

Title	高精度非球面スーパーミラーの作製と中性子集光デバイスへの応用
Author(s)	永野, 幹典
Citation	大阪大学, 2013, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/27535">https://hdl.handle.net/11094/27535</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	ながの 永野 幹典
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 26167 号
学位授与年月日	平成25年3月25日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科精密科学・応用物理学専攻
学位論文名	高精度非球面スーパーミラーの作製と中性子集光デバイスへの応用
論文審査委員	(主査) 准教授 山村 和也 (副査) 教授 遠藤 勝義 教授 山内 和人 教授 森田 瑞徳 教授 安武 潔 教授 桑原 裕司 教授 森川 良忠 教授 渡部 平司

## 論文内容の要旨

中性子は高い軽元素識別能、物質透過力を有し、また物質の磁気的性質の検出が可能という特異な性質をもった量子ビームである。現在、大強度陽子加速器施設J-PARCから得られる世界最高レベルのパルス強度の中性子ビームを用いた物性研究が注目されている。しかしながら、J-PARCで発生される中性子ビームを持ってしても非常に強度が弱い。測定時間の短縮、空間分解能の向上、S/N比の向上を目的として、非球面形状のスーパーミラーによる微小集光技術の開発が進められている。実用的な集光ミラーを作製しようとした場合、集光ミラーにはサブマイクロメートルレベルの形状精度、サブナノメートルレベルの表面粗さを有しながらも大面積かつ大きな曲率が必要となり、長期的なミラーの安定性、アライメントの容易さから、非球面形状に形状創成したミラー基板上にスーパーミラーを成膜する作り込み非球面スーパーミラーデバイスの開発が求められている。本研究では、作り込み非球面スーパーミラーデバイス作製プロセスの開発ならびに中性子集光デバイスへの応用をおこなった結果についてまとめている。以下に、本論文の構成について述べる。

第1章では、本研究の背景ならびに目的について述べた。第2章では、非接触無歪加工である数値制御ローカルウエットエッチング法による合成石英ガラス基板の形状創成技術について述べた。共沸濃度のフッ化水素酸をエッチャントとして用いることで、加工中のエッチングレートの変動を1%以下に抑えることに成功し、本手法により決定論的に形状創成が可能であることを示した。第3章では、中性子集光用非球面スーパーミラーを高精度かつ高能率に作製するため、精密研削、数値制御ローカルウエットエッチング、小径パッドを用いた低圧研磨によるミラー基板作製技術とイオンビームスパッタ成膜による多層膜成膜技術を組み合わせたプロセスの開発について述べた。本プロセスを用いることで、膜総数1200層のNiC/Ti多層膜を剥離することなく成膜し、長さ400 mmの楕円面スーパーミラーを形状誤差0.39  $\mu\text{m}$  p-v、表面粗さ0.2 nm rmsで作製することに成功した。作製したミラーの中性子集光性能を評価した結果、未集光時と比較してピーク強度で52倍の集光ゲイン、集光幅0.128 mmの微小集光を達成した。第4章では、大強度の中性子ビーム集光を実現するため多重ミラーデバイスの開発を検討した。ミラーの多重化においては、基板の厚さ部分における吸収損失を極力抑えるためミリメートル厚の楕円面ミラーを高精度に作製する必要がある。工具の位置制御によって形状創成をおこなう通常の機械加工では固定時の変形、加工圧力による変形、スプリングバック等によりミリメートル厚の基板をサブマイクロメートルレベルの形状精度で加工することは大変困難である。薄型基板に対して、加工圧力がかからない非接触無歪加工である数値制御ロー

カルウエットエッチング法を適用することで、厚さ1 mmの楕円面ミラー基板を形状誤差0.5  $\mu\text{m}$  p-v以下で作製することに成功した。4枚の1 mm厚さミラーを多重配置することで、小型大開口集光デバイスを実現した。第5章では、各ミラーデバイスの集光型小角散乱実験、位置分解型即発ガンマ線分析への適用を検討した。その結果、高いS/N比での測定、位置分解能の高精度化、中性子ビームによるマイクロメートルオーダーの構造解析の実現の可能性が示唆された。第6章では、本研究の総括をおこなった。

## 論文審査の結果の要旨

J-PARC(日)、SNS(米)、ISIS(英)に代表される大強度陽子加速器施設が建設され、それらで発生する大強度のバルス中性子ビームを用いた計測技術が注目を浴びている。主に用いられる中性子ビームの波長は1-10  $\text{\AA}$ で、X線と同様に散乱、回折現象を利用する。特に軽元素に対する高い識別能を利用して水素化合物や生体高分子の立体構造解析等の物性研究が精力的に行われている。しかしながら、中性子のビーム強度はSpring-8等の第3世代放射光施設におけるX線と比較して弱いために測定に多大な測定時間を要する。この問題を解決すべく、様々な中性子集光光学素子の開発が進められている。物質レンズや磁気レンズは単色化された冷中性子ビームの集光に対しては有効であるが、2  $\text{\AA}$ 以下の熱中性子の集光は難しく、また上記の施設で得られる中性子ビームを最大限利用するには白色パルスビームの集光が必要となるが色収差なく集光するのは困難である。そこで、色収差なく白色パルスビームを微小集光する光学素子として、非球面スーパーミラーが注目されている。そして、この非球面スーパーミラーにはサブマイクロメートルレベルの形状精度とサブナノメートルレベルの表面粗さが要求される。

本研究では、精密研削技術、非接触の化学的加工法である数値制御ローカルウエットエッチング(NC-LWE: Numerically Controlled Local Wet Etching)法による形状創成技術、ならびにイオンビームスパッタ成膜による多層膜形成技術を組み合わせた高能率かつ高精度な非球面スーパーミラー作製プロセスを開発し、本プロセスを用いて作製した作り込み非球面スーパーミラーを適用した中性子集光デバイスによるサブミリメートルレベルの微小集光技術の応用についてその成果をまとめている。本研究で得られた主な成果は次の通りである。

- エッチャントの供給・吸引を同時におこなう同軸2重パイプ構造の加工ノズルを開発し、LWEにおける石英ガラスの基礎加工特性について調査している。体積加工速度のエッチャント温度・濃度依存性について考察し、共沸濃度のフッ化水素酸(HF)をエッチャントとして用いることで、加工中の体積加工速度の変動を1%以下に抑えることに成功している。
- 作り込み非球面スーパーミラーの作製を目的として、精密研削、NC-LWE、小径パッドを用いた低圧研磨によるミラー基板作製技術とイオンビームスパッタ成膜による多層膜形成技術を組み合わせたミラー作製プロセスを開発している。その中で、スーパーミラー成膜時に発生するGPaレベルの膜応力による破碎剥離の原因がミラー基板に導入された加工変質層に由来することを明らかにしている。HF浸漬と低圧研磨による加工変質層除去後NC-LWEによるダメージフリー加工を適用することで、多層膜の剥離がなく、サブマイクロメートルレベルの形状精度とサブナノメートルレベルの表面粗さを有する非球面スーパーミラーの作製が可能であることを実証している。開発した作製プロセスを適用し、長さが400 mmの楕円面スーパーミラーを試作し、集光幅0.128 mm、集光ゲイン52倍という世界最高レベルの集光性能を達成している。
- ミリメートル厚さの楕円面ミラー基板を多重配置した小型大開口集光デバイスを開発している。LWEによる非接触ダメージフリー加工により、他の手法では加工が困難である厚さが1 mmの楕円面ミラー基板をサブマイクロメートルレベルの形状精度とサブナノメートルレベルの表面粗さで作製できることを実証している。また作製したミラーに必要なアライメント精度を算出し、要求精度を達成するためのミラー保持機構を設計・開発している。作製した多重集光デバイスの中性子集光性能を評価し、本集光デバイスが原子炉、パルス中性子源を問わず、世界中の中性子ビームラインへ導入可能であることを実証している。
- K-B配置による2次元集光デバイスの開発・評価をおこなっている。その結果、 $0.5 \times 0.5 \text{ mm}^2$ の集光径を達成し、作製した集光デバイスが高圧高温実験等の微小ビームを必要とするビームラインに非常に有効なキーデザイ

スであることを実証している。また作製した集光デバイスを用いて、即発 $\gamma$ 線分析、集光型小角散乱実験をおこない、中性子ビームを用いた各種計測技術における集光デバイスの有用性を示している。

以上のように、本論文は中性子集光デバイスを構成する非球面スーパーミラーの新しい作製プロセスを提案・開発し、各種中性子測定における集光デバイスの有用性を実証している。本研究で提案・開発されているミラー作製プロセスならびに集光デバイスは、長期的な安定性、アライメントの容易さからも、世界中の中性子ビームラインへの導入が可能であり、中性子科学、ひいては物性研究の飛躍的な発展において大きな役割を果たすことが期待される。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。