一郎 助教、高木うた子 大学院生 (首都大・理工) 満田 和久 教授、山崎 典子 准教授、 輿石 真樹 大学院生、三石 郁之 大学院生 (東京大・理)
X 線 LIGA	杉山 進 教授、加藤 史樹 大学院生 (立命館大・COE 推進機構)
磁性流体研磨	山口 ひとみ 准教授、Raul E. Riveros 大学院生 (フロリダ大・航空宇宙)
水素アニール	金森 義明 准教授、藤平 慎也 大学院生 (東北大・工)
シリコン高温塑性変形	中嶋 一雄 教授、森下 浩平 助教 (東北大・金属材料研)

第 4 章

シリコン鏡チップの製作と X 線反射の実証

4.1 目的

光学系の製作に向けて、まずは X 線反射の実証を目指し、シリコン鏡チップ製作の条件出しを宇宙研に行った (図 4.1)。鏡チップとは 1 cm 角の大きさのシリコンチップに D-RIE で多数の円弧状もしくは直線状の穴をあけたものであり、鏡の形状や粗さの評価に用いる。当然ながら D-RIE プロセス後の表面粗さは反射率の点からできるだけ抑えられることが望ましい。また、結像性能の観点から穴はできるだけ垂直で、かつマスクパターンに忠実なものが望ましい。以下ではこの粗さと形状に着目して D-RIE の条件出しを行っていく。

4.2 鏡チップの製作と評価

4.2.1 フォトリソグラフィの条件出し

D-RIE での保護膜として、最も一般的なのがフォトレジストである。フォトレジストはフォトマスクの形状を再現するためできるだけ薄い方が好ましい。一方で、D-RIE でのエッチング中にエッチングにより消失してしまわないため、十分な厚さをもつ必要がある。

条件出しでは宇宙研 D 棟 4F クリーンルームの CR の装置を使用した。CR 内は白色光のみではなく、フォトリソグラフィ用に UV 光をカットするため、イエローブースにも切り替えが可能である。図 4.2 左はホットプレート (AS ONE, HP-2SA) である。温度分布精度は ± 2 、室温では $+10 \sim 430$ まで使用可能であり、最高到達温度まで約 30 分で高温昇温できる。図 4.2 右はスピンコーター (MIKASA, 1H-D7) である。次に図 4.3 左はバイク炉 (AS ONE, DO-300FA) であり、強制対流式、温度設定範囲は $40 \sim 270$ 、温度分布精度は ± 4 (at 200) であり、最高温度到達時間は 35 分程度である。図 4.3 右は露光装置 (ナノテック, BA100i) である。露光性能としては、有効露光面積 $\phi 125$ mm、照度均一度は $\pm 5\%$ 以内、主波長は 365, 405, 436 nm、露光時間は 0.3~99.9 秒までで 0.1 秒間隔で設定が可能であり、露光解像度はライン & スペースで $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 、ランプ平均寿命は 1000 時間となっている。

我々はこれまでの研究で産総研の D-RIE 装置を用いてシリコンドライエッチングを行ってきた。そこで、フォトリソの条件はまずは産総研で用いたレシピに準ずるものとした。表 4.2.1 に示す。用いたレジストは厚塗り可能なポジレジスト AZP4903 である。まず、ウェハ表面は親水性でフォトレジストとの密



図 4.1: 宇宙研の CR の様子。



図 4.2: ホットプレート (左) とスピナー (右)。

着性が悪いため、HMDS(ヘキサメチルジシラン)などの密着性向上塗布剤で処理を行い、ウェハ表面を疎水性にしてレジストとの密着性を向上させる。HMDS 処理後、レジストを塗布するのだが、最初に低速 (500 rpm) でレジストをウェハ全体に塗り、次に高速 (2000 rpm) で膜厚の制御を行い、最後により高速 (6000 rpm) 回転することでウェハ端のレジスト溜まりを除去する。厚塗りレジストは粘性が高いため、最後のプログラムが必要になる。次にプリベイクをすることでレジスト中の溶媒を蒸発させ、レジストとの密着性が向上する。

このスタートレシピを試したところ、図 4.4 左にあるように露光後に発泡現象が見られ、現像すると図 4.4 右にあるようにパターンが壊れてしまった。さらには図 4.4 下にあるように、現像不足や圧力のかかりすぎによりレジストが剥がれている部分もあった。レジストの剥がれは現像時間などを最適化すれば良いが、発泡は我々として初めて見る現象であり、原因としては、1. 露光時のマスクとウェハのコンタクト状態が強すぎるため圧力がかかり過ぎた、2. ウェハ内に残った水分が露光によって蒸発し、厚いレジスト内を抜けきらず、レジスト中で溜まり、それがレジストとウェハの密着性を下げ、パターンを崩してしまっ



図 4.3: ベイク炉 (左) と UV 露光装置 (右)。

表 4.1: 宇宙研でのフォトリソのスタートレシピ

プライマー塗布 (HMDS)	350 rpm, 5 sec
	1500 rpm, 20 sec
レジスト塗布 (AZP4903)	500 rpm, 5 sec
	2000 rpm, 12 sec
	6000 rpm, 0.8 sec
常温乾燥	20 min
プリベイク (ベイク炉)	100 , 15 min
	120 , 5 min
一日放置	
露光 (ソフトコンタクト)	32 sec, 255 W
現像 (AZ 400K)	現像液: 純水=1 : 3

た、ことなどが考えられる。まずは 1 のコンタクト状態を考え、コンタクトを弱め、マスクとウェハに距離をあけた。しかし、結果は変わらずウェハ全面に発泡現象が確認されたため、次に 2 が原因と考え、レジスト塗布前に高温 (200 , 5 min) でベイクし水をとばすとともに、プリベイク時の温度を 130 に上げる、という対処を行った。その結果、局所的には存在するものの、これまでのようにウェハ全面に発泡現象は見られなくなった。これは光学系製作に対して有効面積の減少、このあとの高温塑性変形での非対称性につながり、大きなデメリットとなるため、レジスト塗布前に高温でベイク (200 , 5 min) を行った上で、さらにベイク時間、ベイク温度、さらには露光時間のパラメーターを変えることで条件出しを引き続き行った。

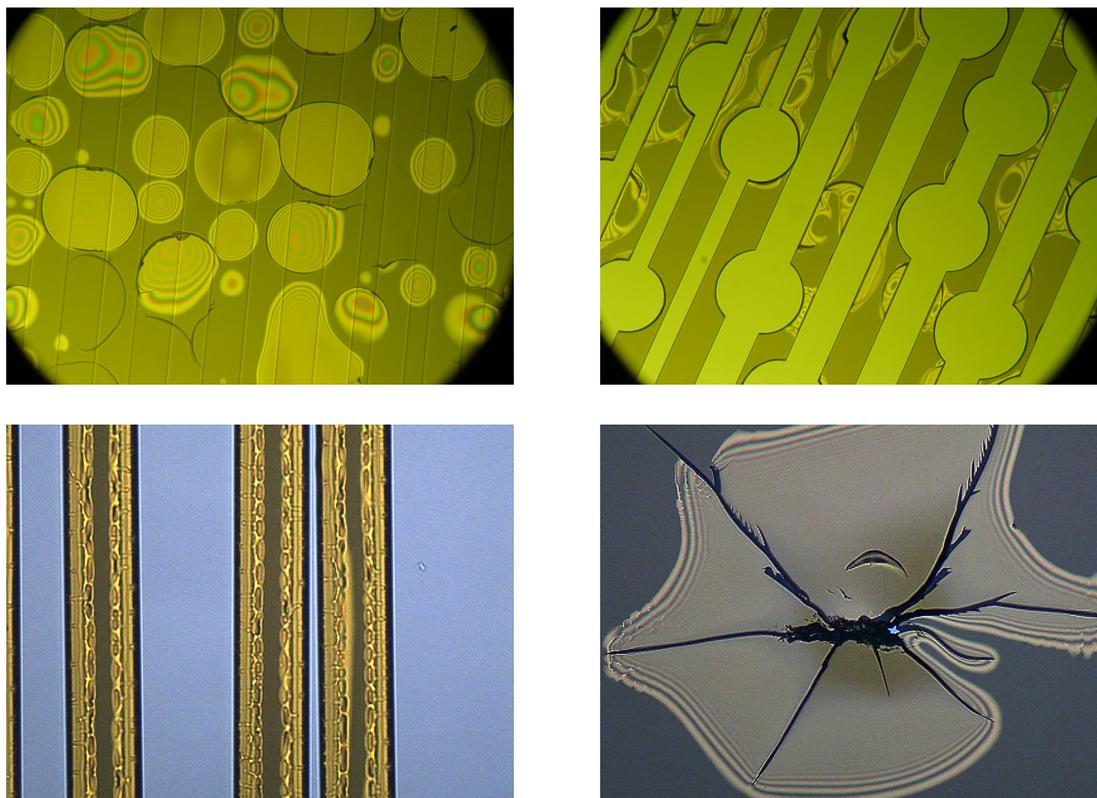


図 4.4: 左上図: 露光後に見えた発泡現象の光学顕微鏡図。右上図: 現像後に発泡した箇所を光学顕微鏡で見た図。左下図: 現像不足によりレジストが剥がれてしまっている。右下図: 圧力のかかりすぎにより、レジストが剥がれてしまっている。

まずはベイク温度のみを変化させ、発泡の様子を調べたところ、発泡は温度が高くなるにつれ抑制される予想通りの傾向となった。しかしプリベイクの温度が高すぎるとレジストが固まりすぎ、現像されにくくなる。一般に現像時間が長すぎるとパターンニング精度が悪くなってしまうため、現像時間を ~ 5 min を目安に現像濃度を上げる、プリベイク温度を下げるなどし、プリベイク温度と現像時間のバランスをとる。その結果我々は表 4.2.1 のような条件で、図 4.5 のようなスリット製作に成功した。これまでの発泡現象によるパターン崩れがほとんど見られない。ただしパターン幅が設計値の $30 \mu\text{m}$ より大きく、 $\sim 45 \mu\text{m}$ まで広がってしまっている。これは厚塗りのためレジスト上部がただれていることが原因である。レジスト塗布のさいの回転数をこれ以上上げることでレジスト厚を薄くすることができるが、これ以上薄くしてしまうと D-RIE により $300 \mu\text{m}$ 貫通がもたなくなってしまう。よって、発泡現象を抑制し、パターンをきれいにすることは可能だが、パターン幅が広がってしまうため、我々はより薄いレジストでの貫通を目指すことにした。

次に我々はスリット幅が広がらないような、より薄い膜厚が可能なポジ型レジスト S1830 を用いて $300 \mu\text{m}$ ウェハ貫通を目指す。スタートレシピを AZP4903 と同じにしたところ、発泡現象はほとんど見られなかった。そこで、より発泡を抑えるため露光時間を短く、現像を短くするために現像液を濃くした。ここまででフォトリソを通したところ、パターンとしてもきれいにでき、スリット幅の広がりもほぼ設計値と同じ値となった。ここまでの条件を表 4.4 に載せる。そこで、この条件を用いて D-RIE を行うことにより、貫通が可能かどうかを判断する。選択比 (レジストとウェハのエッチングの比であり、選択比が高けれ

表 4.2: 条件出しで得られた AZP4903 のレシピ

バイク (ホットプレート)	200 , 5 min
プライマー塗布 (HMDS)	350 rpm, 5 sec
	1500 rpm, 20 sec
レジスト塗布 (AZP4903)	500 rpm, 5 sec
	2000 rpm, 12 sec
	6000 rpm, 0.8 sec
常温乾燥	30 min
プリバイク (ホットプレート)	115 , 30 min
常温乾燥	20 min
露光 (ソフトコンタクト)	16 sec, 255 W
現像 (AZ 400K)	現像液: 純粋=1 : 1

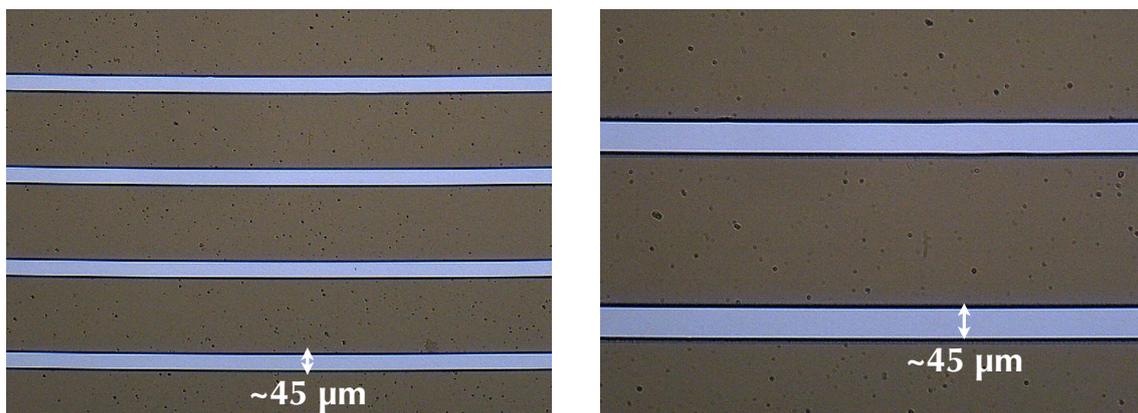


図 4.5: 左図: 表 4.2.1 の条件による設計値のスリット幅 $30 \mu\text{m}$ の写真。しかし、実際は $\sim 45 \mu\text{m}$ に広がっている。右図: 左図を拡大したもの。

ばエッチングに対してレジストの耐性が良い) を求めた結果は 52 となり、 $300 \mu\text{m}$ 貫通には $5.8 \mu\text{m}$ 必要となり、これは貫通不可能である。そこで我々は現像後にポストバイクと呼ばれるプロセスを加えることでレジストの選択比向上を目指した。これは現像後にもう一度バイクすることでレジスト内に残留していた溶媒や現像液を除去し、ウェハとの密着性を向上させるためのプロセスであり、ドライエッチングの場合、プラズマ耐性の向上がのぞめる。但し、ポストバイクの温度が高すぎたり、時間が長過ぎるとレジストの形状が変わったり、剥離が困難になる。例として今回のポストバイクしたものとポストバイクしていないレジストのプロファイルを図 4.6 に載せる。回転数は少し違うが、同じ S1830 を使っているが、明らかにレジストがだれている部分が見える。ポストバイク後の結果、選択比は向上し、 ~ 60 となり、 $300 \mu\text{m}$ 貫通のためには $5.0 \mu\text{m}$ となった。しかし、D-RIE をしてみたが結果として $300 \mu\text{m}$ 貫通はできなかった。このため S1830 はパターニングやスリット幅はきれいにできたのだが、選択比が足りないため貫通は諦め、我々は選択比が $\sim \infty$ となる金属マスクを利用することにする。

レジストによる貫通が無理だったため、選択比がほとんど無限にとれる金属マスクでの条件出しを行う

表 4.3: 条件出して得られた S1830 のレシピ

バイク (ホットプレート)	200 , 5 min
プライマー塗布 (HMDS)	350 rpm, 5 sec
	1500 rpm, 20 sec
レジスト塗布 (S1830)	350 rpm, 7 sec
	1500 rpm, 33 sec
常温乾燥	5 min
プリバイク (ホットプレート)	115 , 30 min
常温乾燥	10 min
露光 (ソフトコンタクト)	10 sec, 255 W
現像 (NMD-3)	現像液: 純水=1 : 0

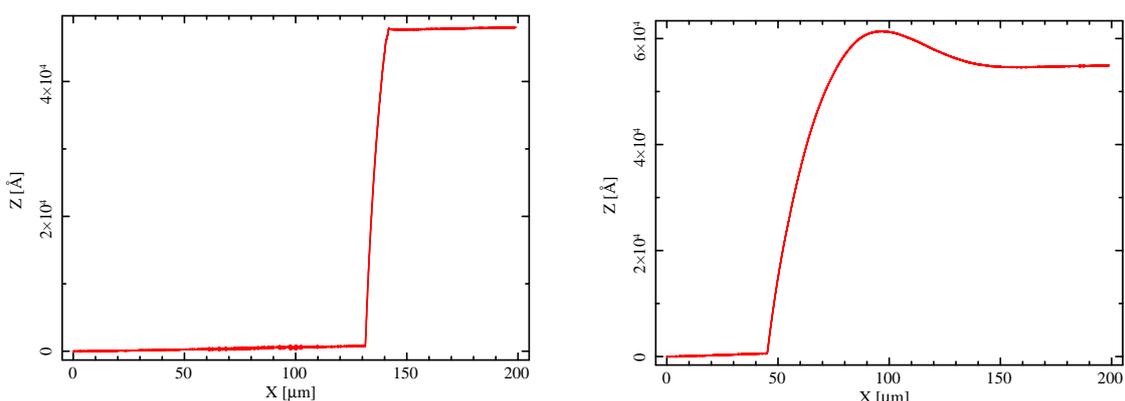


図 4.6: 左図: S1830 レジストを 1500 rpm で塗布したもののプロファイル。ポストバイクはしていない。
右図: S1830 レジストを 1000 rpm で塗布したもののポストバイク後のプロファイル。

ことにする。金属マスクはスパッタ、および金属マスク除去のためのプロセスが入るため、プロセス時間が長くなる。本研究では金属としてはアルミを用いる。レジストでのプロセスと変わるため、プロセスフローを図 4.7 に示す。図にあるように、まずはウェハにアルミスパッタすることで ~ 200 nm のアルミを成膜、この上からレジストを塗布し、露光、現像、アルミを除去するために混酸エッチング、ここでパターンニングが完了しているためレジストを除去し、D-RIE 後に残りのアルミを除去する。このプロセスではパターンニングの精度はアルミ上のレジストで決まるため、S1830 を用いる。レジストは混酸には溶解しないため、混酸エッチングのさいにも薄くても問題はない。ここで注意すべき点は、混酸エッチングは等方ウェットエッチングであり、パターン部分のエッチングが終わった時点で速やかに混酸エッチングプロセスを終える必要がある。なお、混酸はシリコンは溶かさない。S1830 のレシピには条件出しを行った表 4.4 を用いた。結果を図 4.8, 4.9 に載せる。図 4.8 より、アルミマスク上の S1830 の塗布はうまくできており、スリット幅もほぼ設計値通りの ~ 31 μm (設計値は 30 μm) となっている。また、図 4.9 は混酸エッチング後に S1830 を除去したときのスリット写真であるが、レジストパターンを精度良く転写しており、スリット幅は広がらずに ~ 31 μm のままであった。このようにパターン精度やスリット幅も改善されたため、フォトリソはアルミマスクで行うことにした。アルミスパッタおよびレジストの条件は表 4.4 に載せる。

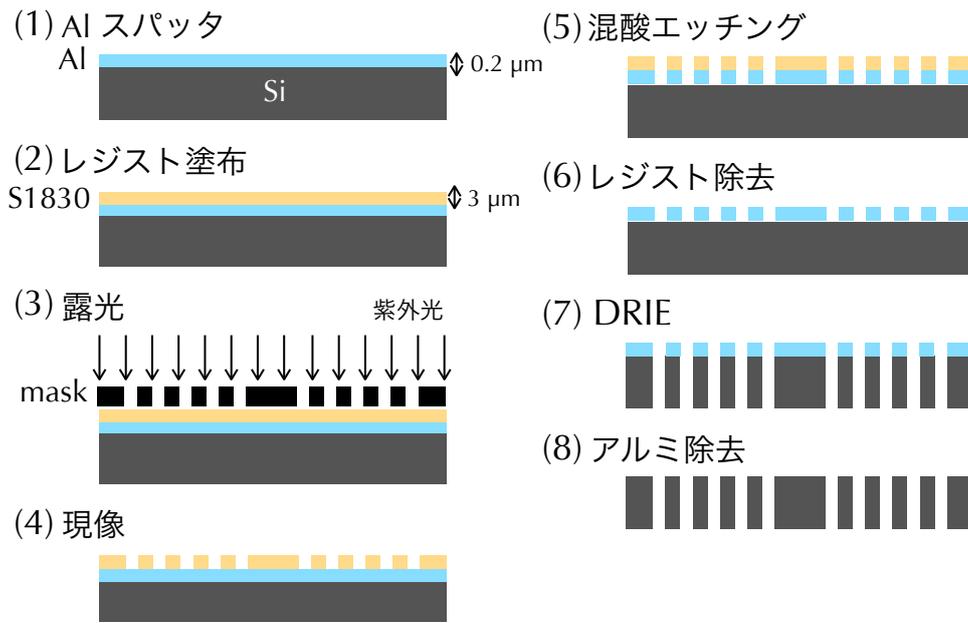


図 4.7: アルミマスクでの鏡チップ製作のプロセスフロー。

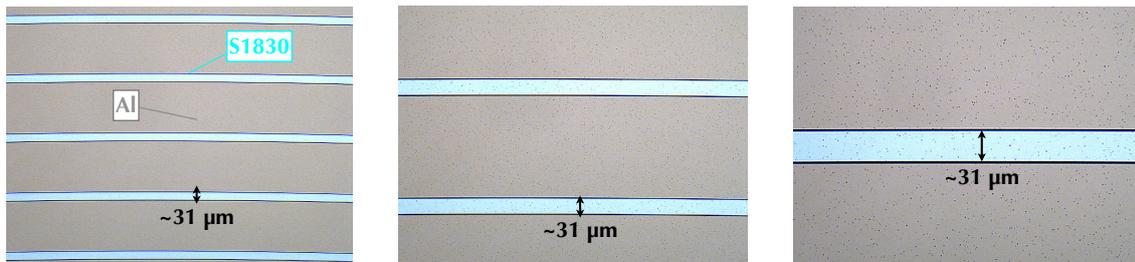


図 4.8: 現像後の写真。水色の部分がアルミマスクの上にパターンニングされた S1830 である。

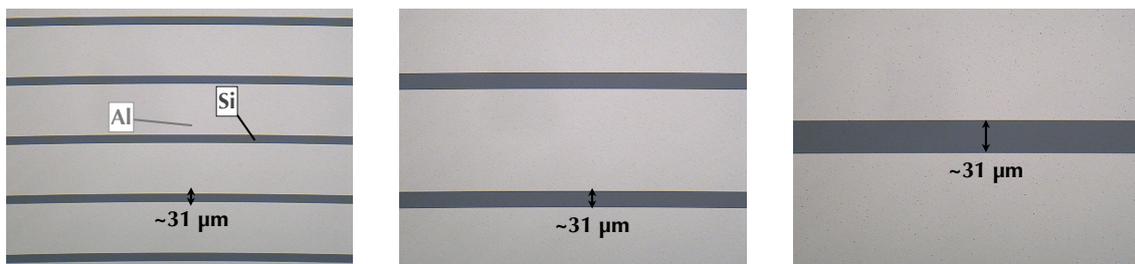


図 4.9: 混酸エッチング後の写真。黒っぽく見えているのがシリコン表面。

表 4.4: 条件出しで得られたアルミマスクでのプロセスレシピ

アルミスパッタ	60 sec (200 nm 成膜)
プライマー塗布 (HMDS)	350 rpm, 5 sec 1500 rpm, 20 sec
レジスト塗布 (S1830)	350 rpm, 7 sec 1500 rpm, 33 sec
常温乾燥	5 min
ブリバイク (ホットプレート)	115 °C, 30 min
常温乾燥	5 min
露光 (ソフトコンタクト)	10 sec, 255 W
現像 (NMD-3)	現像液: 純水=1 : 0
ブロー + 常温乾燥	10 min
混酸エッチング	10~15 min
水洗	10 min
レジスト除去	アセトン中で 1 min

4.2.2 ドライエッチングの条件出し

目標は、表面粗さと形状精度、具体的にはスリット幅の広がり $1 \mu\text{m}$ 以内、穴のテーパ角が 0.2° 以内である。これは我々の評価システムの精度からくる上限値である。我々はまずは形状についての条件出しを行い、次に表面粗さの追求を行った。

鏡チップ用のマスクは図 4.10 にあり、鏡チップの各パラメータは図 4.11 に示す。スリット幅は 2, 5, 10, 20, 50 μm のものがあるが、開口効率と S1830 のパターンニングを考慮し、スリット幅は 20 μm 、スリット間隔は 50, 100 μm のもので条件出しをすることにした。曲率のパラメータは影響がないと思い、特に制限を設けなかった。まず最初に STS 推奨の mirror01 レシピをベースにした mirror04 レシピにて D-RIE を行った。表 4.2.2 に各レシピをまとめる。mirror01 レシピと mirror04 レシピの違いは表の通りパッシベーションパワーであり、このパワーを増やすことにより形状精度の改善を狙った。図 4.12 に結果を載せる。結果としては、表側のスリット幅は $\sim 42 \mu\text{m}$ 、裏側は $\sim 75 \mu\text{m}$ となった。これは設計値 (20 μm) と比べ非常に大きい。これはマスクアンダーカットと呼ばれる現象であり、数ミクロンレベルの線幅をもつパターンニングをドライエッチングにより形成する場合、どのような材料においてもマスク直下の溝上部にこのような特異な現象が生じる。原因はまだ特定されていないが、エッチング・マスク側面で散乱されるイオンに起因するだろうと考えられている。そこで次に産総研の同装置でのレシピ (mirror06) を試した。しかし、結果は図 4.13 にあるように表側は $\sim 42 \mu\text{m}$ 、裏側は $\sim 29 \mu\text{m}$ と大きく広がり、mirror04 同様にマスクアンダーカットも見られた。

これらの結果からパッシベーションパワーを上げることが必要と判断し、表 4.6 に示す mirror07 レシピを作成した。以下のような表 4.6 にあるレシピを作成した。mirror04 と比べ、パッシベーションガス流量、パッシベーション圧力とともに増加させ、パッシベーションパワーを上げることで、より強力に側壁を保護し、形状精度の向上を狙った。スリット形状の結果は図 4.14、テーパについては図 4.15 に示す。まず

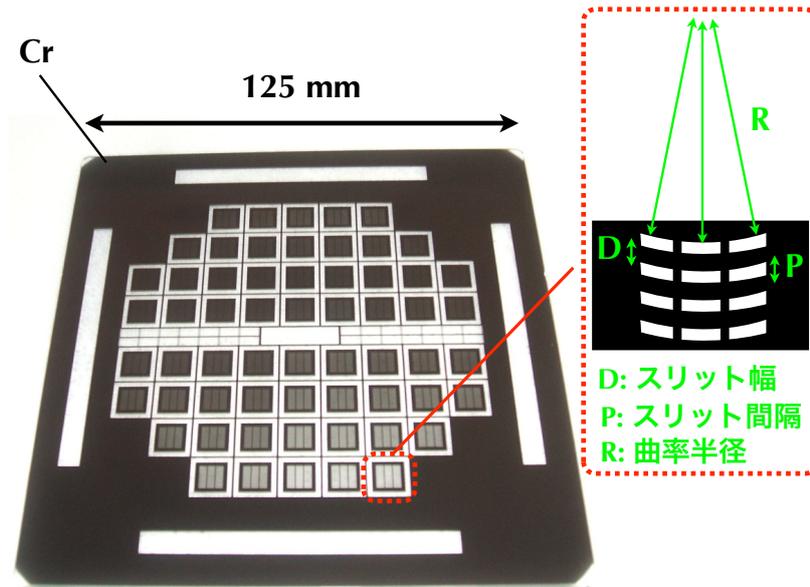


図 4.10: 鏡チップ用マスク。



図 4.11: 鏡チップ用マスクのパラメータ。

スリット形状についてだが、顕微鏡の裏からライトを当てることにより、マスクアンダーカット部分を評価することに成功した。表側を見ると、マスクアンダーカットはほとんど見られず、スリット幅の広がりも表が $\sim 25 \mu\text{m}$ 、裏が $\sim 27 \mu\text{m}$ となり、設計値 $20 \mu\text{m}$ に対し、それぞれ $5, 7 \mu\text{m}$ の広がり幅と大きく改善された。しかし、図 4.14 右にあるスリット裏側の広がり部分が大きく、この場合は $41-27$ で $\sim 14 \mu\text{m}$ となる。この広がりにはプラズマを発生させることにより生成された荷電粒子が D-RIE により貫通後、絶縁体である保護膜のレジストにぶつかり、チャージが逃げれずに溜まり、その結果シリコンをエッチングしてしまう、と考えられる。このような貫通間際のスリット広がりにはノッチと呼ばれる。

またテーパーについてだが、 $\sim 0.4 \text{ deg}$ となった。テーパーの評価はウェハを反射面と垂直に割り、その

表 4.5: mirror01, mirror04 レシピ

		mirror01	mirror04
サイクルタイム	T_{Etch}	3.0 sec	3.0 sec
	T_{Passi}	2.5 sec	2.5 sec
ガス流量	SF_6	420 sccm	420 sccm
	C_4F_8	100 sccm	100 sccm
プラズマソースパワー	エッチング	1700 W	1700 W
	パッシベーション	600 W	1000 W
圧力	エッチング	4.00 Pa	4.00 Pa
	パッシベーション	1.33 Pa	1.33 Pa
プラテンパワー	エッチング	80 W	80 W
	パッシベーション	0 W	0 W

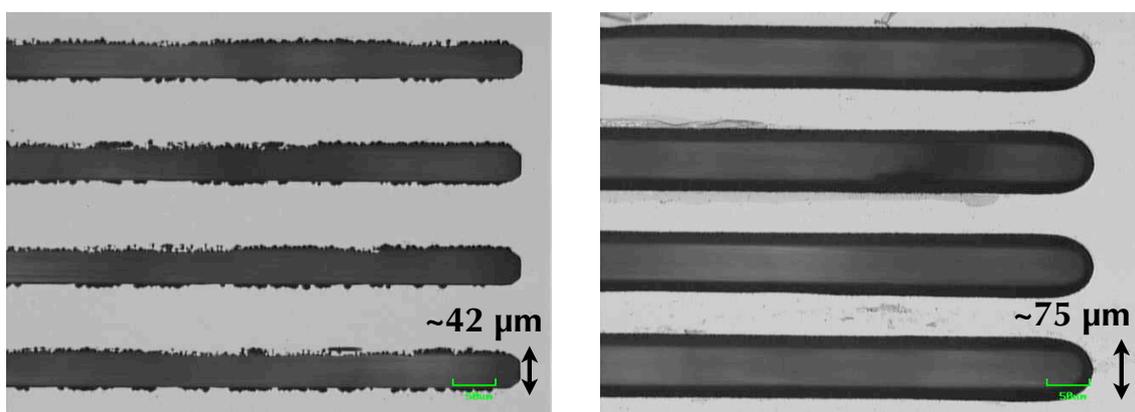


図 4.12: mirror04 レシピを用いて製作した鏡チップ。左図: チップの表側。右図: チップの裏側。

断面を見るため、チップのように小さい構造体では評価ができないため、 $500\ \mu\text{m}$ ウェハを用いて評価した。このレシピによりスリットの形状およびテーパ角がかなり詰めれてきたため、ここからは粗さの追求をしていく。

スリット形状を大きく変えず、粗さを改善できるパラメータとして我々が最初に着目したのがチラーの温度である。これはウェハ下部についている電極の温度を変えるパラメータであり、ウェハ温度を下げるにより、相対的にパッシベーションパワーの増加につながるため、表面粗さの平滑化が期待できる。これまで全てチラーの温度は $10\ \text{deg}$ であり、マシンのスペックとしては $-20\ \text{deg}$ まで可能である。よって我々はチラーの温度を $0, -10, -20\ \text{deg}$ と変えて、D-RIE を行った。スリット形状の結果を図 4.16 に、表面粗さの結果を図 4.17 に載せる。チラー温度が $0\ \text{deg}$ のときはスリット形状に変化はないが、 $-10, -20\ \text{deg}$ のときは表側のスリットの広がりもほぼなくなっており、ほぼ設計値通りの $\sim 21\ \mu\text{m}$ となっている。また、裏側のノッチについても $-10, -20\ \text{deg}$ のときにはなくなっている。この結果と表面粗さの結果を合わせると、mirror07 のチラー $-10\ \text{deg}$ がベストレシピであると考えられる。スリットの広がりから推定すると、テーパは $< 0.2\ \text{deg}$ と考えられる。これ以上は光学系顕微鏡で評価していくのは難しいため、今後は UV 光などを使った評価系でも評価する。

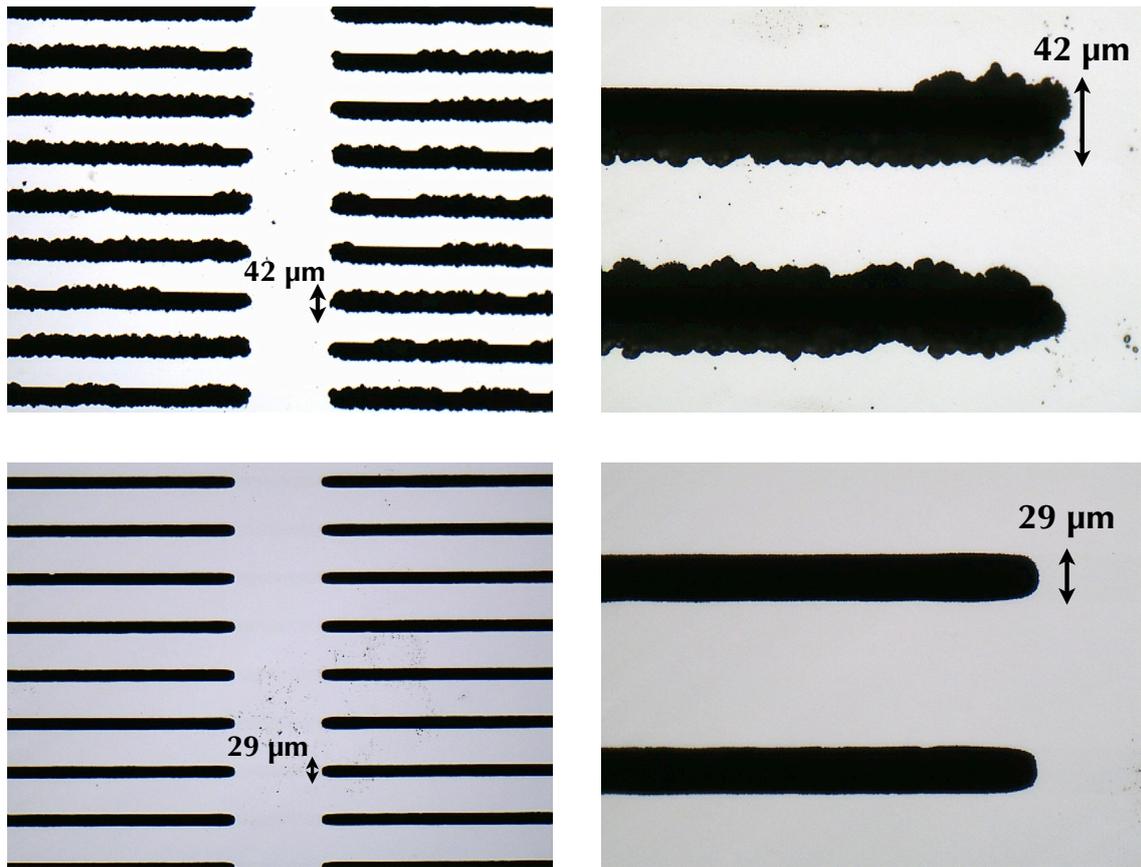


図 4.13: mirror06 レシピを用いて製作したチップ。プロセス時間は 125 min。左上図: チップの表側。右上図: 表側の拡大図。左下図: チップの裏側。右下図: チップの裏側の拡大図。

最後に補足であるが、ノッチの問題も解決するため、両面アルミマスクのプロセスも試したため、これらの結果も載せる。裏面にも絶縁体であるレジストではなく、導体であるアルミを付けることで、D-RIE後にウェハ下部でチャージが溜まるのを防ぎ、ノッチを改善するねらいである。図 4.18 に示すように、結果としてスリットの形状は少し端がすぼむ形となり変わってしまったが、ノッチが改善されているのが確認できる。但し、これはアルミスパッタの手間を増やすことになるため、mirror07, -10 deg の方がより簡単である。よって以下では mirror07, -10 deg を最終レシピとして用いる。

表 4.6: mirror07 レシピ

サイクルタイム	T_{Etch}	3.0 sec
	T_{Passi}	2.5 sec
ガス流量	SF_6	420 sccm
	C_4F_8	200 sccm
プラズマソースパワー	エッチング	1700 W
	パッシベーション	1000 W
圧力	エッチング	4.00 Pa
	パッシベーション	2.00 Pa
プラテンパワー	エッチング	80 W
	パッシベーション	0 W

D 20 P 100 R 150

表

裏

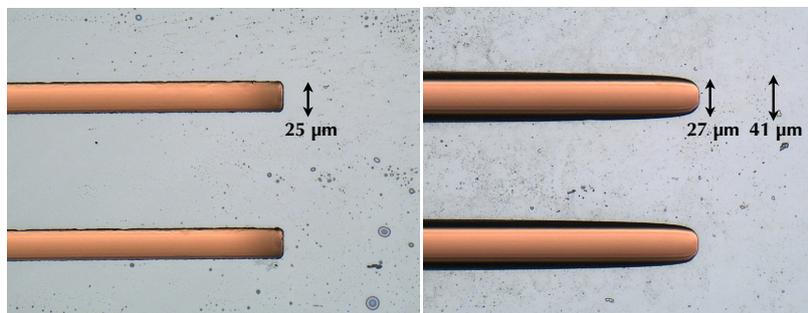


図 4.14: mirror07 レシピを 95 min 行った後の D20 P100 R150 チップのスリット形状。

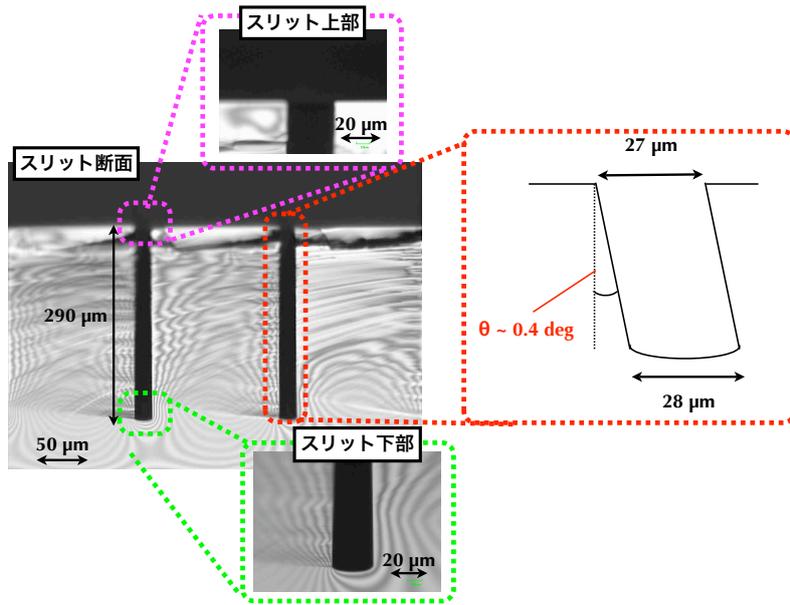


図 4.15: mirror07 レシピを 95 min 行った後の D20 P100 R150 チップのスリット形状。

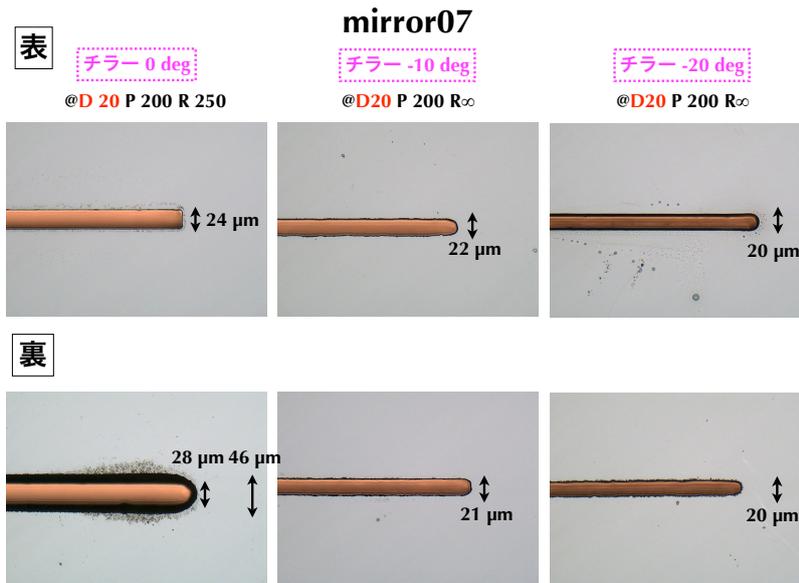


図 4.16: mirror07 レシピにおいて、チラーの温度を 0, -10, -20 deg と変化させたときのスリットの両サイドの光学系顕微鏡の写真。

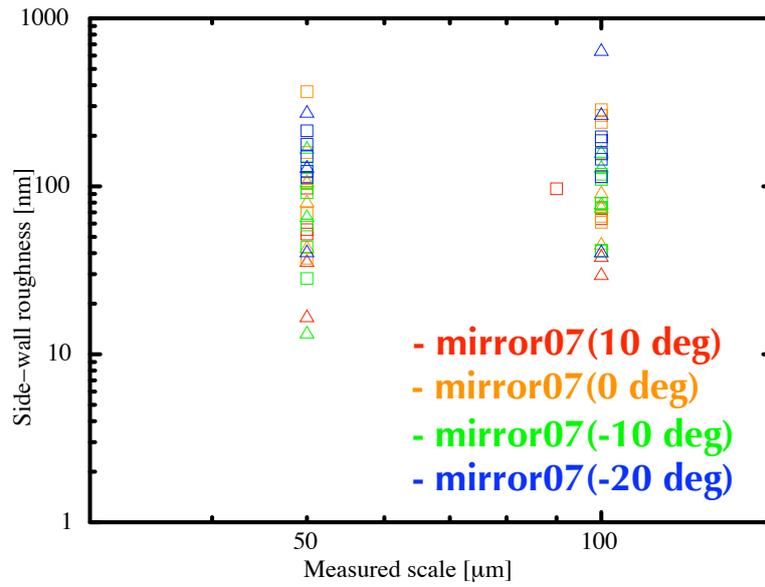


図 4.17: mirror07 レシピにおいて、チラーの温度を 0, -10, -20 deg と変化させたときの表面粗さのプロット。表面粗さは rms は表示。

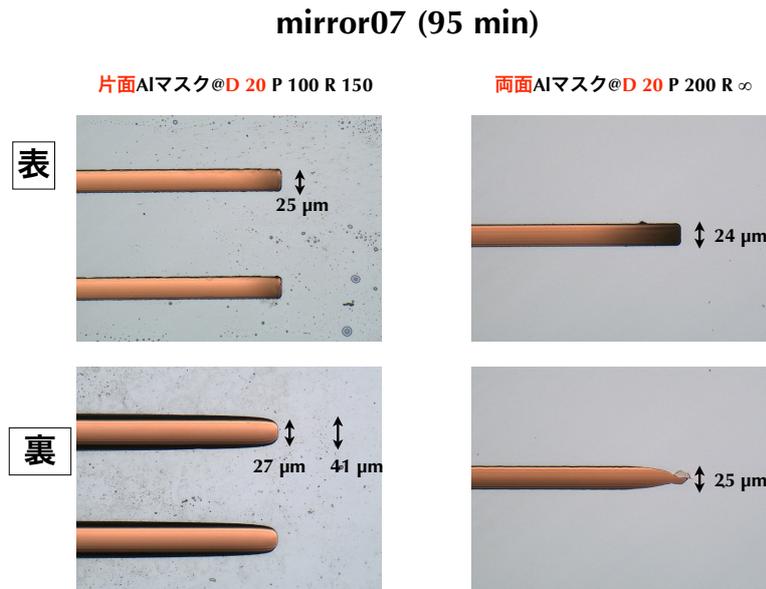


図 4.18: mirror07(チラー 10 deg) レシピにおいて、D-RIE のプロセスは全く同じにそろえ、両面アルミマスクと片面アルミマスクのときのスリット形状の比較。

4.2.3 磁気研磨

目的

磁気研磨プロセスは D-RIE、もしくは X 線 LIGA プロセス後の工程であり、最終的にこの研磨により目標となる表面粗さ $\sim 1 \text{ nm}$ を目指す。磁気研磨プロセスをする上で、最終的に研磨して得られる粗さは研磨前の粗さにも依存するため、D-RIE や X 線 LIGA プロセスによる表面粗さも追求しなければいけない。これに伴い、我々は D-RIE によるシリコンチップの形状および表面粗さ改善の条件出しと平行し、磁気研磨の条件出しも行ってきた。チップはこちらの条件出しで改善が確認された時点で送付し、コンスタントにフロリダ大学・立命館大学とミーティングも行ってきた。

尚、これら磁気研磨に関しての条件出しはフロリダ大学の山口ひとみ先生と Raul Rivors さんにより進めていただいた。

実験セットアップ

図 4.19 にフロリダ大学の実験セットアップを載せる。

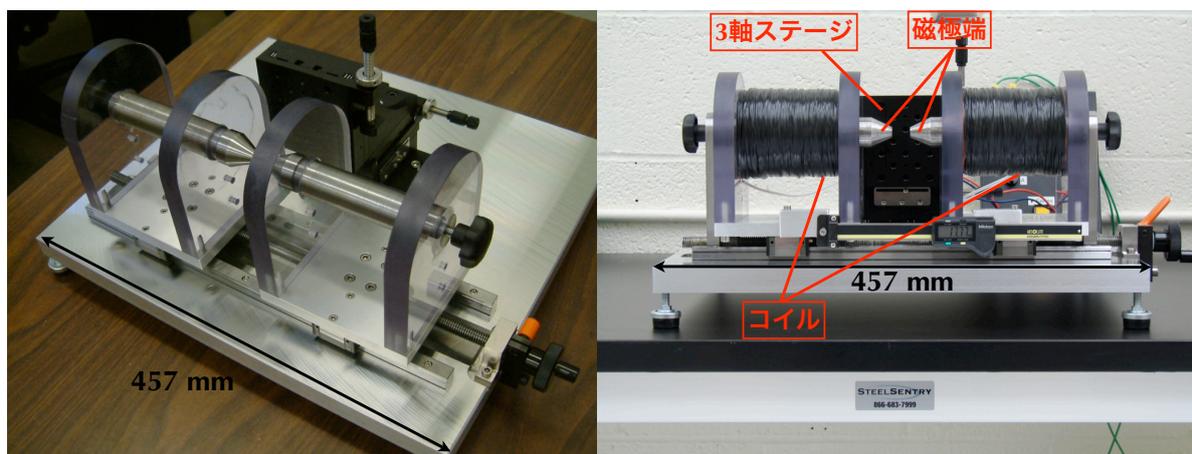


図 4.19: フロリダ大学の実験セットアップ。左図: セットアップの斜め図。右図: セットアップの真正面図。両磁極端の中心に研磨したいものを挟み、磁場をかけ研磨していく。

条件出し (1)——磁気流体 or 磁気粘性流体

まずは磁気流体 (MF:Magnetic Fluid) と磁気粘性流体 (MRF:Magnetic Rheological Fluid) のどちらの微粒子を用いて研磨プロセスを行うかを検討する。これらの違いは微粒子の径 (MF: $\sim \text{nm}$ 。MRF: $\sim \mu\text{m}$ 。) である。今回研磨するシリコンチップはスリット幅 $20 \mu\text{m}$ 、ピッチ幅 $50, 100, 200 \mu\text{m}$ のため、この程度のスリットの中に入り研磨を行えるものでないといけないため、相対的に小さい MF を用いたい。さらに研磨原理でも述べた通り、MRF を用いて研磨する場合、MF では上下運動により押し出された研磨剤が間接的に研磨するのに対し、研磨剤を直接押し付けることで研磨する。このため、MF は研磨対象物にかかる力が小さく、MRF はかかる力が大きくなってしまふ。また、MRF は大きいいため、残留磁化の時間 (径に依存) が長く、上下方向の運動が小さくなってしまふ。これはある程度のタイムスケールの間 (周波数の逆数程度の時間スケール) で、磁化したままの状態であると、重力により下がらず、磁束方向に配列したままであるため、研磨能力が下がってしまう。これにより研磨する時間が長くなってしまふため、大きなデメリットとなる。よってこれらの条件から、条件出しは MF を用いて行っていく。

条件出し (2)——研磨力

ここでは各コイルに流す入力電流の波形を変化させることにより、研磨能力の向上を目指す。研磨能力の向上のためには、いかに研磨剤と研磨対象物との相対運動を活発化させるか、が一番のポイントとなる。この相対運動の活発化を促すパラメータとして周波数と磁気流体の運動の向き、の二つが最も影響が大きいと考えられる。例えば周波数が高い方が磁性体の動きが早く、研磨レートが速い。プロセス時間が長くなるにつれ、コイルが発熱してしまい、磁力低下につながる。このため、研磨レートも速い方が良い。しかし、周波数を高くしすぎると今度はその動きに磁気流体が追従できなくなってしまう。また、磁気流体の運動方向は従来は上下方向となり、従来の研磨プロセス (図 4.20 参照) においては研磨対象物に対して高い研磨能力はのぞめない。

この問題を解決するためにフロリダ大学は逆向きのダイオードを各コイルに取り付けることにより (図 4.20 参照)、入力電流の波形を変化させ、より高い周波数 (従来: ~ 10 Hz、今回: ~ 40 Hz) で磁気流体の動きが確認され、さらに磁気流体の運動方向を左右方向へと制御することに成功した。条件出し後に行った研磨プロセス前後の粗さ評価の結果を図 4.21、4.22、4.23、4.24 に載せる。この結果、研磨前では $1\ \mu\text{m}$ スケールでの粗さが $\text{rms} \sim 12\ \text{nm}$ ($\text{Ra} \sim 11\ \text{nm}$) に対し、研磨後では rms , Ra ともに $\sim 5\ \text{nm}$ となっており、大幅に改善されているのが確認できる。尚、フロリダ大学の粗さ評価は全て Zygo NewView 7200 Optical Profiler で行っている。

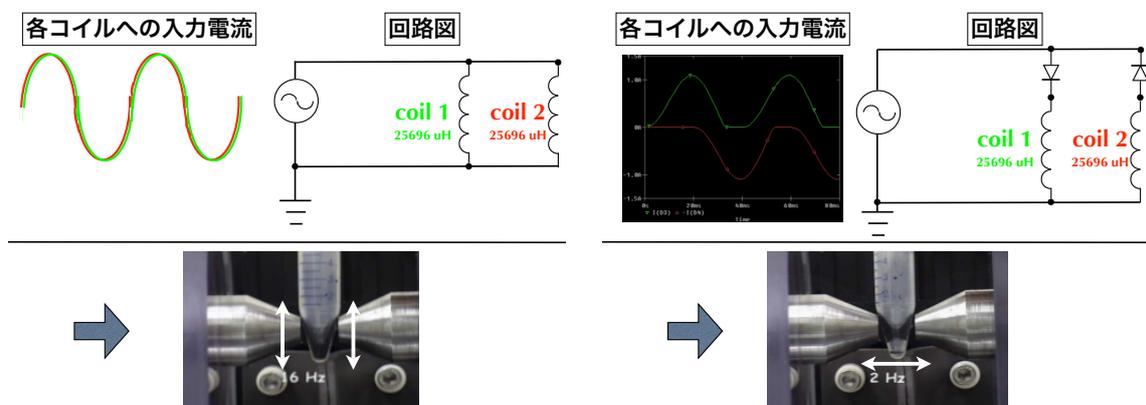


図 4.20: 左図: 従来の入力電流の波形とその回路図。磁気流体の運動方向は上下。右図: 逆向きのダイオードを各コイルに取り付け、入力電流を変化させた。このときの入力電流の波形と回路図。これにより高い周波数での磁気流体の左右方向への運動が可能となった。

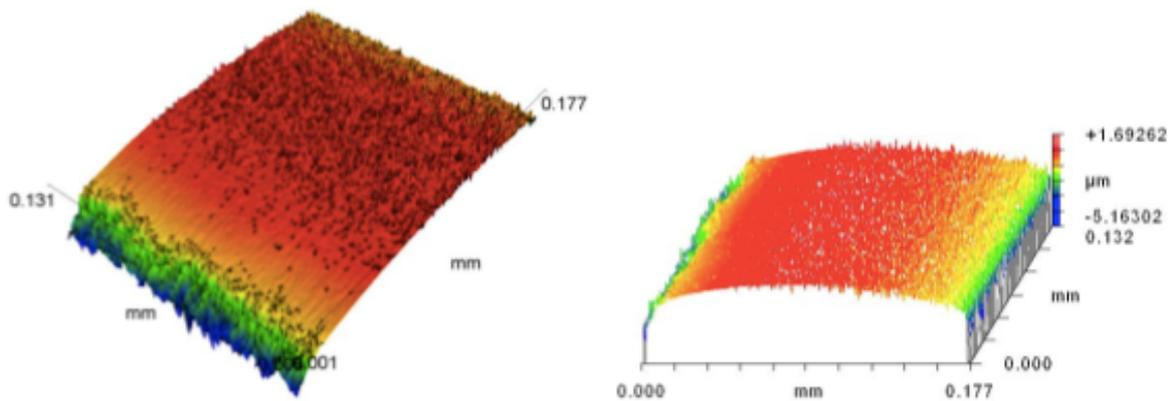


図 4.21: 左図: 研磨前のスリット反射面の三次元図。右図: 左図とは別の角度から見たときの三次元図。

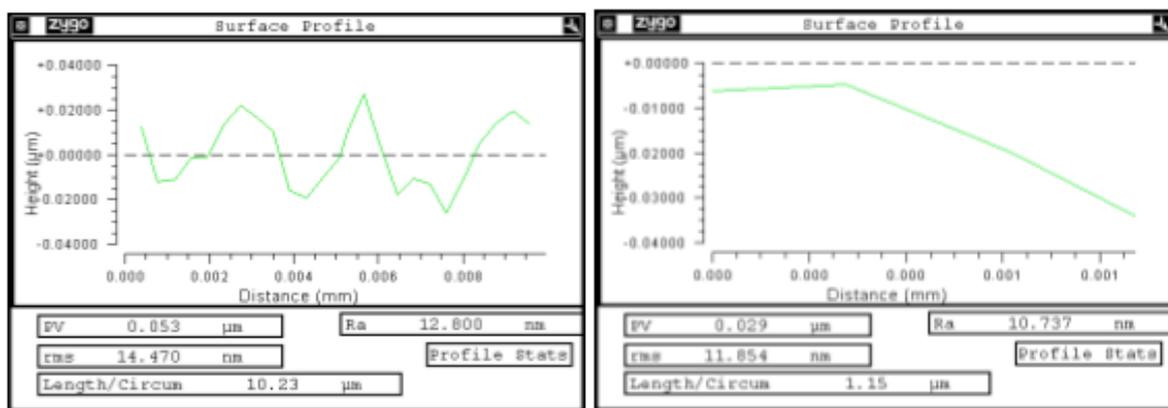


図 4.22: 左図: 研磨前のスリット反射面の表面プロファイルと rms および Ra の値。測定スケールは 10 μm。右図: 左図と同様に表面プロファイルと rms と Ra の値。但し測定スケールは 1 μm。

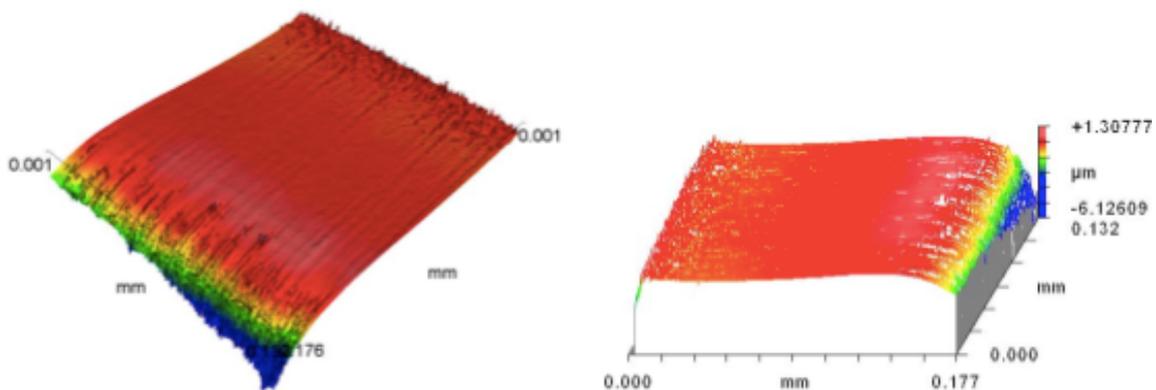


図 4.23: 左図: 研磨後のスリット反射面の三次元図。右図: 左図とは別の角度からの図。

条件出し (3)——研磨剤の大きさ、スリット幅、プロセス時間、振動数

ここまでで研磨で使用する微粒子の大きさや実験セットアップに関する条件出しを行ってきたが、ここではより細かな研磨剤の大きさ、スリット幅、プロセス時間、振動数を变化させることで各パラメータに対するトレンドをつかむことを目的とする。粗さとしては rms, Ra の値を考え、三次元測定結果に対し、

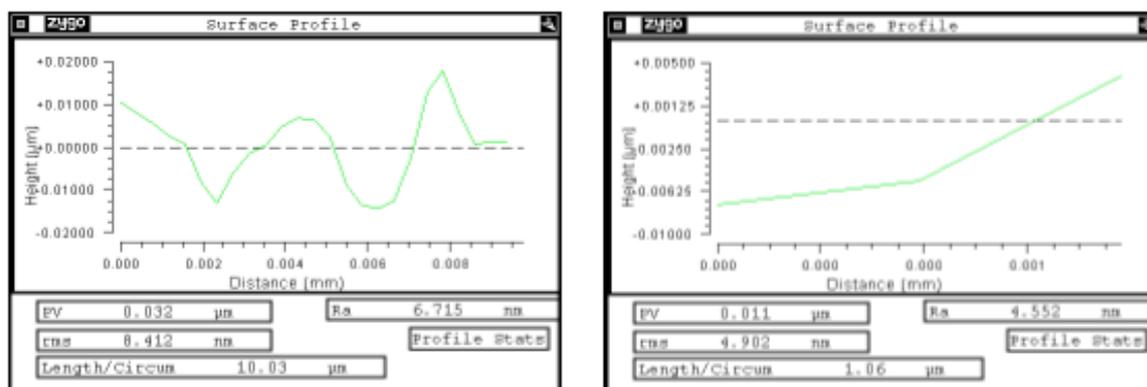


図 4.24: 左図: 研磨後のスリット反射面の表面プロファイルと rms、Ra の値。測定スケールは 10 μm 。右図: 測定スケール 1 μm の表面プロファイルと rms、Ra の値。

傾き補正だけでなく、ここでは large filter, small filter という 2 種類のフィルターをかけたトレンドを理解していく。large filter とは $\sim 10 \mu\text{m}$ スケールのラージスケール成分へのフィルターであり、ここでの粗さの値はこの成分以下の粗さと考えて良い。この中には我々が X 線測定に用いている Al $K\alpha$ のコヒーレント長 ($\sim 2 \mu\text{m}$) なども含まれており、X 線反射に影響する粗さ成分も含まれる。small filter とは、 $\sim 1 \mu\text{m}$ 以上の成分へのフィルターであり、ここでの粗さの値は全て 1 μm 以下のスケールでの粗さとなり、ここでの粗さの変化は研磨プロセスによるものが主であると考えられる。以下に各パラメータの結果を載せる。

図 4.25 にあるように、まず研磨剤の大きさについては他のパラメータを固定した上で 0-0.05 μm , 0-0.2 μm , 0-0.5 μm とすると、結果として大きい微粒子を用いることでラージスケールの粗さは落とすことができるのが確認できる。これはより大きな微粒子を研磨剤として使うさいには、同じ時間内では大きなスケールの粗さを落とすことができるという一般的な解釈で理解することができる。しかし、スモールスケールでは研磨剤の大きさに依らずほぼ同じように見える。

次にプロセス時間についてだが、図 4.26 のように、ラージスケールの粗さに関してはプロセス時間がある程度長くするにつれ改善されているが、スモールスケールについてはプロセス時間に依らないように見える。これはスモールスケールの粗さは比較的早く研磨されるが、ラージスケールの粗さを落とすためにはより長い時間をかける必要があると考えられる。

次は振動数を変化させた結果についてだが、図 4.27 を見るとラージスケールとスモールスケールともに高い振動数では粗さが落ちていない。これは振動数を高くすることで同じ時間内でより研磨する回数が増えることにより、粗さは改善する、という考えに反しているように見える。しかし、自重により重力で下に落ち、次に磁界がかかり持ち上がり研磨剤を押し出す、という研磨プロセスを考える。振動数が高くなり過ぎ、自重により下に落ちる時間がなくなってしまうと、下に落ちずにその場で微小振動をしているように見えることがある。つまり振動数も高くすれば良いわけではなく、研磨プロセスが有効に働く範囲内の最大値を見極める必要がある。

最後にスリット幅についてだが、図 4.28 からラージスケールの粗さについては若干スリット幅が大きくなるにつれ改善されているように見えるが、有意な差はないように見える。スモールスケールの粗さでは逆に、スリット幅が小さい方がより滑らかになっていることが確認できる。これは最終的なスリット幅が現在の 20 μm ではなく、5 μm としより高いアスペクト比を狙っている我々としては嬉しい傾向となっている。

研磨剤	時間	振動数	スリット幅
0-0.05 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	20 Hz	10 μm
0-0.2 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	20 Hz	10 μm
0-0.5 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	20 Hz	10 μm

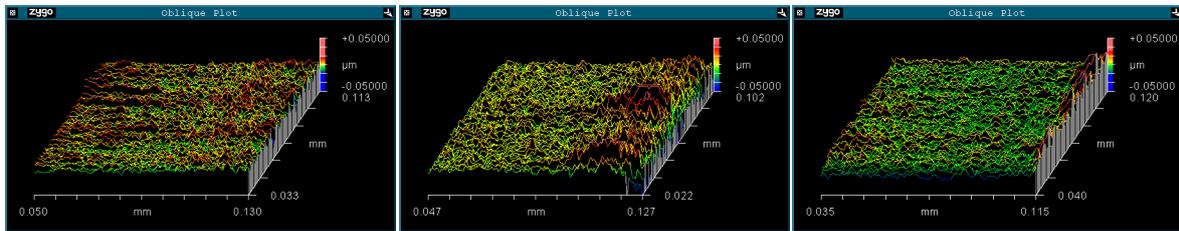
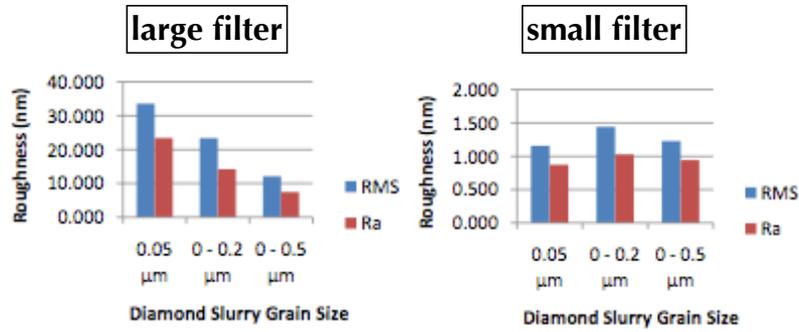


図 4.25: 実験時の各パラメータ、研磨剤の大きさを変えたときのラージスケール、スモールスケールでの粗さ (rms, Ra) の値と形状測定結果のイメージ。

結果として現時点で large filter での粗さが X 線で評価されるものである。これが 10 nm を切っていないので、まだ改善が必要である。

研磨剤	時間	振動数	スリット幅
0.05 μm アルミナコロイド	0.5 h	25 Hz	10 μm
0.05 μm アルミナコロイド	1 h	25 Hz	10 μm
0.05 μm アルミナコロイド	2 h	25 Hz	10 μm

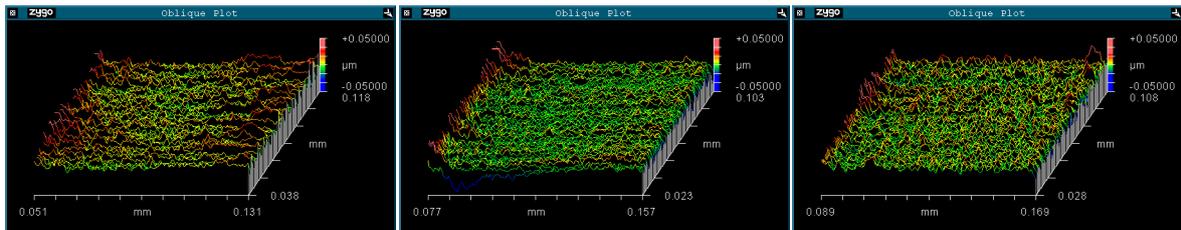
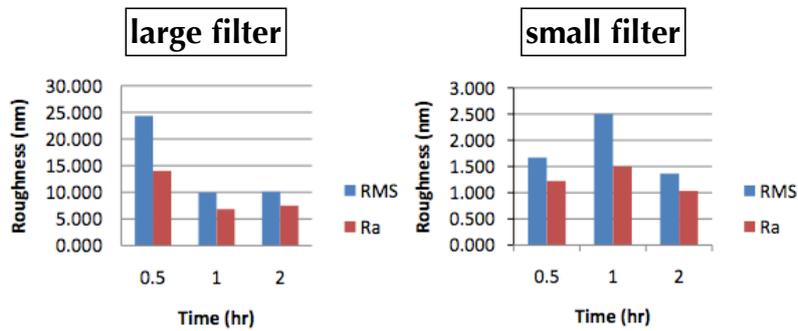


図 4.26: 実験時の各パラメータ、プロセス時間を変えたときのラージスケール、スモールスケールでの粗さ (rms, Ra) の値と形状測定結果のイメージ。

研磨剤	時間	振動数	スリット幅
0.05 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	25 Hz	20 μm
0.05 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	50 Hz	20 μm

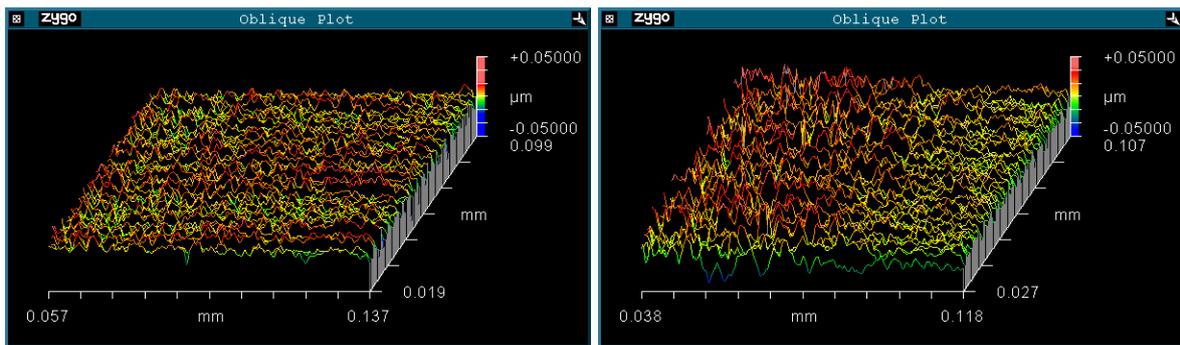
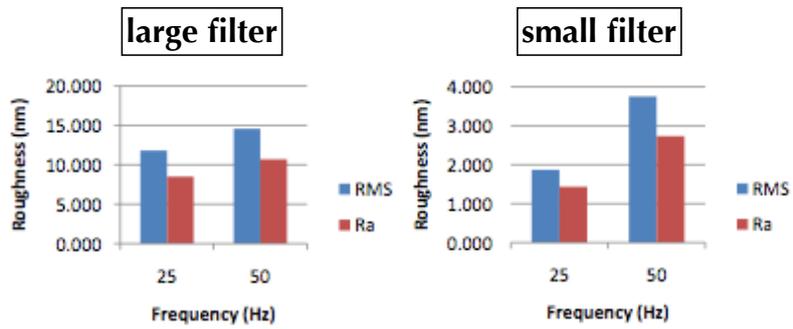


図 4.27: 実験時の各パラメータ、振動数を変えたときのラージスケール、スモールスケールでの粗さ (rms, Ra) の値と形状測定結果のイメージ。

研磨剤	時間	振動数	スリット幅
0.05 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	25 Hz	10 μm
0.05 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	25 Hz	20 μm
0.05 μm ダイヤモンドスラリー	1 h	25 Hz	50 μm

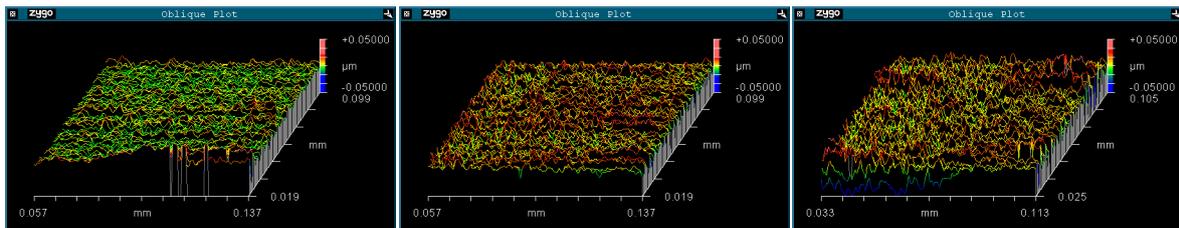
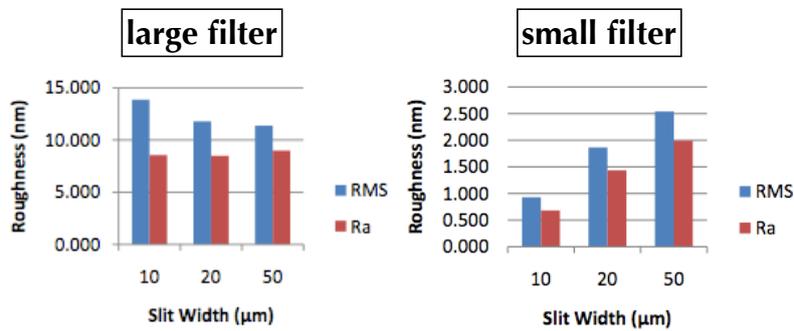


図 4.28: 実験時の各パラメータ、スリット幅を変えたときのラージスケール、スモールスケールでの粗さ (rms, Ra) の値と形状測定結果のイメージ。

4.2.4 水素アニールの条件出し

水素アニールの条件出しは東北大学の金森義明先生と藤平慎也さんに進めていただいた。

我々はまず、水素アニールの条件出し用のため、mirror04 レシピを用いてサンプルチップを作成し、東北大へ送付し、水素アニールプロセスを行っていただいた。実験セットアップは図 4.29 に載せる。プロセス後は返送していただき、こちらでプロセス後のウェハを壊し、その断面の様子と表面粗さをラージスケールを Dektak で、スモールスケールを AFM で評価した。結果は図 4.30 のようになる。図中では水素アニール前後のシリコンチップの断面、そして KOH 結晶異方性エッチング後に得られた断面との比較を光学系顕微鏡と SEM 画像、表面粗さ ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$ スケールでの rms) で行っている。左図と中央図の比較から、アニール後はプロセスにより表面が白くなっているのが見てとれる。また、D-RIE に起因していると思われる光軸方向の粗さはまだ完全に消えたわけではないが、アニールプロセスによりかなりなまされている。その後 D-RIE の条件出しにより、パターンニング精度が良く、かつより滑らかで垂直性も良いシリコン鏡チップの製作が可能となったため、mirror07 レシピによるシリコン鏡チップで水素アニールの条件出しを継続して行っていただいた。これらの条件出しの結果と各パラメータは図 4.31, 4.32, 4.33 に示す。SEM で粗さがほとんど消えているように見えるため、表面粗さ 10 nm が期待できるのではと考え、我々は X 線照射試験を行った。

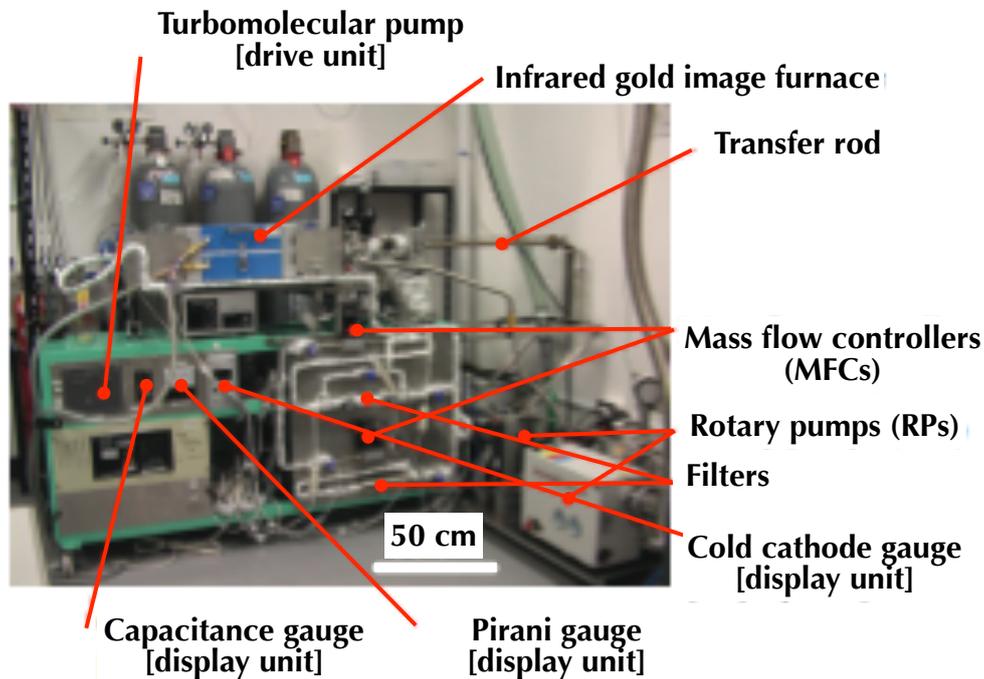


図 4.29: 東北大学の水素アニール用実験セットアップ。

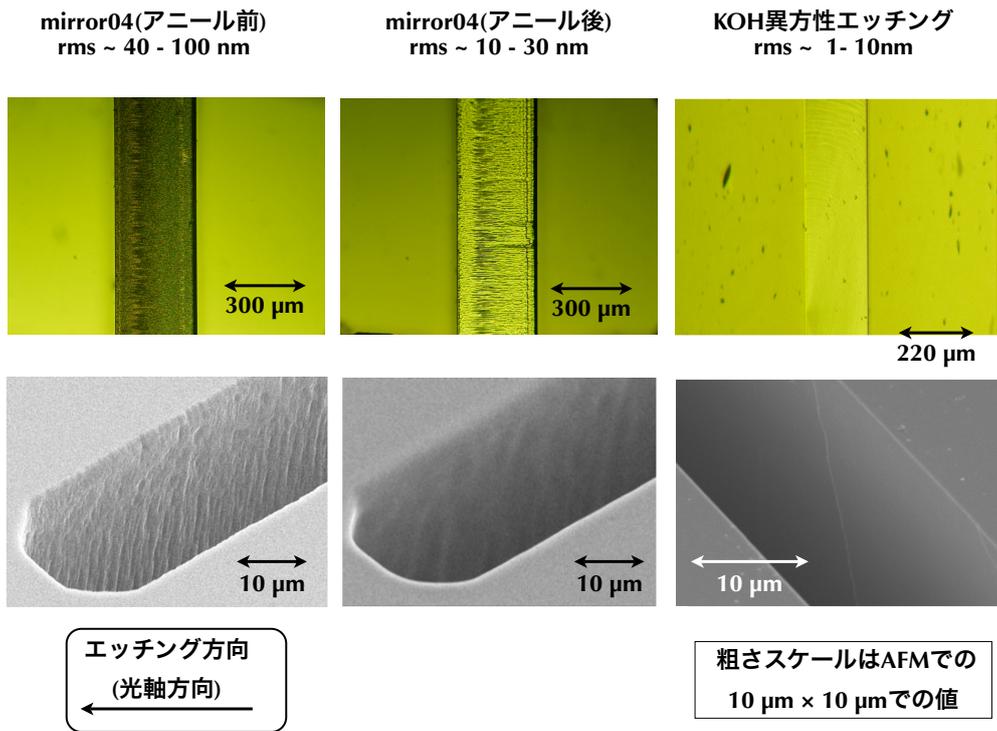


図 4.30: 水素アニールプロセス前後と、KOH 結晶異方性エッチングとの写真と粗さの比較。写真は光学系顕微鏡と SEM によるもので、粗さは $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ スケールでの rms の値。

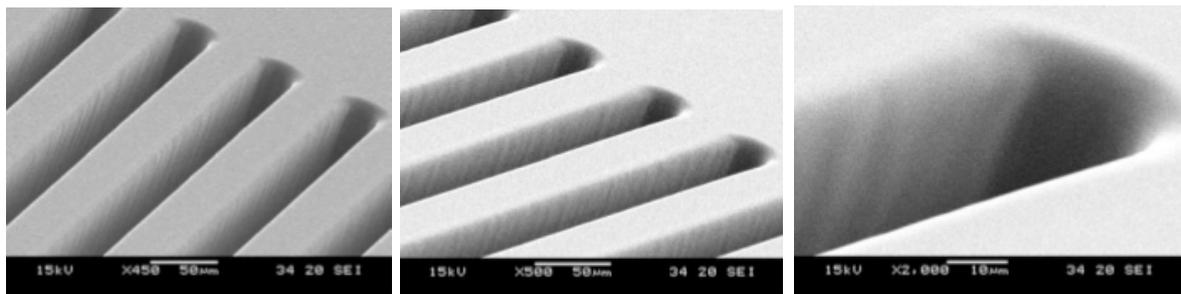


図 4.31: 水素アニール後のシリコンチップのスリットと、その断面の SEM 画像。プロセス条件は圧力 13.3 kPa, 水素ガス流量 1 slm, 温度 1300 , プロセス時間 60 min。

4.3 X 線反射測定実験

4.3.1 入射 X 線に対する鏡チップの角度プロファイル

製作した鏡チップの X 線反射の実証のために、図 4.34 のような実験系を考える。X 線源から放射された平行な X 線が、鏡チップにある角度 ϕ で入射してきた場合、光軸方向の回転軸である ϕ の回転角により、図にあるように三つの状況が考えられる。まず、鏡チップと入射 X 線が平行である場合の図 4.34(1) の状況を考えてみる。入射した X 線の一部は鏡チップのピッチ部分に吸収され検出されないが、その他の入射光は全て検出される。次に光軸方向に対しある角度 ϕ 回転している (2) の場合は、ピッチによる吸収、

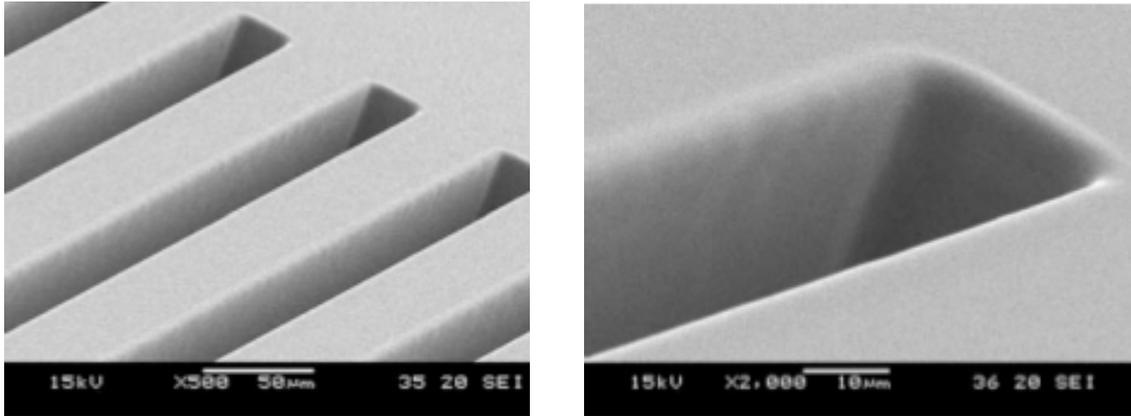


図 4.32: 水素アニール後のシリコンチップのスリットと、その断面の SEM 画像。プロセス条件は圧力 6.66 kPa, 水素ガス流量 1 slm, 温度 1300 , プロセス時間 30 min。

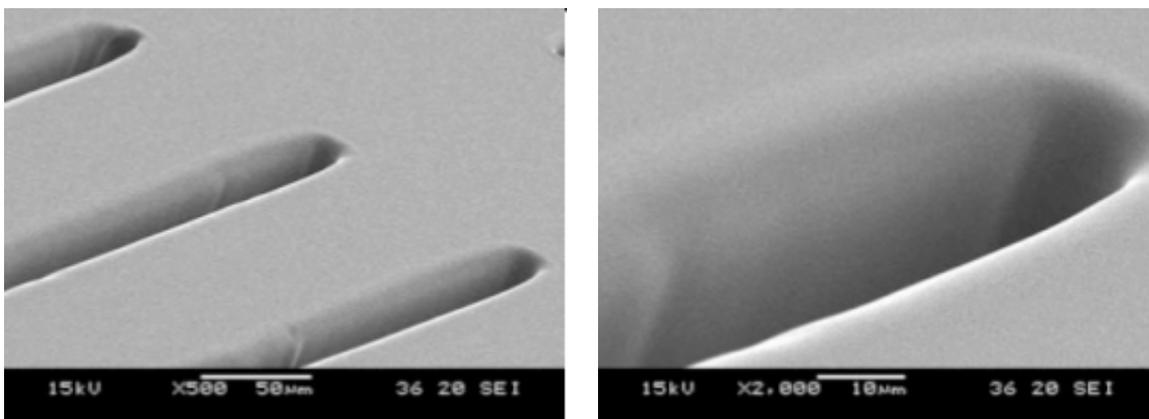


図 4.33: 水素アニール後のシリコンチップのスリットと、その断面の SEM 画像。プロセス条件は圧力 6.66 kPa, 水素ガス流量 1 slm, 1300 , プロセス時間 120 min。

ダイレクトに検出される成分の他に、反射面に当たり、反射された成分が存在する。X 線源からのダイレクト成分は、回転角 ϕ に反比例して減少していく。最終的にはダイレクト成分はある角度 ϕ_c (コリメータ角) で全て反射面に遮蔽されてしまう (図 4.34(3))。 (2) の場合、 ϕ が臨界角より十分に低角度 (シリコンの 1.49 keV に対する臨界角は 1.1 deg) である場合は反射成分が直線の上に超過成分となり加わりプロファイルが変わる (図 5.1)。我々はこの超過成分を確認することで X 線の反射を実証する。また、この超過成分は鏡チップの表面粗さに大きく依存してそのプロファイルが変わるため、得られた反射プロファイルから鏡チップの X 線照射による実効的な粗さが評価できる。なお、鏡チップのピッチ部分にあたり透過してくる成分も考えられるが、これは 1.49 keV でのシリコンに対する減衰長が 7.9 μm であることを考慮すると無視して良い。

4.3.2 実験セットアップ

鏡チップでの X 線照射試験を行うため、首都大学東京 宇宙実験研究室の所有する X 線ビームライン施設を利用する。セットアップを図 4.36 に載せる。X 線発生源としては、manson 軟 X 線発生装置を用い

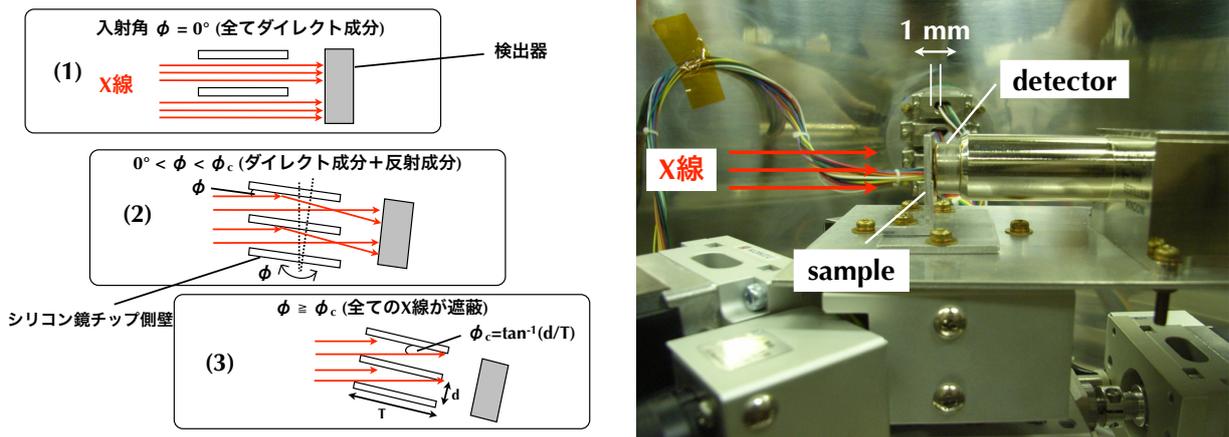


図 4.34: 左図: 首都大ビームラインでの X 線反射成分の検出システム概念図。右図: 検出器チャンパー内のサンプルと検出器のセットアップ写真。

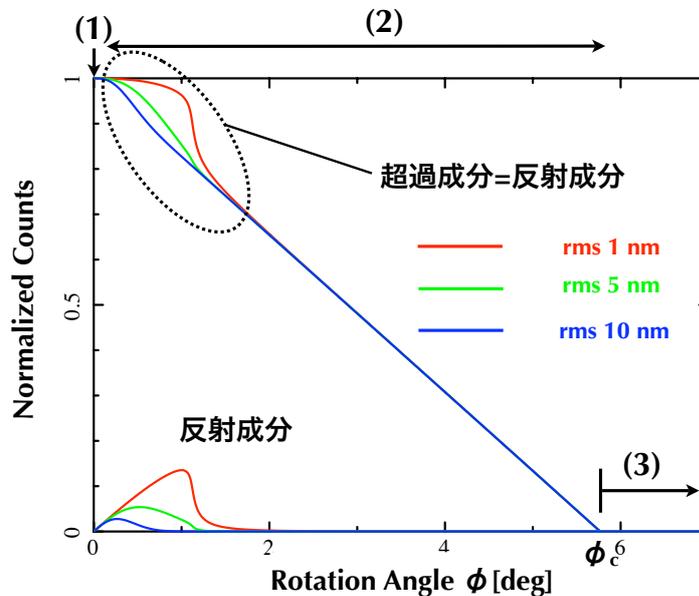


図 4.35: 図 4.34 の検出システムで予想される反射プロファイル。

た。一次ターゲットとして Al を使用したため、放射成分としては一次ターゲットの蛍光輝線 (Al $K\alpha$, 1.49 keV) と制動放射による連続成分である。管電圧は 4.0 keV, 電流値は 0.04 mA とした。測定時の真空度は X 線発生装置内はおよそ 1×10^{-6} Torr, 検出器チャンパー内では約 1×10^{-5} Torr となっている。

発生装置から出た X 線ビームは大きさ $\phi 5$ mm の二枚のアルミニウム製ピンホールを通り、図 4.37 左にあるようにアルミニウム製の治具にカプトンテープで固定されたシリコン鏡チップに入射する。治具位置でのビームサイズは $\phi 7.8$ mm であり、治具の穴はこれと比べ小さく $\phi 2.5$ mm の穴が開いている。図 4.36 左のように検出器とシリコン鏡チップとの位置は固定されており、鏡チップは図 4.36 左にある 3 軸ステージ (x, θ, ϕ) の真上に設置されているため各方向に移動可能である。各軸も図 4.36 左に定義されており、X 方向は光軸方向に垂直な移動、 θ 方向はステージ平面の回転、 ϕ 方向はステージ平面に垂直

な方向への回転となっている。ステージの 1 ch と物理的な移動距離との対応表は表 4.7 に載せる。ステージの可動領域は X ステージは ± 300 mm, θ は $+180^\circ / -90^\circ$, ϕ は $\pm 8^\circ$ となっている。

検出器内チャンバーの写真を図 4.37 右に載せる。検出器には PIN 型半導体検出器を用いており、入射窓は 7 mm^2 ($2.4\text{ mm} \times 2.8\text{ mm}$) で、 0.3 mil ($7.5\text{ }\mu\text{m}$) 厚のベリリウム窓が使用されている。

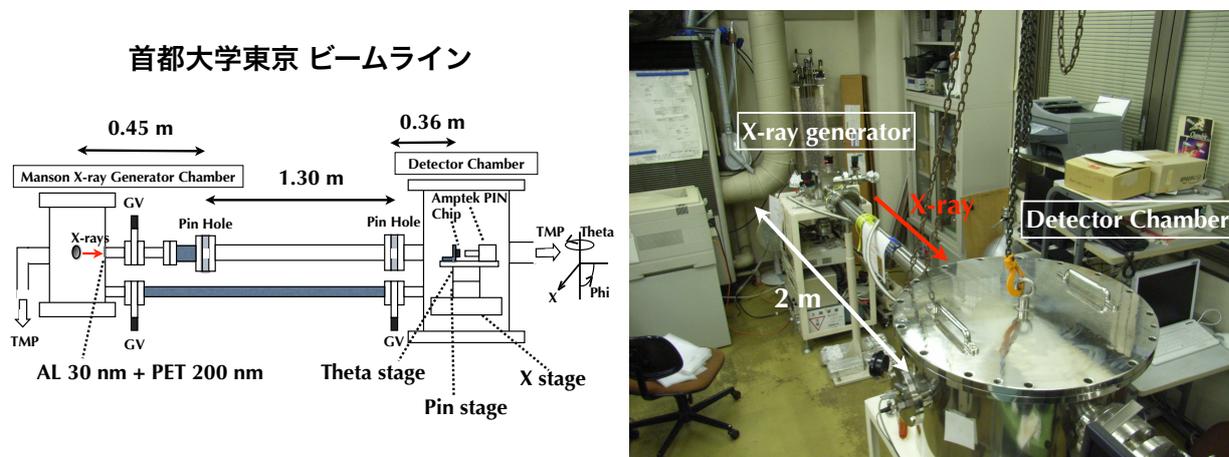


図 4.36: 左図: 首都大学東京にあるビームラインの概念図。右図: 実際の首都大ビームライン写真。X 線源は manson 社 Model 3B の軟 X 線発生装置。検出器は SEIKO 社製の XR-100CR のシリコン PIN フォトダイオード検出器。

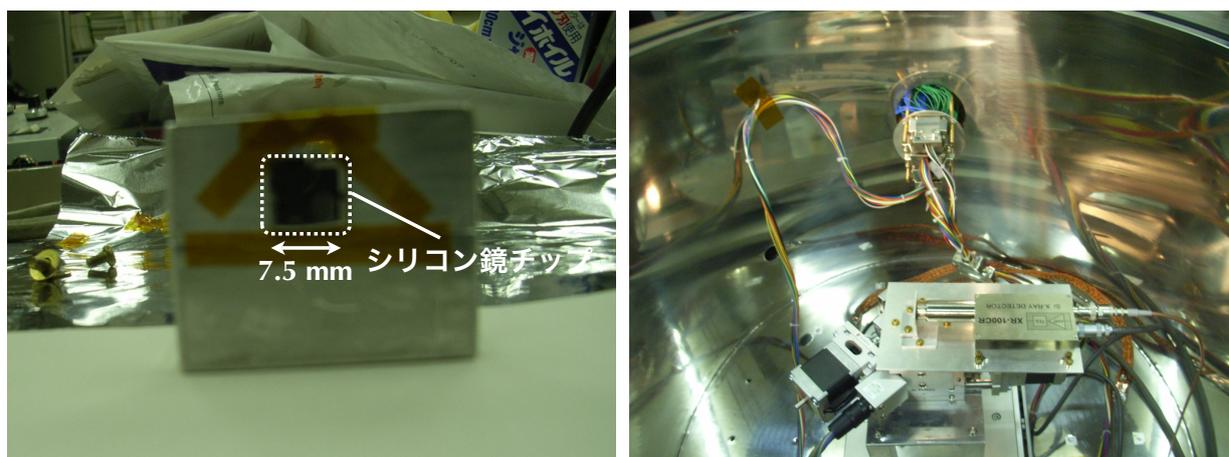


図 4.37: 左図: 治具にカプトンテープで固定されているシリコン鏡チップ。右図: 検出器チャンバー内の写真。検出器は PIN 型シリコン半導体検出器 XR-100CR。

4.3.3 Al $K\alpha$ (1.49 keV) のライン確認

まずはターゲットとして Al をセットし、蛍光 X 線のスペクトルのライン確認を行った。結果は以下のように、予想通りの蛍光輝線によるライン成分と制動放射による連続成分を確認した。ピークチャンネルは ~ 590 ch であり、Al $K\alpha$ をガウシアンフィットした時の 1σ は ~ 80 ch となった。この範囲にある

表 4.7: 3 軸ステージの対応表。

X-stage	1 ch \leftrightarrow 1 μ m
θ -stage	500 ch \leftrightarrow 1 $^\circ$
ϕ -stage	1000 ch \leftrightarrow 0.48 $^\circ$

ものは Al K α 成分がほとんどであると考えられる。

- Al K α + continuum (bremss)

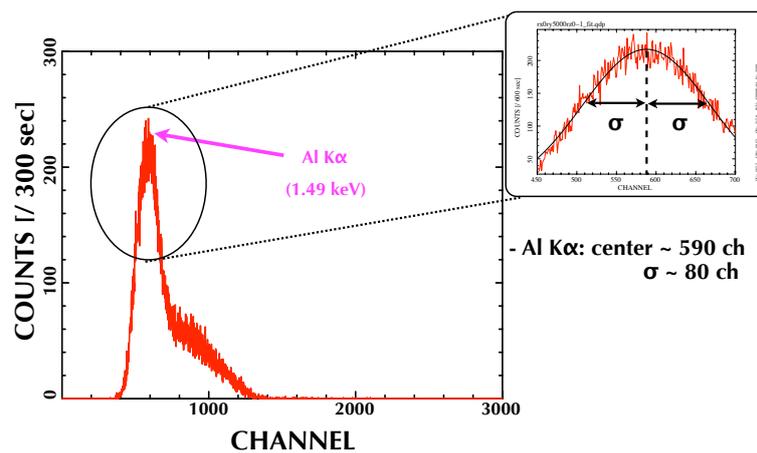


図 4.38: generator から取得されたスペクトル。

4.3.4 ^{55}Fe 線源によるエネルギー較正

エネルギー較正で用いるバンドが比例計数管 (Proportional Counter: PC) におさまるように、PC のゲインを調整し、Al K α (1.49 keV)、Mn K α (5.9 keV)、Mn K β (6.5 keV) を用いてエネルギー較正を行う。 ^{55}Fe 線源で得られたスペクトルを図 5.2 に載せる。ここでは各ラインのピーク付近をガウシアンフィットし、Al 同様にピークチャンネルや分散値を算出した。Al K α 、Mn K α 、Mn K β のピークチャンネルを直線でフィットした結果も図 4.39 に載せる。各点が <10 ch の精度で線形性が確認できる。これは十分に 1 σ 内におさまっている。

$$y [\text{ch}] = (285 \pm 2.5)x [\text{keV}] + (163 \pm 13)$$

この式から 1 σ ~ 80 ch ~ 280 eV となることが分かる。

4.3.5 X 線の光軸合わせ

正確な反射プロファイルを求めるためには、X 線ビームと検出器、X 線ビームと鏡チップの反射面との中心だしをしなくてはならない。この節では入射 X 線の光軸合わせを行う。x, θ , ϕ の順に中心だしを行っ

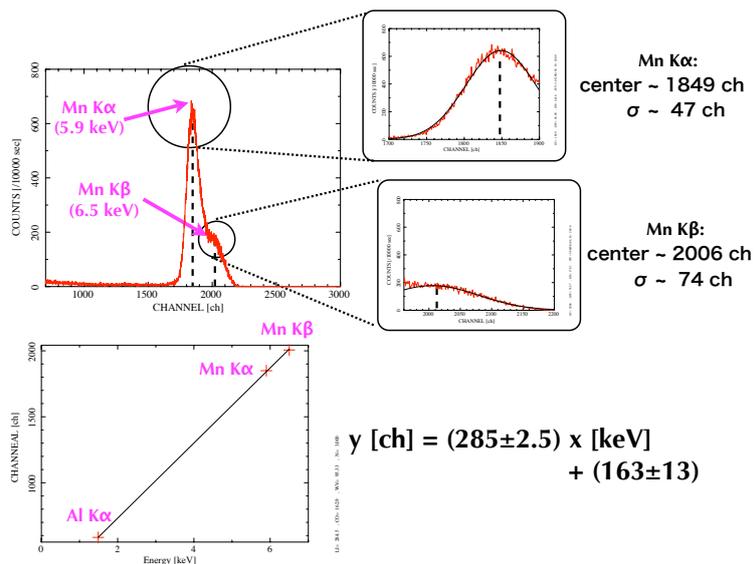


図 4.39: Al K α 1.49 keV, Mn K α 5.9 keV, Mn K β 6.5 keV を用いてエネルギー較正を行い、線形性を確認した。フィットはガウシアンで行い、ピーク値と分散値 (1σ) を算出した。

ていく。測定中に最も問題となってくるとされるビーム強度の変動については、各測定において基準点をあらかじめ決めておき、一定間隔で基準点に戻りスペクトルを取得しておく。これを行うことで、基準点でのカウント数の変動がビーム強度の変動と考えることができるため、時間変動を加味した補正が可能である。始めに X 線ビームと検出器の光軸合わせを行うため x 方向をスキャンしていく。検出器の中心付近以外は粗く 1 mm 間隔でスキャンし、中心付近は 0.25 mm 間隔でスキャンを行っていった。結果は以下の図 4.40 に示す。中心は図中の「center」であり、決定精度は $\sim 0.1^\circ$ である。次に x 方向を得られた中心に動かし、X 線ビームと鏡チップの反射面を平行にするために θ , ϕ 方向の中心だしを行った。結果は 5.4 にあり、中心決定精度は各々 $\sim 0.1^\circ$ 程度である。 θ , ϕ 方向は各々 2° , 0.48° 間隔でスキャンしていった。これらは全て積分時間が 100 sec であり、スペクトルの 500-600 ch のカウントを x が、500-2000 ch のカウントを θ , ϕ スキャンに用いた。

4.3.6 本測定

3 軸を前節で行ってきた中心に動かし、いよいよ角度プロファイル取得のための本測定を行う。ここでの測定はより積分時間を長く 600 sec とし、中心付近ではより細かく 0.12° 間隔でスキャンを行っていく。測定では 6 点ずつ行い、最初と最後の点は基準点に戻り測定する。X 線ビーム強度の変動はこの基準点のカウントが線形に変動していると仮定し、時間変動を補正した。Al K α 1.49 keV はラインをガウシアンフィットしたさいの 1σ 範囲とし、その ch を積分し算出した。結果は図 4.42 に載せる。また比較のため図中に 2-4 keV の範囲を積分したものを同時にプロットしてある。実線は製作したシリコン鏡チップのスリット幅とウェハ厚から計算された X 線のダイレクト成分である。プロファイルは Al K α バンドではダイレクト成分の他に超過成分が確認できるが、2-4 keV バンドではほとんどこの超過成分は見えない。これは、シリコンでは K 吸収端のある ~ 1.8 keV を超えてしまうと、反射率が急激に下がってしまうため、2-4 keV の高エネルギーではほとんど反射成分は確認できない。今回の結果でもこのようなエネルギー依存性が見えた。この角度プロファイルは図 4.35 で予想されるものと一致していると考えられるため、この超過

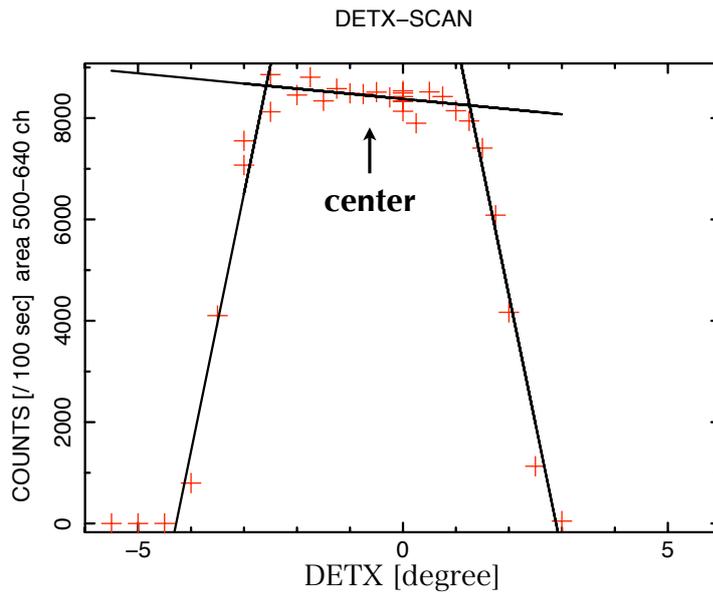


図 4.40: X 軸方向の光軸合わせ。

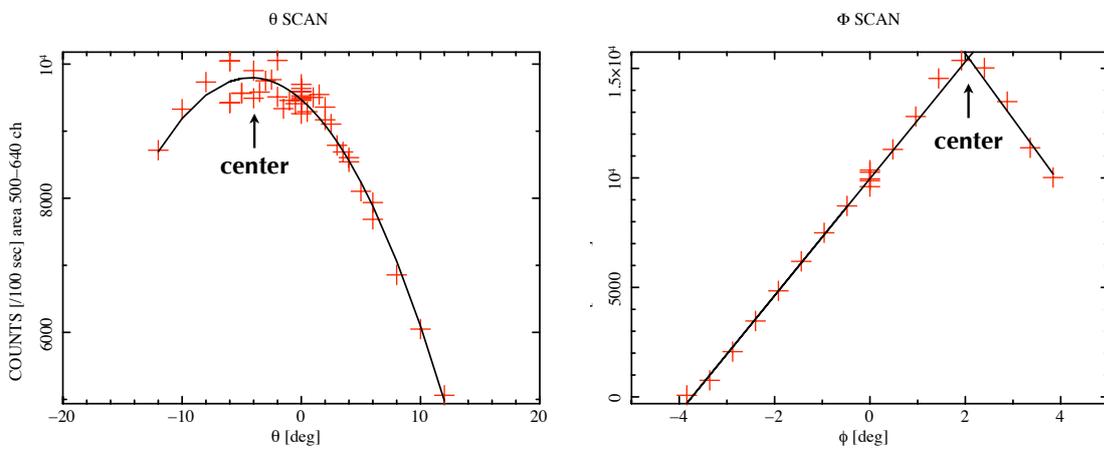


図 4.41: 左図: θ 方向の光軸合わせ。右図: ϕ 方向の光軸合わせ。

成分こそ反射成分であると考え。ここで評価される光学系の粗さは Al $K\alpha$ のコヒーレント長である $\sim 2 \mu\text{m}$ スケールでの粗さとなる。我々はこの手法での世界初の反射の実証に成功した。

4.3.7 モデルとの比較

X 線の反射率とシリコン鏡チップの反射面の表面粗さを定量的に見積もる。フリーパラメーターは表面粗さであり、理想的なプロファイルに表面粗さによる寄与として Debye-Waller 因子をかける。図 4.43 にあるようにプロファイルは表面粗さ $\sim 4 \text{ nm}$ のモデルプロファイルと似ている。

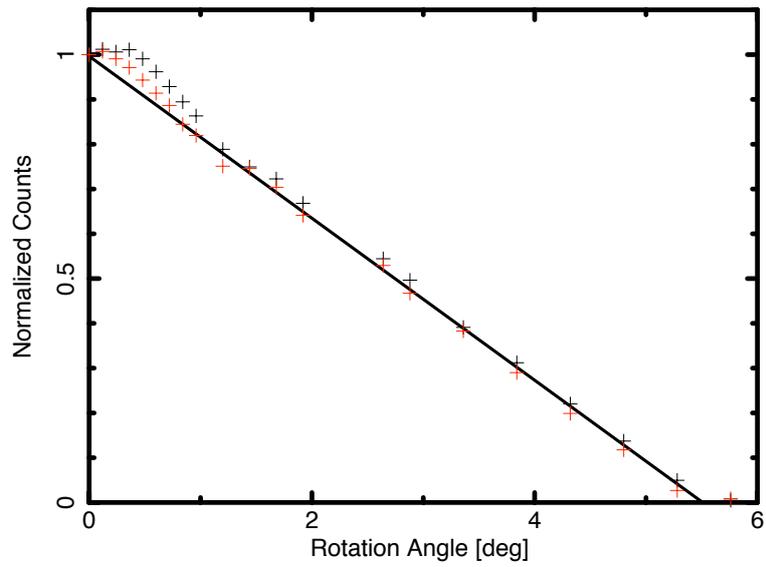


図 4.42: X線照射試験により得られた反射プロファイルとモデルとの比較 (赤: 2-4 keV, 白: Al $K\alpha$)

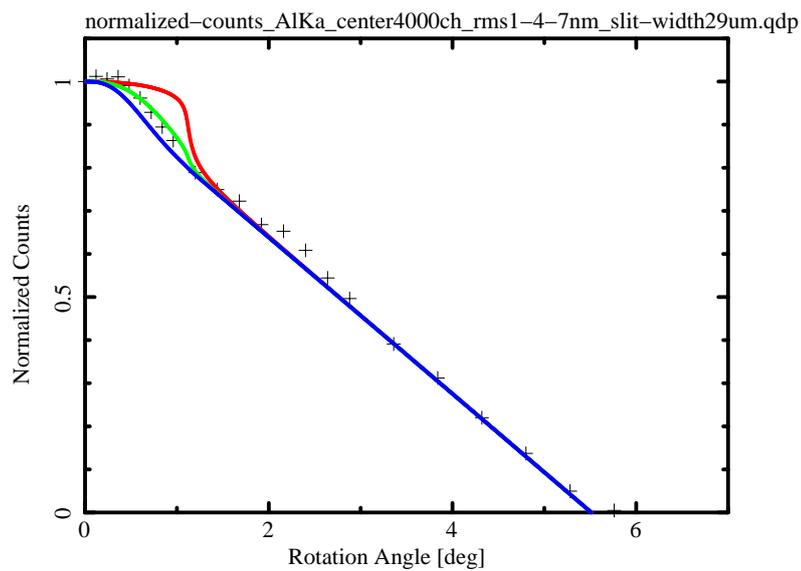


図 4.43: X線照射試験により得られた反射プロファイルとモデルとの比較 (表面粗さは、赤: 1 nm, 緑: 4 nm, 青: 7 nm)。

第 5 章

Ni 鏡チップの製作と X 線反射の実証

5.1 目的

製作された Ni サンプルに対し、首都大学東京のビームラインにて X 線照射試験を行った。ここでは LIGA サンプルの X 線照射の実証および反射プロファイルから X 線照射時の実効的な表面粗さ取得を目指す。

5.2 X 線反射測定実験

実験系や手順は水素アニールでの X 線反射測定とほとんど同じであり、実験場所は首都大学東京 宇宙実験研究室のビームラインを利用する。

5.2.1 入射 X 線に対する鏡チップの角度プロファイル

シリコン鏡チップと同様に、実験前の段階で予想される角度プロファイルを調べておく。図 5.1 にあるように、ニッケル鏡チップの表面粗さに大きく依存したプロファイルとなっている。しかしプロファイルはシリコンの場合と様子が変わり、高角度まで超過成分が確認できる。これはニッケルの K 吸収端が ~ 7.7 keV と高いエネルギーにあるため、Al $K\alpha$ 1.49 keV より高エネルギー領域においても反射するためである。

5.2.2 実験セットアップ

5.2.3 Al $K\alpha$ (1.49 keV) のライン確認

まずは水素アニール同様にラインの Al $K\alpha$ のラインを確認する。このスペクトルをガウシアンフィットし、ピークチャンネルが ~ 596 ch, 分散値が $1\sigma \sim 80$ ch であり、ほとんどシリコン鏡チップの実験時と同じであることも確認できた。

5.2.4 ^{55}Fe 線源によるエネルギー較正

シリコン鏡チップと同様に ^{55}Fe 線源を用いてエネルギー較正を行った。Al $K\alpha$, Mn $K\alpha$, Mn $K\beta$ のピークチャンネルを直線でフィットした結果も図 5.2 に載せる。各点が < 5 ch の精度で線形性が確認できる。これは十分に 1σ 内におさまっている。

$$y [\text{ch}] = (285 \pm 2.4)x [\text{keV}] + (166 \pm 12)$$

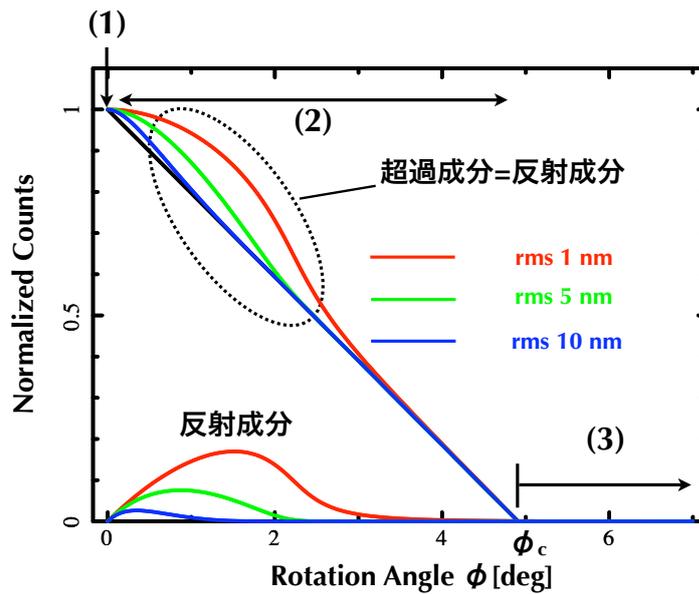


図 5.1: 図 4.34 の検出システムで予想される反射プロファイル。

この式から $1\sigma \sim 80 \text{ ch} \sim 280 \text{ eV}$ となることが分かる。

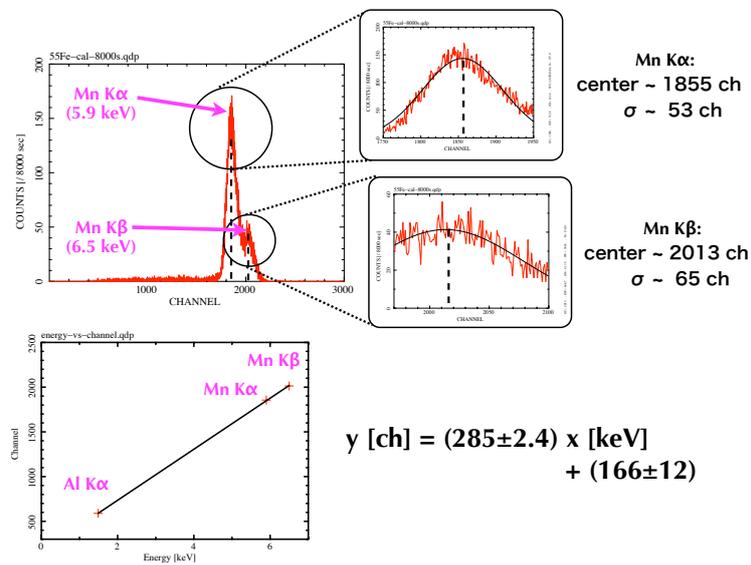


図 5.2: Al K α 1.49 keV, Mn K α 5.9 keV, Mn K β 6.5 keV を用いてエネルギー較正を行い、線形性を確認した。フィットはガウシアンで行い、ピーク値と分散値 (1σ) を算出した。

5.2.5 X 線の光軸合わせ

正確な反射プロファイルを求めるためには、X 線ビームと検出器、X 線ビームと鏡チップの反射面との中心だしをしなければならない。この節では入射 X 線の光軸合わせを行う。x, θ , ϕ の順に中心だしを行っていく。測定中に最も問題となってくるとされるビーム強度の変動については、各測定において基準点

をあらかじめ決めておき、一定間隔で基準点に戻りスペクトルを取得しておく。これを行うことで、基準点でのカウント数の変動がビーム強度の変動と考えることができるため、時間変動を加味した補正が可能である。始めに X 線ビームと検出器の光軸合わせを行うため x 方向をスキャンしていく。検出器の中心付近以外は粗く 1 mm 間隔でスキャンし、中心付近は 0.25 mm 間隔でスキャンを行っていった。結果は以下の図 5.3 に示す。中心は図中の「center」であり、決定精度は??である。次に x 方向を得られた中心に動かし、X 線ビームと鏡チップの反射面を平行にするために θ , ϕ 方向の中心だしを行った。結果は 5.4 にあり、中心決定精度は各々??程度である。 θ , ϕ 方向は各々 2° , 0.48° 間隔でスキャンしていった。これらは全て積分時間が 100 sec であり、スペクトルの 500-600 ch のカウントを x が、500-2000 ch のカウントを θ , ϕ スキャンに用いた。

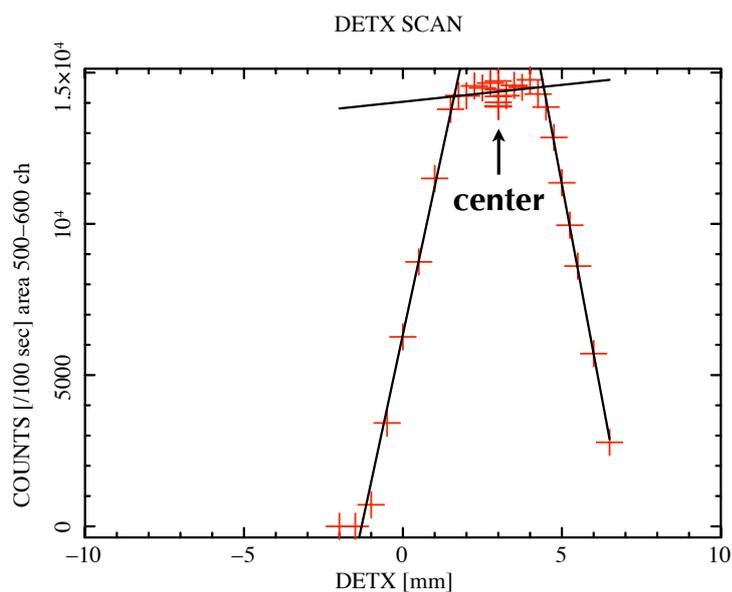


図 5.3: X 軸方向の光軸合わせ。

5.2.6 結果

各ステージを中心に動かし、いよいよ角度プロファイル取得のための本測定を行う。積分時間は 600 sec とし、中心付近ではより細かく 0.12° 間隔でスキャンを行っていく。得られたプロファイルを図 5.5 に載せる。シリコン鏡チップと同じように図中には Al $K\alpha$ に対し高エネルギー側である 2-4 keV の反射プロファイルもプロットしておく。実線は製作された LIGA 鏡チップの平均スリット幅とチップ厚から求められるダイレクト成分である。この実線に対してシリコン鏡チップと異なり、高いエネルギー側でも超過成分が確認できる。フィット結果としては rms ~ 4 nm となり、磁気流体研磨前の ~ 9 nm より改善していることが分かる。これはこの手法での世界初の X 線反射の実証である。

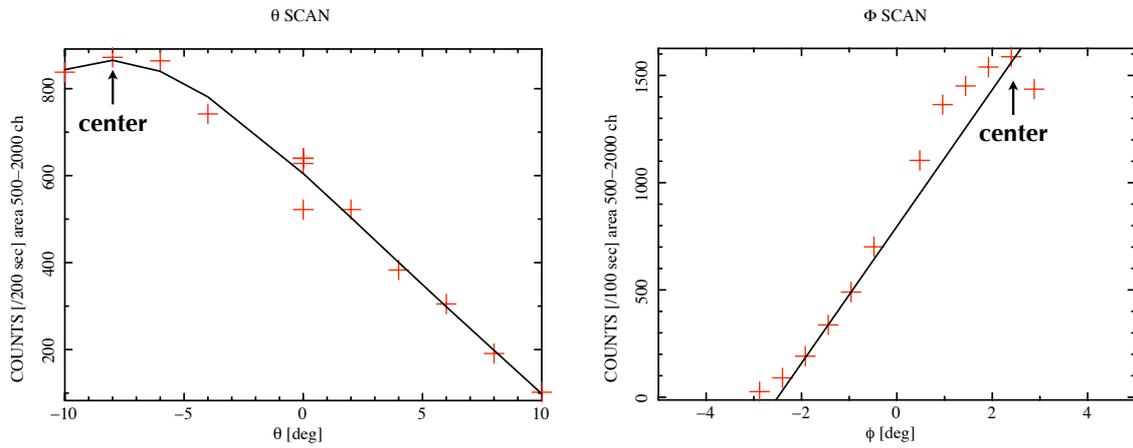


図 5.4: θ, ϕ 軸方向の光軸合わせ。

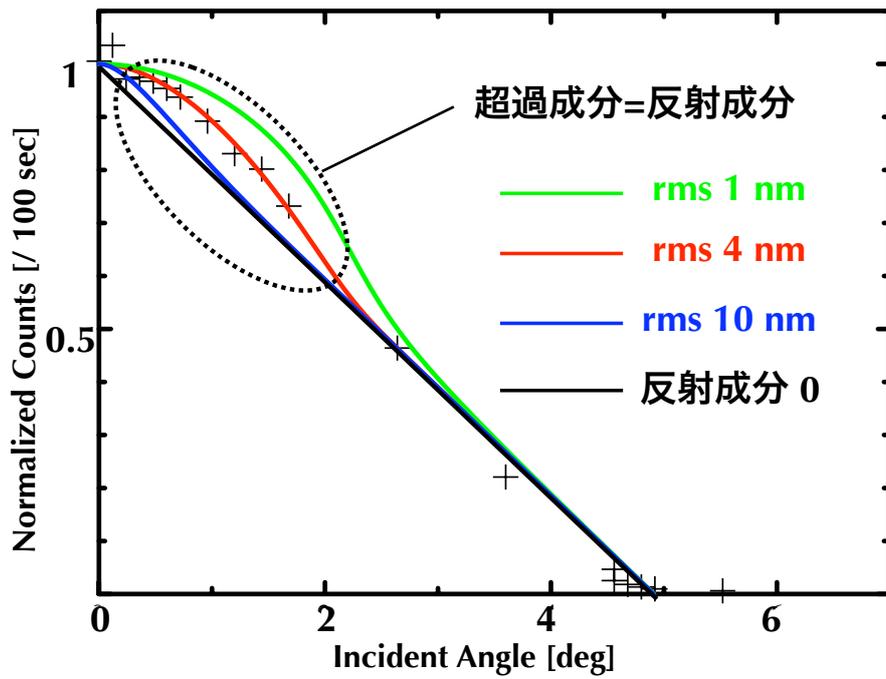


図 5.5: 磁性流体研磨後の X 線 LIGA 鏡チップの X 線照射試験で得られた角度プロファイルとモデルとの比較 (表面粗さは、緑: 1 nm, 赤: 4 nm, 青: 10 nm)。

第 6 章

光学系を目指した高温塑性変形

6.1 目的

鏡チップを用いた X 線反射実証と平行して、シリコン光学系製作のための高温塑性変形の条件出しを行う。我々が目指すのは曲率半径 1 m 以上の球面変形であり、変形量は微小である。また穴があいたウェハの高温変形も世界的には例がない。そこで以下ではまずベアシリコンを変形し形状精度を確かめる。そして次に穴があいたウェハを変形し、同様の精度が出るかを確かめる。変形は東北大学 金属材料研究所 中嶋研究室で行っていただいた。

6.2 光学系ウェハの高温塑性変形と評価

6.2.1 ベアシリコンの高温塑性変形とその評価

ベアシリコンの高温塑性変形を行っていただき、変形後のウェハの変形精度を評価するため、レーザー干渉計を用いた三次元形状測定を行った。測定した試料は高温塑性変形後の Si(111) t300 μm (図 6.1 参照)であり、光学系顕微鏡により変形後のウェハには図 6.2 にあるようにウェハ端にすべり線もしくはすべり帯、ウェハ中心部に斑点のようなものを確認した。ウェハ中心部に見られる斑点についてだが、これらは高温でのプロセス中に、何かが付着したと考えられるが、具体的な付着物は分かっていない。また、フッ酸処理も行ってみたが、処理前後で変化は見られなかったことから、酸化物でないことが分かっている。

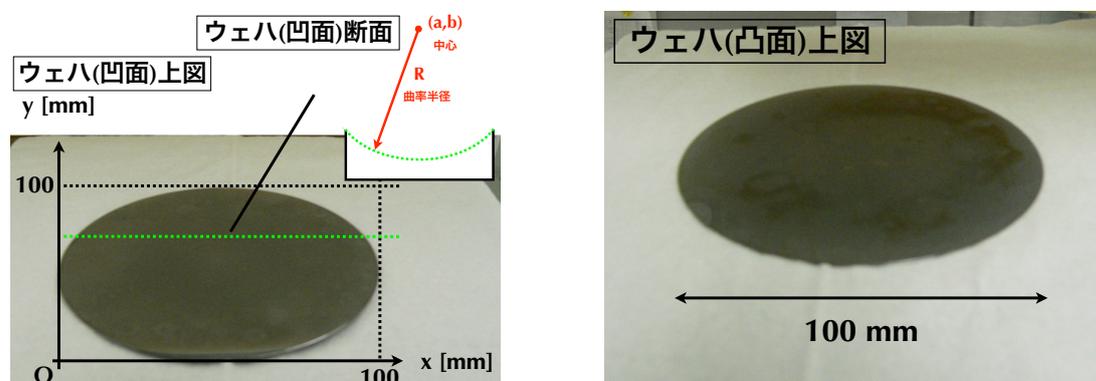


図 6.1: 高温塑性変形後の Si(111) t300 μm ウェハ。左図: 変形後のウェハの凹面側の写真と解析のためのフィッティングパラメータおよび座標系の定義。右図: 変形後のウェハの凸面側の写真。

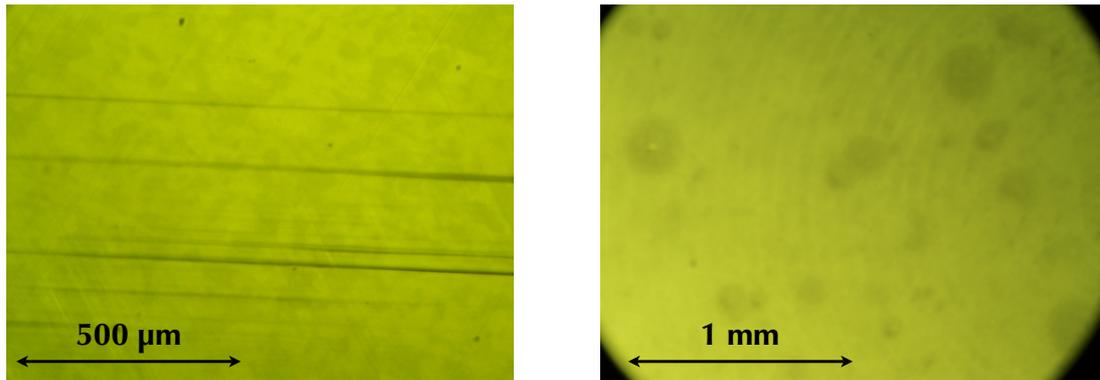


図 6.2: 高温塑性変形後の Si(111) t300 μm ウェハ (左: ウェハ端、右: ウェハ中心部)

次に、変形精度を評価するために、三次元形状測定器 NH-3 で測定した結果を図 6.3 に載せる。色が中心対称、球対称に分布していることから予想通りの球面形状に変形されていることが分かる。また、端部のスクラッチ傷も確認でき、中心と端の z 軸の値の違いは 1.20 mm となり、設計値の 1.25 mm と 0.05 mm のズレとなっている。

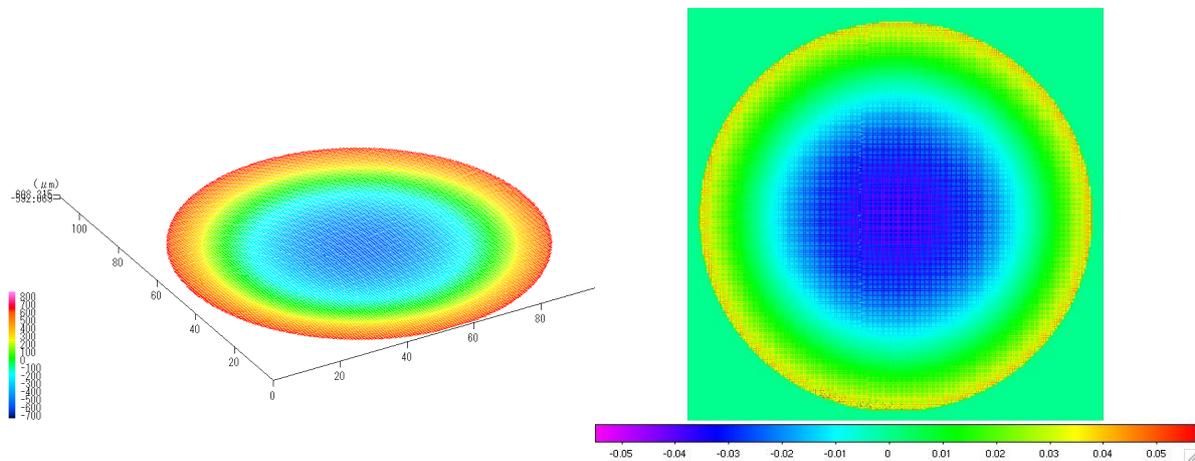


図 6.3: 高温塑性後のペアシリコンの三次元形状測定装置 NH-3 でのイメージ。

より詳しく調べるために、図 6.1 で定義した x 方向 ($x=10, 30, 50, 70, 90$) と y 方向 ($y=10, 30, 50, 70, 90$) の断面プロファイルを見たのが図 6.4 である。図から、中心の $(x, y)=(50, 50)$ に近づくほど変形量は大きく、定性的に球面変形が正しく行われていることが確認できる。さらに中心を通る場所でのプロファイルを理想的な球面プロファイルでフィッティングした結果が図 6.5 である。 x 方向の曲率半径は 1044.9 ± 0.9 mm, y 方向の曲率は 1039.6 ± 1.5 mm と求まり、有意に設計値より大きい。中心がややずれていたとしても、半径は小さくなるはずであるため、やはりやや大きな曲率を持って曲げられたと考えられる。

曲率半径がデザインとずれた原因は、変形治具の形状精度およびプロセス中もしくは後の反りかえりなどが考えられる。そこで次に変形した治具の形状測定を行う。なお、曲率半径は異なっているが、ウェハは円の曲線と非常に良く一致しており、もし仮に治具による原因であるとする、変形自体は高精度と考

えられる。なお MEMS X 線光学系では曲率半径は焦点距離 (曲率半径/2) を決める。今回の半径のずれは一回反射の場合、焦点距離 50 cm に対し 2 cm のずれを意味する。これは実際には、検出器位置を調整することで対応可能と考えられる。

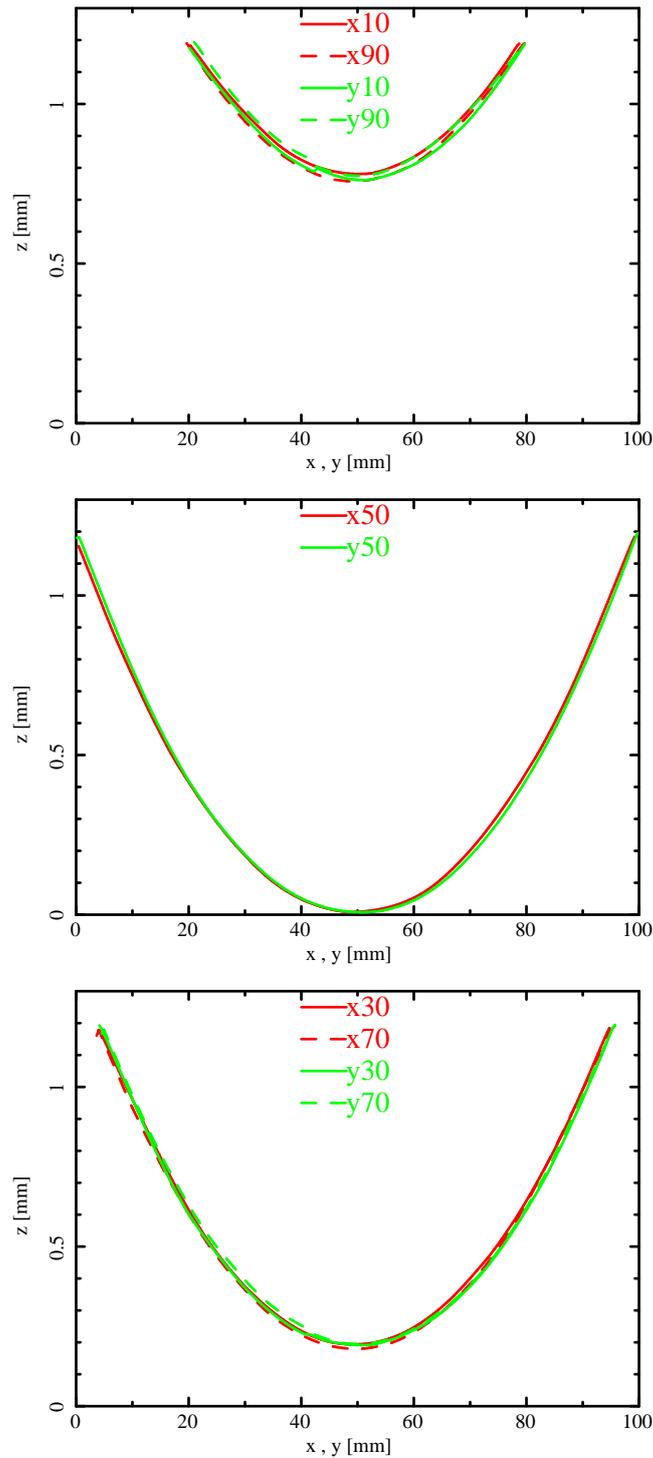


図 6.4: 図 6.1 で定義した x 方向 ($x=10, 30, 50, 70, 90$ mm) と y 方向 ($y=10, 30, 50, 70, 90$ mm) の断面プロファイル。上から $x=10, 90$ mm 及び $y=10, 90$ mm, $x=50$ mm および $y=50$ mm, $x=30, 70$ mm, $y=30, 70$ mm の結果。

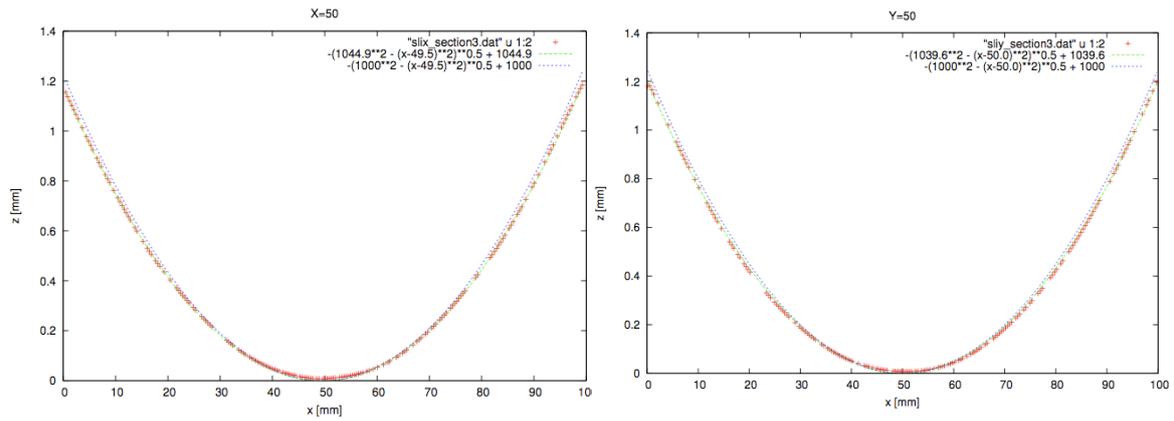


図 6.5: 赤: 変形中心と思われる $x=50$ mm(左), $y=50$ mm(右) における断面プロファイル。青: デザイン通りの曲率半径 1000 mm をもつ理想球面のプロット。緑: 得られた断面プロファイルを円関数でフィッティングした結果。

6.2.2 変形治具の形状評価

曲面形状に変形していただいたウェハの曲率は設計値より有意に大きな値 (中心付近 ~ 1040 mm, デザイン値 1000 mm) となった。この原因として変形した治具の形状精度が考えられるため、ウェハ同様の形状測定を変形治具に対しても行った。

測定した治具は図 6.6 のような凸型および凹型の二つのである。凸型治具の端には焦げ跡のようなものが見えたが、両治具には熱変形後のシリコンに見られたすべり線とすべり帯、およびウェハ全体に広がる汚れに相当するようなものは見られなかった。また両治具には加工の時に付いたであろう旋盤傷がついている。また前節同様、レーザー顕微鏡 NH-3 で測定した 3 次元形状を図 6.7 に示す。両治具とも中心対照であることから設計通りの球面状の形が確認できる。

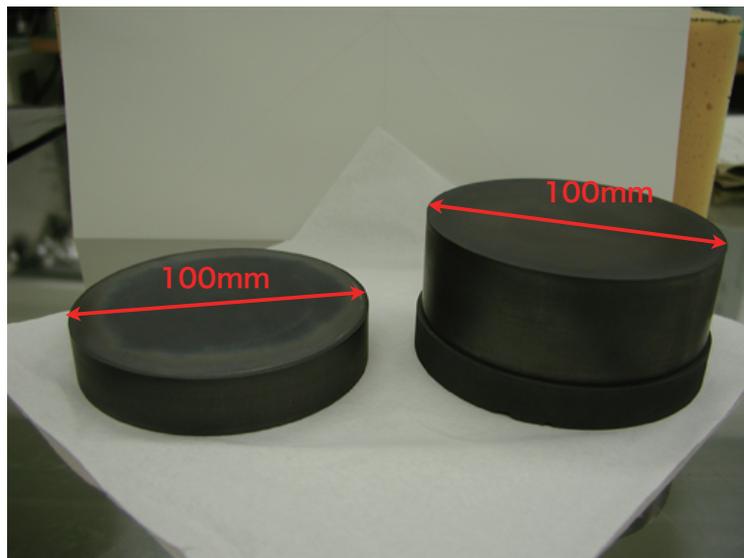


図 6.6: カーボングラファイト製変形治具の写真 (左: 凸型、右: 凹型)。

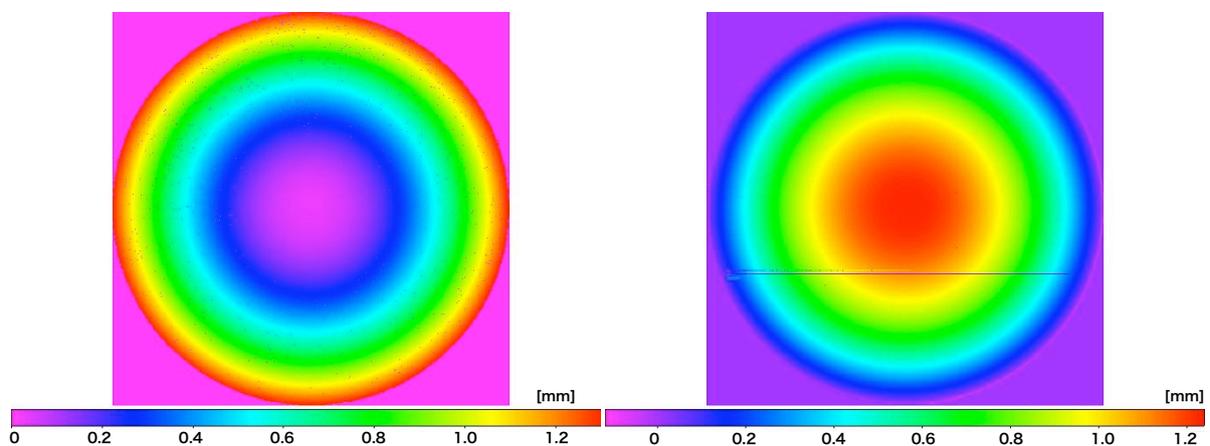


図 6.7: 左図は凹型、右は凸型治具の NH3 イメージ。黒の点や右図に見える直線は、フォーカスが合わず、データ点の取得に失敗した箇所。

より詳しく評価するため、今回はいくつかのフィット領域に分け、各々曲率半径を求める。フィット方法とフィット領域の定義は図 6.8 にある通り、NH-3 での三次元イメージから断面プロファイルを取り、中心を固定し、円フィットを行った。測定領域は x 方向 (x=10, 30, 50, 70, 90)、y 方向 (y=10, 30, 50, 70, 90) に対し、全体フィット、左端フィット、右端フィット、中心フィットの四つである。表 6.1 にはこれに対する熱変形後のシリコンウェハの結果が載っており、表 6.2、表 6.3 は各々凹型、凸型治具の結果である。

その結果、凹型治具は設計値 1000 mm から曲率半径が小さい方にずれ、凸型治具は大きい方にずれていることが分かる。また、これらの治具により変形されたウェハは大きい方にずれ、すなわち凸型治具と同じ方にずれていることになる。さらには x、y 方向や端と中心による曲率半径の違いが小さいため (<1 mm)、両治具の精度の高さも確認できる。

結果として、凹型治具は小さい方 (~990 mm) に、凸型治具は大きい方 (~1028 mm) に曲率半径が両治具とも設計値の 1000 mm からずれていた。またこれらの治具を用いて変形されたウェハに関しては、曲率半径が大きい方 (~1041 mm) にずれ、凸型の治具、すなわち上側治具と同じ方にずれている結果となった。

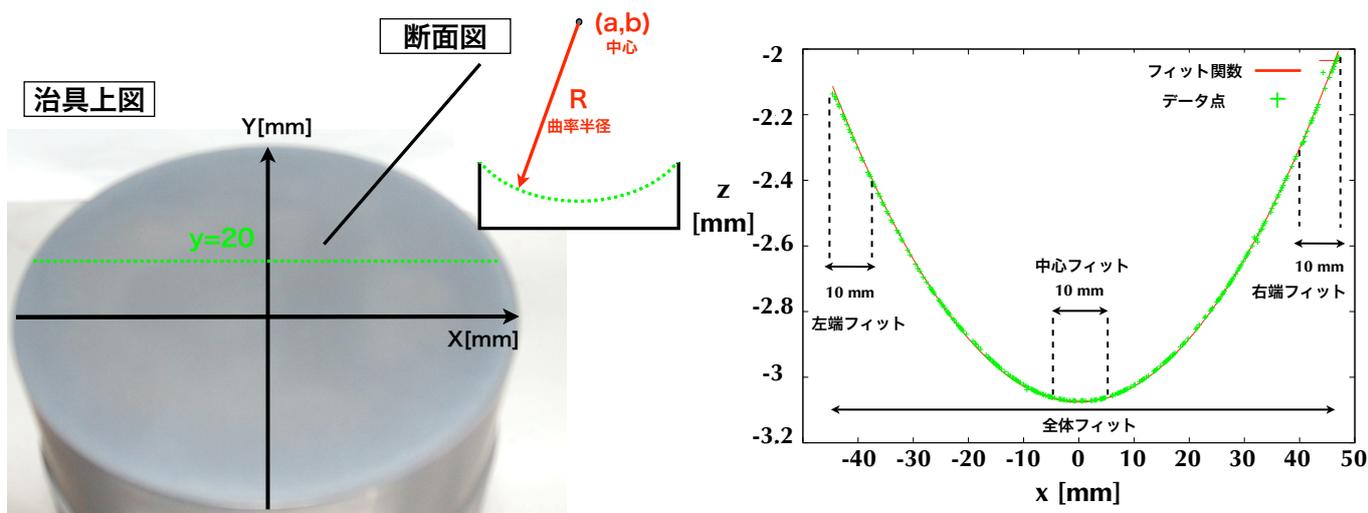


図 6.8: 左図：治具のフィット方法について。NH-3 の測定から断面図を取り、その形状を円フィット。右図：フィット領域の定義。ここでは x=0 のフィット例を挙げる。全体フィットは全データを用いてのフィットであり、左端フィットは左端から 10 mm、右端フィットは右端から 10 mm までのデータのみ、中心フィットは中心から ±5 mm のデータ点のみを用いてフィットしている。

表 6.1 : 熱変形後のウェハの曲率半径。単位は全て [mm]。

小数点四桁目を四捨五入した上で、誤差はほぼ一律に 0.001 mm。但しこの場合誤差は 1σ での値。

	全体フィット	左端フィット	右端フィット	中心フィット
x=-40	1041.517	1041.516	1041.518	1041.520
x=20	1042.103	1042.092	1042.097	1042.107
x=0	1042.298	1042.297	1042.295	1042.292
x=20	1042.115	1042.112	1042.110	1042.120
x=40	1041.538	1041.536	1041.534	1041.542
y=-40	1041.539	1041.543	1041.535	1041.537
y=-20	1042.114	1042.109	1042.105	1042.109
y=0	1042.301	1042.294	1042.293	1042.293
y=20	1042.103	1042.096	1042.096	1042.105
y=40	1041.514	1041.507	1041.515	1041.524

表 6.2 : 凹型治具の曲率半径。単位は全て [mm]。

小数点四桁目を四捨五入した上で、誤差はほぼ一律に 0.001 mm。但しこの場合誤差は 1σ での値。

	全体フィット	左端フィット	右端フィット	中心フィット
x=-40	990.282	990.281	990.281	990.281
x=-20	990.883	990.883	990.883	990.882
x=0	991.081	991.083	991.082	991.074
x=20	990.872	990.875	990.872	990.871
x=40	990.259	990.260	990.256	990.260
y=-40	990.276	990.273	990.275	990.278
y=-20	990.877	990.877	990.877	990.879
y=0	991.078	990.077	991.075	990.074
y=20	990.877	990.875	990.873	990.880
y=40	990.273	990.270	990.270	990.275

表 6.3 : 凸型治具の曲率半径。単位は全て [mm]。

小数点四桁目を四捨五入した上で、誤差はほぼ一律に 0.001 mm。但しこの場合誤差は 1σ での値。

	全体フィット	左端フィット	右端フィット	中心フィット
x=-40	1028.366	1028.368	1028.363	1028.368
x=20	1028.951	1028.944	1028.948	1028.951
x=0	1029.144	1029.135	1029.147	1029.136
x=20	1028.952	1028.943	1028.952	1028.952
x=40	1028.360	1028.360	1028.362	1028.360
y=-40	1028.358	1028.361	1028.357	1028.359
y=-20	1028.950	1028.953	1028.942	1028.948
y=0	1029.144	1029.148	1029.134	1029.137
y=20	1028.953	1028.950	1028.943	1028.955
y=40	1028.369	1028.365	1028.368	1028.372

6.2.3 D-RIE プロセス後のウェハの高温塑性変形とその評価

本節では、D-RIE(mirror01 レシピ,70 min) を行い、その後高温塑性変形プロセスを行って頂いた 4 インチ Si(100) t300 μm ウェハ (DMD#42) の形状精度を調べることを目的とする。評価はこれまで同様レーザー干渉計を用いた三次元形状測定 (NH-3) にて行った。

測定は図 1 のような設定曲率半径 1000 mm で高温塑性変形された DMD#42 Si(100) t300 μm ウェハに対し、超音波洗浄およびフッ酸処理後に行った。治具・加工条件を変えたため、DMD#41 に比べ、DMD#42 の表面はかなりきれいになっている。図 6.9 にあるように、表、裏共に設計値のスリット幅 30 μm より大きくずれているのは D-RIE が原因である。高温塑性変形の前後ではスリット形状、幅に変化はないと思われる。

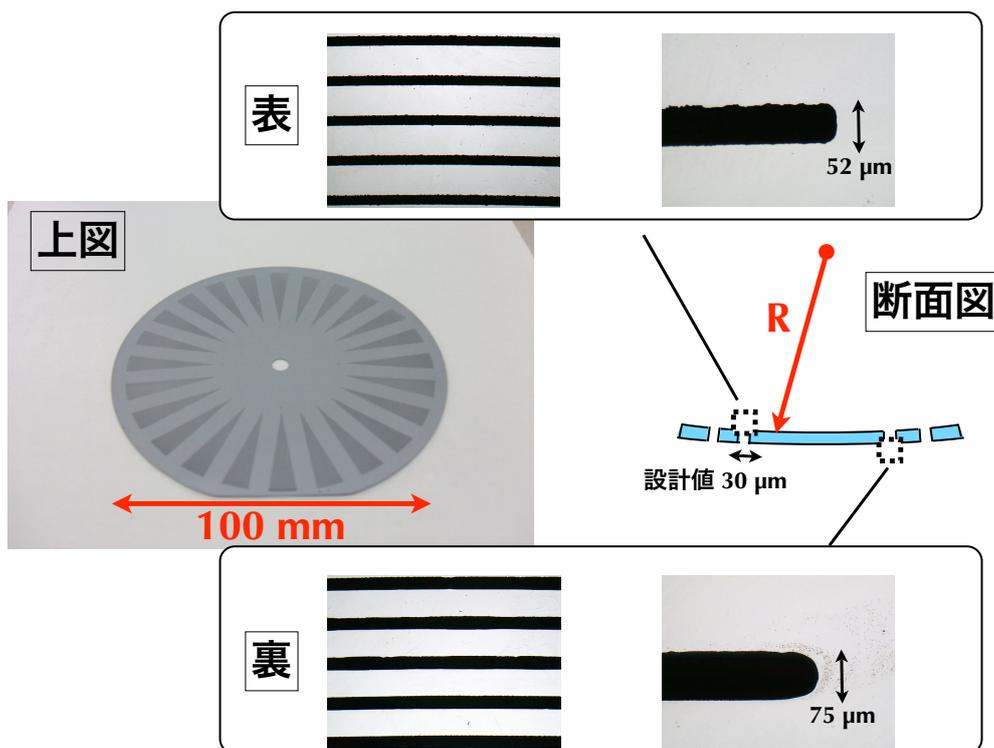


図 6.9: 高温塑性変形された 4 インチ Si(100) t300 μm ウェハ。

次にレーザー干渉計 NH-3 で測定した三次元形状を図 6.10 に示す。ベアシリコンウェハの変形と同様、色が球対称に分布していることから精度の高い球面変形が行われていることが確認できる。また、D-RIE によるスリットも確認できるが、段差によるフォーカスエラーや、NH-3 での測定ピッチが 200 μm と大きい (スリット幅 30 μm , スリットピッチ 200 μm)、設計通りの同心円状には見えていない。PV(Peak to Valley: z 軸の高さの最低点-最高点の高低差) は設計値の 1.25 mm とコンシステントな結果となっている。但し、フォトリソの際のマスクの中心出しがうまくできていないため、変形中心とパターン中心 (中心付近にある穴) が若干異なっている。

中心出しとしては、図 6.11 においてまず x 方向の断面をフィッティングし最下点を出し、この最下点を通る y 方向の断面に同様にフィッティングを行い最下点を求めることで決定した。測定ピッチは前回の治

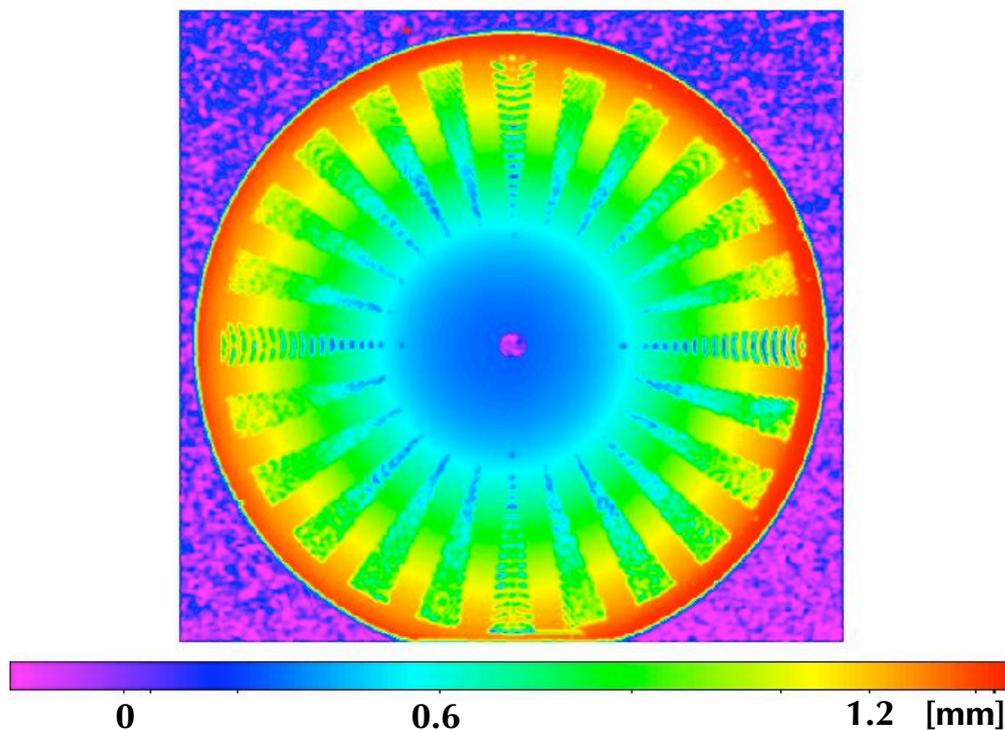


図 6.10: 高温塑性変形された 4 インチ Si(100) t300 μm 基板の NH-3 イメージ。

具測定と同様に 200 μm で行った。

治具測定のとくと同様にいくつかのフィット領域に分け、各々曲率半径を求めた。フィット方法とフィット領域の定義は図 6.11 にある通り、NH-3 での三次元イメージから断面プロファイルを取り、中心を固定し、円フィットを行った。測定領域は x 方向 ($x=-40, -20, 0, 20, 40$)、y 方向 ($y=-40, -20, 0, 20, 40$) に対し、全体フィット、左端フィット、右端フィット、中心フィットの四つである。但し、今回の測定においては図 6.12 にあるように、オリフラおよび D-RIE による段差があるため、生データは用いず、screening したものをを用いてフィットを行った。図 6.13 に各領域のフィッティングのグラフ、表 6.4 にこの結果を載せる。

その結果、高温塑性変形後のウェハは設計値 1000 mm から曲率半径が大きい方にずれているが、各領域および各場所においても曲率半径は ~ 1 mm 以内におさまっていることから高い精度で曲げられていることが確認できる。また、各領域の残差のグラフから端の方にいくにつれ円フィットからずれていくのが見える。

フィットで求めた曲率半径が大きい傾向にあるのはベアシリコンの変形時と同様である。すなわち治具自体の曲率が 1000 mm より大きい可能性が考えられる。変形精度は基板の中心付近ではおおむねフィット曲線から $< 10 \mu\text{m}$ のずれに収まっており、高い精度での変形ができていると考えられる。

今後の方針などについては、次章で述べる。

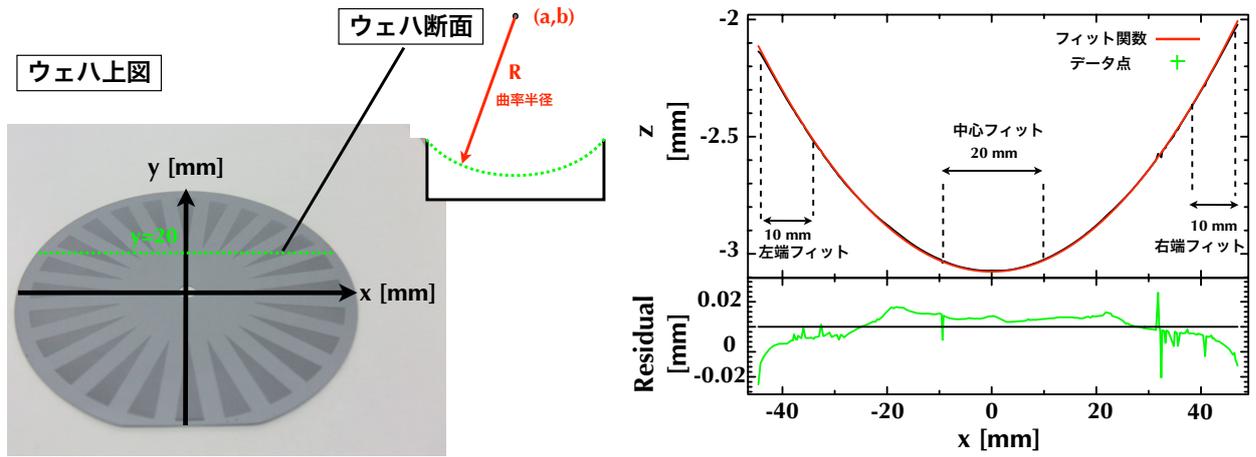


図 6.11: 左図はフィッティングパラメータおよび座標系の定義。右図はフィッティング領域の定義。但し、中心領域と穴の部分が重なっている中心フィットにおいては統計をかせぐため 20 mm の測定領域を用いた。下の図はデータとフィット関数との差分をプロットしたものである。

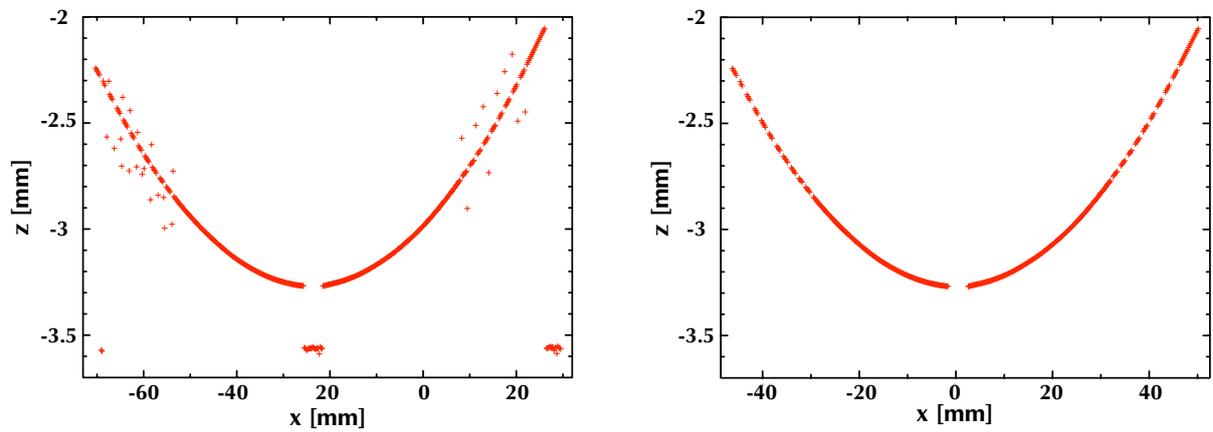
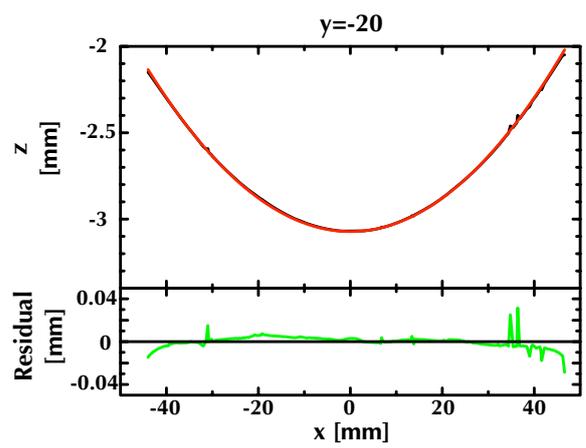
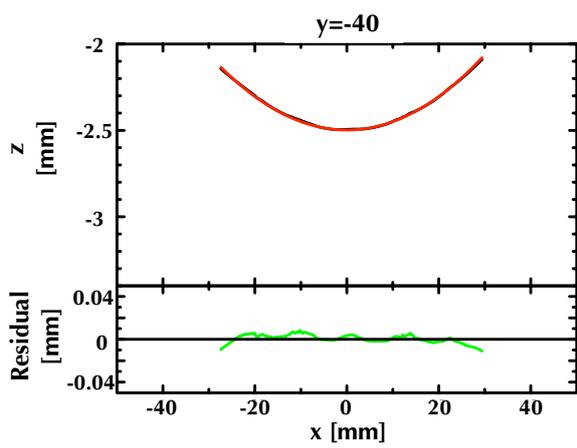
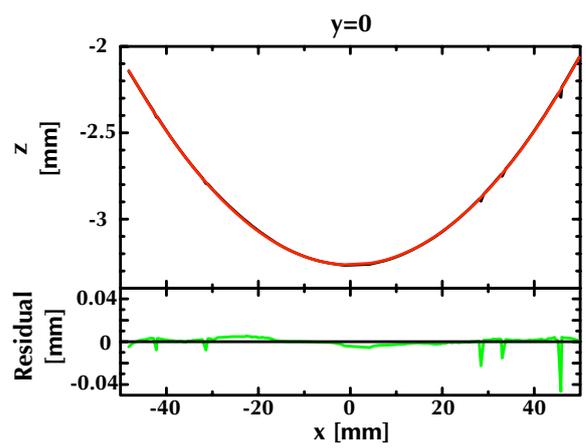
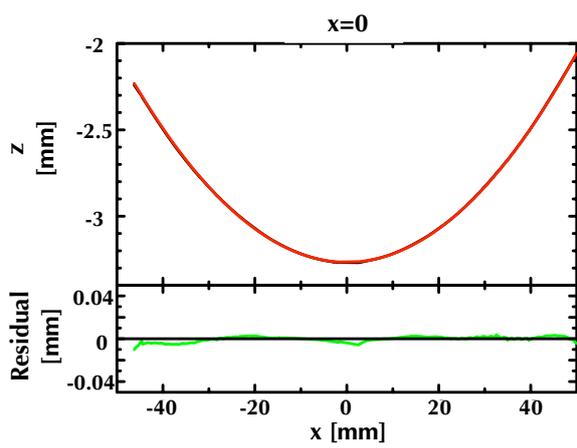
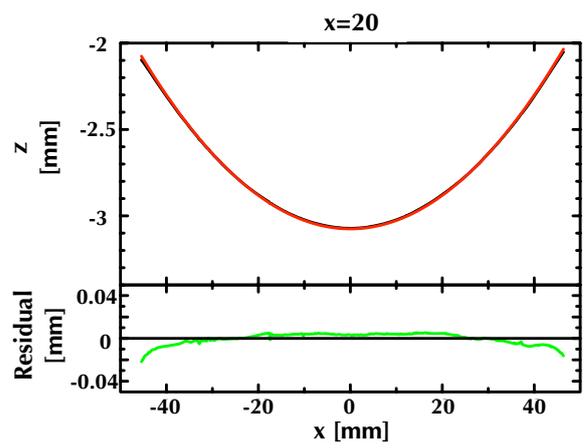
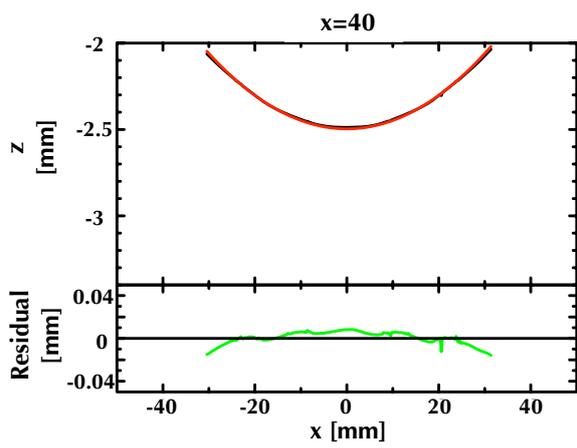
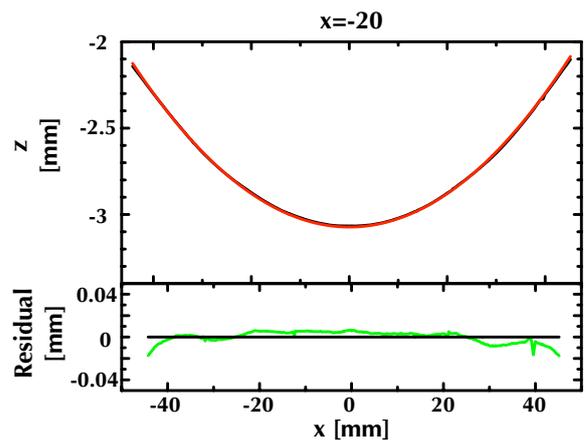
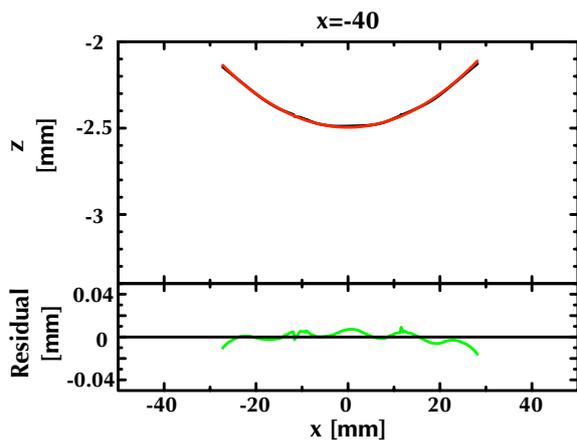


図 6.12: 左図は $x=0$ の断面の生データ。右図は左図を screening 後、中心出しの結果を踏まえ平行移動させたグラフ。



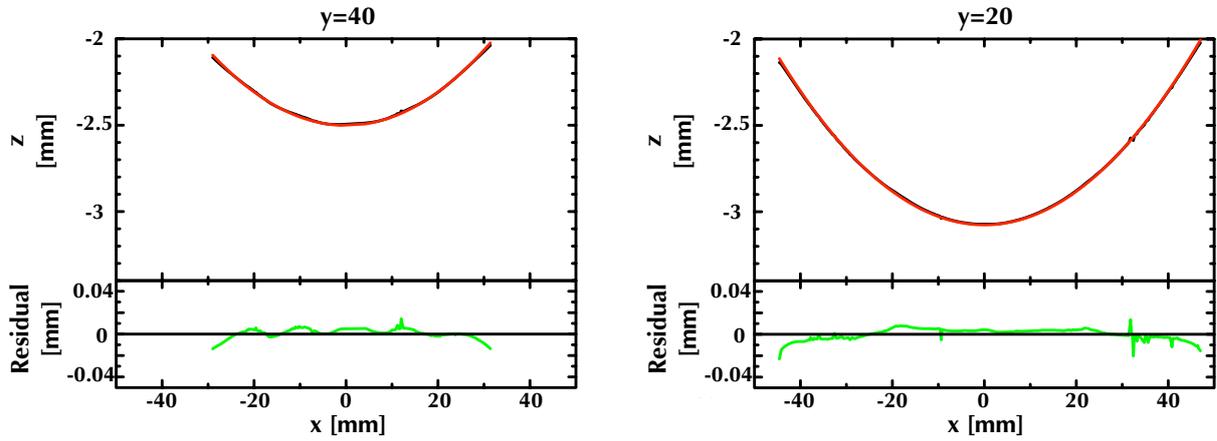


図 6.13: 各領域のフィッティング結果のグラフ。赤線がフィッティング関数、黒線がデータ、下の緑線はデータとフィッティング関数との残差をプロットしたもの。

表 6.4: 高温塑性変形後のウェハの曲率半径。単位は全て [mm]。小数点四桁目を四捨五入した上で、誤差は全て 0.01 mm 以下。但しこの場合誤差は 1σ での値。

	全体フィット	左端フィット	右端フィット	中心フィット
x=-40	1032.735	1032.736	1032.740	1032.731
x=-20	1033.312	1033.316	1033.320	1033.308
x=0	1033.506	1033.510	1033.505	1033.509
x=20	1033.315	1033.325	1033.322	1033.312
x=40	1033.736	1033.741	1033.741	1033.730
y=-40	1032.738	1032.737	1032.741	1032.737
y=-20	1033.312	1033.316	1033.317	1033.310
y=0	1033.504	1033.503	1033.504	1033.506
y=20	1033.316	1033.322	1033.320	1033.313
y=40	1032.741	1032.740	1032.743	1032.739

第7章

結論と展望

7.1 結果のまとめ

ここでは本修論の目的である、鏡チップを用いた各要素技術の組み合わせによるプロセスの評価、をまとめていく。現在我々が考えている新 MEMS X 線光学系は 3 つあり、

1. シリコンドライエッチング → 磁性流体研磨 → 高温塑性変形
2. シリコンドライエッチング → 水素アニール → 高温塑性変形
3. X 線 LIGA → 磁性流体研磨 → 弾性変形

となっている。本修論では最後の変形プロセスをのぞき、いくつかのプロセスについて X 線照射試験も含め評価を行ってきた。以下の表 7.1 に各プロセスに対する結果をまとめる。表において X 線評価となっていない表面粗さの値は AFM などの機械的に求めた値である。

1 のプロセスについては、研磨後の粗さが改善されていることが確認できる。磁性流体研磨で得られる最終的な表面粗さは研磨前の初期粗さに依存してくるため、D-RIE の粗さ改善次第では <10 nm もしくは LIGA 同様の粗さの達成が見込まれる。

2 のプロセスでも水素アニール後の表面粗さの改善が見られる。こちらは D-RIE 後の初期粗さに依らず、スモールスケールの粗さは改善できることも確認された。

3 のプロセスでも磁性流体研磨プロセスでの粗さ改善が見られる。

表 7.1: 本修論で評価したプロセスの結果。

	表面粗さ (平滑化前)	磁性流体研磨後	水素アニール後
1. シリコンドライエッチング	~30 nm	~10 nm	
2. シリコンドライエッチング	~30 nm		~4 nm (X 線評価)
3. X 線 LIGA	~10 nm	~4 nm (X 線評価)	

7.2 今後の展望

ここでは前節の各プロセスの結果に基づき、各要素技術ごとに今後の展望を述べていく。

7.2.1 シリコンドライエッチング

シリコンドライエッチングは、鏡チップに関しては引き続きテーパーと粗さ改善レシピの条件だしを行う。テーパー追求は現在の評価システムではこれ以上はできないため、UV 光を当てることにより集光像から直接評価するなど、評価方法の確立が課題となる。また、粗さについてはエッチングプロセス中に O_2 ガスの導入や熱酸化などの粗さ改善レシピの条件だしを行い、rms \sim 10 nm を目指す。これと同時に光学系の評価方法の確立、X 線照射による評価を行っていく予定である。

7.2.2 X 線 LIGA

X 線 LIGA は、鏡チップでの条件だしを続け、粗さの改善を目指す。現在の粗さの要因としては、PMMA の現像時に溶解していく速度が異なり、結果 PMMA に凸凹構造ができてしまうことや、マスク自体のもつ凸凹構造が PMMA、最終的には Ni 構造体にまで転写されてしまっている、などが考えられる。そこで、来年度から新しいマスクが導入されるため、こちらのマスクを用いながら、現像の際の攪拌方式を変えてみるなどを試しながら、rms \sim 5 nm を目指す。これと平行し、光学系製作方法を確立する。

7.2.3 磁性流体研磨

磁性流体研磨は、シリコン鏡チップ、LIGA 鏡チップの研磨の条件だしを引き続き行う。鏡チップも粗さが改善された時点でフロリダ大へ送付するようにし、最終的に rms1 nm を目指す。また、シリコン光学系、ニッケル光学系の研磨のためのセットアップの構築も同時に行っていく。

7.2.4 水素アニール

水素アニールは、引き続きシリコン鏡チップの粗さ改善の条件だしを続け、最終的に rms $<$ 1 nm を目指す。

7.2.5 高温塑性変形

高温塑性変形は、開口度が高くなっても同様の変形が可能か、LIGA 光学系の弾性変形などを試していく予定である。変形後の反射面がどのような形になっているのか、理想曲面からのズレがどの程度像の広がりを生むのか、などまだ評価方法が構築できていないため、X 線もしくは UV 光などを照射することで変形の条件だしにフィードバックをかけていけるようにしたい。

参考文献

- [1] G. W. Frazer, "Microchannel plate X-ray optics In: The next generation of X-Ray observatories," in *The Next Generation of X-Ray Observatories*, M. J. L. Turner and M. G. Watson, eds., Leicester X-Ray Astronomy Group special Report **XRA97/02**, p. 191. (1997).
- [2] M. Bavdaz, D. H. Lumb, A.J. Peacock, M. Beijersbergen, and S. Kraft, "Status of X-ray Optics Development for the XEUS Mission," in *Design and Microfabrication of Novel X-Ray Optics*, A. A. Snigirev and D. C. Mancini eds., Proc. SPIE **5488**, 829-836 (2004).
- [3] 満田和久, 江副祐一郎「X線集光装置」, 特許公開 2006-194758。
- [4] Y. Ezoe, M. Koshiishi, M. Mita, K. Mitsuda, A. Hoshino, Y. Ishisaki, Z. Yang, T. Takano, R. Maeda, "Micro pore X-ray optics using anisotropic wet etching of (110) silicon wafers," *Applied Optics* **45**, 8932-8938 (2006).
- [5] 東京大学 輿石修論 2007 年。
- [6] Y. Ezoe, M. Koshiishi, K. Mitsuda, "MEMS open the way to ultra light-weight and low-cost x-ray optics," SPIE Newsroom (2006).
- [7] 満田和久, 江副祐一郎, 中嶋一夫, 山口ひとみ「マイクロマシン技術を用いた高解像度 X線集光・結像系」, 特許出願、特 2008-256136
- [8] Y. Ezoe, I. Mitsuisi, U. Takagi, M. Ishida, K. Mitsuda, N.Y. Yamasaki, T. Shirata, T. Ohashi, K. Fujiwara, K. Morishita, K. Nakajima, S. Fujihira, Y. Kanamori, R.E. Riveros, H. Yamaguchi, F. Kato, S. Sugiyama, R. Maeda "Development of light-weight & high-resolution X-ray pore optics in Japan," International Workshop on Astronomical X-ray Optics, December 2008
- [9] 住友精密工業株式会社, ディープシリコンエッチング装置 MUC-21 マニュアル
- [10] 山口ひとみ, 進村武男, 佐藤隆史, 谷口彰, 外村卓也, 「磁気粘性流体を利用した精密加工技術の開発研究」, 精密工学会誌 **72**, 100, (2006)
- [11] <http://www.sanken.osaka-u.ac.jp/sudoh/trench.html>
- [12] K. Hitoshi, et al., *JVST A - Vacuum, Surfaces, and Films*, (2003)
- [13] K. Nakajima, et al., *Applied Physics Letters*, **85**, 24, (2004)
- [14] K. Nakajima, et al., *Journal of Electronic Materials*, **34**, 7, (2005)
- [15] <http://www.material.tohoku.ac.jp/kyodo/resume/pdf/2.pdf>

謝辞

本修士論文を執筆するにあたり、毎日遅くまでご協力をして下さった江副さん、出張先でもたくさんのアドバイスをいただいた山崎先生、ミーティングでいつも実験方針などをご教授して下さった満田先生、竹井さんにこの場をかりてお礼をさせていただきます。本当にありがとうございます。そして、大変ご迷惑をおかけ致しました。

また、執筆中に大変お世話になった首都大学東京 宇宙物理実験室の先生方、学生方にも本当に感謝しております。本当にありがとうございます。そして、大変ご迷惑をおかけ致しました。

気がつけば宇宙研に来てからもう二年の月日が流れます。そしてこの MEMS ミラーチームに入り一年半。陸上のことしか頭になかった当初の自分からは想像もできないような生活を現在は送っています。しかし、好きなことに全力で突っ走るというスタイルは変わっていないと思います。

長い長い自分の二年間の全てはこの修士論文にこめられていると思います。なぜなら一つ一つの実験にはスタッフの方々や先輩、後輩そして友人達とのエピソードがあるからです。夜通し実験を行った CR、通い慣れたパスタ屋、寝床となった 296 部屋、何度も乗った助手席、執筆中買い出しに行ってくれた方々、無駄話に付き合ってくれた方々。。今振り返ってもあつという間の楽しい時間でした。そして、書き終えた後もこうして楽しく謝辞が書けることを幸せに思います。

自分らしく荒削りな修士論文となっていると思いますが、決して自分一人では書くことはできませんでした。いつも笑顔で質問を聞いて下さる三田さん、ド根性の大切さを教えていただいた加藤さん、そのような機会をつくっていただいた杉山先生、いつもつたない英語を我慢して聞いてくれる Raul さん、学生時代のお話なども教えていただいた山口先生、大切なミーティングでの遅刻でご迷惑をおかけしてしまった中嶋先生や森下さん、エクスクラメーションマーク付きのメールで修論執筆中に応援していただいた金森先生、ドイツでの偶然の出会いからお世話になっている藤平さん。。共同研究者の方々のご助力あつての二年間でした。

最後に、お忙しいなかご質問に答えて下さったり、条件出しに勤しんで下さった共同研究者の方々はもちろん、少しでもこの修士論文の執筆に貴重なお時間を割いていただいた皆様に、感謝致します。

本当にありがとうございました。