



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	金属基板を使用した高性能大型中性子集束スーパーミラーの開発
Author(s)	武田, 晋
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第12458号
Issue Date	2016-09-26
DOI	https://doi.org/10.14943/doctoral.k12458
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/63324
Type	doctoral thesis
File Information	Shin_Takeda.pdf



博士論文

金属基板を使用した

高性能大型中性子集束スーパーミラーの開発

**Development of high-performance
neutron focusing mirrors using metallic
substrates**

北海道大学大学院工学院 量子理工学専攻

武田 晋

要旨

中性子散乱は他の手法に比較し、同時に測定可能な運動量-エネルギー変化領域が広く、散乱断面積が小さく、電氣的に中性であるのにスピンを持っているという特性を持っているため、ユニークな研究手段となっており、特に磁性体の研究やソフトマターの研究には欠かせない。このため数は多くないが、大型・中型の研究用原子炉を用いた研究が続けられてきた。さらにこれを発展させるため、大強度陽子加速器を用いた中性子施設、イギリスの ISIS、アメリカの SNS、日本の J-PARC が運転中であり、さらに大規模なヨーロッパの ESS が建造中である。

これら大型の施設だけでは中性子を用いた研究の需要をまかなうことはできず、特にここ数年、小型の加速器を用いた中性子源に注目が集まっている。北海道大学の HUNS がその草分けであるが、インディアナ大学の LENS、清華大学の CPHS、理化学研究所の RANS といった施設が稼働し、さらに多くの施設が建設中、あるいは計画中である。

一般に中性子施設では、中性子ビームの輸送をするためのガイド管や集束光学素子などの組み合わせによる高分解能化、中性子利用効率の向上等の測定手法の高度化が進んでいる。しかし特に小型中性子源施設においては装置の小型化、高性能化がその施設・装置が実用性を決めるため、その必要性はより高い。そのような試みの一つが集束ミラーである。米国 ORNL の Ice や大阪大学の山村らは、ガラス基板を用い、これを曲げる、あるいは電解研磨によって楕円面形状を作成するなどして集束ミラーとし、中性子ビームの精密な集束に成功している。しかし、ガラス材料を使用した加工方法では曲率の大きな二次曲面の形成は不可能ではないにしろ、困難である。

これに対して金属材料は加工特性が良く、ガラスに比べて製作が格段に容易となる。さらに、支持機構との結合にも有利である。従来、金属材料が中性子スーパーミラーの基板として使用されなかったのは、結晶粒界により表面粗さを下げるのが困難と思われていたためである。しかし、金属基板に無電解 NiP メッキを処理し、アモルファスであるメッキ面を切削・研磨加工することでガラスと同程度の表面粗さが実現できる。また、幅広い波長の中性子を利用するためにはスーパーミラーを持つ集束ミラーが必須であるが、金属基板を用い、二次曲面にスーパーミラーを成膜した例はまだない。さらに、ミラー長さは数十 cm 以上の大型のものであることが望ましい。

そこで、中性子に対して高い臨界角を持つスーパーミラーを成膜した金属基板を用いた大型の集束ミラーを開発した。また、分割製作することでさらに大きなミラーを製作できるようになった。基板はアルミ合金に無電解 NiP メッキを施したものを使用し、高い形状精度と優れた表面粗さを同時に得るために超精密切削加工と精密機械研磨加工を組み合わせた加工法を用いた。自由度の高い二次曲面形状に対応するため、超精密切削加工ではシェーパー加工法を、研磨加工では小さな研磨ツールを使用した走査型の研磨方法を採用した。

第2章では平板形状の試験片を用いて本手法によって得られる表面粗さを検証した結果について述べた。試験片の表面粗さは 0.6 nm rms を達成し、中性子反射試験によって表面粗さに由来する散漫散乱強度が実用的なレベルまで低減されていることが分かった。さらに作製した試験片の表面にスーパーミラーを成膜し、中性子反射率測定によって無電解 NiP メッキの表面にスーパーミラーが問題なく成膜可能であることを確認した。

第3章では、回転楕円形状の小型の試験片を用いて本手法によって到達できる形状精度を検証した結果について述べた。最終的に理化学研究所の郭江博士によって仕上げられた試験片は表面粗さが約 0.2 nm rms であり、形状誤差は 0.5 μ m P-V であった。この試験片を使用した中性子集光実験の結果、 ϕ 1.0 mm FWHM の集光ビームが確認された。さらに、試験片へのスーパーミラーの成膜試験も行われ、中性子反射率測定の結果、曲率の大きな形状を持つ曲面の表面に問題なく成膜されていることが確認された。

第4章では、J-PARC の水平型反射率計 BL16 で小さな試料を用いる際のビーム強度損失を下げるための集束ミラーを製作したのでそれについて述べている。通常のスリット系を用いたのでは、試料が小さくなるほどビーム広がりを抑えるためにスリットが小さくなってしまい、ビーム強度損失が大きくなる。集束ミラーを導入することによって、その損失を減らすものである。

全長 550 mm のマルチセグメント型の大型の楕円面形状ミラーを 2 つの対称な形状のミラーセグメントに分割し、それぞれを超精密切削、研磨加工を行って完成させた。次に形状測定を行い、試験片全体の形状誤差は 4.6 μ m P-V、基板の表面粗さは約 0.3 nm rms と表面性状の非常に優れたものができている。京都大学原子炉実験所の日野准教授に依頼し、この試験片に Ni の 3 倍の臨界角を持つスーパーミラーの成膜をした。中性子を用いた測定で、臨界角付近で 60~80% の反射率を示すこと、ビームを半値幅で 0.4 mm まで集束できることが確認した。さらに実際にこれを J-PARC の試料水平型中性子反射率計に導入し、スリットを用いてビームをコリメートした場合に比べて、3.3 倍の計数率が得られることを確認した。

第5章では、小型集束型中性子小角散乱装置 (mfSANS) に用いるための回転楕円形状の集束ミラーを作成したのでそれについて述べている。集束ミラーを用いることにより、原理的には、全長 2.5 m ないし 5 m の mfSANS 型装置であっても、一桁大きな小角散乱装置と同等の運動量変化領域の測定が可能となる。このための集束ミラーとして 900 mm の長さを持つミラーを三分割した中央部分のミラーを作成した。回転楕円形状のミラーで、縦に 3 分割したミラーと分割なしの二つのケースについてミラーの作成を行った。最終的な試験片の表面粗さはどちらも約 0.3 nm rms であり、形状誤差もどちらも約 3 μ m P-V であった。両方の試験片を用いて集光実験を行った結果、どちらも ϕ 1.3 mm FWHM の集光ビームが確認され、分割しても集光性能に大きな支障はないことが証明された。

以上の結果から、本研究で開発した金属基板を用いた集束用中性子スーパーミラーは実用に耐えうるレベルの集光性能及び反射率を有していることが証明された。さらに反射率計において小さな試料を測定する際の計数効率を 3.3 倍に上げることに成功するとともに、mfSANS に用いるための十分な集束性能があることも実験的に示された。マルチセグメント化により、集光性能を落とすことなくさらに大型の集束ミラーを製作する事も可能であることも証明された。

目次

第1章	研究背景と目的	1
1.1	中性子スーパーミラーについて	
1.2	中性子反射率装置への集束光学系の導入による微小領域への照射時の利得	
1.3	中性子小角散乱（SANS）装置への集束光学系の導入による装置の小型化	
1.3.1	ピンホールを用いたビームコリメーション体系との比較	
1.3.2	従来ミラーの課題	
1.4	中性子装置に集束光学系を導入した先行研究	
1.4.1	集束ミラーを使用した先行研究	
1.4.2	小型集束型中性子小角散乱装置（mfSANS）	
1.5	mfSANS で使用された集束ミラーの課題	
1.5.1	金属基板を用いた中性子スーパーミラー	
1.6	研究目的	
第2章	平板試験片を使用した表面粗さの検証	11
2.1	序論	
2.2	加工方法	
2.2.1	シェーパー法による超精密切削加工	
2.2.2	ボイスコイルモータを使用した機械研磨	
2.3	白色光干渉顕微鏡を用いた表面粗さ計測	
2.4	加工実験	
2.4.1	試験片の準備	
2.4.2	超精密切削加工実験	
2.4.3	数値制御による精密機械研磨加工実験	

2.5	パルス中性子源を用いた散漫散乱強度評価	
2.5.1	北海道大学パルス冷中性子源 (Hokkaido University Neutron Source, HUNS)	
2.5.2	散漫散乱強度評価	
2.5.3	スーパーミラーを用いた成膜試験	
2.5.4	反射率評価	
2.5.5	成膜後の散漫散乱強度評価	
2.6	結論	
第3章	回転楕円形状試験片を使用した形状精度の検証	32
3.1	序論	
3.2	試験片の設計	
3.2.1	小型の回転楕円形状試験片を作成する目的	
3.3	加工	
3.3.1	形状精度計測	
3.3.2	マシニングセンタを用いた形状形成加工	
3.3.3	超精密切削加工 (中仕上げ)	
3.3.4	理化学研究所の郭江博士による表面仕上げと試験片の集光性能評価	
3.3.5	研磨ツール形状変更による回転楕円形状への対応	
3.4	集光性能の評価	
3.5	基板表面にスーパーミラーを成膜した場合の反射率性能評価	
3.6	結論	
第4章	1次元集光用楕円ミラーを用いた大型化試験	51
4.1	序論	
4.2	一次元楕円ミラーの設計	
4.2.1	一次元楕円ミラーの設計目的	
4.2.2	マルチセグメントによる大型化	

4.3	大型楕円ミラーの加工方法	
4.3.1	基板加工プロセスの概要	
4.3.2	基板の形状形成加工	
4.3.3	超精密切削加工と精密研磨加工による表面仕上げ	
4.4	中性子を用いた性能評価	
4.4.1	中性子反射率性能評価	
4.4.2	集束性能評価	
4.4.3	形状精度から予測される集束性能	
4.4.4	反射率装置導入時の利得	
4.5	結論	
第5章	mfSANS の性能向上を目的とした大型回転楕円ミラーの開発	64
5.1	序論	
5.2	光学設計	
5.2.1	大型回転楕円試験片の設計目的	
5.3	加工のための設計および固定方法	
5.4	加工方法	
5.4.1	全体の加工計画	
5.4.2	形状形成加工	
5.4.3	超精密切削加工	
5.4.4	研磨加工	
5.5	研磨加工後の試験片の形状精度	
5.6	中性子を用いた性能評価	
5.6.1	基板のみの性能評価	
5.6.2	分割ミラーを用いた小角散乱測定	
5.7	結論	

第6章	総括	96
引用文献		98
付録		101
謝辞		

第1章 研究背景と目的

序論

加速器中性子施設としては、大強度陽子加速器を用いた 3 つの大規模な中性子施設、イギリスの ISIS[1]、アメリカの SNS[2]、日本の J-PARC[3]があり、現在定常運転を行なっている。さらにヨーロッパの ESS[4]や中国の CSNS[5]といった施設が建造中である。最近これらの施設に加えて小型の加速器を用いた中性子施設が増えつつある。例えばインディアナ大学の LENS[6]、清華大学の CPHS[7]、北京大学の PKUNIFTY、京大原子炉施設、京大理学部 KUANS、理化学研究所の RANS[8]や北海道大学の HUNS といった施設が稼働している。このような加速器を用いたパルス中性子源で発生する中性子は、幅広いエネルギースペクトルを持っているが、中性子もパルスのように放出されるため、飛行時間法を用いることでエネルギー弁別することが可能である。

このような加速器中性子施設では中性子実験装置の設計の際に中性子光学素子との組み合わせることが不可欠となっていることが多い[9, 10]。例えば従来から用いられてきているものとしてガイド管がある。ガイド管にはほとんどの場合、後述のスーパーミラーが用いられ、最近では場所によっては $m=3$ （臨界角は Ni の臨界角の m 倍で表現される）を超えるものまで使われるようになってきている。さらに、多角形近似ではあるものの、集束型のガイド管、例えばビーム面積を縮小し、ビーム強度を上げるタイプのガイド管、楕円形のガイド管などが使われるようになってきている。これに対して反射面を連続的な精密な曲面にするタイプの集束デバイスも使われるようになってきている。ここでは中性子スーパーミラーの中性子小角散乱装置への応用、反射率計への応用について説明した後、実際に中性子小角散乱装置への導入例から分かった集束素子としての課題について述べる。

2.1 中性子スーパーミラーについて

中性子スーパーミラーとは、多層膜によるブラッグ反射を利用することで、物質の全反射臨界角を超える角度でも中性子を反射することを可能とする反射鏡である。図 1-1 に中性子スーパーミラーの多層膜による反射の模式図を示す。

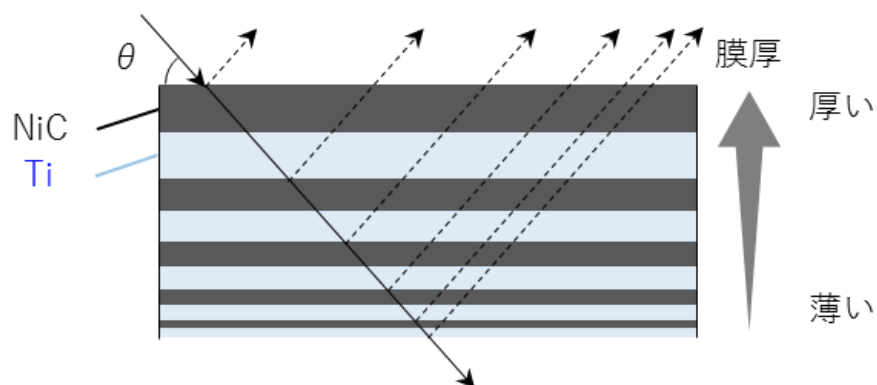


図 1-1. 中性子スーパーミラーによる反射の模式図

中性子スーパーミラーは多くの場合、非常に滑らかな基板の表面に NiC と Ti の多層膜を成膜したものを使用する。

中性子の全反射臨界角 θ_c は波長に比例し、 θ_c が大きいとされる Ni でも 0.6 nm の波長をもつ中性子に対して約 10.2 mrad と非常に小さい。これを臨界運動量 Q_c で表すと、 0.21 nm^{-1} である。スーパーミラーの性能は「Ni の全反射臨界角の何倍であるか」を表す m 値、もしくは Q_c 値によって表される。例えば、中性子の運動量変化量が Ni ミラーの 2 倍のスーパーミラーの規格は $m=2$ や $2Q_c$ と表される。

スーパーミラーは目的に合わせて積層する膜の層数、膜厚の変化を決め、成膜される。国内では京都大学原子炉実験所の日野らが $m=5$ などの非常に m 値の高いスーパーミラーの成膜に先鞭をつけ [11]、現在では、Swiss Neutronics [12] や Mirrotron [13] といった企業でも $m=5$ 以上の高臨界角のスーパーミラーを作製・販売するような状況となっている。高臨界角のスーパーミラーでは非常に薄い膜厚の積層が必要で、 $m=5$ のスーパーミラーでは最も薄い膜の厚さは 2.7 nm 程度となる。スーパーミラーの反射率はミラー表面および多層膜界面の粗さに対して敏感であり、デバイ・ワラー因子によって以下のように計算できることが知られている [14]。

$$R[\theta, \sigma] = R[\theta] e^{\left(-\frac{16\pi^2}{\lambda^2} \sigma^2 (\sin[\theta])^2\right)} \quad (1.1)$$

ここで、 θ は入射角、 λ は中性子の波長、 σ は反射面の面粗さである。この式によると、90% 以上の反射率を得るには 0.3 nm rms 程度の滑らかな表面が必要となる。

2.2 中性子反射率装置への集束光学系の導入による微小領域への照射時の利得

図 1-1 に従来の 2 つのスリットによるビームコリメーションを用いた反射率装置の体系を示す。

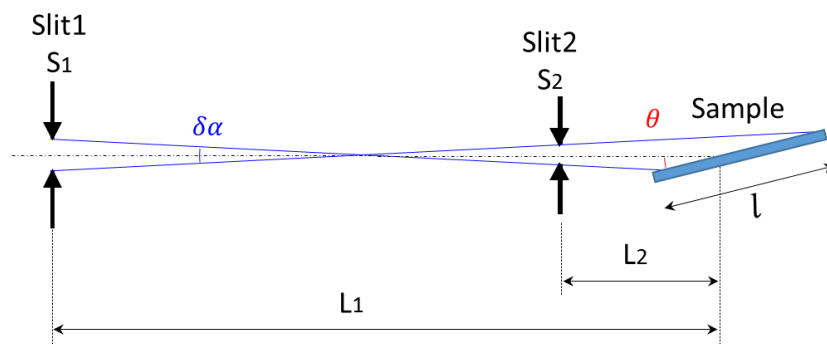


図 1-1. 従来の 2 つのスリットによるビームコリメーションを用いた反射率装置体系

試料大きさは l 、二つのスリット幅はそれぞれ S_1 と S_2 であり、Slit1~Sample 間の距離は L_1 、Slit2~Sample 間の距離は L_2 である。中性子ビームの試料への入射角は θ であり、2 つのスリットで決まるビームの発散角は $\delta\alpha$ としたとき、試料へのビームカレントが最も大きくなるのは以下の条件を満たす時である。

$$\frac{\delta\alpha}{\theta} = \frac{(L_1 + L_2)l}{2L_1L_2} \quad (1.2)$$

従来の様に試料上流側の2つのスリットによってビームをコリメーションすると、試料直前のスリットの下流でもビーム広がりにより試料位置でビームが広がってしまう。試料上の小さな領域にのみ中性子を照射したい場合、ビームの広がりを小さくするために、試料直前のスリットはなるべく試料に近づけ、なおかつビームを絞る必要がある。しかし、スリットを試料に近づけることには限界があり、通常は非常に狭いビームを用いることになる。このような際に集束光学系を用いることにより、ビームをそれほどコリメートすること無く小さな試料面積への照射をすることができるようになり、結果的に中性子強度を増やすことができるようになる。集束ミラー等を用いて、入射する中性子ビームを試料に集束させることにより、スリットを用いたコリメーション体系よりも大きなビーム発散角を得ることができるためである。これまでも実際に集束光学系を反射率装置に導入した例がある[15]。

2.3 中性子小角散乱 (SANS) 装置への集束光学系の導入による装置の小型化

SANS 装置に関して、集束ミラーの導入による強度の利得は測定体系やミラー大きさといったビーム照射条件に大きく依存し、小角散乱装置への集束ミラー導入に関しては Mildner、Alefeld や Glinka らによって議論されている[16, 17]。小角散乱装置への集束光学系の導入は、 Q_{min} の小さな測定において特に重要となる。集束光学系の導入による利点は測定する Q_{min} 、もしくは Q 分解能を維持しながら装置全長を小型化できる事である。

例えば、北海道大学で開発している小型集束型中性子小角散乱装置 (mfSANS) は回転楕円形状の中性子スーパーミラーを使用することで、装置全長 2.5 m と SANS 装置にしては非常にコンパクトなものとなっている。回転楕円ミラーによる集束スポットの半値幅を 2 mm、試料から検出器までの距離を 0.7m、使用する中性子の波長を 0.6 nm とした場合、 Q_{min} は約 0.03 nm^{-1} となる。同じ Q_{min} を直径 10 mm の試料サイズをもつピンホール光学系で得るためには、ほぼ 7 m の L_2 を要する。装置の小型化は例えば、小型の中性子源のような実験ホールの大きさによる装置全長の制限がある場合に、より小さな Q_{min} を測定することを可能にする。さらに、装置全長の小型化は、パルス中性子源で飛行時間法を用いる場合において、より長波長の中性子を利用可能とするだけでなく、より広い散乱角をカバーすることを容易にする。

2.3.1 ピンホールを用いたビームコリメーション体系との比較

Glinka らが行った研究[16]に基づいて、従来のピンホールを用いてビームをコリメートする光学系 (以下、ピンホール光学系) とミラーを使用した集束光学系のビームカレントと Q_{min} を比較した。以下では、装置全長を固定した場合に最も角度分解能を高くする体系を計算している。図 1-2 に従来のピンホール光学系を用いた SANS 装置の測定体系の概略図を示す。

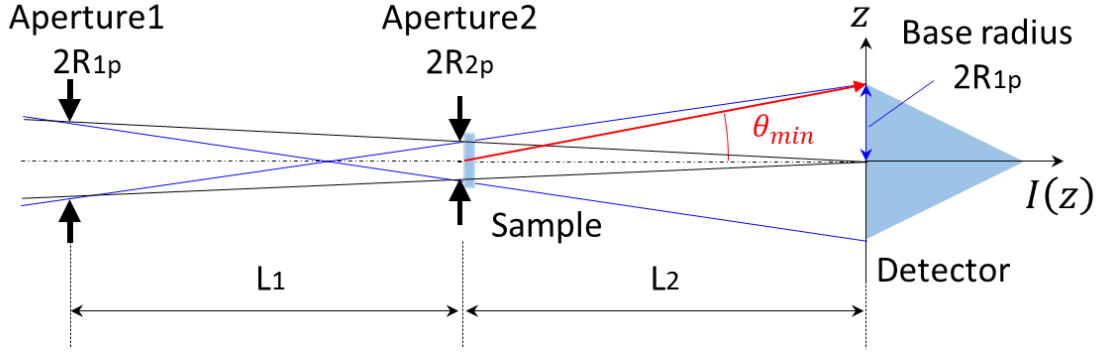


図 1-2. SANS 装置の測定体系の概略図

図 1-2 のような SANS 装置において、Aperture 1 と 2 の半径をそれぞれ R_{1p}, R_{2p} 、検出器上でのビーム径の全幅を R_{dp} とする。このような装置体系で $L_1 + L_2 = \text{const.}$ とし、角度分解能を固定して考えた場合、 $L_1 = L_2$ 、 $R_{1p} = 2R_{2p}$ の時、ビームカレントは最も高くなる。この時、測定可能な Q_{min} は R_{1p} を用いて以下のように表すことができる。

$$Q_{pmin} = k \theta_{pmin} = k \frac{R_{dp}}{L_2} = k \frac{2R_{1p}}{L_2} \quad (1.3)$$

但し、ここで R_{dp} は検出器位置でのビーム全幅であり、 k は波数（ $k = 2\pi/\lambda$ ）である。上記の体系の場合、 $R_{dp} = 2R_{1p}$ となる。つまり、得られる Q_{min} は、波長を固定して考えた場合、装置長さとピンホール径の比によって決まる。さらに、ビームカレント I_p は、

$$I_p = \frac{d^2\phi_s}{d\Omega d\lambda} \Delta\lambda \left(\frac{\pi}{4}\right) A_{2p} \left(\frac{Q_{pmin}}{k}\right)^2 \quad (1.4)$$

と表せる。ここで、 $d^2\phi_s/d\Omega d\lambda$ は線源の輝度、 $\Delta\lambda$ は入射中性子の波長分布の幅、そして A_{2p} は試料面積である。上の式によると、任意の Q_{pmin} を十分大きな I_p で得るためには装置全長を大きくし、試料照射面積 A_{2p} を大きくする必要がある。

同様に回転楕円形状の集光ミラーを使用した場合の SANS について考えてみる。図 1-3 に回転楕円形状の集光ミラーを使用した SANS 装置の測定体系の概略図を示す。

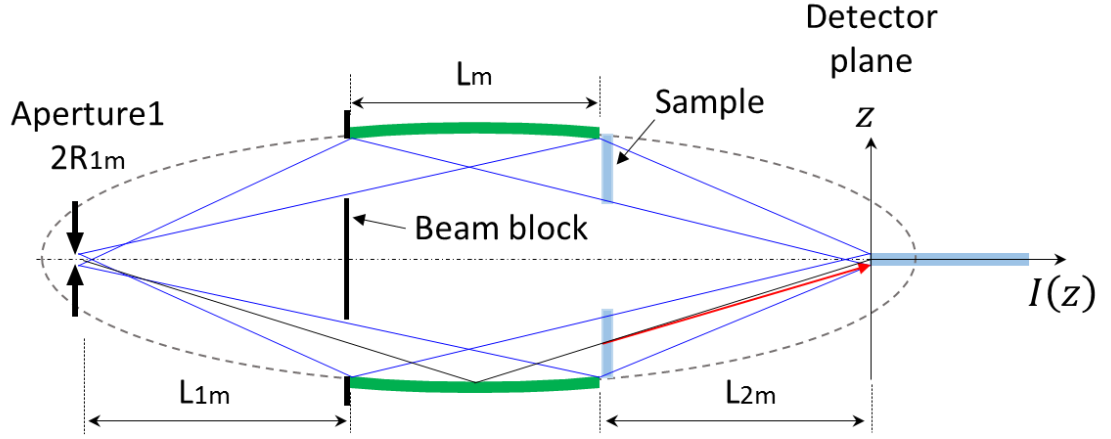


図 1-3. 回転楕円形状の集光ミラーを使用した SANS 装置の測定体系の概略図

このとき、等倍の光学系であるため、検出器位置でのビームサイズは Aperture1 とほぼ同じ大きさになる。したがって、測定可能な Q_{min} は、

$$Q_{min} = k \theta_{min} = k \frac{R_{dm}}{L_2} = k \frac{R_{1m}}{L_2} \left(\frac{L_2 + \frac{L_m}{2}}{L_2 - \frac{L_m}{2}} \right) \quad (1.5)$$

と表すことができる。但し、 R_{dm} は検出器位置でのビーム半径であり、 $(L_2 + \frac{L_m}{2}) / (L_2 - \frac{L_m}{2})$ はコマ収差を考慮した場合の補正項である。さらに、ビームカレント I_m は、

$$I_m = \frac{d^2 \phi_s}{d\Omega d\lambda} \Delta\lambda \frac{2L_m \left(1 - \frac{L_m}{a}\right)^2}{\sqrt{a^2 - b^2} + \frac{L_m}{2}} \left(\frac{\pi b}{L_2} \right)^2 \left(\frac{L_2 + \frac{L_m}{2}}{L_2 - \frac{L_m}{2}} \right)^2 \left(\frac{Q_{min}}{k} \right)^2 \quad (1.6)$$

となる。したがって、同じ Q_{min} を得る場合、ビームカレントの比は、

$$\frac{I_m}{I_p} \cong \left(\frac{4}{\pi A_{2p}} \right) \frac{2L_m \left(1 - \frac{L_m}{a}\right)^2}{\sqrt{a^2 - b^2} + \frac{L_m}{2}} \left(\frac{\pi b}{L_2} \right)^2 \left(\frac{L_2 + \frac{L_m}{2}}{L_2 - \frac{L_m}{2}} \right)^2 \quad (1.7)$$

となる。但し、 a, b はそれぞれ回転楕円形状の長軸半径と短軸半径であり、重力の影響は考慮していない。

SANS 装置において、 Q_{min} は検出位置でのビームサイズ、つまり二つのピンホール径の比と装置全長に依存する。一方で、ビームカレントは試料照射面積に比例し、試料照射面積は試料直前のピンホール径に依存する。したがって、従来のピンホール光学系では非常に小さな Q_{min}

を測定するために装置全長を長くすることが避けられなかったが、集束ミラーを使用することで、角度分解能を大きく損なわずに装置全長の小型化することが可能である。これは特に小型パルス中性子源のように実験スペースに制限がある場合に必要となる。

2.4 中性子装置への集束光学系を導入した先行研究

2.4.1 集束ミラーを使用した先行研究

X線の分野では、精密な連続的曲面をもった反射ミラーはすでに開発され、例えば天体望遠鏡に用いられるような数 m の直径を持つ非常に大型のもの[18]や、大きさは小さくても非常に高い形状精度を有することによってナノメートルレベルのビーム径を実現するもの[19, 20]がある。

中性子の分野では、X線のミラー加工技術を応用して集束ミラーを作製した例がいくつかあり、実際に中性子の装置に導入された例として、大阪大学の山村らが日本原子力開発機構の曾山らと共同で作製した楕円面形状のもの[21]や、米国オークリッジ国立研究所の Ice らが作製した Kirkpatrick-Baez (KB) タイプのもの[22]が挙げられる。特に KB ミラーを用いたものは放射光施設で非常に小さな集束ビームを実現している実績がある。しかし、KB タイプの収束光学系では二回の反射によって二次元的な集光を行っているため、反射率が低くなりやすく、ミラーがカバーする立体角が小さくなるため、ビーム強度の利得が 1.3 で説明したものに比べて小さい。そのため、線源が大きく、ビームの発散角も大きな中性子源施設ではあまり実用的ではない。二次元的な集束という意味では Jülich の Alefeld らが作製したトロイダル形状のもの[23]や、マサチューセッツ工科大学の Liu らが作製した Wolter optics タイプのもの[24]が光学系として線源が大きな中性子源施設において、より大きな立体角をカバーするのに適している。

しかし、一方で[20, 21]に記されている楕円面形状のものは、その表面にスーパーミラーを成膜することで、短い波長をもつ中性子ビームの集束に対応しており、白色の中性子ビームを使用する加速器施設での利用に適している。したがって、最も効率的に中性子を集束するためには二次曲面の基板を用いたスーパーミラーを使用するのが良い。

2.4.2 小型集束型小角散乱装置 (mfSANS)

二次曲面の基板を用いたスーパーミラーとしては、JRR-3 の小型集束型小角散乱装置 (mfSANS) に導入された物がある。図 1-4 に mfSANS で使用された回転楕円ミラーを示す。



図 1-4. mfSANS で使用した回転楕円形状の集光ミラー

これは理化学研究所の森田 (現東京電機大学准教授) らによって製作された三つのミラーセグメントから構成される全長 900 mm のものである。各ミラーセグメントはホウ珪酸ガラスの表

面を電解インプロセスドレッシング (ELID) 研削法によって形状形成加工し、さらに表面を研磨することで回転楕円形状をもつ基板を作製したものである。作製された基板の表面には $m = 2.5$ 相当のスーパーミラーが成膜された。これを用いて mfSANS が建設された。ビームスポットは最終的に 2 mm 程度まで集束でき、 $Q \approx 0.1 \text{ nm}^{-1}$ 程度まで測定できる装置が出来た。この装置を使用して中～高角領域では問題なく測定が出来、実際 Co-Pd-Si-O soft magnetic nanogranular film の磁性体の測定に使われ、成果が出ている[25]。

2.5 mfSANS で使用された集束ミラーの課題

mfSANS で行われた小角散乱測定の過程で集束ミラーの課題が明らかになった。図 1-5 に mfSANS で入射側のピンホールを直径 8 mm にした時に観測された集束ビームのビームプロファイルを示す。

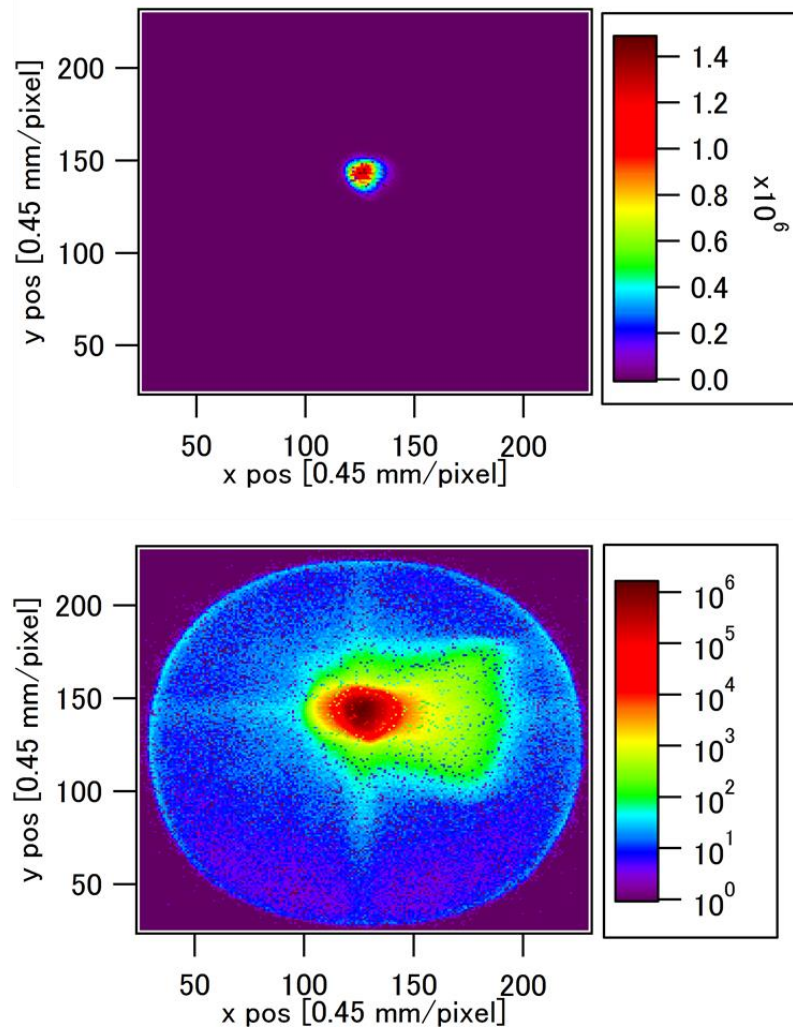


図 1-5. mfSANS で観測された集束ビームのビームプロファイル。(上) カラースケールが Linear Scale でプロットされたもの。(下) カラースケールが Log Scale でプロットされたもの。

図 1-5 の上の図から、ミラーの形状誤差によってビームプロファイルの形状は三角形状に歪

んでおり、これにより 2 mm 以下のビームスポットの取得が困難であることが分かった。さらに図 1-5 の下の図から、散漫散乱によって無視できないレベルでバックグラウンドが高くなっていることが分かった。いずれも小角散乱測定において、測定できる Q_{min} を大きくする原因となる。より小さな Q_{min} を高精度に測定するために、より精度の高い集束ミラーの製作が望まれている。

いずれの原因もガラス材料の加工の難しさが原因である。Sinha ら[26] によると、散漫散乱は主にミラー表面及び多層膜界面間の微小な面の角度ゆらぎ（粗さ）に由来するものであり、その強度は粗さの大きさの関数となっている。mfSANS に設置されたミラーは加工プロセスの途中で加工機械が故障したために十分な粒度の砥石を使用した研削まで行うことができなかったため、予定していた表面粗さの加工ができずそれが散漫散乱の主要原因である。さらに、反射ビームの位置ずれは 3 つのガラス基板を固定する際の位置決め精度の問題であった。

これらの問題はガラス基板の加工が容易ではなく、長時間の加工が必要であること、ホウ素が入っているためガラスがもろく、ひびを入れずに加工するのが困難であったことなどが原因となっている。

さらに、ホウ珪酸ガラスを基板としたスーパーミラーには別な問題もある。例えばオーストラリアの研究炉 OPAL (Open Pool Australian Lightwater) では、線源付近に設置したホウ珪酸ガラスを基板とした中性子スーパーミラーガイドの製膜が放射線損傷により剥がれて性能低下したことが報告されている。性能低下の原因はガラス中のホウ素が中性子を捕獲した際に発する α 線によって多層膜が剥離したことであった[27]。

2.5.1 金属基板を用いた中性子スーパーミラー

金属基板を用いることができれば、その優れた加工特性から、ガラス材料と比べて形状形成が容易となる。さらに、簡単でかつ高精度な位置決め機構を利用することが可能であるため、複数のミラーセグメントを組み合わせた場合でも形状精度を維持することが容易であると考えられる。その他に、金属の熱・機械的な特性を活かして冷中性子源付近に設置したり、基盤自体を構造体として利用したりするなども考えられる。

金属材料を用いた場合の利点は上記のようにあげられるが、実際に金属基板を使用した中性子集光ミラーの開発は例が少ない。その理由は、多結晶体の金属材料では結晶粒界で段差が生じる事により、数 nm レベルの粗さが避けられないため、表面粗さを小さくするのが困難であるためである。ガラスで 0.3 nm という粗さまで実現可能なのは、ガラスであるため結晶粒界による段差が生じないためである。無電解 NiP はアモルファスであるため、通常の金属のような結晶粒界での不連続性を避けることが出来る。実際に NiP を使用して 0.2 nm rms の粗さを実現している例がある[28]。NiP 以外では Swiss Neutronics が特殊な研磨方法によってアルミ合金の表面を 0.2 nm rms 程度まで粗さを小さくすることに成功しており、さらにその表面に $m=7$ のスーパーミラーを成膜することに成功している。

2.6 研究目的

本研究の目的は、例えば mfSANS で使用できるような、大型の回転楕円形状の集束ミラーを

作成することである。MIT の Liu らは無電解 NiP メッキを使用して回転楕円形状のミラーと放物面形状のミラーを組み合わせた Wolter タイプの光学系を組み立て、反射後のビーム径を 0.6 mm まで小さくすることに成功している。彼らの加工方法は旋盤加工で凹面鏡を作製する手法を用いており、大型の形状や多層膜の成膜を想定していない。それに対して本研究が目指すものは大型で、かつスーパーミラーを製膜できるという条件があるという点で異なる。大型のミラーを作製するため、長手方向に直線的に移動しながら切削を行うシェーパー加工法を採用した。この方法であれば細長い回転楕円形状のような自由曲面の形状形成が容易である。さらにスーパーミラーの成膜及び高い反射率を得るのに必要な sub-nm の粗さを得るために機械研磨による精密研磨仕上げ加工を採用した。加工機もしくは成膜装置の大きさに縛られずに大きなミラーをつくるため、分割方式でミラー製作後これらを組み合わせて大型のミラーを構成する方式をとることとした。

以上をまとめると、本研究ではシェーパー加工+精密機械研磨+分割ミラー方式によるミラー製作方式を取ることで反射率測定や小型集束型小角散乱測定に使用できる高精度のミラーを開発し、実際にこれらの開発した装置が十分な性能を持つことを確かめることを目指す。

第2章 平板試験片を使用した表面粗さの検証

序論

本章では、無電解 NiP メッキした金属基板を用い、超精密切削 (Ultrahigh Precision Cutting, UPC) と機械研磨を組み合わせた手法によって、十分に滑らかな表面が実現可能であることについて平板形状の試験片を用いて確かめたのでそれについて述べる。さらに無電解 NiP メッキ面にスーパーミラーを成膜し、これが技術的に可能であり、スーパーミラーとして実用的なレベルになっていることについて述べる。

前章で述べたように、金属基板を使用した中性子反射ミラーとしては Swiss Neutronics や MIT の Liu らが行った前例[12, 24]がある。Swiss Neutronics ではアルミニウム合金の表面を特殊な研磨方法で 0.2 nm rms 以下の非常に滑らかな表面を実現しており、スーパーミラーの成膜例も示している。しかし、曲面形状への対応はまだ報告されていない。

金属基板を使用した中性子集束ミラーの加工例が少ないのは、十分に高い反射率を得るのに必要な滑らかな表面を実現するのが通常の金属材料では困難であるためである。通常、基板の表面粗さで 0.3 nm rms 程度が必要とされている。また、スーパーミラーを製膜する条件としても通常はこの程度のなめらかな表面が必要とされている。

硬 X 線望遠鏡の反射鏡では、Namba らが金属基板の表面に無電解 NiP メッキを処理し、研磨することで 0.2 nm rms の表面粗さを実現している。Liu らはこれに近い手法を用いることで Wolter Optics に要求される二次曲面を、0.2 nm rms の表面粗さと高い形状精度で実現している。Liu らは作製したミラーで直径 0.6 mm のスポットに中性子ビームを集光しており、その優れた形状精度を示している。

しかし、Liu らの手法は旋盤加工法を採用しており、非軸対称の曲面への対応はまだ報告されていない。さらに、無電解 NiP メッキ面へのスーパーミラーについては言及していない。加速器パルス中性子源では、単色化せずに幅広い波長域を使用する。また、飛行時間法 (Time-Of-Flight, TOF) を用いることにより刻々変化する中性子の速度あるいは波長やエネルギーを決めることが可能である。このような幅広い波長の中性子ビームを効率的に利用するには、特に短い波長、あるいは大きな反射角が必要な場合、ミラー表面にスーパーミラーを成膜することは不可欠である。

曲面形状の金属基板にスーパーミラーを成膜することが最終目標であるが、それについては第3章以降に述べる。

2.1 加工方法

2.1.1 シェーパー法による超精密切削加工

中性子ミラーの形状形成に関し、最終的に二次元曲面形成することを考え、当初からシェーパー加工法を採用することとした。シェーパー加工とは刃物を被切削物に対して一方向からのみ切削除去していく方法であり、被切削物の回転運動を利用する旋盤加工と違い、切削痕が同じ方向にのみ発生する。超精密切削加工機は精密な制御が可能な送り機構を持っている。このため、数値制御で自由な形状の曲面を加工することが可能である。また、一定速度でバイトを移動するため、被切削物の回転中心からの工具距離によって切削速度が異なる旋盤加工よりも形状精度の制御がやりやすいという利点もある。

図 2-1 に平板試験片の表面をシェーパー加工する場合のイメージ図を示す。

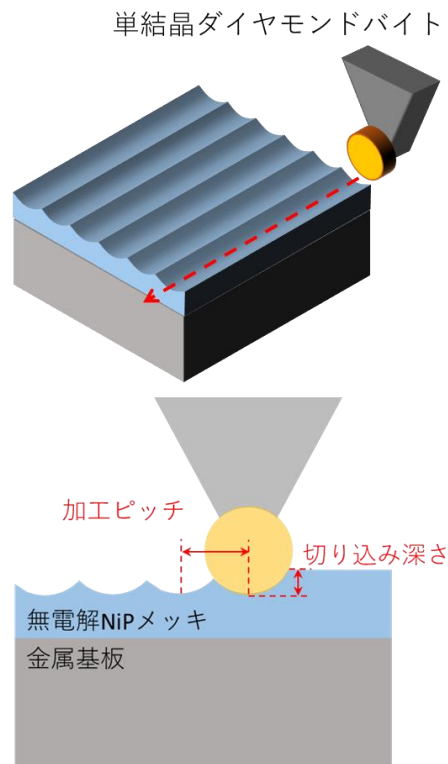


図 2-1. 平板試験片の表面をシェーパー加工する場合のイメージ図

図 2-1 の加工ピッチを小さくすることにより表面粗さを小さくすることが可能である。切削痕によって発生するカスプの高低差 h とすると、加工ピッチ d と h の関係は、

$$h = \frac{d^2}{8R} \quad (2.1)$$

と表される。但し、 R は工具半径である。理論上は加工ピッチ d を小さくするほど、得られるカスプ高さ h も小さくなるが、実際のカスプ高さもしくは表面粗さは被切削物の材料や加工機

等の加工環境によって限界値がある。第1章で説明しているように、通常の金属材料は結晶粒界によって数十 nm 程度の段差が発生するため、sub-nm レベルの粗さを得るのは非常に困難である。図 2-2 に超精密切削加工機で旋盤加工によって表面を仕上げた無酸素銅の平板試験片の表面プロファイルを示す。

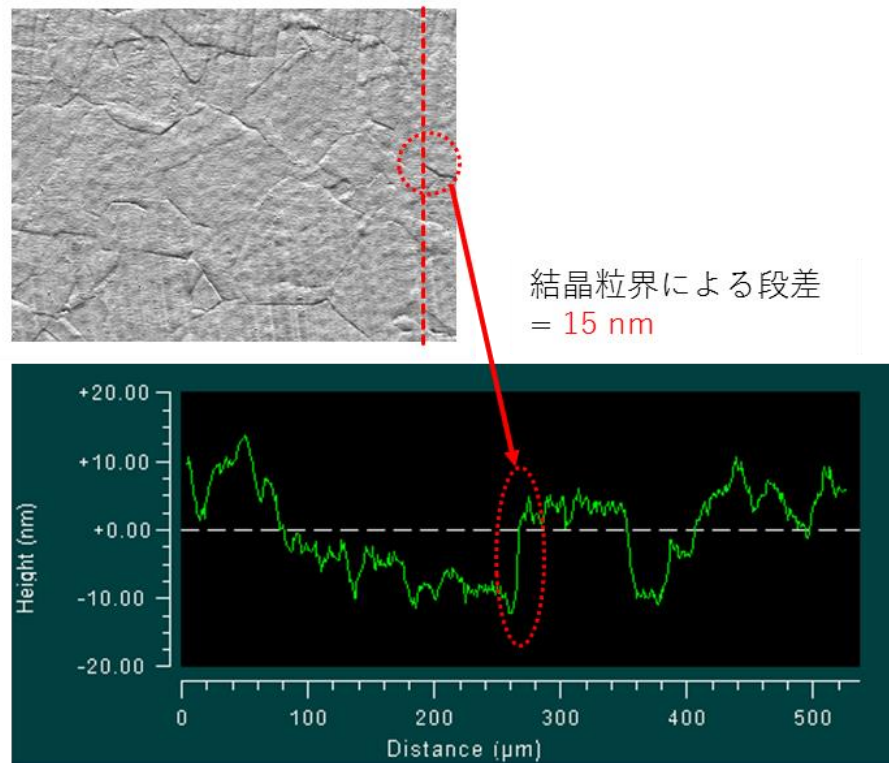


図 2-2. 旋盤加工によって仕上げた無酸素銅の平板の表面プロファイル。(上) 結晶粒界を見やすくするため、表面プロファイルの水平方向のスロープエラーの大きさを抽出したもの。(下) 表面プロファイル中の赤い線の断面プロファイル。

図 2-2 では結晶粒界によって 15 nm の段差が発生している。このような段差は表面全体に見られ、通常の加工方法では除去が困難である。図 2-3 に無酸素銅の試験片と同様、超精密切削加工機で旋盤加工によって表面を仕上げた無電解 NiP メッキお施した平板試験片の表面プロファイルを示す。

無電解 NiP メッキを施した試験片は結晶粒界が観察されず、当然ながらそれによる段差も観察されなかった。無電解 NiP メッキを施した試験片を用いて超精密切削加工試験を行ったところ、理化学研究所で使用した超精密切削加工機では超精密切削加工で達成可能な表面粗さは 3 nm rms 程度であると実験的に分かっており、それ以上の滑らかな表面を得るためには研磨による仕上げが必要となる。

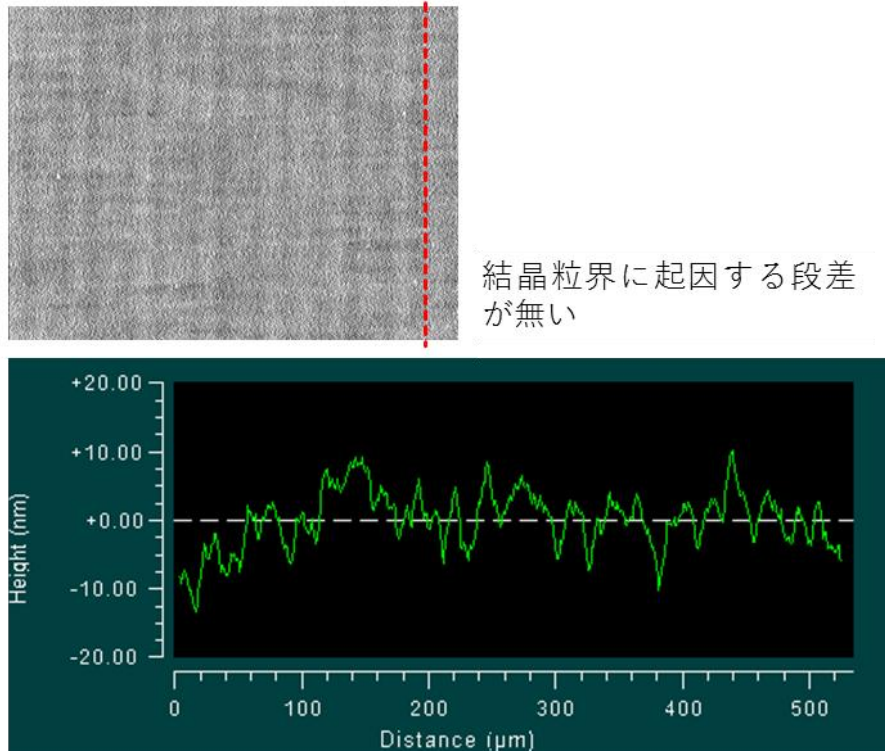


図 2-3. 旋盤加工によって仕上げた無電解 NiP の平板の表面プロファイル。(上) 表面プロファイルの水平方向のスロープエラーの大きさを抽出したもの。(下) 表面プロファイル中の赤い線の断面プロファイル。

2.1.2 ボイスコイルモータを使用した機械研磨

今回は大型の凹面形状等の複雑な形状に対して柔軟に対応するために機械研磨法を採用した。サブナノメートルレベルの表面粗さを実現している研磨方法はいくつかある。電解研磨といった特殊な加工方法は Yamamura らのような Local Wet Etching (LWE) 法を用いて 0.2 nm rms 以下の非常に滑らかな表面粗さを達成している実績[21]があるが、特殊な装置が必要で、一般的な加工方法ではない。

より一般的な手法でサブナノメートルレベルの表面粗さを実現している例としては、例えば HDD 等で行われているラッピング法がある。ラッピングは機械研磨加工に分類され、上記の HDD の例では 0.4 nm rms 以下の表面粗さを達成している実績がある [29]。この手法は、研磨に使用する工具の形状を変更することで、さらに複雑な形状にも対応が可能である。研磨面に上下からラップ定盤を押しつけ、研削液を供給しながらラップ定盤を移動させて研磨処理を行なうものである。

本研究では研磨ツールを被研磨物に押し当てる方法を採用し、研磨圧を精密に制御し、均一な圧力負荷を実現するためにボイスコイルモータ (VCM) を使用した。

2.2 白色光干渉顕微鏡を使用した表面粗さ計測

加工の段階ごとに試験片の表面粗さを測定し、各段階で十分な表面粗さに到達しているか確認

する必要がある。表面粗さの測定方法には原子間力顕微鏡（AFM）のようなプローブ直接被測定物に接触させて測定するものや、光干渉計のような非接触式のものがある。接触式の測定機はプローブを直接接触させて走査させるため、精度が高い程、細かいピッチでの走査が必要となり、測定時間が長くなる。そのため、AFMのような装置は非常に高精度な測定に適している一方、大型の試料を測定するのには不向きである。光干渉計はその構造や光源にもよるが、一般的に高視野角で測定時間が短いため、大型の試験片全体の表面粗さ評価に適している。

本研究では ZYGO 社の白色光干渉顕微鏡 NewView7200 を使用した。NewView7200 は垂直方向の測定精度が 0.1 nm 未満であり、10 倍の対物レンズを使用して最大で $700\ \mu\text{m} \times 520\ \mu\text{m}$ の領域表面プロファイルを数秒で測定することが可能である。以下、NewView7200 による表面計測は付属の表面プロファイル解析ソフト MetroPro を使用している。付録 2-1 に NewView7200 の仕様を示す。

2.3 加工実験

2.3.1 試験片の準備

試験片は大きさ $50\ \text{mm} \times 50\ \text{mm} \times 13\ \text{mm}$ の SUS340 およびアルミニウム合金 A5052（アルハイスⅢ）を使用し、旋盤加工で両面の粗さを $0.1\ \mu\text{m rms}$ 以下にした後に上面のみに $100\ \mu\text{m}$ 厚の無電解 NiP メッキを処理した。詳しい形状については付録 2-2 に平板試験片の図面を示してあるのでそれを参照して欲しい。

2.3.2 超精密切削加工実験

超精密切削に用いた加工機械はナガセインテグレックス社の NIC-300 である。表 2-1 に NIC300 の代表的な性能を示す。

例えば、mfSANS のような例では 2.5 m の装置全長で 1 mm 以下の集束を目的とする場合、 $0.5/1.25 = 0.4\ \text{mrad}$ 以下のスロープエラーが必要となる。そのため、mm のオーダーでは数 μm 程度が許容できる形状誤差の目安となる。NIC-300 は 10 nm の制御分解能を持ち、 $400\ \text{mm} \times 400\ \text{mm}$ という大きな加工領域を有しているため、本研究で目的としている大型の集束ミラーの加工に適している。

無電解 NiP メッキは高い硬度を有しているため、通常の切削工具では摩耗が激しい。そのため、切削にはアライドマテリアル社の R2.0 mm の単結晶ダイヤモンドバイト「ニューディーバイト」を使用した。

効率的に加工作業を進めるため、加工ピッチは粗加工（1.0 mm）、中仕上げ（0.02 mm）、終仕上げ（0.005 mm）の 3 段階に分けて加工を行った。終仕上げの加工ピッチは 0.005 mm であったため、発生するカスプの高さは 1.5 nm となる。したがって、加工機械の精度誤差を考慮しない場合、数 nm 程度の表面粗さが予想される。加工された試験片は白色光干渉顕微鏡を用いて 9 点の表面粗さが測定した。図 2-4 に超精密切削直後に代表的な表面粗さを測定した結果を示す。

表 2-1. ナガセインテグレックス社製 超精密微細加工機 NIC-300 の性能

名称	超精密微細加工機 NIC-300	
軸数	5 (X, Y, Z, B, C)	
軸移動方法	静油圧スライド式	
ストローク	X	400 mm
	Y	400 mm
	Z	150 mm
	B	360°
	C	360°
制御分解能	10 nm	
移動速度上限	X	8000 mm/min
	Y	4000 mm/min
	Z	450 mm/min
	B	200 rpm
	C	1 rpm

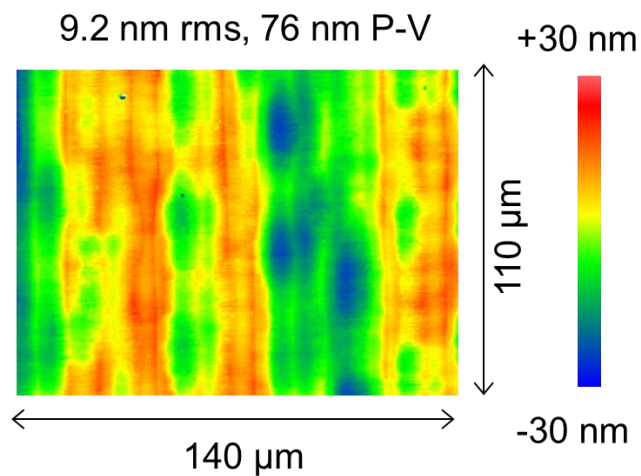


図 2-4. 精密研磨後の試験片の代表的な表面粗さ

超精密切削加工によって表面を処理された試験片は粗さが 9.2 nm rms 程度まで改善されたが、切削方向に約 40 μm の周期のうねりが観察された。

このうねり成分の原因を探るため、切削速度を変化させた場合の切削痕の周波数スペクトルを計算した。図 2-5 に切削速度別の表面プロファイルと切削方向の高さの周波数スペクトルを示す。

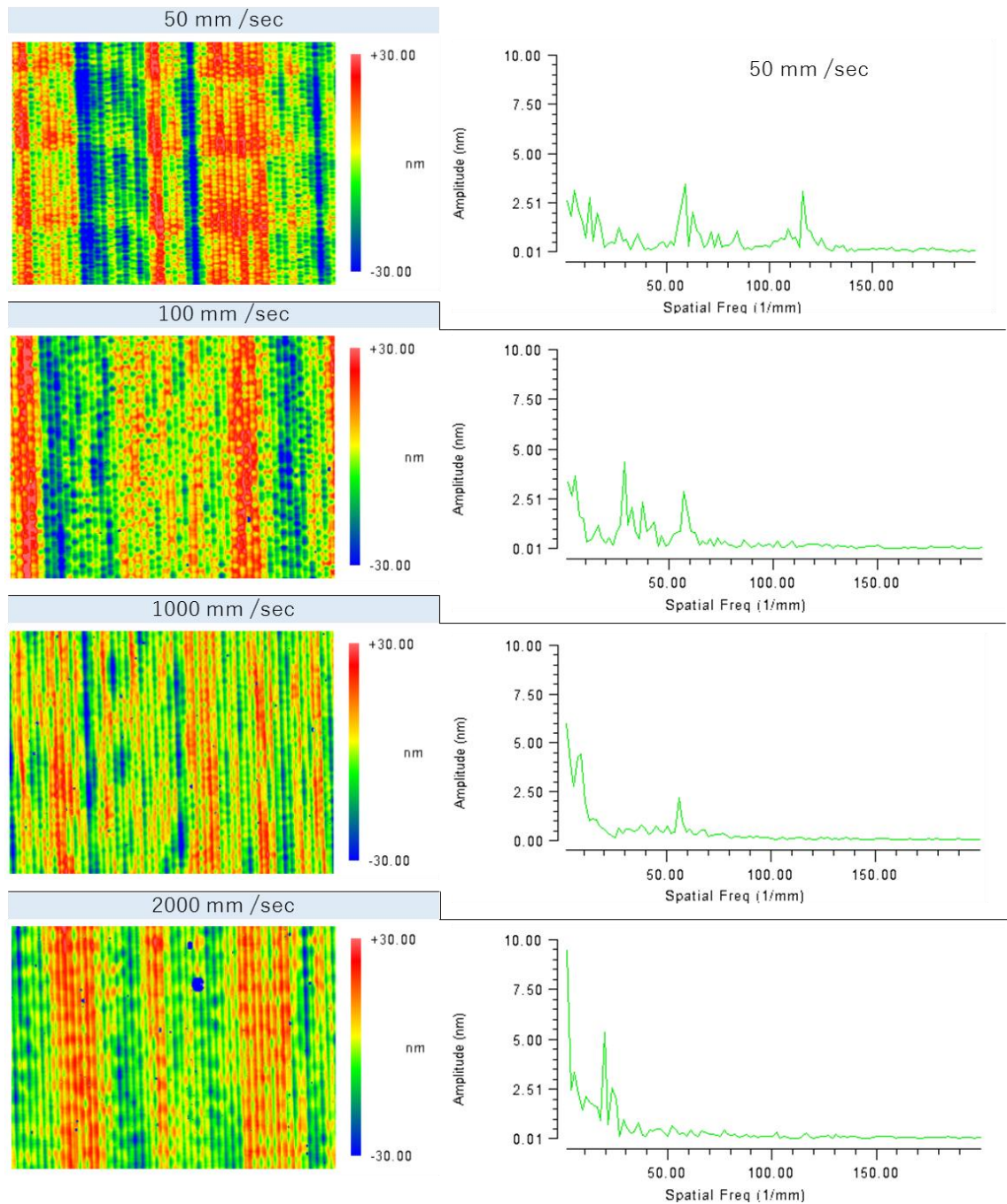


図 2-5. 切削速度別の表面プロファイルと切削方向の高さの周波数スペクトル。(左) $700\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$ の領域の表面プロファイル。(右) 切削方向の周波数スペクトル。切削速度は上から順に 50 mm/min、100 mm/min、1000 mm/min、2000 mm/min である。

各送り速度において、高さの周波数スペクトルでうねりに由来するピークが観察されたが、このピーク位置と間隔が送り速度と反比例の関係にある事が分かった。うねりは工具の送り速度に反比例することから、工具と被切削物の接触による振動が原因であると考えられる。振動を低減するため、工具の保持具を改良することで工具の突き出し距離を小さくした。改良前後の工具の保持具を図 2-6 に示す。

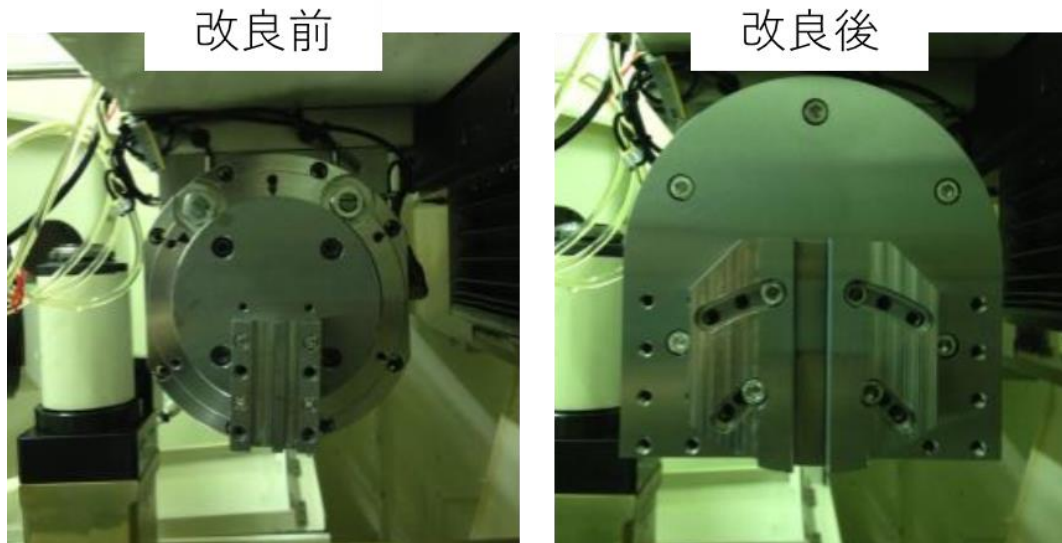


図 2-6. 改良前後の工具の保持具

工具の保持具改良によって工具突き出しはおよそ 20 mm から 10 mm となった。図 2-7 に工具突き出し変更後に試験片の表面を超精密切削によって仕上げた表面の代表的なプロファイルを示す。

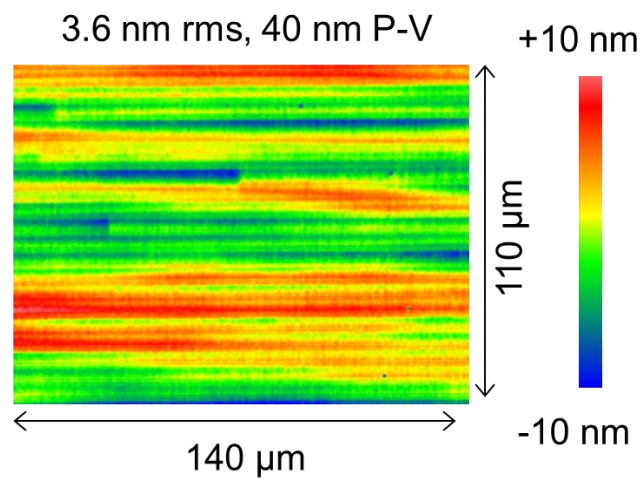


図 2-7 超精密切削後の試験片の代表的な表面粗さ（工具突き出し変更後）

工具の保持方法改善によって加工精度を改善した結果、最終的に表面粗さは 3.6 nm rms であった。図 2-8 に工具突き出しを変更する前後の表面プロファイルの切削方向の振動の周波数成分を示す。

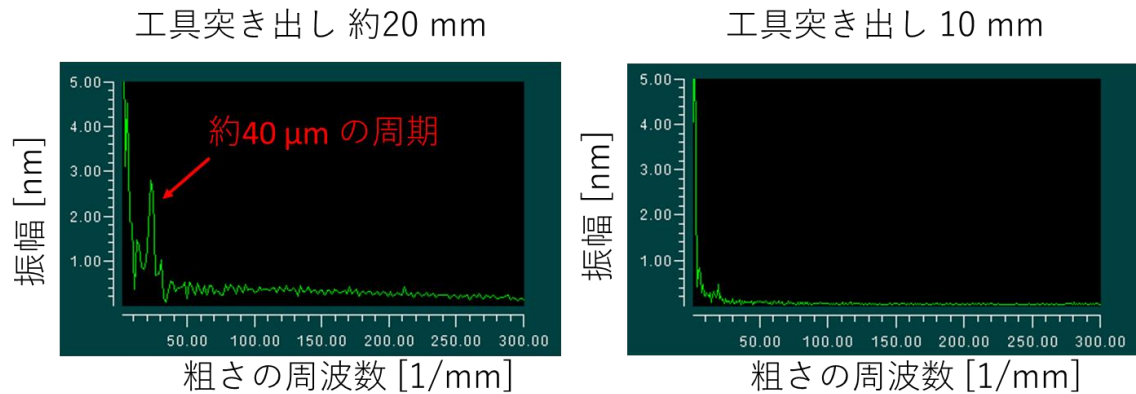


図 2-8. 工具突き出し変更前後の表面プロファイルの切削方向の振動の周波数成分

切削方向の粗さは 1.2 nm rms 程度になっており、超精密切削による表面仕上げでは加工ピッチを小さくしてもこれ以上の粗さ改善は望めない。したがって、さらなる表面粗さ改善のため、機械研磨加工作業を行った。

2.3.3 数値制御による精密機械研磨加工実験

研磨加工を行うための機械は郭江博士による自作機で、図 2-9 に示す写真のような構造となっている。

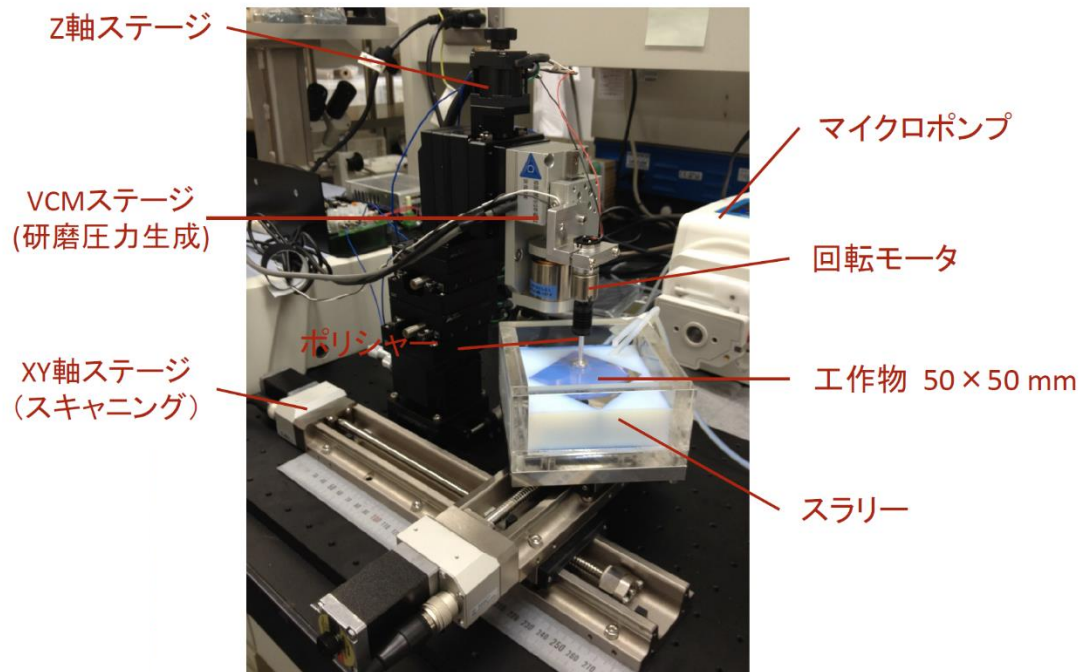


図 2-9. 郭江博士による自作研磨加工機

研磨ツールとして A5052 を使用した円盤形状の自作ツールに丸石産業社製のウレタン製研磨パッドを張り付けたものを使用した。研磨加工機はボイスコイルモータ (VCM) によって下向

きの研磨圧力を制御する構造となっている。研磨液は超高純度コロイダルシリカ（PL-7）を使用しており、ポンプを使用して循環させ、フィルターを通すことで研磨によって発生したごみを除去している。被加工物はアクリル製の容器内に固定され、その容器内では研磨面が研磨液に浸っている状態である。加工プログラムは試験片全面をジグザグ走行させることで、研磨方向が等方的になるように設定した。表 2-2 に研磨加工実験の条件を示す。

表 2-2. 研磨加工実験の条件

モーター回転数	300 rpm
スキャンニング範囲	50 mm × 50mm
軸移動速度	5.0 mm / sec
研磨圧力	200 gf
研磨剤	超高純度コロイダルシリカ（PL-7）

図 2-10 に上記の条件で研磨加工を行った後の試験片の表面粗さ測定をした結果を示す。

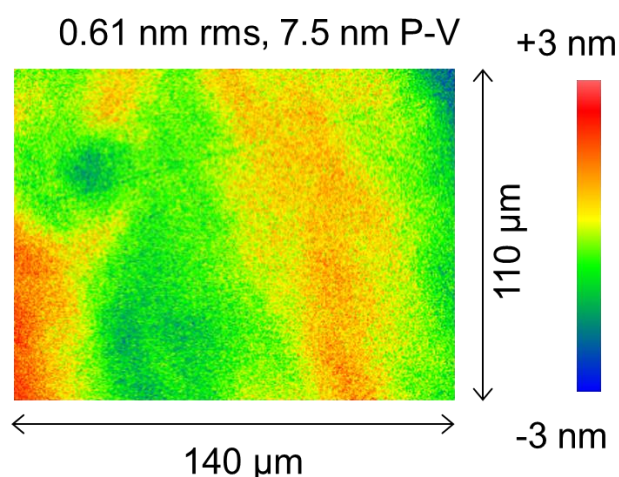


図 2-10. 精密研磨後の試験片の代表的な表面粗さ

研磨に加工の結果、切削痕が除去され、表面粗さは 0.61 nm rms 程度まで向上した。

2.4 パルス中性子源を用いた散漫散乱強度評価

作製した平板試験片の表面粗さを白色光干渉顕微鏡によって確認し、スーパーミラーの基板に必要な sub-nm レベルの粗さが実現できていることが確認された。作成された試験片を中性子ミラー、もしくはスーパーミラーの基板として使用した場合の性能を評価するため、中性子による試験片による反射ビームプロファイル測定を行い、その散漫散乱強度を評価した。中性子源は北海道大学電子加速器中性子源（HUNS）を使用した。

2.4.1 北海道大学パルス冷中性子源 (Hokkaido University Neutron Source, HUNS)

HUNS は 1973 年度に完成した最大加速エネルギー 45 MeV の電子線形加速器を用いた加速器中性子源である。電子ビームラインは「LEFT」、「CENTER」、「RIGHT」の三ヶ所に輸送可能であり、通常「RIGHT」には固体メタンを用いた冷中性子源が、「CENTER」にはポリエチレン熱中性子源が設置されている。今回は「RIGHT」のビームラインを使用した。

この中性子源からの波長スペクトルを図 2-11 に示した。

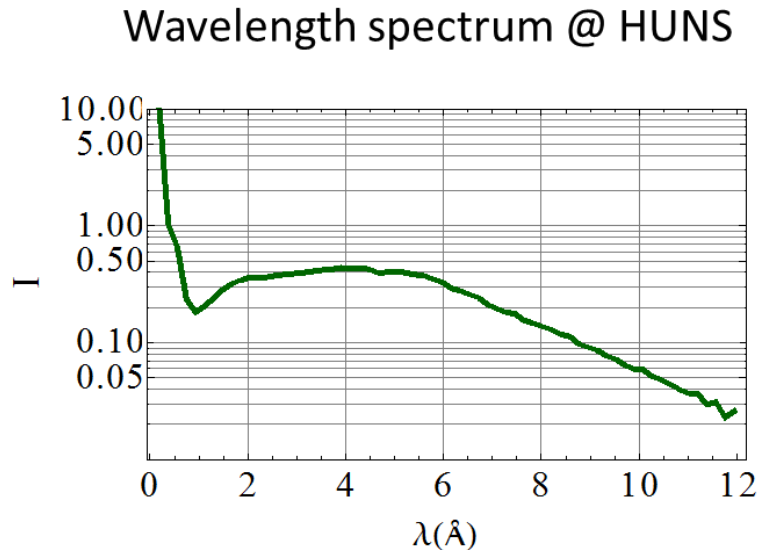


図 2-11. 北海道大学冷中性子源の波長スペクトル (2013.10 時点)

2.4.2 散漫散乱強度評価

反射ビームは試験片表面の無電解 NiP メッキからの全反射を利用する。中性子の全反射臨界角 θ_c は、

$$\theta_c = \lambda \sqrt{\frac{\rho_b}{\pi}} \quad (2.2)$$

で表される。中性子の波長 λ と、反射面の散乱長密度 $\rho_b (= \text{constant})$ の関数である。無電解 NiP メッキの表面は Ni の約 90% の全反射臨界角を有し、0.6 nm の中性子を使用した場合、全反射臨界角 θ_c は約 0.010 rad となる。実験体系概略図を図 2-12 に示した。

中性子減速材から出てくる冷中性子は長さ 3.7 m 真空の飛行管を通過した後、二つのスリットでコリメートされ、50 mm × 50 mm の試料表面に照射される。試料によって反射された中性子は ZnS 中性子シンチレータと浜松フォトニクス社製の抵抗分割型の光電子増倍管を組み合わせた二次元検出器 (RPMT) で測定を行った。RPMT の性能をまとめたものを表 2-3 に示す。

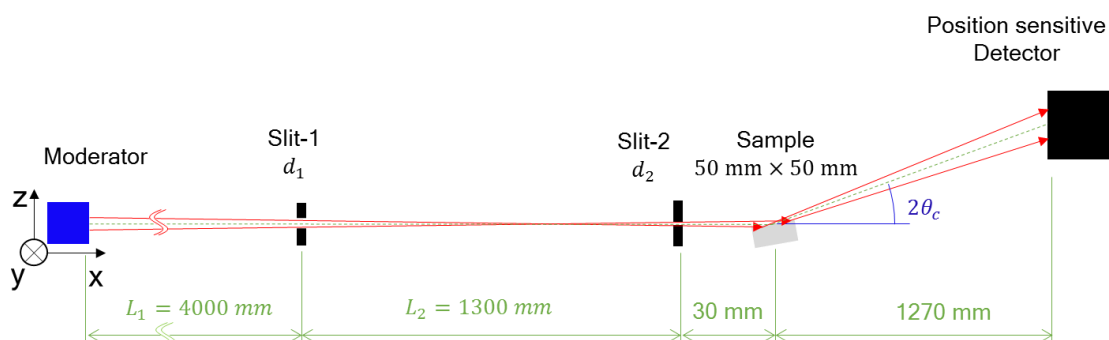


図 2-12. HUNS での中性子反射試験の実験体系概略図

表 2-3. RPMT の性能

シンチレータ	ZnS + LiF
検出有効面	φ 120 mm
空間分解能	約 1 mm
エレクトロニクス 不感時間	6 μsec
検出効率	0.4 nm で約 20%

中性子反射プロファイルは大まかには強くシャープな鏡面反射成分（スペキュラー散乱）とその裾に広がる散漫散乱に分けられる。反射面の粗さによるが、ピーク強度の 1 桁ないし 4 桁下から散漫散乱が現れる。図 2-7 の波長スペクトルを用いて、最も高いビーム強度が得られる入射角を計算した。計算の詳細は付録の 2-3 に示す。計算の結果、 d_1 と d_2 の値をそれぞれ 2.2 mm、0.4 mm とし、ビーム入射角を 0.010 rad とした。この時、角度分解能は 20%であった。

RPMT によって得られた中性子の信号は 256 (x-axis) × 256 (y-axis) × 64 (time-channel) pixel の三次元ヒストグラムとして記録した。この時、空間ピクセルは 0.45 mm × 0.45 mm であり、時間チャンネルは 327 μsec であった。

単色ビームを使用した装置では反射率測定は試料を傾けるなどしてビームの入射角をスキャンすることで反射率プロファイル $I_{ref}(\theta)/I_{in}(\theta)$ を得る。しかし、HUNS のような幅広い波長スペクトルを持つ中性子源を使用する場合、使用する波長域が十分大きい場合は角度スキャンを行う必要はない。

検出された中性子の波長 λ は飛行距離 l と飛行時間 t を用いて次のように表される。

$$\lambda = \frac{ht}{ml} \quad (2.3)$$

但し、 h はプランク定数、 m は中性子の質量である。50 pps で測定したため、今回の全長 6.6

m の装置では $\lambda = 12.1$ nm が 1 フレームで測定できる最大波長となる。波長分解能は中性子減速材からの放出時間、つまり中性子パルス幅が支配的となり、使用する波長域 (0.4 nm ~) では ~5% 程度となる。したがって Q 分解能 $\Delta q/q$ は、角度分解能、波長分解能から以下のように計算される。

$$\frac{\Delta q}{q} = \sqrt{\left(\frac{\Delta\theta}{\theta}\right)^2 + \left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right)^2} = \sqrt{(0.20)^2 + (0.05)^2} = 0.21 \quad (2.4)$$

以上の条件で各試験片からの反射ビームと試験片を置かない状態で入射してくるビーム (ダイレクトビーム) をそれぞれ測定した。図 2-13 に反射率プロファイルを示す。

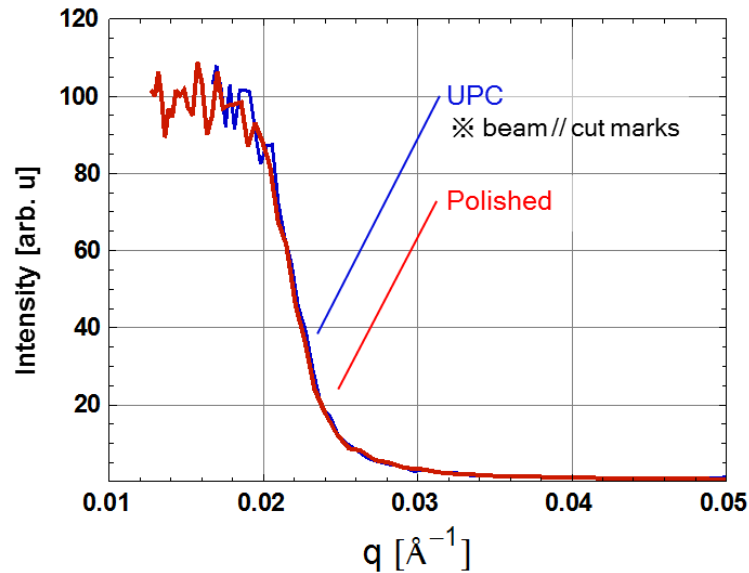


図 2-13. HUNS での中性子反射試験によって得られた反射率プロファイル。青い線が超精密切削によって表面を仕上げた試験片のものを示し、赤い線が研磨によって表面を仕上げた試験片のものを示す。

比較のため、超精密切削によって表面を仕上げた試験片 (表面粗さ ≈ 3.6 nm rms) の反射率プロファイルもプロットしている。超精密切削によって表面を仕上げた試験片は切削痕がビーム入射方向と平行になるように設置した。超精密切削によって表面を仕上げた試験片の反射率測定実験に関しては、付録 2-4 を参照して欲しい。反射率プロファイルはそれぞれ NiP の全反射臨界角 $q = 0.019$ $[\text{\AA}^{-1}]$ より小さい領域が 100% となるように規格化されている。反射率プロファイル

続いて、ビームプロファイルから中性子散漫散乱強度を比較した。反射率が 50% 以上の時間チャンネルのデータを足し合わせて得られた 2 次元のビームプロファイルを図 2-14 に示す。

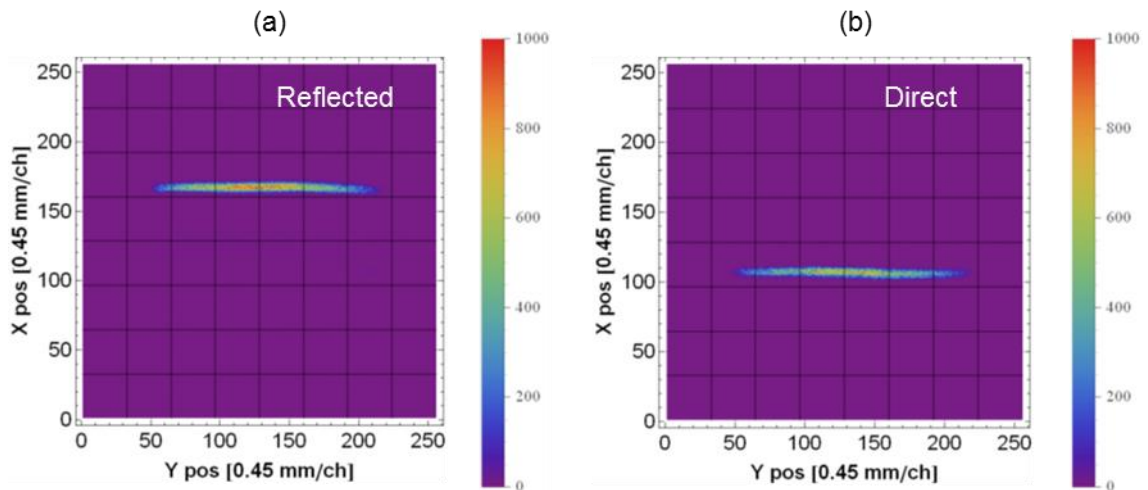


図 2-14. HUNS での中性子反射試験によって得られた 2 次元ビームプロファイル。(a) 試料によって反射されたビーム。(b) ダイレクトビーム。

図 2-14 の二次元ビームプロファイルをそれぞれ Y 軸方向に積算し、比較したものを図 2-15 に示す。尚、これも比較のため、超精密切削によって表面を仕上げた試験片の反射率プロファイルもプロットしている。

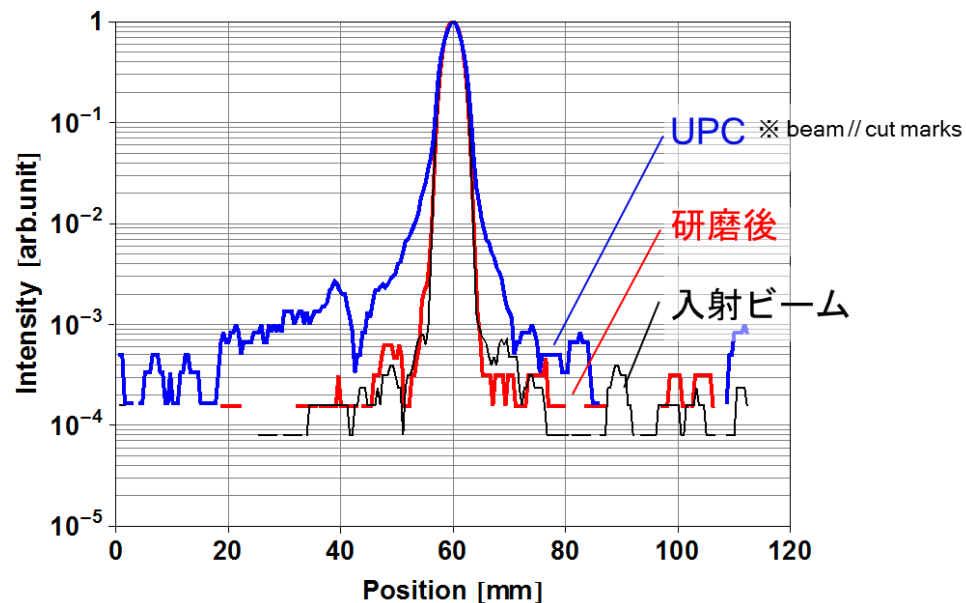


図 2-15. ビームプロファイルを X 軸方向に積算した結果の比較。比較のため、各ビームプロファイルのピーク中心を揃えた上で、ピーク強度で規格化している。

超精密切削によって表面を仕上げた試験片はダイレクトビームに比べてビームプロファイルの広がりが大きかったのに対し、研磨後の試験片からのビームプロファイルはピークの強度に対して 10^{-4} レベルまでダイレクトビームのそれと違いが見られなかった。

中性子小角散乱では、試料にもよるが、散乱は一般的にピークの強度に対して $10^{-2} \sim 10^{-3}$ のオーダーで表れる。そのため、以上の結果は、研磨された試験片のスーパーミラー製膜前の表面

は小角散乱においては十分な性能を持つ事を示している[20]。

2.4.3 スーパーミラーを用いた成膜試験

次のステップとして、無電解 NiP メッキ面へのスーパーミラーが成膜可能かどうかを中性子反射率測定によって確認した。使用した中性子源は京都大学原子炉実験所 (KURRI) の CN3 ポート (以下、KUR-CN3) である。KUR-CN3 の波長スペクトルを図 2_16 に示す。

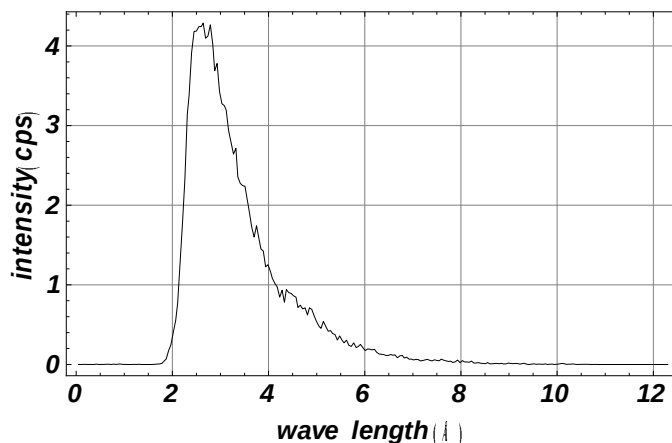


図 2-16. CN3 ポートの中性子波長スペクトル (2013.07 時点)

KUR-CN3 ではガイド管の特性波長は $3.0 \text{ \AA}$ 程度であるが、実際には $2.4 \text{ \AA}$ 以下の波長で急激に強度が落ちている。また、冷中性子源は運転していないため、 $3 \text{ \AA}$ 以上の長波長中性子も急激に強度が落ちている。このため、使用できる波長領域は比較的狭いものとなる。この波長スペクトルに合わせて、複数の試験片表面に $5.5 \text{ nm} \pm 15\%$ ($4.6 - 6.4 \text{ nm}$) の膜厚分布を持つ NiC/Ti の多層膜を成膜した。これは Ni の全反射臨界角の約 5 倍の反射角を持ち、入射角が 0.026 mrad でビームを入射した際に特性波長の $3.0 \text{ \AA}$ をブラッグ反射できる事を意味する。スーパーミラーの成膜は、京都大学原子炉実験所のイオンスパッタリング装置 (KUR-IBS) を使用した。成膜された試験片は全部で 3 つあり、超精密切削による表面仕上げが成されたもの (以下、UPC 試験片、表面粗さ $\approx 3.5 \text{ nm rms}$)、研磨による表面仕上げがされたもの (研磨試験片、表面粗さ $\approx 0.61 \text{ nm rms}$)、そしてガラス基板 (ガラス試験片、表面粗さ $\approx 0.3 \text{ nm rms}$) である。ガラス基板は従来のスーパーミラー基板として利用されてきたものと同じもので、表面粗さはおよそ 0.3 nm rms である。成膜後の試験片の写真を図 2-13 に示す。

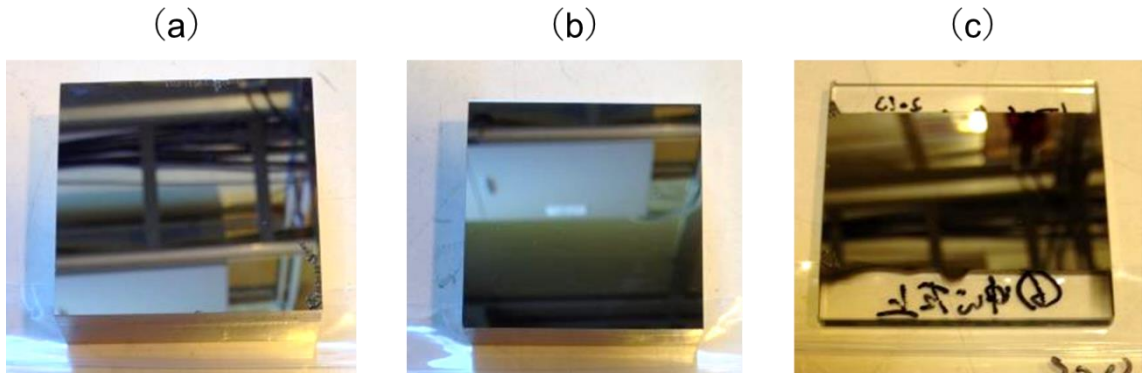


図 2-17. 成膜後の試験片 (a) UPC 試験片 (表面粗さ ≈ 3.5 nm rms、但し切削方向の表面粗さ ≈ 1.2 nm rms)。 (b) 研磨試験片 (表面粗さ ≈ 0.61 nm rms)。 (c) ガラス試験片 (表面粗さ ≈ 0.3 nm rms)。

2.4.3.1 反射率評価

図 2-18 に KUR-CN3 ポートでの中性子反射率測定の実験体系概略図を示す。

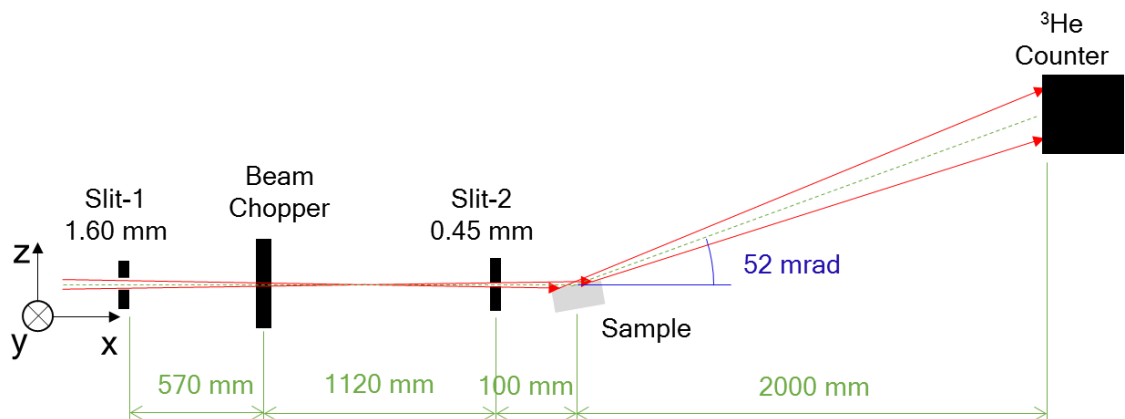


図 2-18. KUR-CN3 ポートでの中性子反射率測定の実験体系概略図

中性子ビームは2つのスリットでコリメートされ、試料表面の中央 $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ の領域に照射された。試験片は試料台に設置され、試料台を傾けることで、ビームの入射角を調整した。ガラス基板のものは他の金属基板に比べて、全反射臨界角が小さい。したがって、多層膜からの反射ビームのみを取り出すため、ビームの入射角は 26 mrad とした。これは 0.3 nm の中性子に対する Ni の全反射臨界角 ($\approx 5\text{ mrad}$) よりも十分に大きな値である。

反射率の測定は ^3He カウンターを用いた。反射率測定時の中性子の波長は2つのスリットの間に設置されたビームチョッパーを使用してビームをパルス状に区切り、飛行時間法によって計算することで求められた。

反射率測定の結果を図 2-19 に示す。

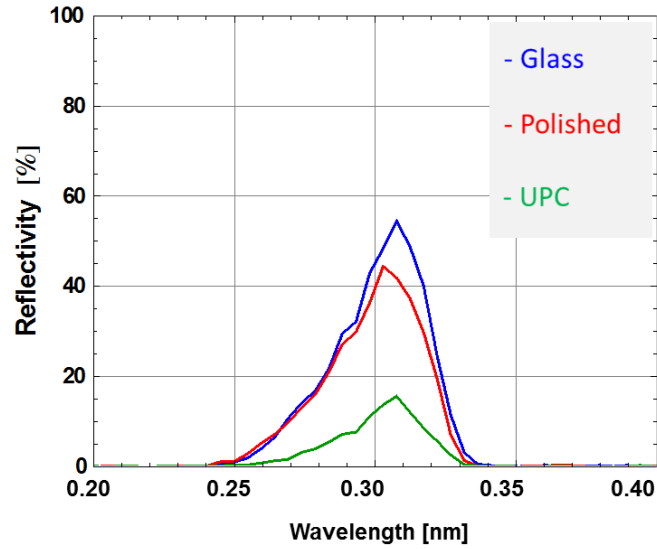


図 2-19. KUR-CN3 ポートでの中性子反射率測定結果。青い線がガラス試験片、赤い線が研磨試験片、緑色の線が UPC 試験片を示す。

反射率はガラス基板が最も高く、続いて研磨試験片、最後に UPC 試験片であった。これは表面粗さが優れている順番と一致した。反射率と表面粗さの相関は、以下のデバイ・ワラー因子を用いて計算できることが知られている [12]。

$$R[\theta, \sigma] = R[\theta] e^{\left(-\frac{16\pi^2}{\lambda^2} \sigma^2 (\sin[\theta])^2\right)} \quad (2.3)$$

ここで、 θ は入射角、 λ は中性子の波長、 σ は反射面の面粗さである。この式に $\theta = 26 \text{ mrad}$ 、 $\lambda = 0.31 \text{ nm}$ 、 σ = 各試験片の表面粗さを代入した結果を図 2-20 に示す。

黒い破線は基板の表面粗さが完全になめらかな極限の時に得られる最大の反射率が 60% であった場合の中性子反射率と表面粗さの関係を表している。その場合、今回測定した 3 つの試験片の反射率はこの曲線上の対応する粗さのものと近い。この結果から、ガラス基板に多層膜を成膜した試験片に比べて、他の 2 つの試験片の反射率が低かったのは表面粗さの違いが支配的な要因であると言える。以上の結果から、無電解 NiP メッキ面への多層膜の成膜が確認され、金属基板と無電解 NiP メッキを組み合わせたものがスーパーミラーの基板材料として期待できることが分かった。

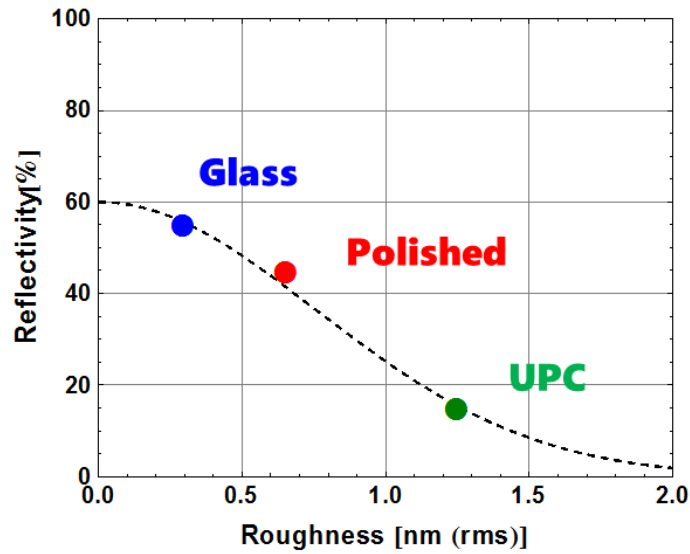


図 2-20. デバイ・ワラー因子を用いて計算した中性子反射率と表面粗さの関係。黒い破線はデバイ・ワラー因子を $R[\theta] = 60\%$ と仮定して計算した場合に得られる曲線である。青い点がガラス試験片、赤い点が研磨試験片、緑色の点が UPC 試験片のものである。UPC 試験片の結果は切削方向の表面粗さ（1.2 nm rms）を用いた。

2.4.3.2 成膜後の散漫散乱強度評価

図 2-21 に KUR-CN3 ポートでの中性子反射ビームプロファイル測定の実験体系概略図を示す。

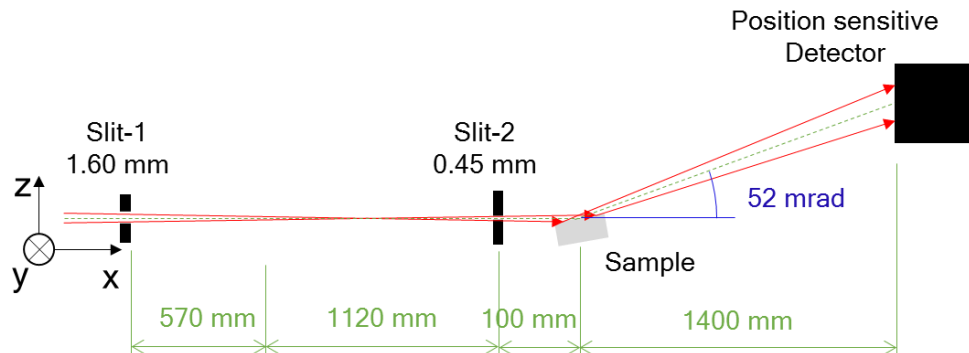


図 2-21. KUR-CN3 ポートでの中性子反射ビームプロファイル測定の実験体系概略図

反射率測定と同様、中性子ビームは2つのスリットでコリメートされ、試料表面の中央 25 mm × 25 mm の領域に照射された。また、スリット幅、ビーム入射角ともに反射率測定の時と同じであった。ビームプロファイル測定では試料位置から 1400 mm 下流の位置に二次元検出器が設置された。図 2-22 に各試験片からの反射ビームとダイレクトビームそれぞれの2次元プロファイルを示す。

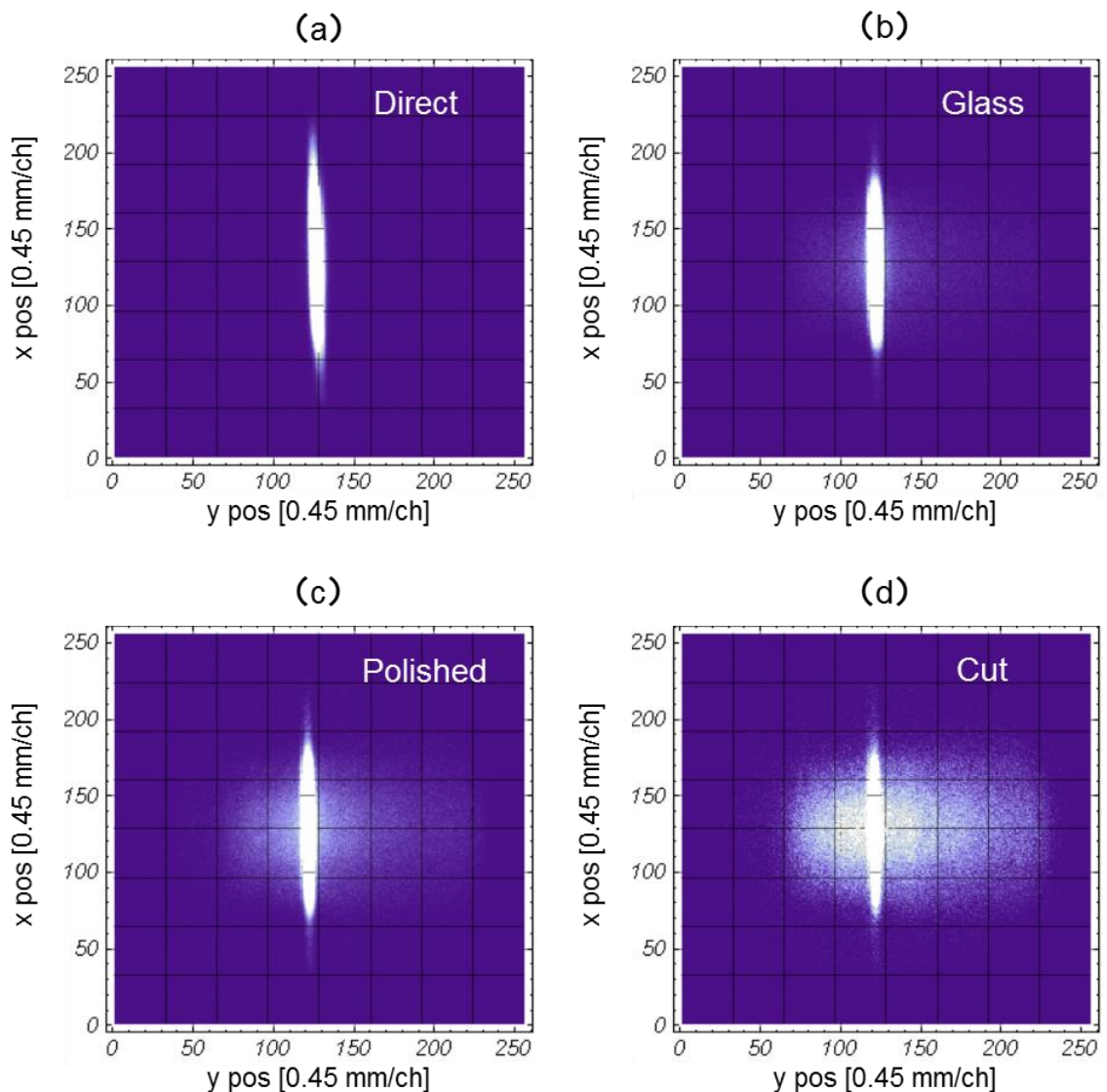


図 2-22. ダイレクトビーム及び成膜された各試料によって反射された中性子ビームの二次元プロファイル。散漫散乱を見やすくするためにピーク強度に対して 10^{-1} の強度が最も明るくなるようにプロットされている。(a) ダイレクトビーム。(b) ガラス試験片によって反射されたもの。(c) 研磨試験片によって反射されたもの。(d) UPC 試験片によって反射されたもの。

各ビームプロファイルは散漫散乱を見やすくするために、それぞれピーク強度に対して 10^{-1} の強度が最も明るくなるようにプロットした。これらの二次元プロファイルをそれぞれ垂直方向に積算し、ピーク強度で規格化したものを図 2-23 に示す。

それぞれの試験片で散漫散乱が観察された。散漫散乱強度はガラス基板が最も弱く、続いて研磨試験片、最後に UPC 試験片という順番であった。これは表面粗さが優れている順番と一致した。ガラス基板からの散漫散乱強度はピーク強度に対して 3×10^{-3} 程度から観察され、研磨試験片からの散漫散乱強度はガラス基板のその 3 倍程度あり、ピーク強度に対して 10^{-2} 程度であった。

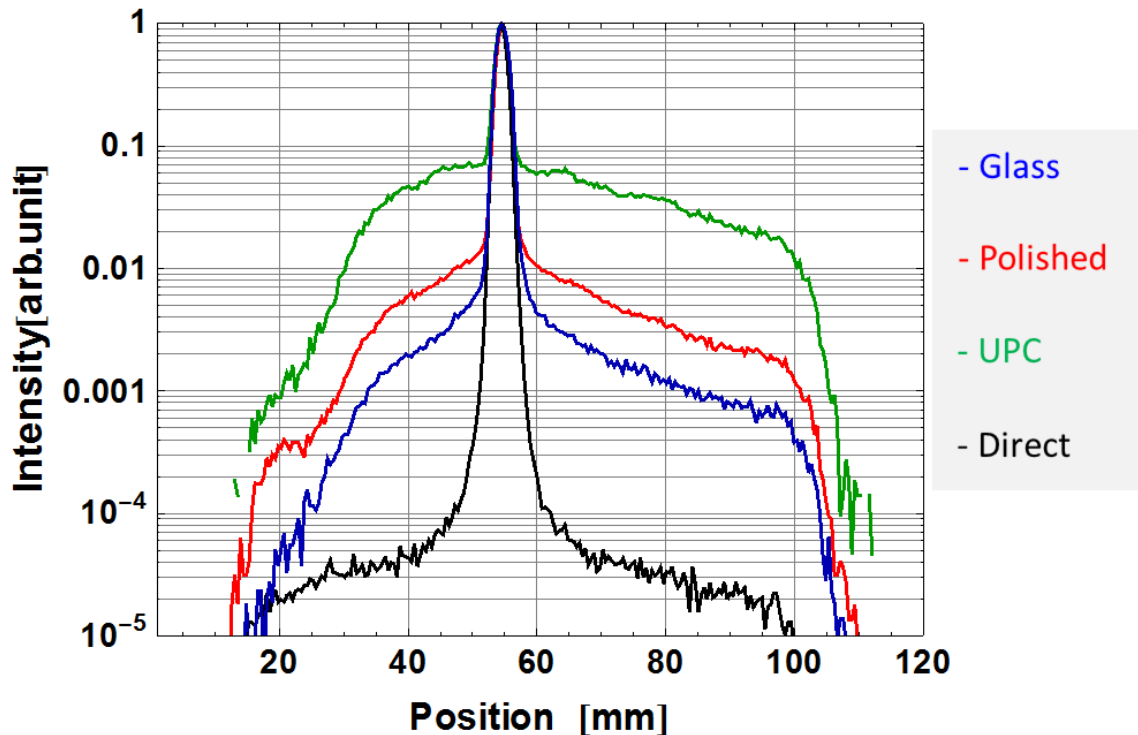


図 2-23. 反射ビームプロファイルを垂直方向に積算したもの。ピーク強度で規格化し、ピークを中心を揃えた。青い線がガラス試験片、赤い線が研磨試験片、緑色の線が UPC 試験片、黒い線がダイレクトビームを示す。

2.5 結論

金属基板に無電解 NiP メッキ処理をし、その表面を超精密切削と機械研磨を組み合わせた手法で表面仕上げを行った。白色光干渉顕微鏡を用いて表面粗さ測定をした結果、研磨後に得られた表面粗さは 0.6 nm rms であり、本手法によって sub-nm レベルの表面粗さが実現できることが実証された。また、基板の表面粗さによる散漫散乱強度はピークの強度に対して 10^{-4} より小さかったことが確認された。これは例えば反射率測定や小角散乱測定のような用途には十分な性能である。

試験片の表面へのスーパーミラーの成膜試験は、京都大学原子炉実験所のイオンスパッタリング装置 (KUR-IBS) を使用した。中性子反射率測定の結果、無電解 NiP メッキ面へのスーパーミラーが可能であることが確認された。各試験片からの反射率の絶対値が比較的低い点や、散漫散乱強度が比較的高い点から、成膜プロセスに何らかの問題が発生していた可能性があるが、詳細は分かっていない。

第3章 回転楕円形状試験片を使用した形状精度の検証

序論

前章では平板試験片を用いて、超精密切削と機械研磨によって十分な表面粗さ精度が実現できること、さらに無電解 NiP メッキ面へのスーパーミラーの成膜が可能であることを述べた。本章では更に小型の曲面ミラーの試作をし、平板試験片と同様の製作・評価ができることを確認したので、それに関して述べる。小型曲面ミラーの試作品として、全長 130 mm の回転楕円形状の集束ミラーを設計・加工し、金属基板の利点を生かした複雑な形状を持つミラーを加工した場合に形状精度及び表面粗さがどの程度の精度が得られるのか検証した。

3.1 試験片の設計

3.1.1 小型の回転楕円形状試験片（以下、回転楕円試験片）を作成する目的

回転楕円形状の片方の焦点を通過したビームはミラー面に反射された後もう片方の焦点を通過する。この特性を利用し、回転楕円形状を持つ凹面鏡を利用してビームを集束させることが可能である。この性質を利用し、非常に小型の中性子小角散乱装置を作成することが可能である。例えば、本学で開発され、JRR-3 に設置されている小型集束型中性子小角散乱装置（mfSANS）では、実際に磁性薄膜の構造解析に使用された実績がある[25]。mfSANS では回転楕円ミラーを導入して集束光学系を実現しており、全長 2.5 m という非常にコンパクトな装置となっている。図 3-1 に mfSANS の装置体系を示す。

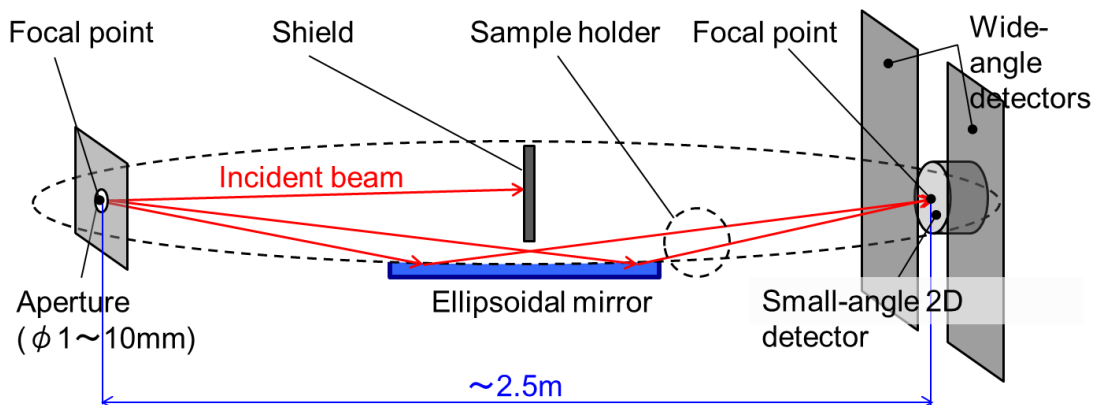


図 3-1. 小型集束型中性子小角散乱装置（mfSANS）の体系概略図

本章で作製する回転楕円試験片は、これまで開発したミラー基板の加工・評価方法を基本とするが、さらに二次元曲面を持ったミラーを加工するための方法を開発し、更に中性子まで含めてどのように評価するかを試験するためのものである。

本章で扱う回転楕円試験片は平板試験片と同様に HUNS と KUR-CN3 を使用して性能評価を行う予定であったため、二つの中性子源の波長スペクトルを考慮してその形状を設計した。図

2-11 及び図 2-16 に示されている両者の中性子スペクトルを比較すると、KUR-CN3 では 2 章で述べたように、0.24 nm 以下の波長で急激に強度が落ちているのに対して HUNS では 0.2 - 0.7 nm 付近にブロードなピークを持つスペクトルとなっている。今回のミラーは表面が 0.9 Q_c 程度の無電解 NiP メッキであるため、0.3 nm の中性子を使用した場合にでも全反射できるようにミラーへの入射角を 5.6 mrad として設計した。ミラー中心で入射角 5.6 mrad を満たすためには、楕円の長軸半径 r_a と短軸半径 r_b の比が以下の関係を満たせばよい。

$$\frac{r_b}{r_a} \leq 0.0056 \quad (3.1)$$

SANS の装置体系で使用する回転楕円ミラーは焦点間距離が 2.5 m となっている。回転楕円試験片の長軸半径 r_a を 1.25 m とし、短軸半径 r_b は、式 (3-2) で示すように 7.0 mm とした。

$$r_b = 0.0056 \times 1250 = 7.0 \quad (3.2)$$

回転楕円試験片は全長を 130 mm、有効角は長軸を中心とした回転で $\pm 30^\circ$ とした。また、試験片の幅は 40 mm であった。

3.2 加工

3.2.1 形状精度計測

加工後の試験片の形状精度を測定するのに三鷹光器社製の超精密非接触三次元測定装置 (NH-3) を使用した。表 3-1 に NH-3 の基本的な性能を示す。

表 3-1. 超精密非接触三次元測定装置 (NH-3) の性能

名称	超精密非接触三次元測定装置 (NH-3)	
軸数	3 (X, Y, Z) + 主軸	
ストローク	X	150 mm
	Y	150 mm
	Z	10 mm
測定分解能	0.01 × 0.01 × 0.01 μ m	

NH-3 はレーザープローブを用いた非接触式の 3 次元測定装置であり、そのストロークは試験片の大きさをカバーしていることから、今回の回転楕円試験片の形状計測に適しているため使用した。

3.2.2 マシニングセンタを用いた形状形成加工

3.2 で述べたような深い凹面鏡の形状形成加工する場合に、mm オーダーの除去加工が必要になる。したがって、超精密切削によって形状形成を行うのは効率的ではない。そのため、高速マシニングセンタを用い、ボールエンドミルを使用してフライス加工し、大まかな形状整形を行った。

回転楕円形状のような立体的な形状を形成する場合、使用する工具の形状を考慮して加工パスを作成する必要がある。例えば、マシニングで使用するようなボールエンドミルの場合、工具中心の軌跡は実際に加工したい面に対して工具半径分だけ法線方向に移動したものである必要がある。また、使用した工具の形状精度は加工後の形状に転写されるため、使用工具の形状精度よりも高い精度を持つ形状を実現したい場合は工具の形状誤差を考慮した形状補正を加工パスに反映させる必要がある。

形状形成には、松浦機械製作所製高速主軸搭載マシニングセンタ（FX-5）を使用し、工具はミスミ XAL シリーズ超硬ボールエンドミル（2 枚刃、先端 R3.0）を使用して形状形成加工を行った。表 3-2 に FX-5 の基本的な性能を示す。

表 3-2. 松浦機械製作所製高速主軸搭載マシニングセンタ（FX-5）の性能

名称	高速主軸搭載マシニングセンタ FX-5	
軸数	5 (X, Y, Z, B, C) + 主軸	
ストローク	X	1000 mm ?
	Y	300 mm ?
	Z	500 mm ?
	B	360°
	C	±60°
制御分解能	1 μ m	

図 3-2 に FX-5 の写真を示す。

加工は X 方向（図 3-2 で左側）から切削を始め、切り込み深さ方向を機械の Z 軸と平行な方向とした。また、加工時の座標原点は光学中心とした。試験片は図 3-3 に示すように専用の治具上に固定し、治具はクランプによって加工機に固定した。

各軸方向の加工原点に関しては、X、Y 軸方向に関しては、加工機の主軸に取り付けられるタッチプローブ（ $\phi 2$ mm）を使用した。試験片の両端をそのタッチプローブで触れ、センサーが反応する位置を NC 制御盤で確認し、その両位置の y 座標の中間を試験片の y 中心とした。

Z 軸の加工開始点は、あらかじめ付けておいた加工原点付近の試験片の目印が除去され始める高さとした。

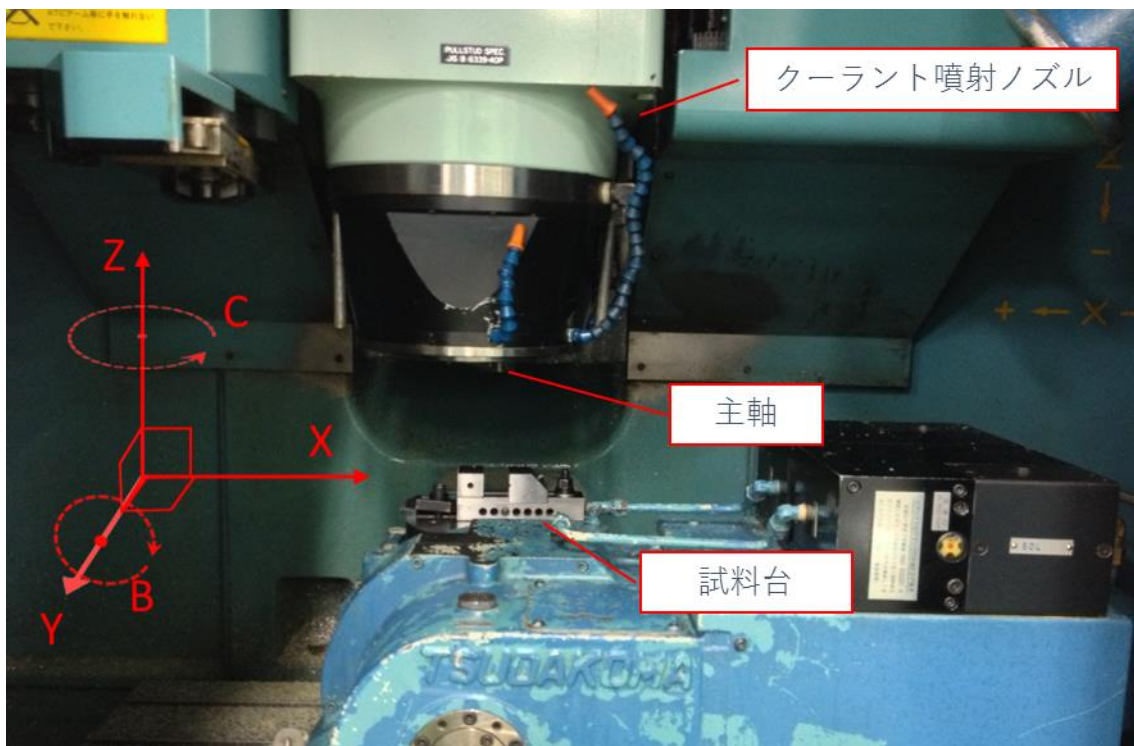


図 3-2. 松浦機械製作所製高速主軸搭載マシニングセンタ（FX-5）の試料位置付近の写真。

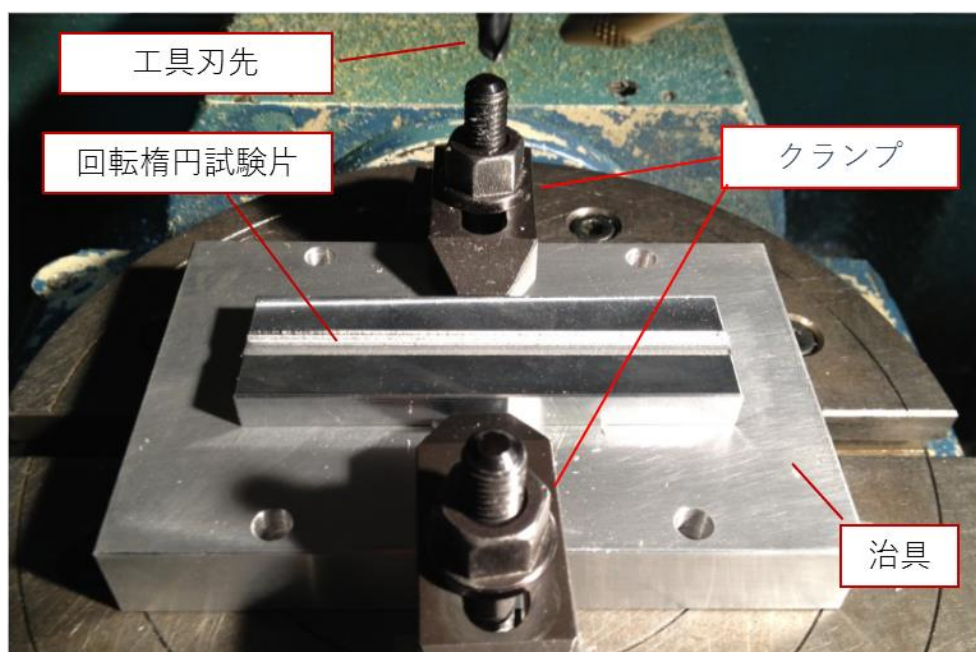


図 3-3. 試験片を試料台上に設置した様子。（試験片は加工後の状態）

3.2.2.1 加工条件

マシニング（フライス）の加工条件は三菱日立ツール株式会社が公表しているもの（http://www.mmc-hitachitool.co.jp/j/technique/tech_info/index.html）を参考に計算した値を

用いた。

工具回転数 S は以下のような式で表される。

$$S = \frac{1000V}{\pi \times D_c} \quad (3.3)$$

但し、ここで V は切削速度[m/min]、 D_c は実効的な工具直径[mm]である。切削速度は工具の材質によって適正な値が異なり、本研究で使用した超硬ボールエンドミルの場合は 30~60 m/min が適正とされている。また、実効的な工具直径は加工する部位ごとに異なり、最も大きい回転楕円の端部では約 3.0 mm となる。上の式によって、工具回転数は $S = 3184 \sim 6639$ rpm となる。被切削物が Al であることと、回転楕円の中心付近では実効的な工具直径が小さくなることを考慮し、工具回転数 S は 6000 rpm とした。

フライス加工後の面粗さは切削が、刃先が回転、移動しながら材料を下から上に向かって切り込むアップカットと逆のダウンカットのどちらで行われたかによって異なる。図 3-4 にアップカットとダウンカットの説明図を示す。

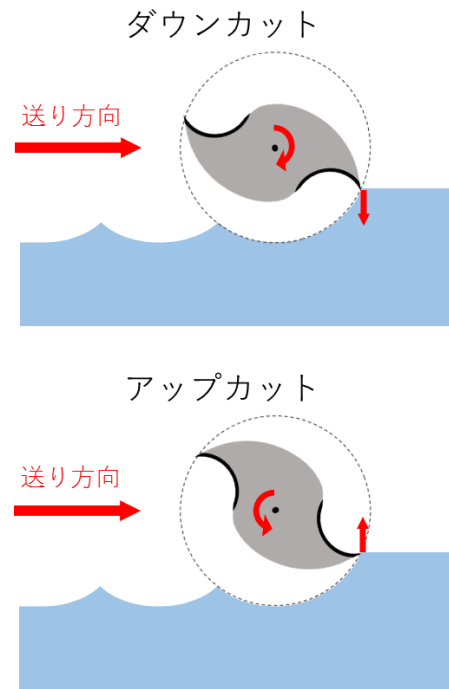


図 3-4. アップカットとダウンカットの概略図

それぞれについて、加工後に発生するカスプの高さ h_{down} と h_{up} は以下の式で表される。

$$h_{down} = \frac{f_z^2}{8\left(\frac{D}{2} - \frac{f_{zz}}{\pi}\right)} \quad (3.4)$$

$$h_{up} = \frac{f_z^2}{8\left(\frac{D}{2} + \frac{f_z z}{\pi}\right)} \quad (3.5)$$

ここで、 f_z は1刃当たりの送り量であり、工具の送り速度 v_f と刃数 z を用いて以下のように表される。

$$f_z = \frac{v_f}{S \times z} \quad (3.6)$$

f_z は工具の刃数によって適切な値が異なり、2枚刃の工具は $f_z = 0.04 \sim 0.08$ が適正とされている。今回、 $f_z = 0.05$ とし、その場合工具送り速度は $v_f = 600$ mm/min となり、加工後に発生するカスプの高さ h_{down} と h_{up} はそれぞれ、 $h_{down} = 0.20$ μm 、 $h_{up} = 0.05$ μm となり、メッキに必要な面粗さを満たす。しかし、これはあくまで理論値であり、この値に加えて主軸のブレや、工具と被削物の間で継続的に発生する振動、びびり等の誤差が加わる。

上の計算から、アップカットとダウンカットのどちらでも十分な面粗さが得られることが分かったため、前章の平板試験片に用いたシェーパー加工のように一方向にのみ切削するような加工方法が使用できることが分かった。尚、加工パスはX軸方向に対して一方向にのみ工具を送るものとした。加工パスは、目的の形状に対して使用する工具の形状補正を行ったものとする必要がある。形状補正のための計算は以下のようにして行った。

先ず図 3-5 に示すような二次元の楕円について、加工点 $P(x, z)$ に対応する単位法線ベクトル $\vec{n_z}$ を求める。

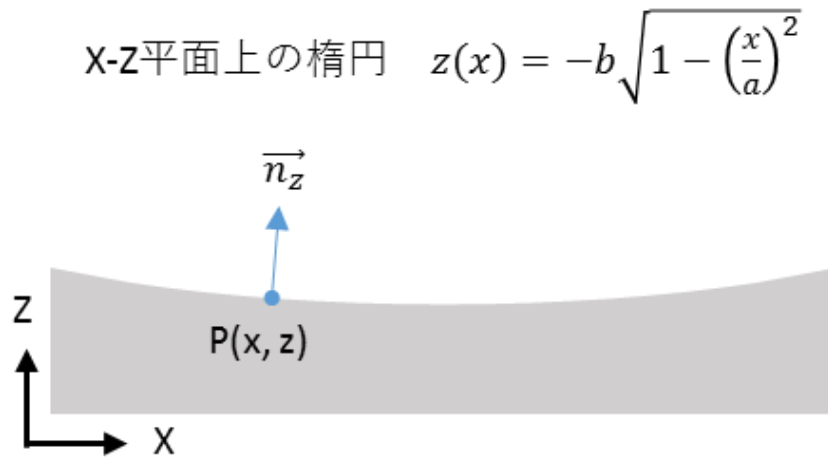


図 3-5. 楕円上の加工点 $P(x, z)$ に対する単位法線ベクトル $\vec{n_z}$

ここで単位法線ベクトル $\vec{n_z}$ は、

$$\vec{n}_z = \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{bx}{a^2 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2}} \right)^2}} \left\{ -\frac{bx}{a^2 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2}}, 1 \right\} \quad (3.7)$$

と表される。この法線ベクトルの方向に楕円から工具半径の長さ分だけ離れた位置が工具中心（ボールエンドミルの曲率中心）の位置となるため、工具中心の位置は以下のように表すことができる。

$$\vec{P}_{tool}(x, z) = \vec{P}(x, z) + r_{tool} \vec{n}_z \quad (3.8)$$

続いて、この楕円を3次元に拡張するため、先ほどのX-Z平面が回転楕円形状を回転軸の断面から見た場合に、回転軸から θ だけ傾いた楕円面上の点 $P_1(y_1, z_1)$ と回転軸を通る平面とした（図3-6参照）。

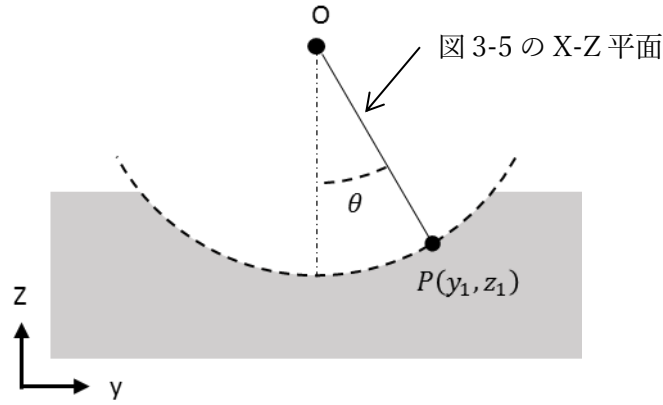


図3-6. 回転軸の断面から見た楕円上の加工点 $P_1(y_1, z_1)$

この時、加工点 $P_1(x_1, y_1, z_1)$ を指定すれば、角度 θ が求まり、工具中心点 $\vec{P}_{tool}(x, y, z)$ が以下のように求まる。

$$\vec{P}_{tool}(x, y, z) = \left\{ x + r_{tool} \frac{-\frac{bx}{a^2 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2}}}{\sqrt{1 + \left(\frac{bx}{a^2 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2}} \right)^2}}, r_{tool} \frac{\sin \theta}{\sqrt{1 + \left(\frac{bx}{a^2 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2}} \right)^2}}, r_{tool} \frac{\cos \theta}{\sqrt{1 + \left(\frac{bx}{a^2 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{a} \right)^2}} \right)^2}} \right\} \quad (3.9)$$

この $\overrightarrow{P_{tool}}(x, y, z)$ を加工領域上のすべての点について求めたものが加工パスとなる。図 3-7 に加工パスの概略図を示す。

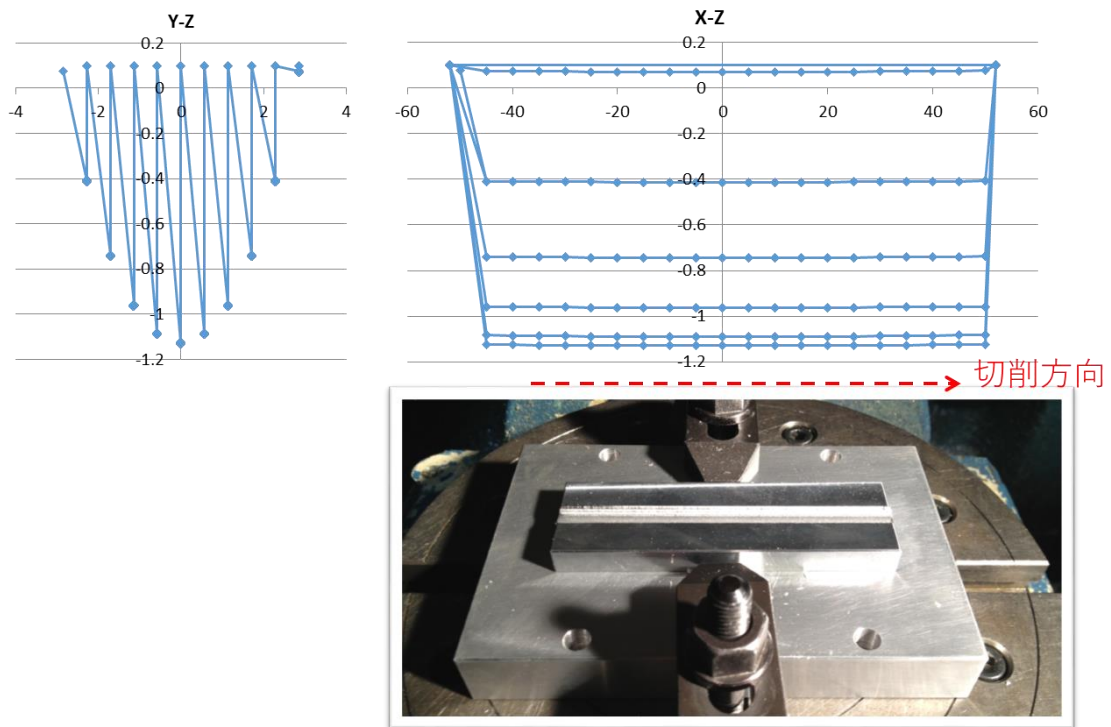


図 3-7. 加工パスの概略図

回転軸断面に垂直方向の面粗さは加工パスの間に発生するカスプ高さでおよそ決まり、図 2-1 で述べたように加工ピッチの大きさで計算できる。この工程において、最終的に得るカスプ高さは数 μm 以下であればよい。これはこの後の無電解 NiP メッキの工程において、メッキ厚の誤差が $\sim 5 \mu\text{m}$ 程度生じるため、それ以上の形状精度が必要がないためである。加工時間とカスプ高さの兼ね合いから加工ピッチは 0.02 mm とした。この時発生するカスプ高さは $1.7 \sim 2.2 \mu\text{m}$ となる。値に振幅があるのは加工ピッチが Y 軸に対して等間隔になっているとき、曲面の位置によって実効的な加工ピッチが異なるためである。

図 3-8 に形状形成加工後に超精密非接触三次元測定装置 NH-3 を用いて回転楕円形状の光学中心付近で回転軸断面の形状計測を行った結果を示す。

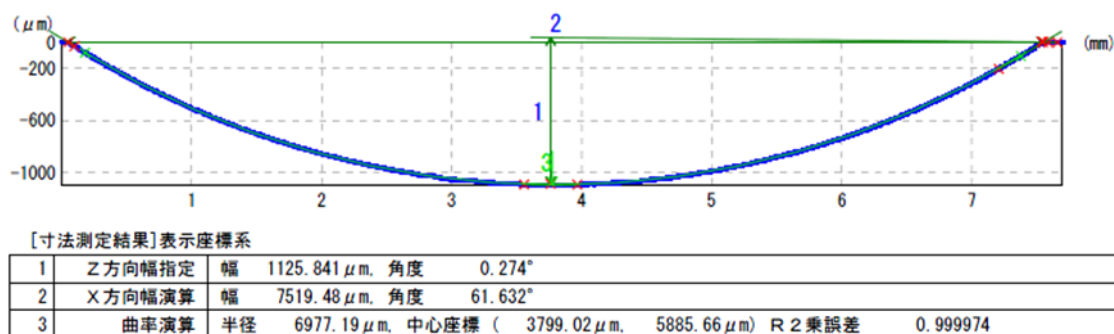


図 3-8. 光学中心付近での回転軸断面の形状計測結果

回転半径は設計値の 7.00 mm に対し、6.98 mm、となった。

図 3-9 に形状形成加工後の光学中心付近の表面粗さを示す。

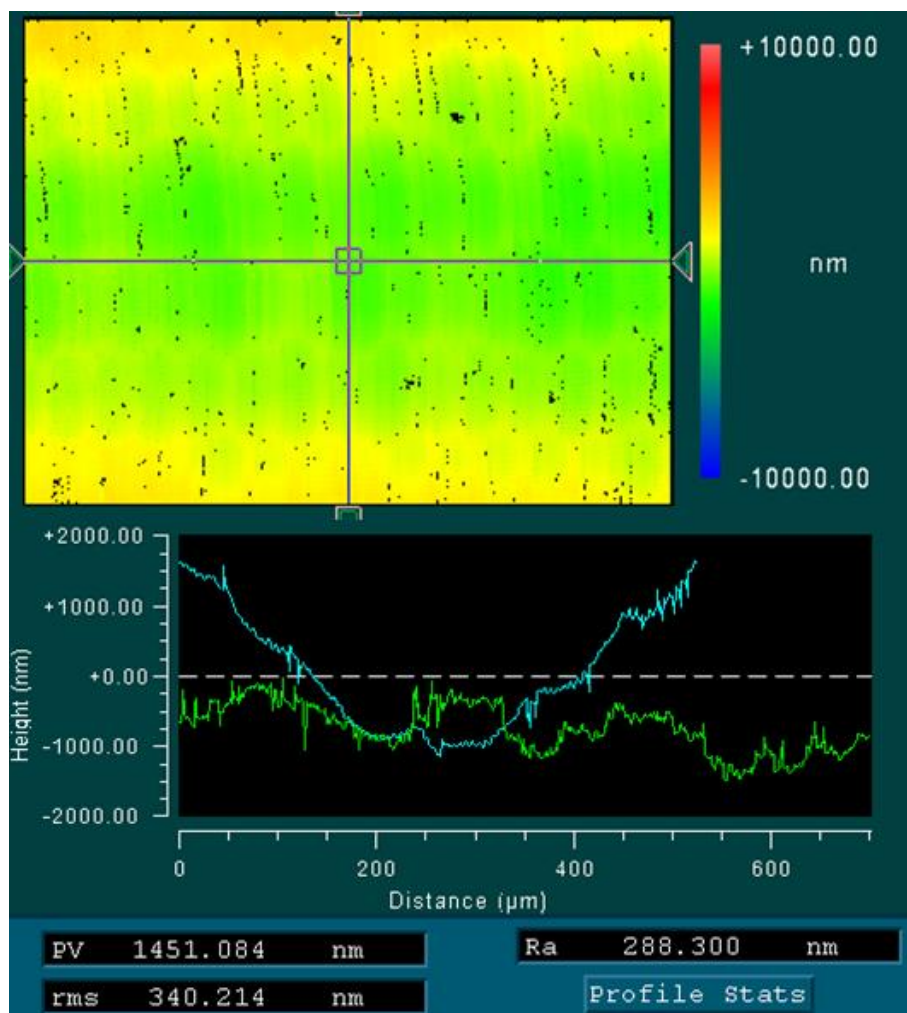


図 3-9. 光学中心付近の表面粗さ計測結果。緑色の線が図中の横（長軸）方向の形状を示し、青い線が縦（短軸）方向の形状を示している。

表面粗さは 0.34 μm rms となっており、NiP メッキ処理をするのに十分な表面粗さとなったことが確認された。

3.2.3 超精密切削加工（中仕上げ）

超精密切削加工によって得られる形状精度を検証するため、形状形成加工した曲面をさらに超精密切削によって鏡面加工した。超精密切削加工は第2章で作製した平板試験片と同様、単結晶ダイヤモンドバイトを使用して行った。加工パスは形状形成の時のものとほぼ同様のものであり、工具形状補正のみが異なる。以上の条件で、超精密切削加工を行い、本手法によって得られる形状精度を検証した。

研磨加工による表面仕上げにおける表面の凹凸の除去量は数十 nm であるため、 μm オーダーの形状精度は超精密切削加工による切削が支配的であり、ミラーの形状精度はそれによって決まる。

今回のような二次曲面を超精密切削加工する場合、加工パスがマシニングによって形成された形状とずれないように加工開始位置、加工方向を決める必要がある。加工機に取り付けた試験片に対して、曲面上の6点の座標を取得し、その座標を用いて試験片の形状フィッティングを行い、試験片の傾きを求めた。なお、使用した超精密切削加工機では、小さな領域（ $\sim 5\text{ mm}$ ）を切削する加工パスを作成し、加工開始高さを徐々に下げ、切削が開始された位置を記録することで座標を取得した。このような作業を数回繰り返し、NC 制御によって試験片の傾きを修正した後加工を開始した。

平板試験片と同様、効率的に加工作業を進めるために加工ピッチは粗加工（ 1.0 mm ）、中仕上げ（ 0.02 mm ）、終仕上げ（ 0.005 mm ）の3段階に分けて加工を行った。図3-10に超精密切削加工後の回転楕円試験片の写真を示す。

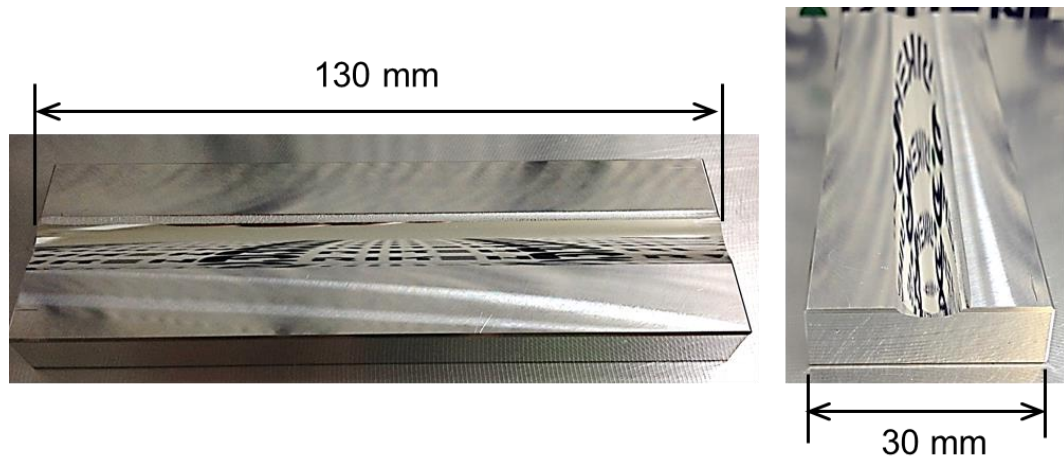


図 3-10 超精密切削加工後の回転楕円試験片の写真。

超精密切削時の加工ピッチは 0.005 mm とし、表面粗さを十分小さくした後に長手方向、回転軸断面方向の形状を計測し、設計形状との残差（形状誤差）を評価した。図3-11に超精密切削加工後の回転楕円試験片の各方向の形状誤差を示す。

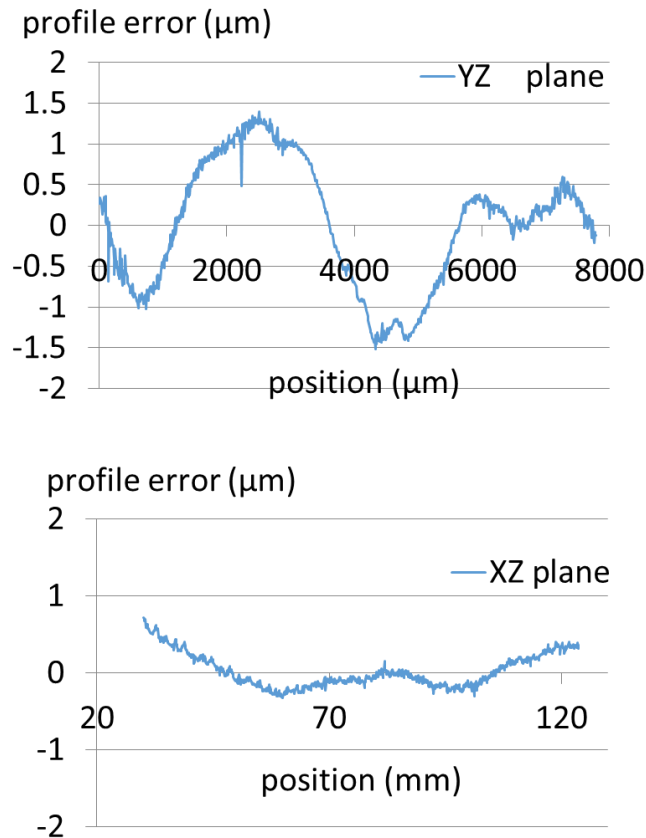


図 3-11 超精密切削加工後の回転楕円試験片の各方向の形状誤差（設計形状からの残差）。
（上）回転軸断面の方向の形状誤差。（下）長手方向の形状誤差。

長手方向の形状精度は $0.7\text{ }\mu\text{m P-V}$ 、回転軸断面方向のそれは $2.8\text{ }\mu\text{m P-V}$ であった。なお、P-V は peak to valley を表す。回転軸方向の形状精度の P-V 値が長手方向のそれよりも大きかった理由は使用したダイヤモンドバイトの輪郭の形状に誤差が有り、それが転写されたためであると考えられる。より深い理解のためにはダイヤモンドバイトの切削痕を調べ、刃先の形状精度と試験片の形状誤差との整合性を吟味する必要がある。

これ以降の加工及び検証は理化学研究所の郭江博士によって行われた[30-32]が、このミラーの製作を理解する上で不可欠なため、以下で記述する。

3.2.4 理化学研究所の郭江博士による表面仕上げと試験片の集光性能評価

郭博士は上記の手法と同様の方法で同じ寸法の回転楕円試験片を作製し、ミラー面上に無電解 NiP メッキ処理をした後に超精密切削と機械研磨による表面仕上げを行った。これまでの製作の問題点を踏まえ、より正確な工具形状補正を行うことにより、ミラー全体の形状精度は $0.5\text{ }\mu\text{m P-V}$ を達成できている。そのことを報告している論文[30]より、形状精度に関する情報を抜粋して図 3-12 に示す。

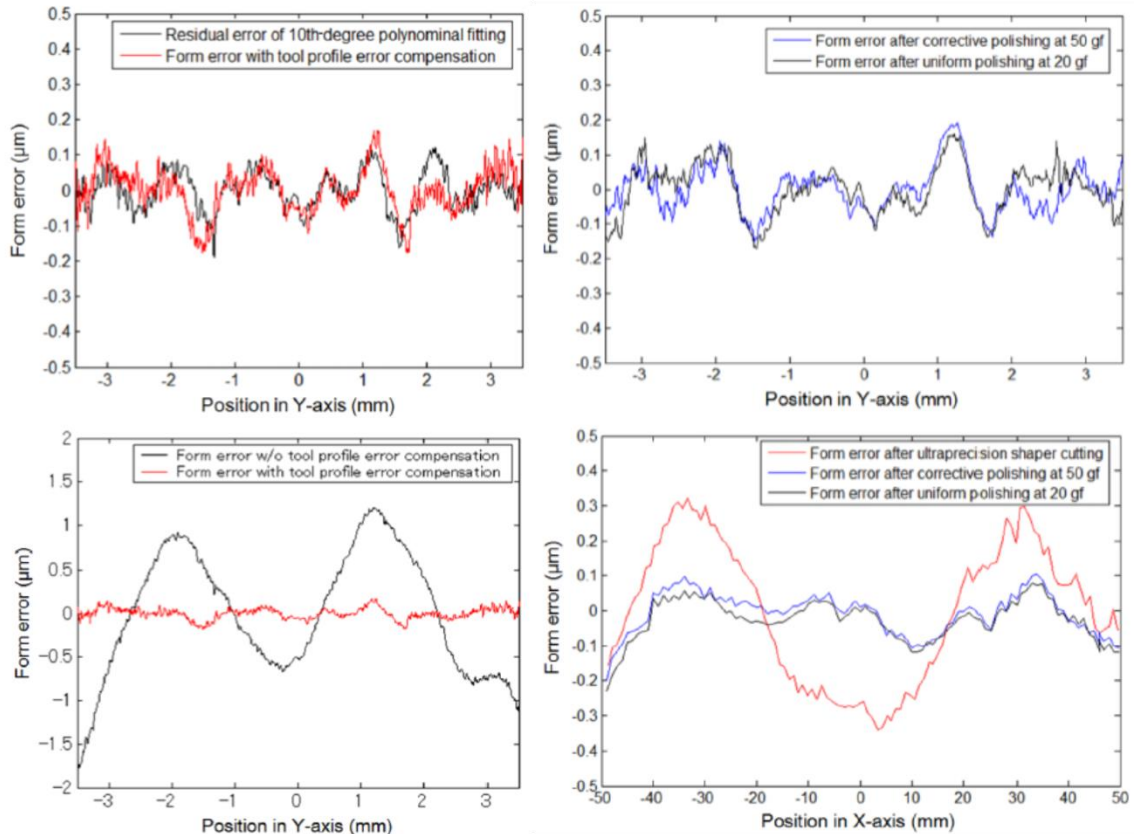


図 3-12 回転楕円試験片の各方向の最終的な形状誤差（設計形状からの残差）。（左）ダイヤモンドバイトの正確な工具形状補正を行う前後の形状誤差。（右）形状補正研磨を行う前後の形状誤差。[30]より転載。

3.2.5 研磨ツール形状変更による回転楕円形状への対応

郭博士は試験片の研磨加工によって試験片の表面粗さを 0.2 nm rms まで改善している。第2章でボイスコイルモータ（VCM）を用いた研磨加工機を用い、ミラー基板に必要な面粗さを得ることができることについて述べているが、この研磨方法を曲面に適用するため、研磨ツール形状を円盤状のものから球状のものに変更している。研磨ツールが安定して回転楕円面に倣うように、モーターと研磨ツールを接続する軸継手にはスリットが入った比較的柔軟なものを使用している。研磨パッドは樹脂製のクッション材（厚さ約 1 mm ）が付いたものを使用している。研磨ツールは研磨パッドの厚みを考慮して短軸半径よりも少し小さくすることで、短い加工パスで全加工領域をカバーすることができている。この場合、VCMによる研磨圧力の制御は水平に設置した試験片に対して垂直方向にのみ働く。このことを詳しく報告している論文[30]より、表面粗さに関する情報を抜粋して図 3-13 に示す。

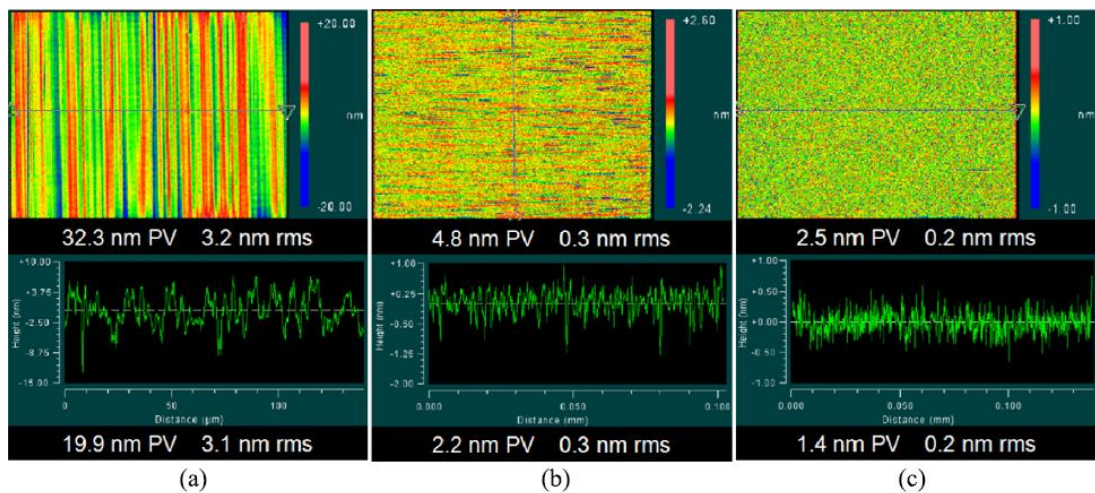


図 3-13 光学中心付近での表面粗さ計測結果。(a) 超精密切削後の表面プロファイル。(b) 形状補正研磨加工後の表面プロファイル。(c) 仕上げ研磨加工後の表面プロファイル。[30]より転載。

3.3 集光性能の評価

郭博士によって仕上げられた試験片に関し、KURRI port-CN3 にて中性子ビームを使用して筆者らはその集光性能の評価を行った。中性子ビームを用いた集光性能評価の結果、上流の焦点において直径 1.0 mm のピンホールでコリメートされたビームは下流の焦点位置においてほぼ直径 1.0 mm のスポットに集光されることが確認された。詳細は[31]を参照の事。

3.4 基板表面にスーパーミラーを成膜した場合の反射率性能評価

スーパーミラー成膜に関しては既に平板試験片を用いて無電解 NiP メッキ面に対しても問題なく成膜できることが確認されているが、二次曲面でも同様の成膜が可能かどうかについて郭博士が作製した回転楕円試験片を用いて検証した。成膜試験は、他の章で扱っている試験片と同様、イオンスパッタリング装置 (KUR-IBS) を使用した。Ni と比べて 3 倍に相当する反射臨界角を持つ ($m=3$) スーパーミラーを製膜した。これにより、入射角が 5.6 mrad の時、0.11 nm までの短波長の中性子が反射できる。

この試験片に関し HUNS で中性子反射率の測定を行った。図 3-14 に HUNS で行った中性子反射率計の実験体系を示す。

図 3-15 に HUNS で組み上げた中性子反射試験の実験体系の写真を示す。

尚、実験施設の都合上、図 3-15 の写真は図 3-14 の体系図と左右逆になっている。モデレータより入射される冷中性子は直径 2.0 mm のピンホールと U 字のスリットによってコリメートされ、ミラー表面にのみ照射される。入射角の調整は、ピンホールと U 字スリットの位置調整によって行われ、レーザーを使用して反射像を確認しながら行われた。ピンホールと U 字スリットのおおよその位置に合わせた後、中性子ビームを用いた微調整を行い、それぞれの最終的な位置を決定した。中性子検出器は RPMT (2 章参照) を使用した。

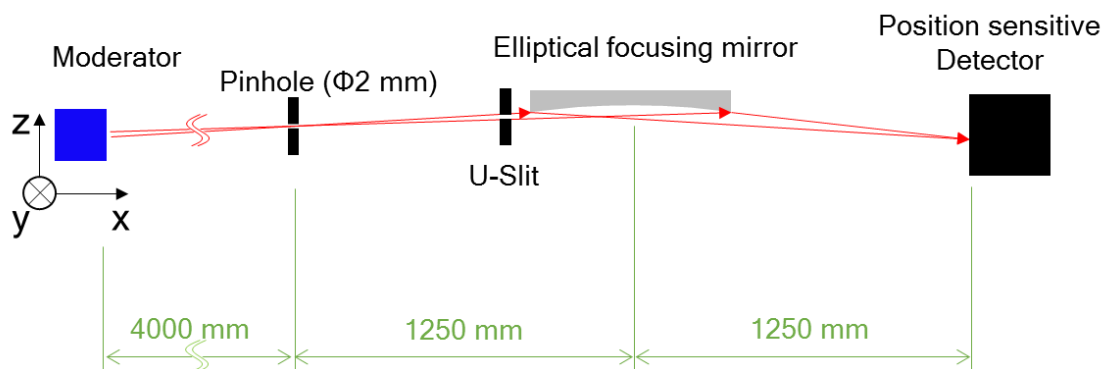


図 3-14 HUNS で行った中性子反射試験の実験体系。



図 3-15 HUNS で組み上げた中性子反射試験の実験体系。

直径 2.0 mm という非常に小さなピンホールを使用しているため、得られる信号も非常に弱いものであった (0.1 n/s)。そのため、体系全体及び光軸周りをホウ酸と樹脂の化合物で出来た遮

蔽ブロックで囲むことにより周囲からのノイズを低減した。

ミラーの回転角方向の場所によって成膜された多層膜の膜厚に変化が無いかを確認するため、図 3-16 に示すように、U 字スリットの一部を Cd の板で遮蔽した場合としていない場合とでその反射率を比較した。スパッタリングによって製膜する際に、ターゲットに対して角度が異なると膜厚が変化する可能性があったため、このような検証を行った。

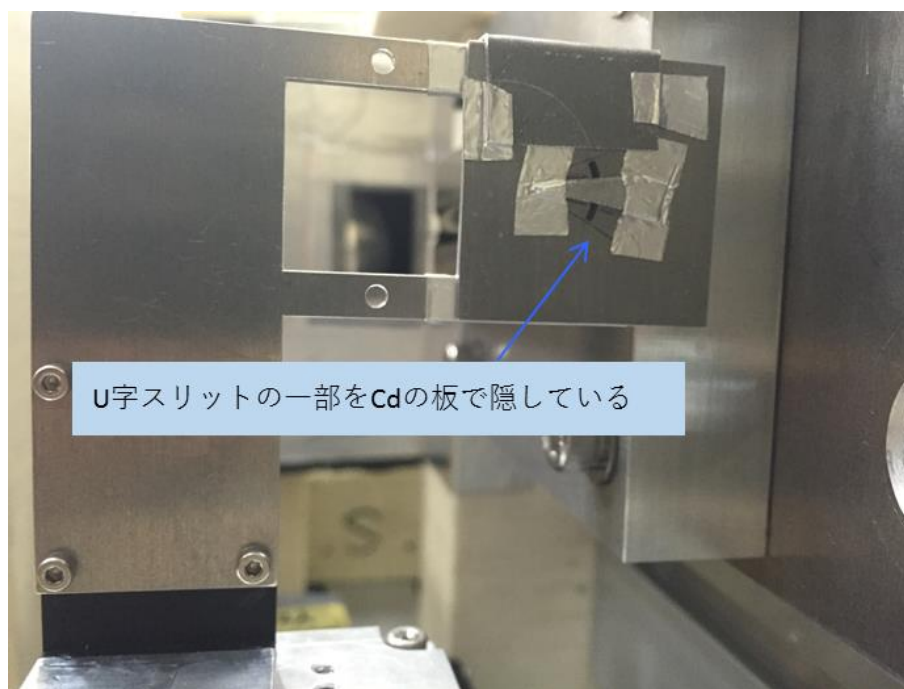


図 3-16 U 字スリットの一部を Cd の板で隠している様子

こうすることでミラーの回転軸断面から見た両端部のみからの反射ビームと、ミラー全体からの中性子反射率がそれぞれ取得できる。図 3-17 に得られたそれぞれの集光ビームの二次元プロファイルを示す。図 3-17 の左側はミラー全体からの反射ビーム、右側はミラー両端部のみからの反射ビームをについてそれぞれ示したものである。二次元プロファイルでは、 $x = 80 \sim 90$ pix の間にミラーによって反射されなかった U 字の形状をしたダイレクトビームが観察されたが、右側のミラー両端部のみからの反射ビームについて示したものはその中央部分が欠けており、Cd の板によってミラーの中央部分が照射されていないことが分かる。

ミラーで反射した中性子ビームだけについて波長スペクトルを計算したものを図 3-18 に示した。波長 0.36 nm~のものは無電解 NiP メッキ面からの全反射であるため、波長 0.36 nm 以上の波長の積分強度によって規格化した。

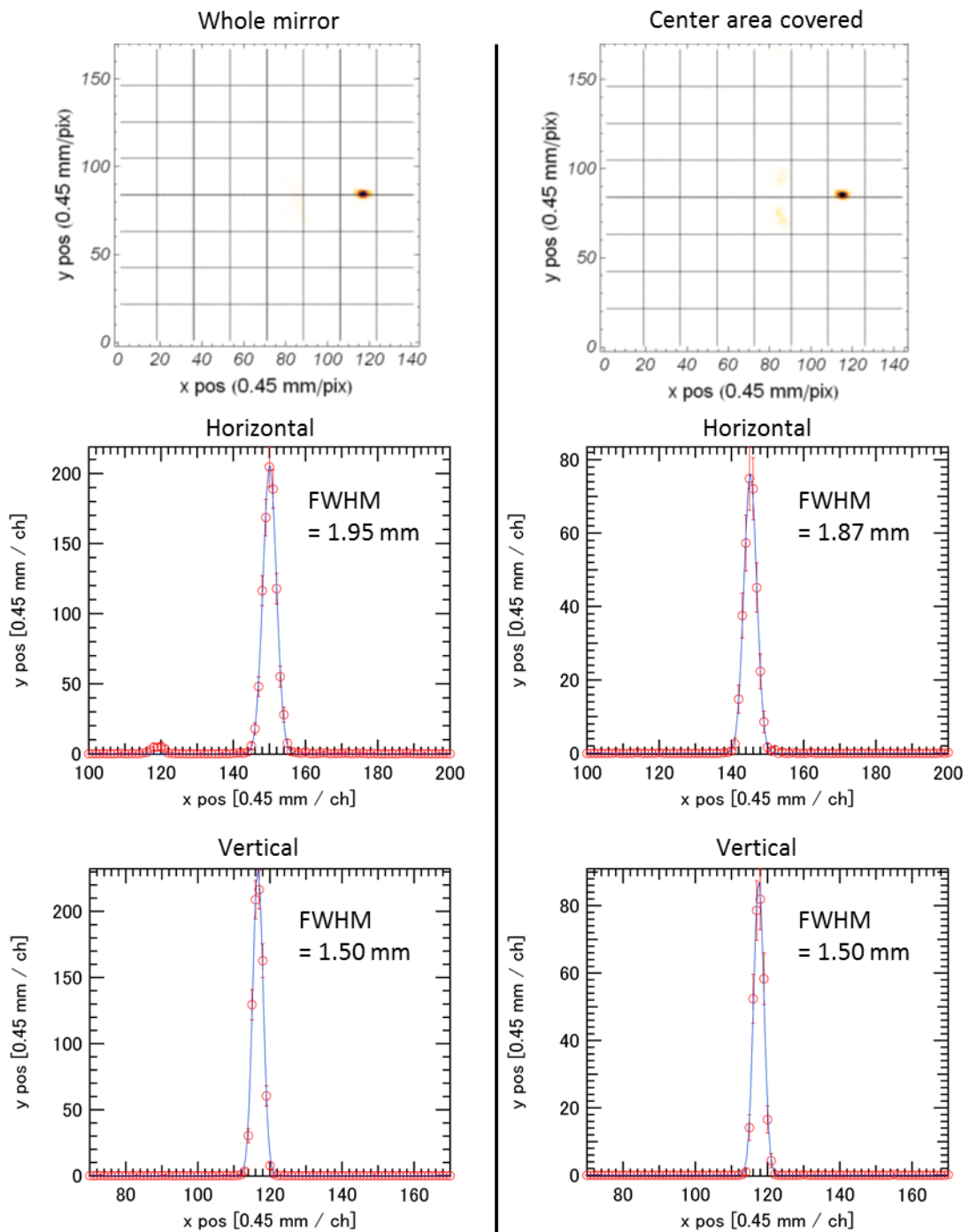


図 3-17 集光ビームの二次元プロファイルと水平方向及び垂直方向の積分値。(左) ミラー全体からの反射ビーム。(右) ミラー両端部のみからの反射ビーム。

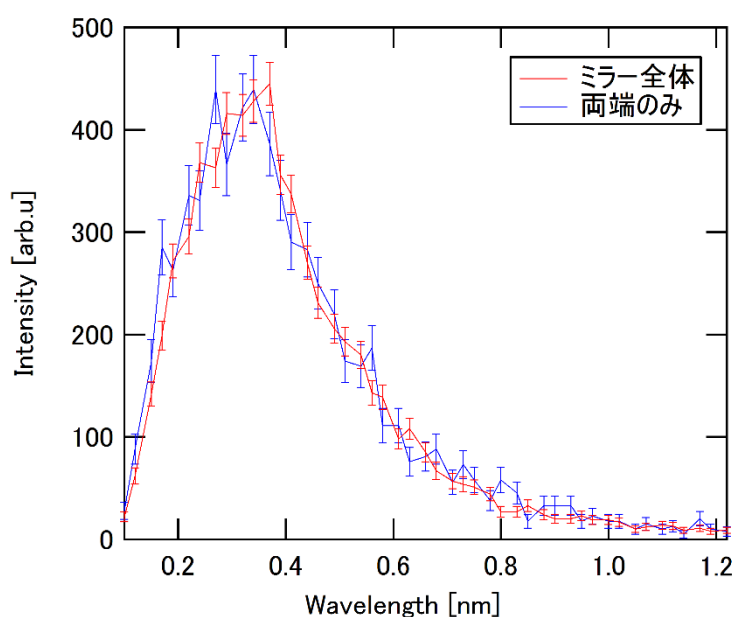


図 3-18 反射ビームの波長スペクトル (赤) ミラー全体からの反射ビーム。(青) ミラー両端部のみからの反射ビーム。

さらに二つの波長スペクトルの比を図 3-19 に示す。

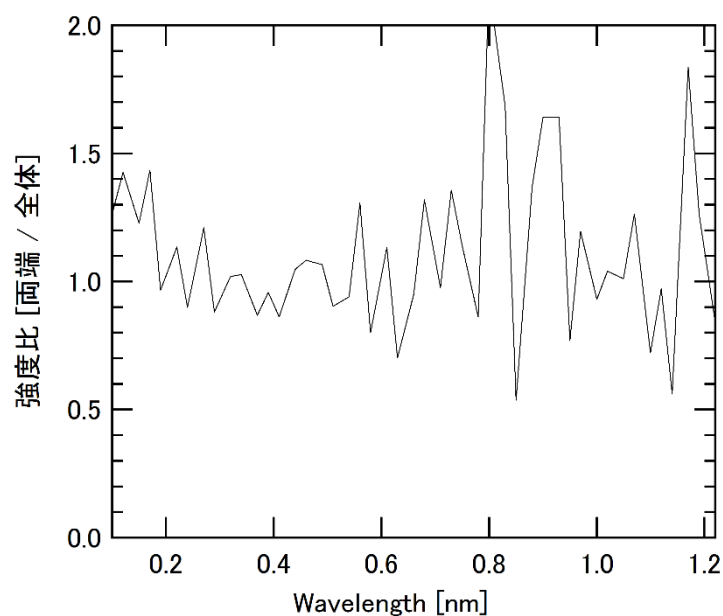


図 3-19 反射ビームの波長スペクトルの比

中性子カウント数が少なかったために統計が悪くなっているものの、全体的におよそ一致している。

この結果はあくまで予備的なものであるが、この結果から、曲面へのスーパーミラーの成膜が可能であることが示され、さらに、場所によって成膜された多層膜の膜厚に有意な変化が無いこ

とが分かった。

3.5 結論

高速マシニングセンタ、超精密切削、機械研磨を組み合わせた手法により、長軸半径 1250 mm、短軸半径 7 mm、全長 130 mm の回転楕円形状の試験片を作製した。作成された試験片は形状誤差が 0.5 μm P-V、表面粗さが 0.2 nm rms であった。試験片は KUR-CN3 にて集光性能評価がされ、上流の焦点において直径 1.0 mm のピンホールでコリメートされたビームは下流の焦点位置においてほぼ直径 1.0 mm のスポットに集光されることが確認された。

郭博士によって作製されたもう一つの回転楕円試験片はその表面に $m = 3$ のスーパーミラーの成膜試験を行い、回転楕円面においても問題なくスーパーミラー成膜が可能であることが確認できた。なお、成膜はイオンスパッタリング装置 (KUR-IBS) を使用した。

HUNS にて成膜された回転楕円試験片の中性子反射率測定を行った結果、回転楕円試験片表面への多層膜の成膜が確認された。さらに、回転軸断面から見たミラー両端部の領域からの反射ビームの波長スペクトルがミラー全体からのそれとほぼ同じになることが確認された。

第4章 大型楕円形状スーパーミラーを用いた反射率計（J-PARC/MLF BL16 SOFIA）の性能向上

序論

第3章では曲面をもつ一つのミラーに関して、成膜に必要な表面粗さと sub-mm オーダーの集光を可能とする形状精度が同時に実現可能なことを示した。この章では二つのミラーセグメントを組み合わせて大型の集光スーパーミラーを作製し、中性子反射率、集束性能の評価を行った。作製したミラーを J-PARC/MLF の BL-16 (SOFIA) 中性子反射率計に導入し、従来のダブルスリットによるコリメーション体系とカウントレートと比較した。試料表面の 19×20 mm の面積を照射する場合、集束ミラーを使用した場合の方が、カウントレートが 3.3 倍増加するのを確認した。

4.1 J-PARC/MLF BL16(SOFIA)反射率計用 1次元集光用楕円ミラーの設計

4.1.1 一次元集光用楕円ミラー（以下、楕円ミラー）の設計目的

金属基板を用いた大型の集光ミラー開発の目的として、J-PARC/MLF の BL16 (SOFIA) の高度化への寄与を行った。SOFIA は世界最高レベルの輝度を持つパルス中性子源を持つ J-PARC 物質生命科学研究施設(J-PARC/MLF)の BL16 に設置された試料水平型中性子反射率計である [33, 34]。SOFIA の測定体系を簡易的に表した図を図 4-1 に示す。SOFIA は試料前に 2 組のスリットを用いて入射ビームをコリメートしており、試料後に 1 組のスリットを使用して余分なビームをストップしている。最下流には二次元検出器が設置され、試料から反射された中性子はこれによって検出される。SOFIA は 2 つの下向きのビームラインを持ち、一つは 2.2° （シングルフレームモード）、もう一つは 5.7° （ダブルフレームモード）の角度を持っている。本研究では、最も良く使われるシングルフレームモード時に中性子ビームを試料位置に集束させる目的で集光ミラーを設計した。

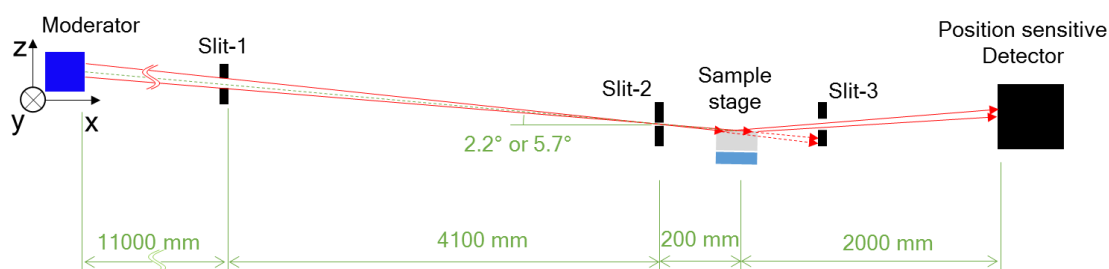


図 4-1. SOFIA 通常の試料の反射率を測定する場合の測定体系

図 4-2 に SOFIA に集光光学系を導入した場合の体系図の例を示す。試料上の小さな領域のみを照射したい場合、従来の 2 つのスリットによってビームをコリメーションすると、Slit-2 以降のビーム広がりのため、より小さく絞ったビームが必要となる。楕円形状の集束ミラーを使用し、中性子ビームを試料位置で集光することで、小さな試料を照射した場合でもビームの発散角

を大きくすることで、より強いビーム強度を得ることができ、かつバックグラウンドとなる試料以外からの散乱を大幅に低減できる。試料位置での集光を実現するためにミラー形状は”slit-1”と”sample”を焦点とする楕円とした。

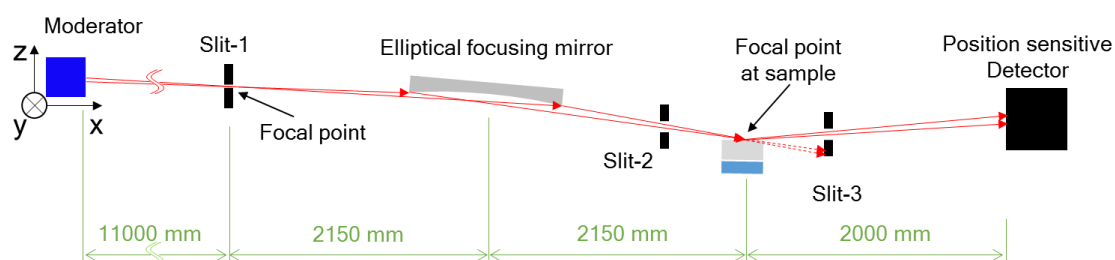


図 4-2. SOFIA に楕円ミラーを導入した場合の測定体系

集光によるビーム強度の利得だけを考慮した場合、Wolter type optics [35] のような縮小光学系が適している。しかし、縮小光学系ではミラーに対するビームの入射角の分布が大きくなるため、ミラーの位置毎の反射率が一様でなくなり、入射ビーム強度の角度依存性を考慮する必要がある。一方、等倍の光学系では入射ビームの角度分布に対してミラーの反射率がほぼ一様となるため、入射ビーム強度の角度依存性を無視することができる。本研究では、集束ミラーの性能評価をより正確に行うことも考慮し、等倍光学系を選択した。

そのため楕円ミラーは Slit-1 と Sample の中間にあるミラーステージに設置し、楕円の長軸半径は Slit-1-Sample 間距離の半分である 2150 m となる。長軸半径が固定されている場合、ビームの入射角は短軸半径に依存する。SOFIA では入射される中性子の波長領域は 0.2 nm ~ 0.8 nm である。ここで楕円ミラー表面に成膜されるスーパーミラーは反射率及び臨界角の大きさを考慮して $3 Q_c$ を選択した。 $3 Q_c$ の場合、最も波長が短い 0.2 nm の中性子を反射するにはミラーへの入射角を 10 mrad 以下にする必要がある。入射角を 10 mrad にするためには短軸半径 b は、 $b = 2150 \times 0.01 = 21.5$ mm となる。また SOFIA のビーム幅は 50 mm なので利用可能な中性子ビームをすべてカバーするため、ミラーサイズは全長 550 mm、幅 60 mm とした。以上をまとめると、楕円ミラーの寸法は表 4-1 のように決定した。

表 4-1. 1次元集光用楕円ミラーの寸法

形状	楕円面（凹面鏡）
全長 (l_m)	550 mm
幅 (l_w)	60 mm
長軸半径 (a)	2150 mm
短軸半径 (b)	21.5 mm

4.1.2 マルチセグメント設計の導入による大型化

超精密切削加工機のストローク上、一つのミラーセグメントは最大でも長さが 300 mm に制限される。成膜装置も同様にサイズの制限があるが、中性子源の特徴から中性子集光ミラーはメ

ートル単位で必要ことが多い。実際 BL16 に設置するミラー長さも 550 mm であり、加工機や成膜装置の大きさを超える。そこでマルチセグメント機構の設計、評価を行った。275 mm のミラーセグメントを2点組み合わせることで 550 mm 長のミラーを作製することにした。ここで加工機に取り付ける際に使用するベース（以下、加工ベース）と集束ミラーとして使用する際に使用するベース（以下、取付ベース）の二つのベースを用意した。図 4-3 に取付時と加工時それぞれの各セグメントの配置を示す。2つのミラーセグメントは同じ形状をしているため、図 4-3 (b) のように2つのミラーセグメントを並べて同時に加工することが可能となる。

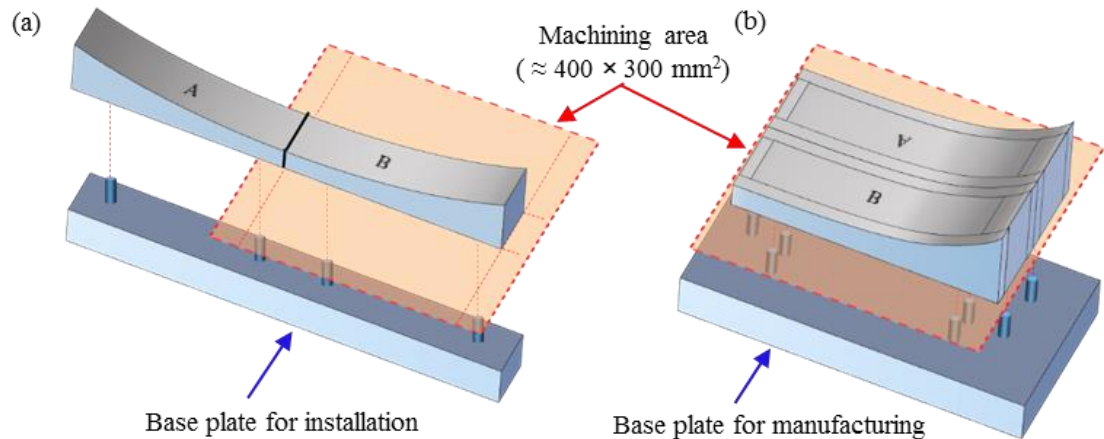


図 4-3. 取付時と加工時の各セグメントの配置

複数のセグメントを用いた場合、分解・組み立て過程によって形状が変化する可能性が大きい。そのため、形状精度の再現性を如何に確保するかが重要となる。先行研究として、マルチセグメントによる大型ミラーは X 線望遠鏡[18]という例がある。しかし、アクチュエーターを使用した位置調整機構は高価であり、大型の集光ミラーを北大 HUNS の様な小型中性子源に広く利用可能とすることは難しい。また金属基板にする大きな利点である中性子源近傍（高放射線場でかつメンテナンスが困難な場所）での利用も制限する。そこで本研究では平行ピンを使用したシンプルな組み立て機構を採用した。これは、2つのミラーセグメントには予めピン穴を設けておき、ミラーセグメントを加工ベースや取付ベースに固定した平行ピンがその穴に通ることで2つのセグメントの位置再現性を確保するものである。

ミラーセグメントをミラーベースから取り外す作業を複数回行うことを考慮し、ミラーセグメントと平行ピンの間は隙間ばめ、平行ピンとミラーベースの間は締めりばめとすることで、ミラーセグメントの取り付け作業をスムーズに行うことが可能である。ミラーセグメントと各ベースには同じ規格のピン穴を設け、平行ピンは段差付きのものを使用することで上記のはめ合いを実現した。締め付けによる形状変化を抑えるためにはミラーセグメントの厚さはできる限り厚くしたいが、成膜装置の都合もあり 10 mm で行った。また、研磨加工時に被加工物の縁ダレ※を防ぐためにミラーセグメントの各辺に同じ厚さのヤトイを設けた。

4.2 大型楕円ミラーの加工方法

4.2.1 基板加工プロセスの概要

基板加工プロセスの概要を図4-4に示す。ミラーセグメントと各ベースは図4-4(a)のプロセスの前に予め超精密切削によって平面度を $5\text{ }\mu\text{m P-V}$ 以下の精度にしている。各プロセスの間に洗浄、表面粗さ測定、形状測定を行い、プロセス毎に十分な精度を満たしている事を確認しながら順次加工プロセスを進めた。

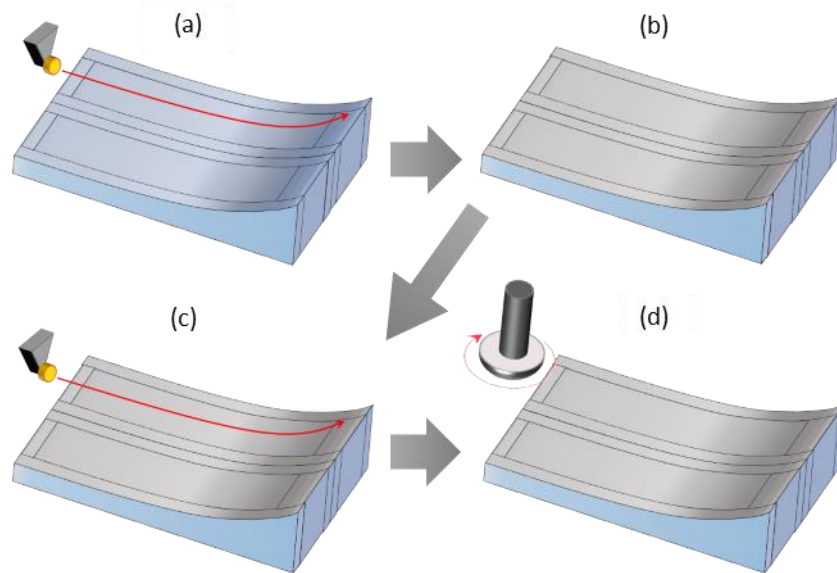


図4-4. 金属基板の加工プロセスの概略図。(a) 超精密切削による形状形成加工。(b) 無電解 NiP メッキ処理 ($100\text{ }\mu\text{m}$ 厚)。(c) 超精密切削による表面仕上げ。(d) 精密機械研磨による表面仕上げ。

4.2.2 基板の形状形成加工

2つのミラーセグメントは加工ベースに取り付けられた状態で超精密切削加工機に取り付けられた。加工機に取り付けられたミラーセグメント及びヤトイは単結晶ダイヤモンドバイトを使用したシェーパー加工によって表面に楕円面形状を形成した。超精密切削直後のミラーの写真を図4-5に示す。十分な形状精度が達成された後、ミラー表面には無電解 NiP メッキ処理を施した。

4.2.3 超精密切削加工と精密研磨加工による表面仕上げ

無電解 NiP メッキ後のミラーセグメントの表面を再び超精密切削加工にて表面粗さが数 nm rms 程度になるまで小さくした。その後は表面粗さが 0.5 nm 以下になるように、株式会社ジェイテック[36]に精密研磨加工を依頼した。

図4-6に超精密切削、精密研磨加工後のミラーセグメントの表面粗さを白色光干渉顕微鏡で測定した結果を示す。測定は9か所にわたって測定され、図4-6は代表的な1点（ミラー中央付近）のデータを示している。図4-6(a)ではシェーパー加工による 0.02 mm 間隔の切削痕が観察された。図4-6(b)では研磨加工によって切削痕が除去され、表面粗さの値も 16.9 nm rms から 0.33 nm rms まで小さくなっていることが確認した。

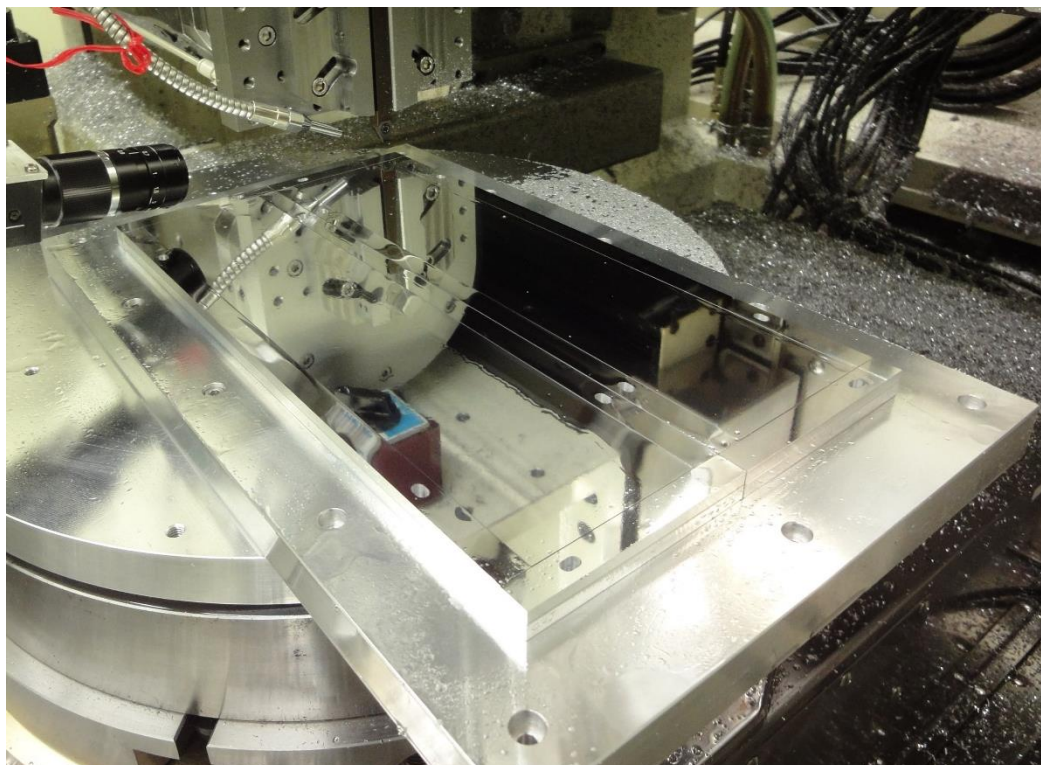


図 4-5. 超精密切削直後のミラーセグメント（無電解 NiP メッキ処理前）

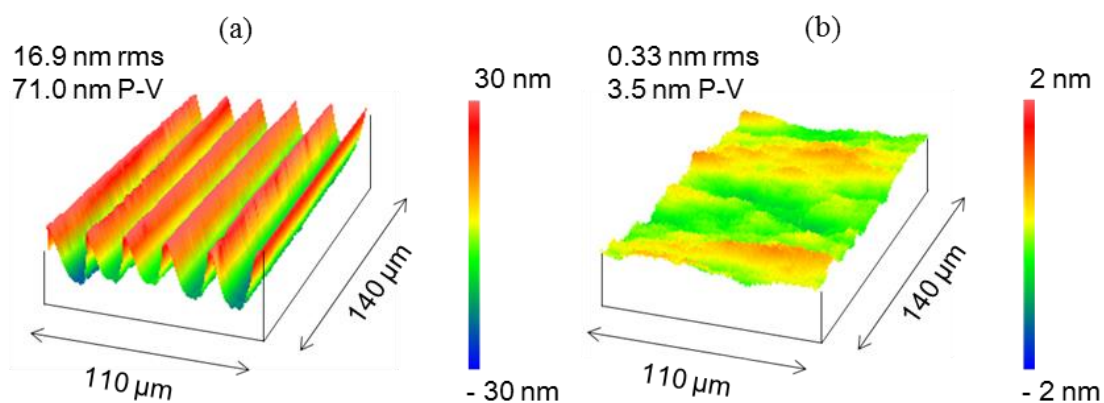


図 4-6. 代表的な箇所のミラーセグメントの表面粗さ。(a) 超精密切削後。20 nm 程度の深さの切削痕が目立つ。(b) 精密研磨後。切削痕が除去されている。

ミラーセグメントは加工後に取付ベースに設置され、接触式三次元測定機（ミットヨ Bright A-1230）によってその形状精度を確認した。使用した接触式三次元測定機の性能を表 4-2 に示す。

表 4-2. 接触式三次元測定機（ミットヨ Bright A-1230）の性能

プローブ	ルビー（球形、直径 2.0 mm）
X 軸分解能 / ストローク	0.0001 mm / 1600 mm
Y 軸分解能 / ストローク	0.0001 mm / 3000 mm
Z 軸分解能 / ストローク	0.0001 mm / 1000 mm
測定再現性	0.001 mm

図 4-7 に精密研磨加工後のミラーセグメントの形状精度を接触式三次元測定機で測定した結果を示す。

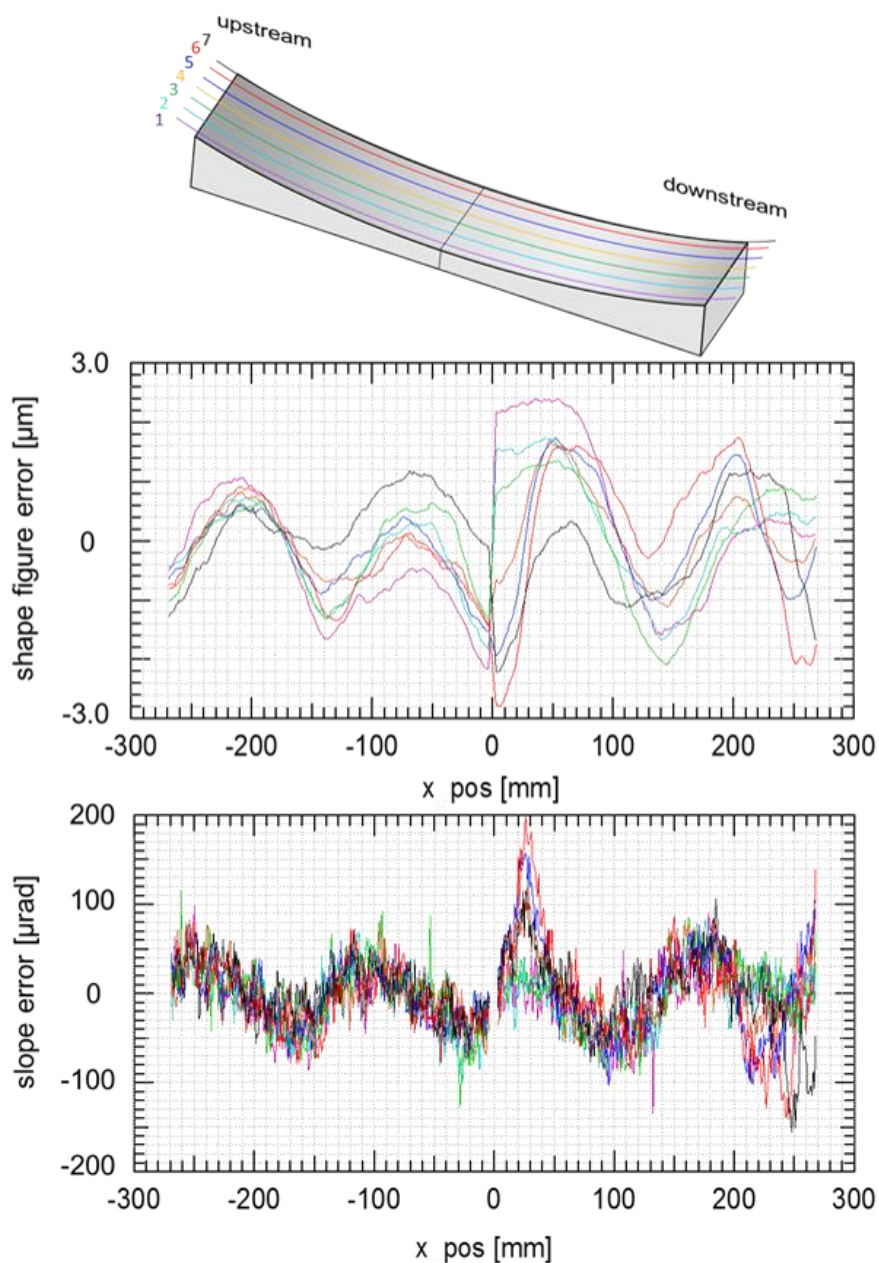


図 4-7. ミラーセグメント全体の表面プロファイルとスロープエラー。

測定はミラーの長手方向に対して平行に、7本のラインについて行われた。図4-7に示す表面プロファイルは測定データにフィルターをかけて測定誤差を除去している。それぞれのプロファイルに対して形状フィッティングを行い、設計形状からの形状誤差 (shape figure error) を求めた。形状誤差はミラー中心の接続部で最大となり、 $4.6 \mu\text{m}$ P-V であった。図4-7に見られるように形状誤差の曲線は約125 mmの周期があり、これはミラーを固定するネジの間隔と一致する。形状誤差の微分から計算したスロープエラーは $-0.16 \text{ mrad} \sim 0.20 \text{ mrad}$ の間に収まり、その二乗平均平方根は 0.03 mrad であった。

4.3 中性子を用いた性能評価

4.3.1 中性子反射率性能評価

4.3.3で表面粗さが複数個所で 0.3 nm 程度であると確認したが、白色光干渉顕微鏡で測定した領域は 1 mm^2 足らずである。そのため、集束ミラーの性能を評価するには実際に中性子を照射する必要がある。このため、楕円ミラー表面にスーパーミラーを成膜して中性子反射率測定を行った。楕円ミラー表面へのスーパーミラーは、京都大学原子炉実験所のイオンスパッタリング装置 (KUR-IBS) を使用して $m=3$ 相当のものが成膜された。

中性子反射率測定は J-PARC/MLF BL16 (SOFIA) 中性子反射率計で行った。ミラーは図4-1の sample stage 上に設置し、ミラー表面の $15 \times 15 \text{ mm}^2$ の領域を 60 mm 間隔で10か所を照射した。入射中性子は図4-1に示されるように2つのスリットでコリメートした。試料に対する中性子ビームの入射角が 0.65° となるように試料を傾けた上でビーム発散角が5%となるようにスリットの位置と幅を決定した。図4-8に楕円ミラー表面の10か所からの中性子反射率測定の結果を示す。

図4-8では各領域からの反射率はNiC膜の全反射臨界角を考慮して 0.21 nm^{-1} 以下の領域で規格化されている。

図4-8で $m=3$ 相当の臨界角に近い $Q_z=0.6 \text{ nm}^{-1}$ 程度まで比較的高い中性子反射率が得られたが、ミラーの場所によって反射率が異なるという結果が得られた。反射率が高い領域は10か所の内、中心付近の2か所であり、反射臨界角付近 (0.6 nm^{-1}) でも80%程度であった。これは粗さ 0.3 nm rms 程度のガラス基板を使用したスーパーミラーと同等の反射率である。これに対して、10か所の内8か所は反射率が低い結果となり、NiCの全反射臨界角以内の反射率は変わらないが、それ以上 Q_z に依存して反射率が落ち、反射臨界角付近では60%程度であった。

スーパーミラーの中性子反射率は表面粗さ・界面粗さの影響が大きい。ここで反射率が低い領域が複数個所ある原因は成膜前の砥粒の除去不足が原因であると予測している。これは、ミラーの各領域の表面粗さに有意な差が無く、反射率が低い領域は白濁とした汚れが観察されたためである。研磨に使用される砥粒は大きさが数十 nm の直径があり、これが基板とスーパーミラーの間に入り込むことで局所的に粗さが悪化していることが予想される。

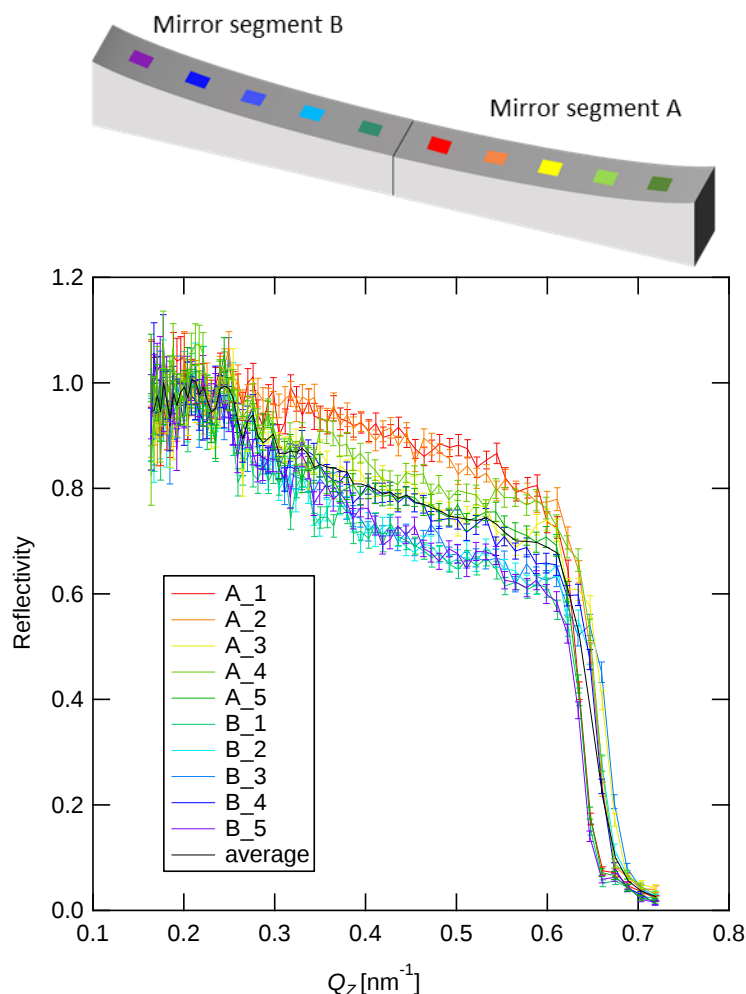


図 4-8. 楕円ミラー表面 10 か所からの中性子反射率。

4.3.2 集束性能評価

集束性能評価も SOFIA 中性子反射率計で行われた。図 4-2 のように、試料上に入射ビームが集束されるように楕円ミラーを設置した。検出器は抵抗分割型光電子増倍管に LiF+ZnS シンチレータを組み合わせたもの(2章参照)を使用した。集光後のビーム幅が検出器分解能の 1 mm よりも小さい場合を考慮し、幅 0.02 mm のスリットを sample stage 上に設置し、垂直方向のスキャンによって正確なビーム幅を計測した。

図 4-9 (a) には Slit-1 の幅を変更させた場合の各ビームプロファイルを示す。スリット幅が小さくなるほどビーム強度は低下する。スリット幅毎のビームプロファイルを比較するために各ビームプロファイルをガウスフィットし FWHM を計算した結果をスリット幅毎に図 4-9(b) に示す。スリット幅が小さくなるにしたがって FWHM の値も小さくなったが、スリット幅が 0.2 mm 以下では変化が小さくなり最小サイズは約 0.4 mm に集束している。理想的な等倍の光学系では、集光位置で得られるビーム幅は Slit-1 とほぼ同じになるはずである。図 4-9 でビーム幅が Slit-1 よりも大きくなってしまった原因はミラーの形状誤差が主であると予想した。次節にその検討結果を示す。

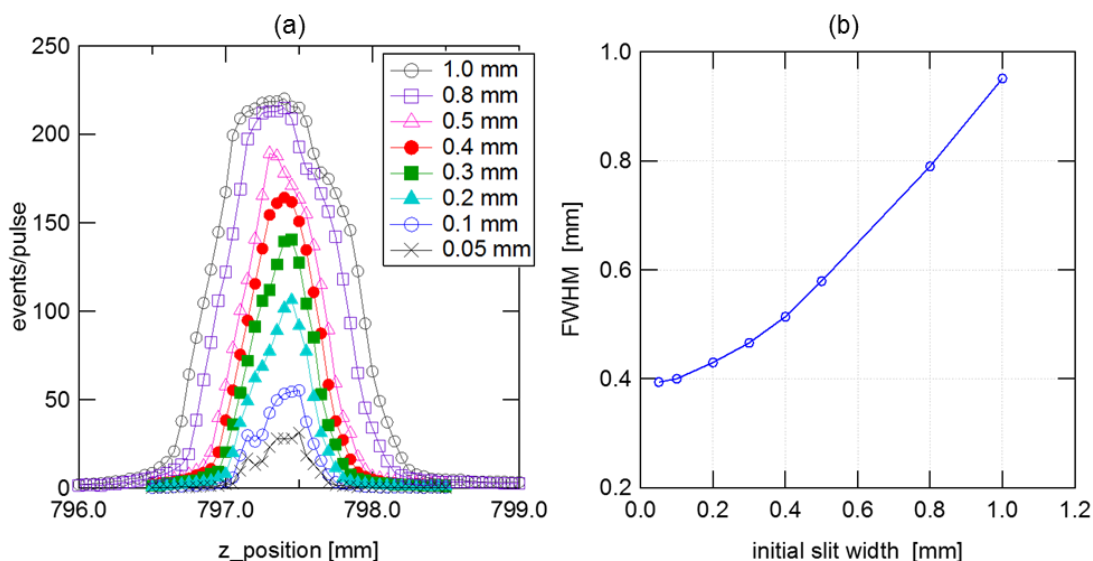


図 4-9. 楕円ミラーによって集光した中性子ビームプロファイル。(a) スリット幅を変更させた場合の各ビームプロファイル。(b) 各ビームプロファイルをガウスフィットした場合の FWHM をスリット幅毎に計算した結果。

4.3.3 形状精度から予測される集束性能

ミラーの形状誤差による反射ビームの広がり方をシミュレーションした。図 4-10 に反射後のビームの広がり方の計算方法の概念図を示す。ここでは図 4-7 で示すスロープエラー $\theta(x)$ の値を用いて集光位置での焦点からのずれ $\delta(x)$ を計算する。図 4-11(a)は図 4-7 に示す 7 つのスロープエラーそれぞれについて $\delta(x)$ を計算し、ヒストグラムに表したものである。

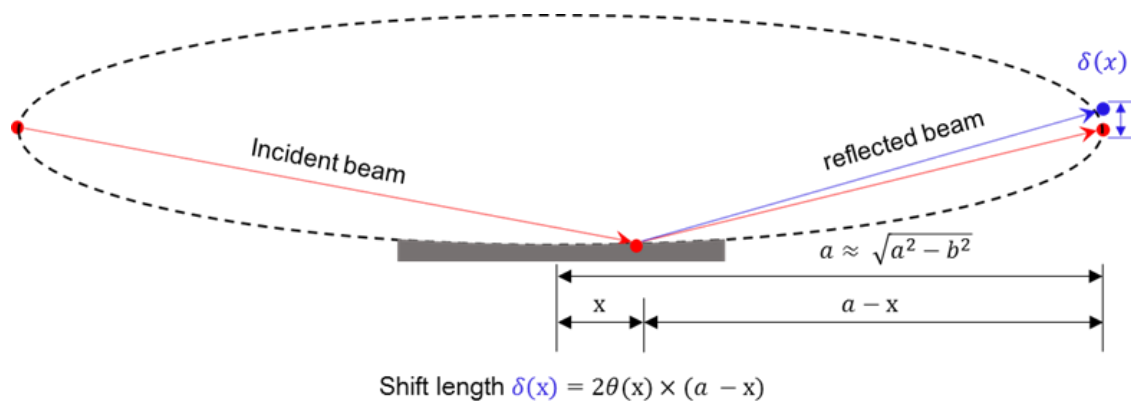


図 4-10. 楕円ミラー表面のスロープエラー $\theta(x)$ の値を用いて焦点での位置ずれを計算するためのモデル。赤い線が $\theta(x) = 0$ の時の中性子ビームの軌跡を示し、青い線はスロープエラーによって $\delta(x)$ だけ集光位置がずれたビームの軌跡を示す

図 4-11 (b) に 7 つの平均値を示す。

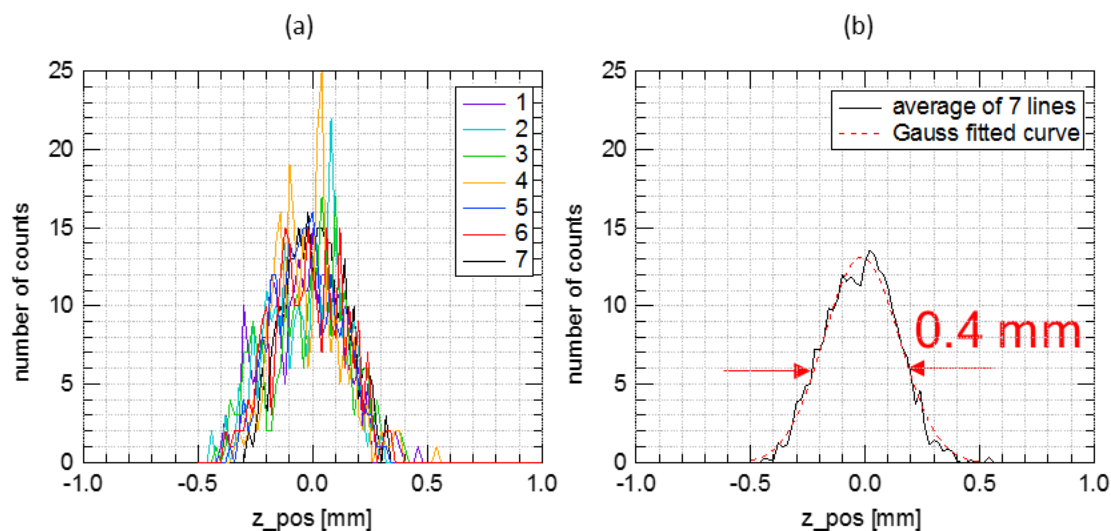


図4-11. 形状測定データから得られたスロープエラー値から計算した焦点位置でのビームプロファイル。(a) 測定した7本のラインそれぞれについてビームプロファイルを計算したもの (b) 7本のビームプロファイルの平均値。赤い線はガウスフィットし、FWHMを計算した結果。

シミュレーションによって算出したビームプロファイルは FWHM で 0.4 mm であり、これは入射側のスリット幅が 0 の場合の値に相当する。この値は 4.4.2 で説明している集束性能評価実験で得られた値とほぼ同程度であり、ビーム広がりの主たる原因はミラー表面の形状誤差及びスロープエラーであると考えられる。4.3.3 で述べている通り、形状誤差及びスロープエラーは締結方法によるものが支配的である。今後の精度向上として、基板厚を増やしたり締結方法を見直し、形状精度を高めることでより集束性能を高めることが可能である。

4.3.4 反射率装置導入時の利得

作成した楕円ミラーの集光デバイスとしての評価として実際にミラーを反射率装置に導入した場合に、従来のダブルスリットによるコリメーション体系に対する利得を計算した。測定に用いた試料は 50 nm 厚の重水素化したポリスチレン薄膜を 50.8 mm 直径のシリコン基板に貼り付けたものである。楕円ミラーを用いた測定体系は図 4-2 に従い、Slit-1 を 0.4 mm とし、ビーム入射角が 1.2° 、試料照射面積が 19×20 mm となるように設置した。図 4-12 (a) に反射後の試料位置でのビームプロファイル (入射スリット幅 = 0.05 mm) を示す。尚、楕円ミラーを導入しての反射率測定は 4.4.2 の性能評価実験とは別に行われた。この時、ミラー位置の再調整が行われ、反射ビームの集束位置でのプロファイルは改めて測定され、ガウスフィットの結果、Slit-1 の幅が 0.05 mm の時、反射ビームの幅は FWHM で 0.34 mm という値が得られた。

ダブルスリットによるコリメーション体系ではほぼ同じ照射領域 (20×20 mm) に同じ入射角で照射されるようにスリット系を調整し、ビーム発散角は 0.99 mrad となった。試料によって反射された中性子は 2.0 m 下流の二次元検出器によってカウントされる。検出された中性子の波長と反射角は散乱ベクトル q に変換した。

図 4-12 (b) にそれぞれの実験条件の重水素化したポリスチレン薄膜の反射率を示す。楕円ミラーを使用した場合と従来のダブルスリット体系で反射率プロファイルは良く一致した。ここでミラーを使用した場合の中性子ビームのカウントレートは 6.40 counts/pulse であり、ミラーを使用していない場合の 1.94 counts/pulse の 3.3 倍であった。表 4-3 に楕円ミラーを使用した場合と使用していない場合の反射率測定の光学条件を比較したものを示す。ミラー表面の平均の反射率を 0.70 とした場合、集束によるビーム強度の利得は 3.2 倍となり、このカウントレートの違いが光学条件の違いから良く説明できる。

表 4-3. 楕円ミラーを使用した場合と使用していない場合の反射率測定の光学条件

Optics	Beam size	Beam divergence	Product	Average reflectivity	Gain factor
Focusing mirror	0.40 mm at sample	2.3 mrad	0.92 mm mrad	0.70	3.2
Double slits	0.20 mm at slit-2	1.0 mrad	0.20 mm mrad	--	1.0

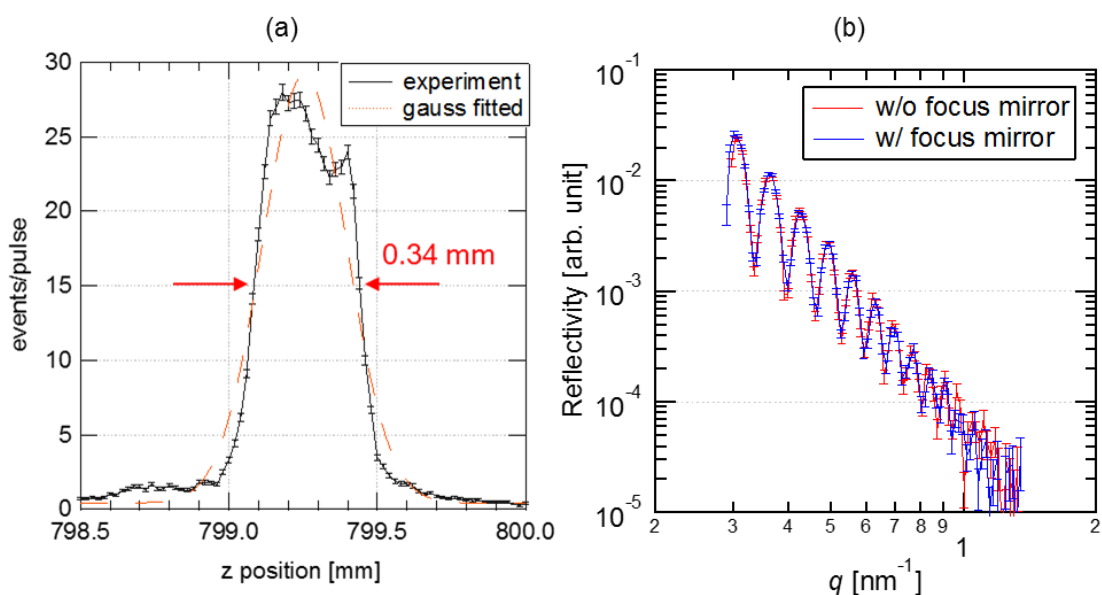


図 4-12. 楕円ミラーを中性子反射率装置に導入した場合の反射率測定結果。(a) 集束位置でのビームプロファイル。黒い線が実測値であり、赤い線がガウスフィットした結果である。

(b) 重水素化ポリスチレン薄膜の反射率プロファイル。赤い線がダブルスリットによるコリメーション体系で測定した場合、青い線が楕円ミラーを使用した場合のものである。

4.4 結論

無電解 NiP メッキ処理を施した金属基板を2つ組み合わせて全長 550 mm の実用に耐えうる中性子集光ミラーを作製した。メッキ面は超精密切削と機械研磨を組み合わせた加工方法によって高い形状精度と非常に滑らかな表面を同時に実現した。2つのミラーセグメントは位置決めピンとネジによってミラーベース上に固定し、設計形状との最終的な形状誤差は $4.6\ \mu\text{m}$ P-V であった。また、研磨後の基板の表面粗さは約 $0.3\ \text{nm rms}$ であった。ミラー基板は KUR-IBS にて $m=3$ のスーパーミラーが成膜され、中性子反射率測定によって臨界角付近 ($0.6\ \text{nm}^{-1}$) で平均約 70% の反射率が得られることが確認した。反射率が高い領域は臨界角付近 ($0.6\ \text{nm}^{-1}$) で 80% 程度あり、これは従来のガラス基板を使用したミラーと同等である。反射率が低かった領域では基板とスーパーミラーの間の残留砥粒による表面粗さの増大があると考えており、洗浄プロセスの改善によって反射率の向上が期待できると考えている。

作製したミラー集束性能を評価するために中性子の反射実験を行った。得られた最小のビーム幅は $0.34\ \text{mm}$ であり、これはミラーの形状誤差から計算した値とほぼ同じであった。今後、ミラーの形状精度を改善することによって得られる最小のビーム幅も小さくなることが可能である。実際、今回のミラーの形状誤差は、うねりの周期が締結に使用しているネジの間隔と一致することから、締結による変形が支配的であり、締結方法の改善が形状精度を改善するのに最も有効である。

製作した集束ミラーを中性子反射率計に設置してその性能特性の評価を行った。照射領域の大きさをほぼ同じにした従来のダブルスリットによるコリメーション体系で $50\ \text{nm}$ 厚の重水素化したポリスチレン薄膜の測定を行い、反射率プロファイルが一致することを確認し、3.3 倍の中性子強度の増加を確認した。

以上の結果から、世界で初めて無電解 NiP メッキ処理を施した金属基板を用いた楕円面形状の中性子スーパーミラーの開発に成功した。そして製作したスーパーミラーは J-PARC/MLF BL16(SOFIA)という世界最高クラスの中性子反射率計の高度化に充分貢献可能なことを示した。これによりマルチセグメント設計の導入による集束ミラーの大型化も有効であり、sub-mm オーダーのビーム集束が要求されるような用途において実用的な性能に達していることが確認した。

第5章 小型集束型小角散乱装置（mfSANS）の性能向上を目的とした大型回転楕円ミラーの開発

序論

前章では J-PARC の反射率計 BL-16 の SOFIA において 1 cm 程度の小さな試料に中性子ビームを集光させるための全長 550 mm の一次元楕円面形状の中性子集光ミラーについて記述した。これは金属基板を 2 つ組み合わせて全長 550 mm にしたもので、3 Q_c スーパーミラーを製膜した。

この章では、JAEA の JRR-3 研究用原子炉に設置されている小型集束型小角散乱装置 mfSANS と同じ形状の集束ミラーを製作・評価したのでそれについて述べる。同じ形状ではあるが、より高性能のものを製作することを目指している。それを評価するため中性子の集束実験を行なって集束スポット形状の評価を行うとともに、ミラーの形状測定から得られた形状から予想される集束スポット形状との比較を行った。また、前章の分割ミラー製作方法を発展させ、mfSANS のような大型の回転楕円形状ミラーの回転軸方向の分割に応用し、その製作・評価をしたのでそれについても述べる。大きなミラーを分割して製作した場合、組み立て後の形状精度の悪化は避けられないが、それがどの程度押さえることができるのかについて評価を行った。

5.7 光学設計

5.7.1 大型回転楕円ミラーの設計目的

図 5-1 に mfSANS で使用していた回転楕円形状ミラーの概略図を示す。

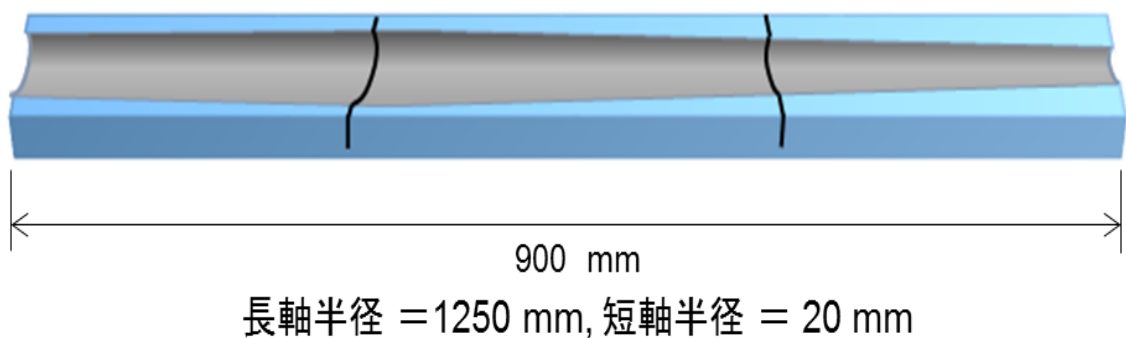


図 5-1. mfSANS で使用していた回転楕円形状ミラーの概略図。長軸半径 1,250 mm、短軸半径 20mm の回転楕円体の一部がミラー面であり、その内 900 mm の部分を製作した。基板の材質は硼珪酸ガラスであった。

回転楕円は長軸半径が 1250 mm、短軸が 20 mm であり、ミラーの全長は 900 mm であった。光学中心はミラーの中心よりも 100 mm 下流に位置している。ミラー部分の有効角は 60° であり、ミラーは長軸半径方向に 300 mm ずつ、3 つのガラス製のミラーセグメントに分割されており、表面に $m = 2.5$ 相当のスーパーミラーが成膜されている。今回はこのミラーの中心部分の 300 mm のみを製作した。また、回転軸方向には分割しないもの（以下、一体型ミラー）と、回

回転軸方向に3分割したもの（以下、分割型ミラー）の二つのミラーを製作し、比較を行った。図5-2にこのミラーの概念図を示す。

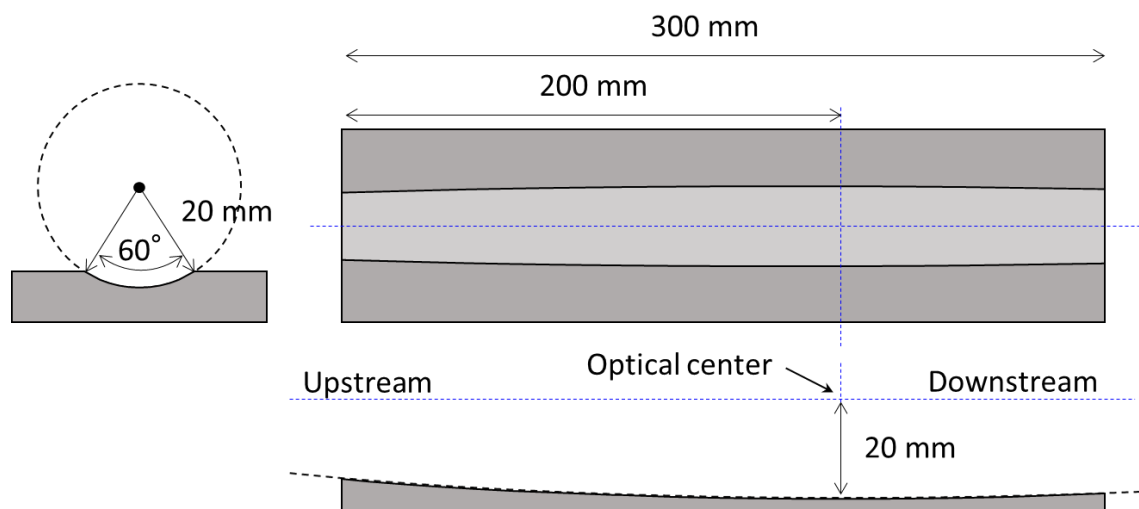


図 5-2. 大型回転楕円ミラーの概念図

金属基板材料は第2章～第4章で用いられているアルミ合金の表面に無電解 NiP メッキを処理したものと同一物である。

5.8 加工のための設計および固定方法

分割型ミラーは回転軸方向に3つのミラーセグメントに分割した。図5-3に回転軸断面から見たミラーの各セグメントを示す。

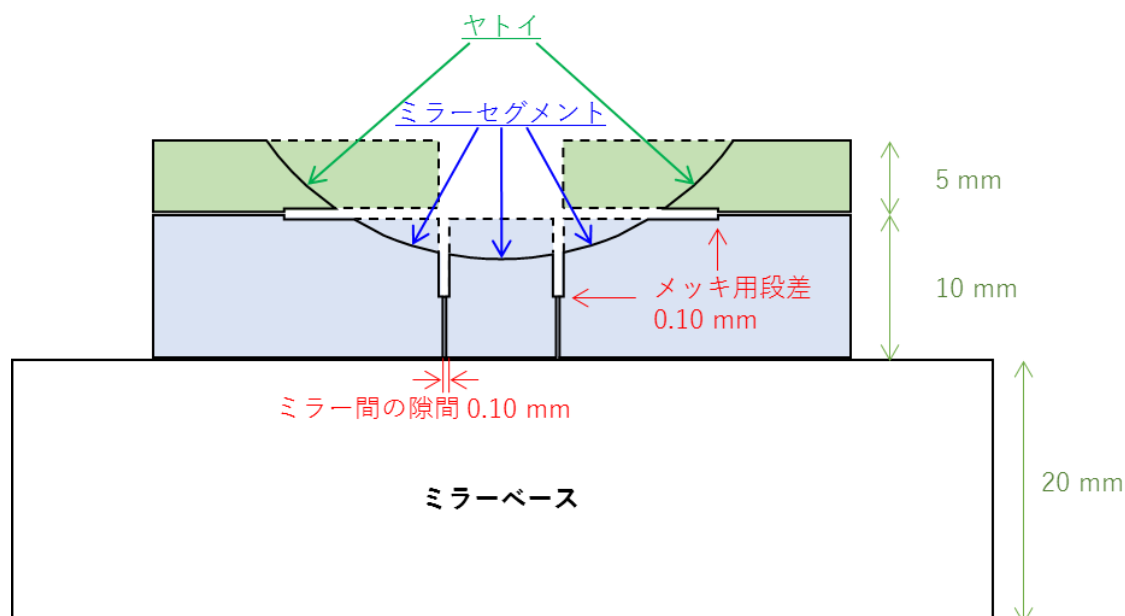


図 5-3. 分割型ミラーの回転軸断面の各セグメントの位置関係。破線は加工によって除去される部分を示している。

前章の小型楕円ミラーと同様、成膜装置に取り付ける重量の関係から各ミラーセグメントの厚さは 10 mm とした。ヤトイとミラーセグメントは、形状形成加工前は直方体の板となっており、マシニングによって同時に形状形成加工を行なった。3 つのミラーセグメントはそれぞれ同じ有効角を有するように分割し、さらに研磨時の縁ダレを防ぐためにヤトイも設けた。各セグメントはベースに取り付けた際にセグメント間に 0.1 mm の隙間を設けることで多少の変形があった場合でも組み立てられるように設計した。さらに、無電解 NiP メッキを処理した際にメッキの厚み分だけセグメントが変形することを考慮し、あらかじめ基板表面に段差を設けておいた。ミラーセグメントはミラーベースに固定し、ヤトイはミラーセグメントに固定した。

ミラーベース上の各セグメントの位置決め機構は第 4 章で説明している楕円ミラーと同じ位置決めピンを使用したものを採用した。分割型では、3 つのミラーセグメントはそれぞれ 5 つの位置決めピンによってミラーベース上の位置が決まり、4 つのネジによって締結した。ヤトイもミラーセグメントと同様に 5 つの位置決めピンと 4 つのネジによってミラーセグメントと締結した。

一体型ミラーではミラーセグメント以外のヤトイやミラーベースは分割型ミラーと同じ設計とした。付録 5-1 に分割型ミラーおよび一体型ミラーの図面を示した。

5.9 加工方法

5.9.1 全体の加工計画

全体の加工計画は第 4 章で説明した楕円ミラーの加工手順に基本的に従った。しかし、一次元楕円ミラーでは加工用ベースと取付ベースが別々のものであったのに対し、本章で扱う 2 つのミラーでは加工用のベースと取付ベースを兼用した。そのため、性能評価の際にミラーセグメントをベースから取り外す必要が無い。各ステップの加工を行なった後に表面粗さ測定・形状測定を行い、必要な精度が達成できていることを確認しながら加工を進めた。

なお、設計段階では有効角は 60° としていたが、納品された分割型ミラーのミラーセグメントとなる板に設けたピン穴の深さが深すぎたためこれを 54° に変更した。

5.9.2 形状形成加工

形状形成加工は第 3 章で説明している回転楕円ミラーとほぼ同じ手法で行った。しかし、加工時間の制限から、マシニングによる形状形成加工の後に超精密切削加工を行わずに無電解 NiP メッキ処理を行った。したがって、形状形成加工での表面粗さを改善するため、加工機への取り付け時にミラー全体を傾けた状態で固定した。これにより切削速度の遅い工具先端領域を使用せずに加工できるため表面粗さを改善できる。

以下に示す写真等は分割型ミラーのものを使用しているが、形状形成加工は分割型ミラー、一体型ミラーの両方に対して全く同じ手法で行われた。図 5-4 に形状形成前のミラーの写真と加工機に傾けた状態でミラーを固定した状態の写真を示す。



図 5-3. 形状形成前のミラーの写真（上）と加工機に傾けた状態でミラーを固定した状態の写真（下）

加工パスは第 3 章の回転楕円ミラーと同様に、一方向からのみ切削を行った。その際、ミラーが傾いていることを考慮して加工パスを調整した。

加工によって形成したい形状は、以下のように表される。

$$\left(\frac{x}{a}\right)^2 + \left(\frac{y}{b}\right)^2 + \left(\frac{z}{b}\right)^2 = 1 \quad (5.1)$$

ただし、 $a = 1250 \text{ mm}$ 、 $b = 20 \text{ mm}$ とした。

これを x - z 平面で θ だけ傾けた形状（ y 軸が回転中心となる）は、以下のように表すことができる。

$$\frac{a^2 \sin^2 \theta + b^2 \cos^2 \theta}{(ab)^2} x^2 + \frac{2 \sin \theta \cos \theta (a^2 - b^2)}{(ab)^2} xz + \frac{a^2 \cos^2 \theta + b^2 \sin^2 \theta}{(ab)^2} z^2 + \left(\frac{y}{b}\right)^2 = 1 \quad (5.2)$$

この式に合わせて第3章で説明しているように工具補正を行うと、次の式が得られる。

$$\text{toolPath}[x,y,\theta] = \begin{pmatrix} x + \frac{-\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial x}}{\sqrt{\left(\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial y}\right)^2 + 1}} \times r_{\text{tool}} \\ y + \frac{-\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial y}}{\sqrt{\left(\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial y}\right)^2 + 1}} \times r_{\text{tool}} \\ \text{Offset} + f[x,y,\theta] + \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial f[x,y,\theta]}{\partial y}\right)^2 + 1}} \times r_{\text{tool}} \end{pmatrix} \quad (5.3)$$

この式が、工具中心が通るパスとなる。

加工の形状を決定し、それに倣うような加工パスを作成しても、加工の手順によって加工開始位置が変化する。加工する形状の材料に対する相対的な位置精度が特に重要な場合は、加工開始前に加工開始点の位置決め方法とその精度を十分に考慮した加工計画を決める必要がある。

図 5-4 に加工機の各軸の移動方向を示す。

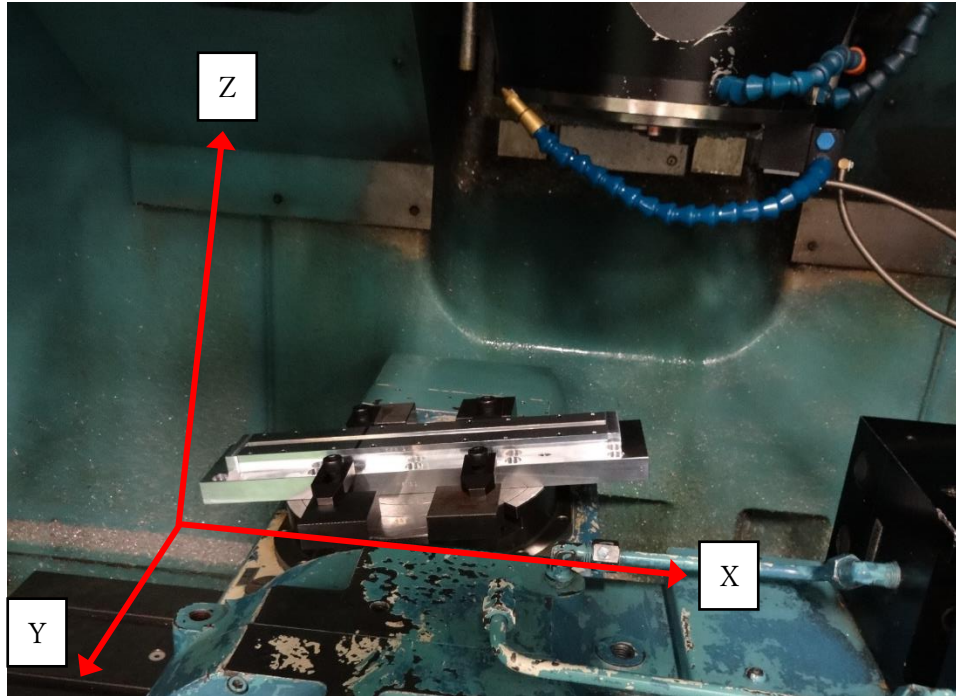


図 5-4. 加工機の各軸の移動方向

加工は X のマイナス方向（図 5-4 で左側）から切削を始め、切り込み深さ方向を機械の Z 軸と平行な方向とした。また、加工時の座標原点は光学中心とした。以下に、各軸方向の加工原点

の決め方を記す。

Z、Y 軸方向の位置決めに関しては、第3章で説明している手順と同様とした。しかし、X 軸方向の位置決めは、加工原点を回転楕円の光学中心とする場合、切り込み深さ方向が Z の一方向と平行であるため、加工原点の x 座標は光学中心ではなく、最終的に出来上がると予想される表面の位置に来なければならない。図 5-5 に傾いたミラーに対する光学中心と加工原点の位置関係を示す。

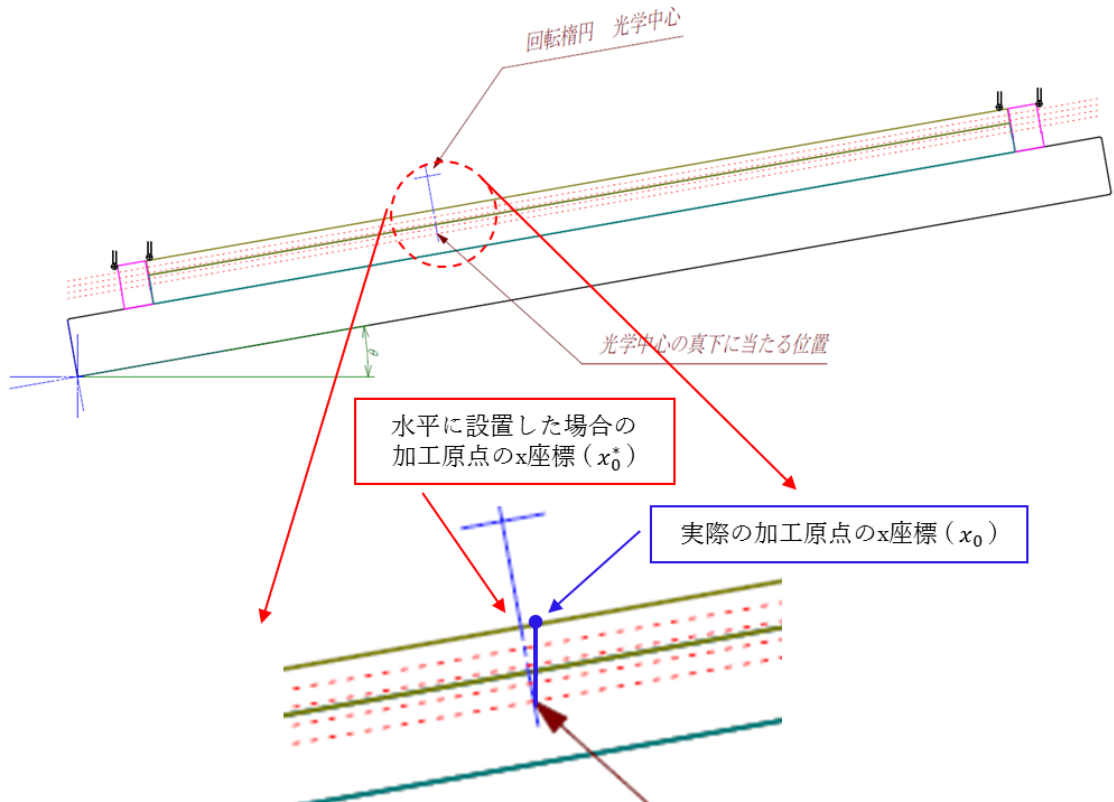


図 5-5. 傾いたミラーに対する光学中心と加工原点の位置関係。

加工原点の x 座標 x_0 は、ミラー表面の光学中心 x_0^* の真下に相当する位置より $h \sin \theta$ だけ右にずれる。タッチプローブを用いることで、この x_0 を正確に求め、加工原点を求めた。

上記の手順で加工原点を決定したのち、形状形成加工を開始した。形状形成加工は、同じ加工パスを数百 μm ~1 mm の間隔で徐々に切り込み開始位置を下げていくことで基板にかかる負荷を小さくし、加工中の基板の変形を最小限に抑えた。また、時間的な効率を考慮し、粗い加工ピッチで大まかな形状形成を行い、最後に行う加工パスのみを細かい加工ピッチで行った。図 5-6 に加工途中のミラーの写真と形状形成加工後のミラー形成面の写真を示す。

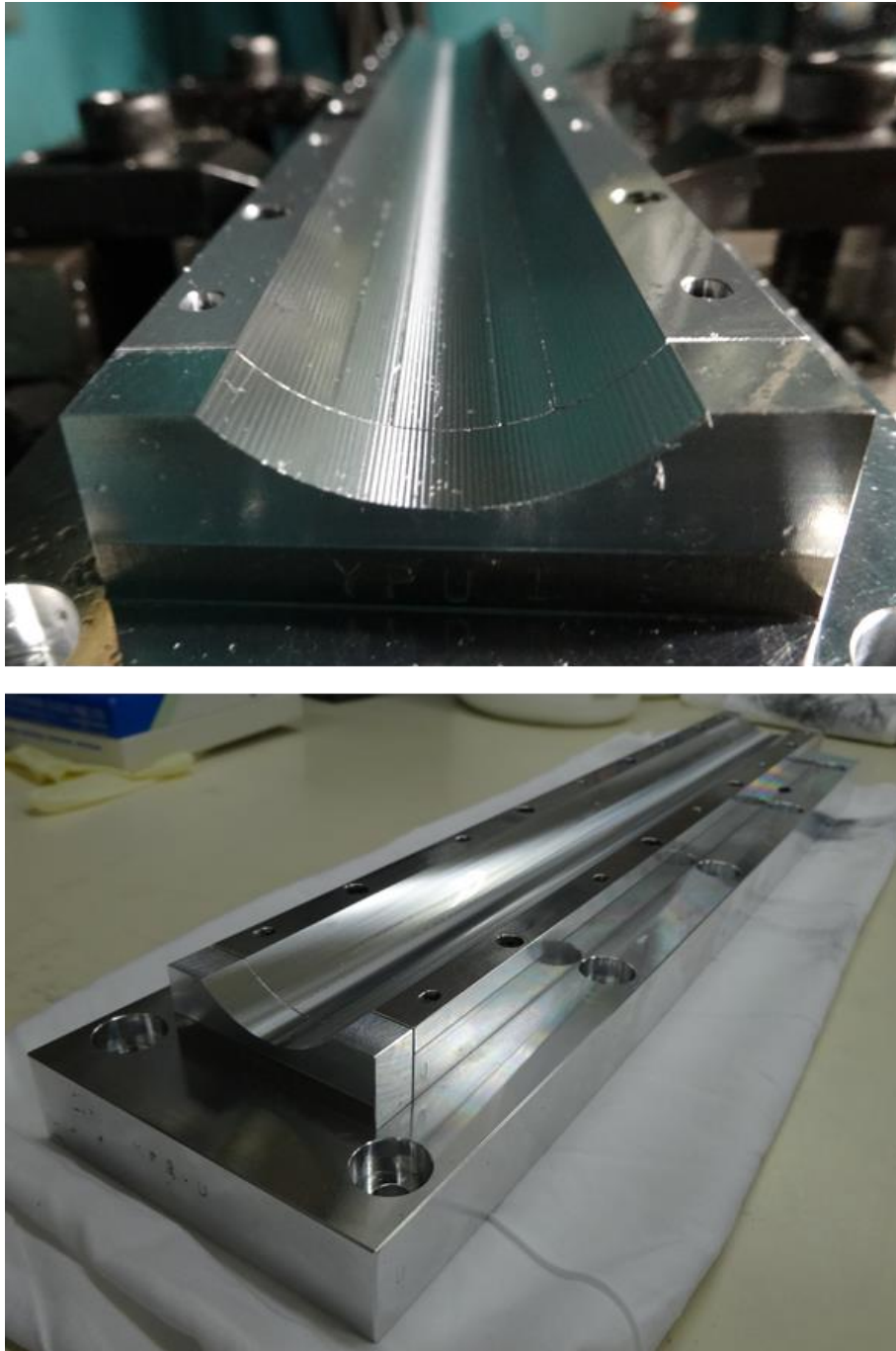


図 5-6. 加工途中の回転楕円体ミラーの写真（上）と形状形成加工後の写真（下）。

図 5-6 の上側の写真で示したように、加工途中の写真では粗い加工ピッチ（1 mm）による縞模様が観察できた。同図の下側の仕上げ加工後ではこの縞模様がなくなっている。回転楕円ミラーは洗浄した後、白色光干渉顕微鏡を用いて表面粗さを測定した。図 5-7 に形状形成加工後の大型回転楕円ミラーの光学中心付近の表面プロファイルを示す。

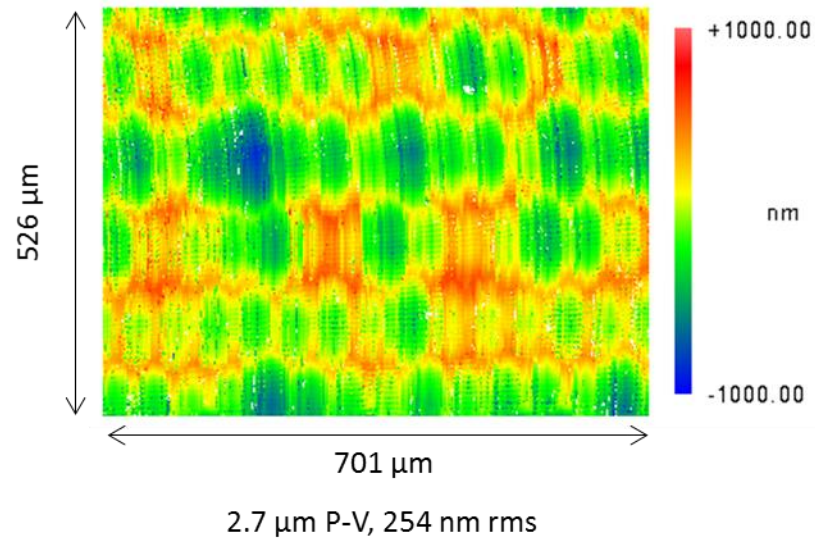


図 5-7. 形状形成加工後の回転楕円体ミラーの光学中心付近の表面プロファイル。

これを見るとボールエンドミルによる独特の切削痕が観察できる。最終的な表面粗さは 254 nm rms であり、無電解 NiP メッキの前加工としては十分な粗さが得られていることを確認した。

形状形成加工後に第 4 章でも使用した接触式 3 次元測定器を使用して形状計測を行った。計測は長軸半径方向、回転軸断面方向に対して光学中心を通る 1 ラインずつ行なった。図 5-8 に形状形成加工後の回転楕円体ミラーの形状誤差曲線を示す。

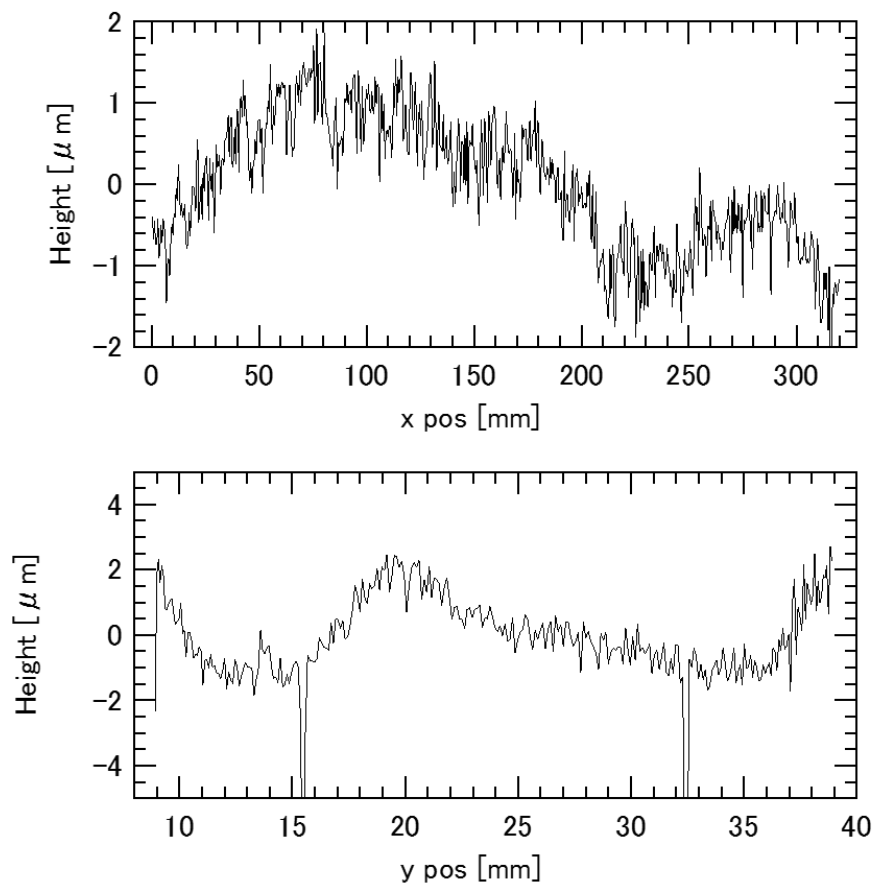


図 5-8. 形状形成加工後の回転楕円体ミラーの形状誤差曲線。(上) 長軸半径方向、(下) 回転軸断面方向のもの。回転軸断面方向の形状誤差曲線では $x = 15.5 \text{ mm}$ と $x = 32.5 \text{ mm}$ の位置にミラーセグメントの境目による段差が観察されている。

形状誤差は長軸半径方向では $3.8 \mu\text{m}$ P-V、回転軸断面方向では $3.9 \mu\text{m}$ P-V であった。各方向ともに十分な精度が得られたと判断し、メッキ処理を施した。メッキ処理は形状形成加工した曲面付近のみに対して行われた。

5.9.3 超精密切削加工

NiP メッキ処理後、第 3 章で説明した方法と同様に単結晶ダイヤモンドバイト (2 章参照) を使用し、超精密切削加工機 (ナガセインテグレックス社 NIC-300) を使用して超精密切削加工を行った。3.3.3 で述べている方法と同様に加工開始位置を決定し、加工を開始した。最終的な加工ピッチは 0.02 mm であり、この時発生する計算上のカスプ高さは 25 nm である。超精密切削加工直後の分割型ミラーの写真を図 5-9 に示す。

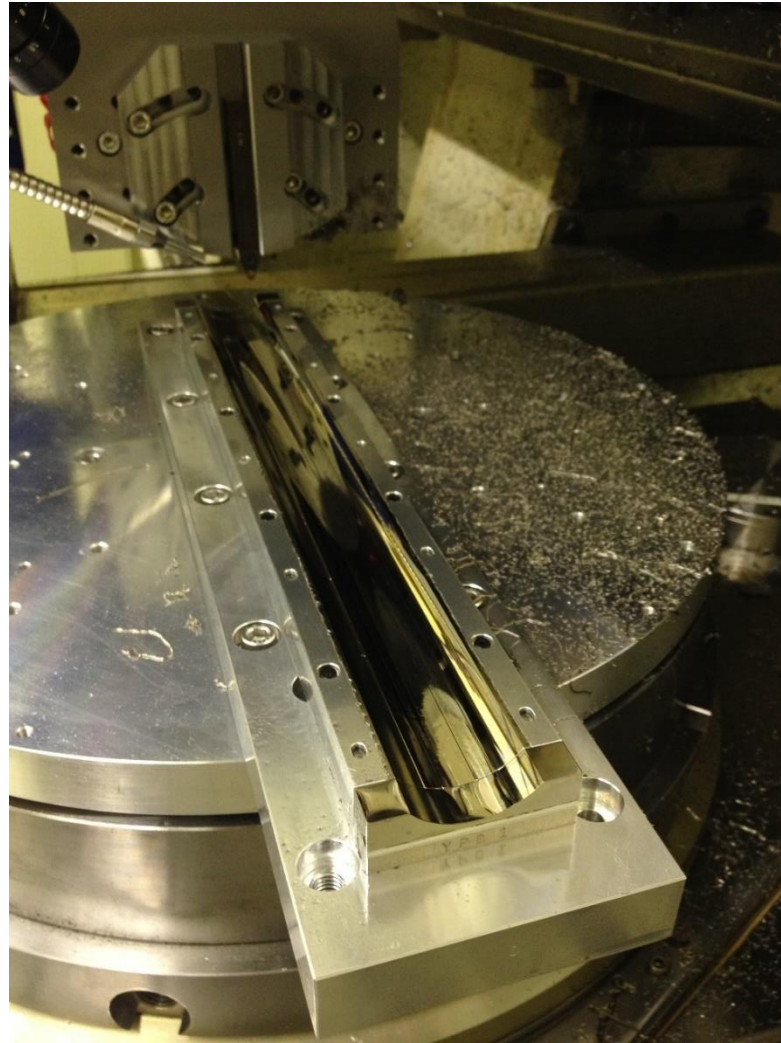


図 5-9. 超精密切削加工直後の分割型回転楕円体集束ミラーの写真。

超精密切削加工後の曲面は目視では鏡面となっていた。超精密切削加工後のミラーに対して、表面粗さ計測及び形状計測を行った。

ミラーの表面粗さ計測はミラー面上の9点に対して行った。図 5-10 に超精密切削加工後の光学中心付近の表面プロファイルを示す。

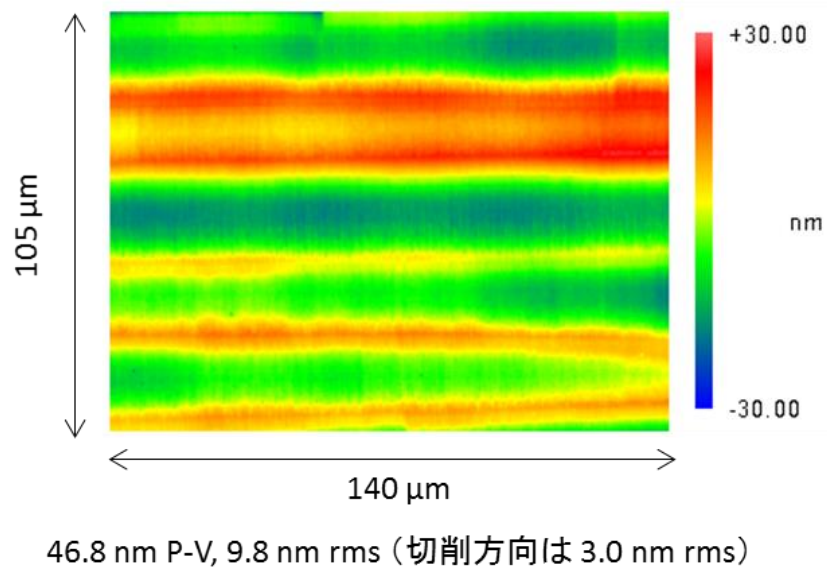


図 5-10. 超精密切削加工直後の分割型ミラーの光学中心付近の表面プロファイル。

超精密切削によって表面粗さは 9.8 nm rms まで改善された。

超精密切削後のミラーの形状計測はミットヨ社の超高精度差次元測定機（LEGEX）に三鷹光機社のオートフォーカス式レーザプローブ（PFU-3）を組み合わせたもの（以下、複合三次元測定機）を使用した。測定機は東京電機大学の森田准教授及び理化学研究所の細島博士によって立ち上げられ、大きな計測可能領域（620 mm× 490 mm）を持ちながら 0.3 μm という非常に優れた測定再現性を持っている。形状計測は長軸半径方向の 9 ラインに対して行った。図 5-11 に超精密切削後の分割型の形状計測の結果を示す。

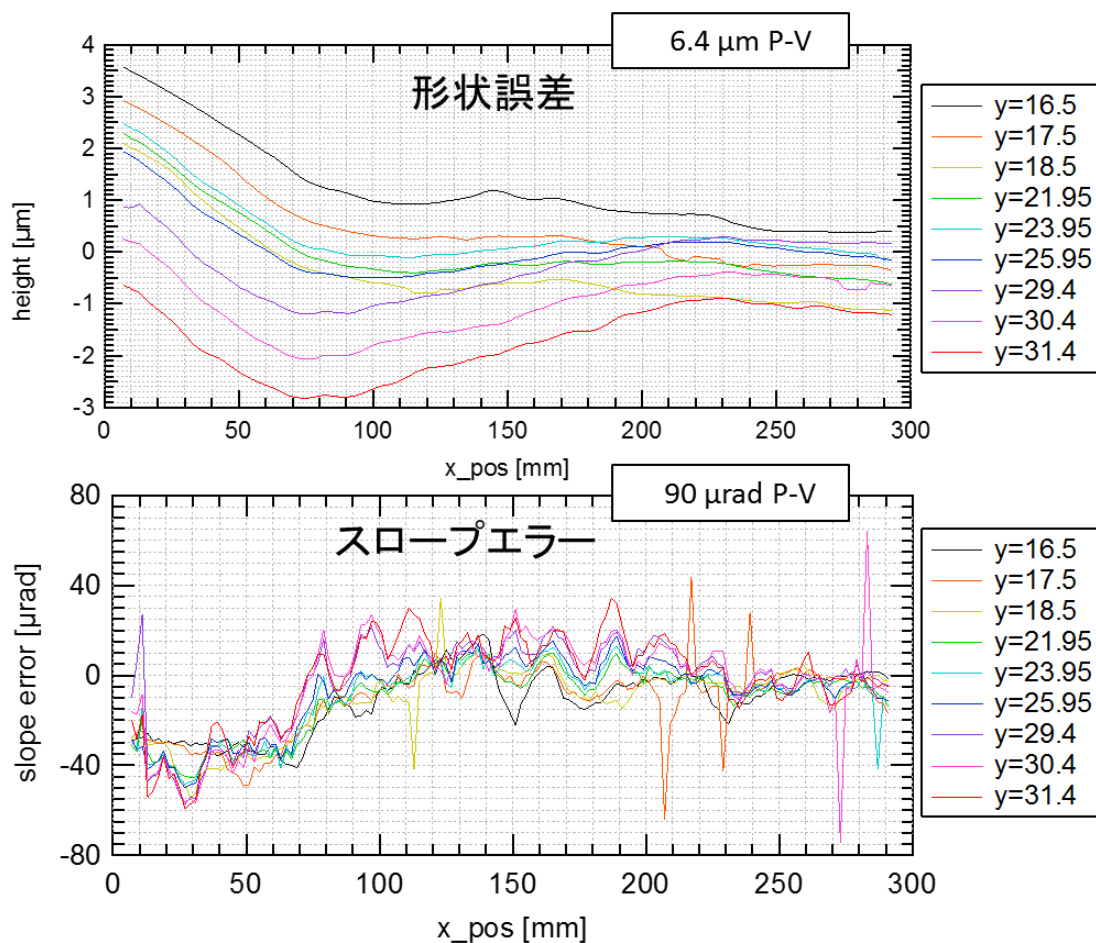


図 5-11. 超精密切削加工直後の分割型ミラーの形状計測結果。(上) 形状誤差。(下) スロープエラー。

形状誤差は設計形状からの残差であり、スロープエラーは形状誤差を微分した値である。形状誤差はミラー全体で $6.4 \mu m$ P-V であり、1 ラインに関しては $2.4 \sim 3.0 \mu m$ P-V であった。スロープエラーは各ラインで大きな違いはなく、ミラー全体で $90 \mu rad$ P-V であった。

5.9.4 研磨加工

研磨機は高島産業社製多機能デスクトップ型加工機 (Multi-ProIV) を用いた。その性能を表 5-1 に示す。

表 5_1. 高島産業社製 多機能デスクトップ型加工機 Multi-ProIV の性能

名称	多機能デスクトップ型加工機 Multi-ProIV	
軸数	4 (X, Y, Z, B)	
ストローク	X	200 mm
	Y	350 mm
	Z	110 mm
	B	$\pm 100^\circ$
制御分解能	1 μm	
繰り返し位置精度	2 μm (B: 0.01 deg)	

図 5-12 に Multi-ProIV の写真を示す。

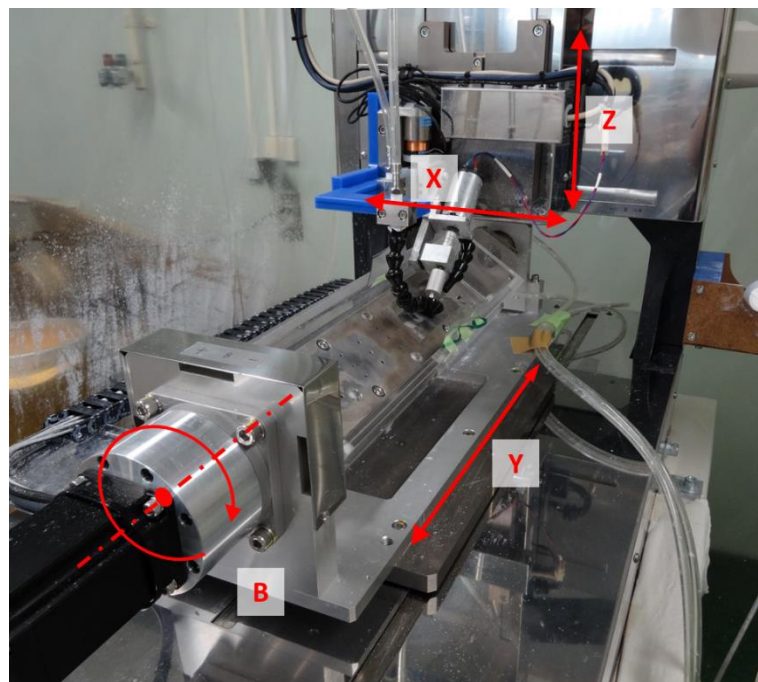


図 5-12. 高島産業社製多機能デスクトップ型加工機 (Multi-ProIV) の写真。

研磨方法は基本的に第 3 章の回転楕円ミラーの手法を踏襲した。回転楕円ミラーの時と同様に、研磨ツールにはアルミ製の球面形状のツールにスウェード製の研磨パッドを張り付けたものを使用した。研磨ツールはモーターで回転させ、研磨圧力の調整には VCM を使用した。研磨する面の曲率半径が大きくなったことに対応するため、ツール径を大きくしたところ、ツール回転時の遠心力による発振が大きくなり、これは加工時の支障となると考えた。発振の原因は斜めに突き出たツールの自重によるたわみが原因であると思われる。そのため、ツールとモーターを接続するカップリング部をバネタイプのものから剛性の高いリジッドタイプのものに変更した。試行の結果、ツール径をミラーの曲率半径と同程度 (R19.9 mm) にして図 5-2 に示す回転軸断

面のパーツ全てを同時に研磨することは困難であることが分かった。そこで、 $R=15.5\text{ mm}$ の小径のツールを使用してミラーを傾けながら研磨を行う手法に切り替えた。付録 5-2 に研磨ツールの概略図を示す。研磨ツール（以下、小径ツール）の重さは7グラム程度であった。

小径ツールを使用した場合の加工パスは以下のように指定した。X、Y軸それぞれの方向のスキューンは、ツールを直線的に移動して行った。X軸方向のスキューンの際、研磨圧力を同じ方向にかけするためにX座標に応じてミラーの角度を変化させた。図 5-13 に示すように、加工機に設置したミラーの回転中心位置と加工機の回転中心位置が異なる場合、ミラーを傾けた際に研磨される領域のツールに対する角度が変化し、研磨圧力が変化してしまう。

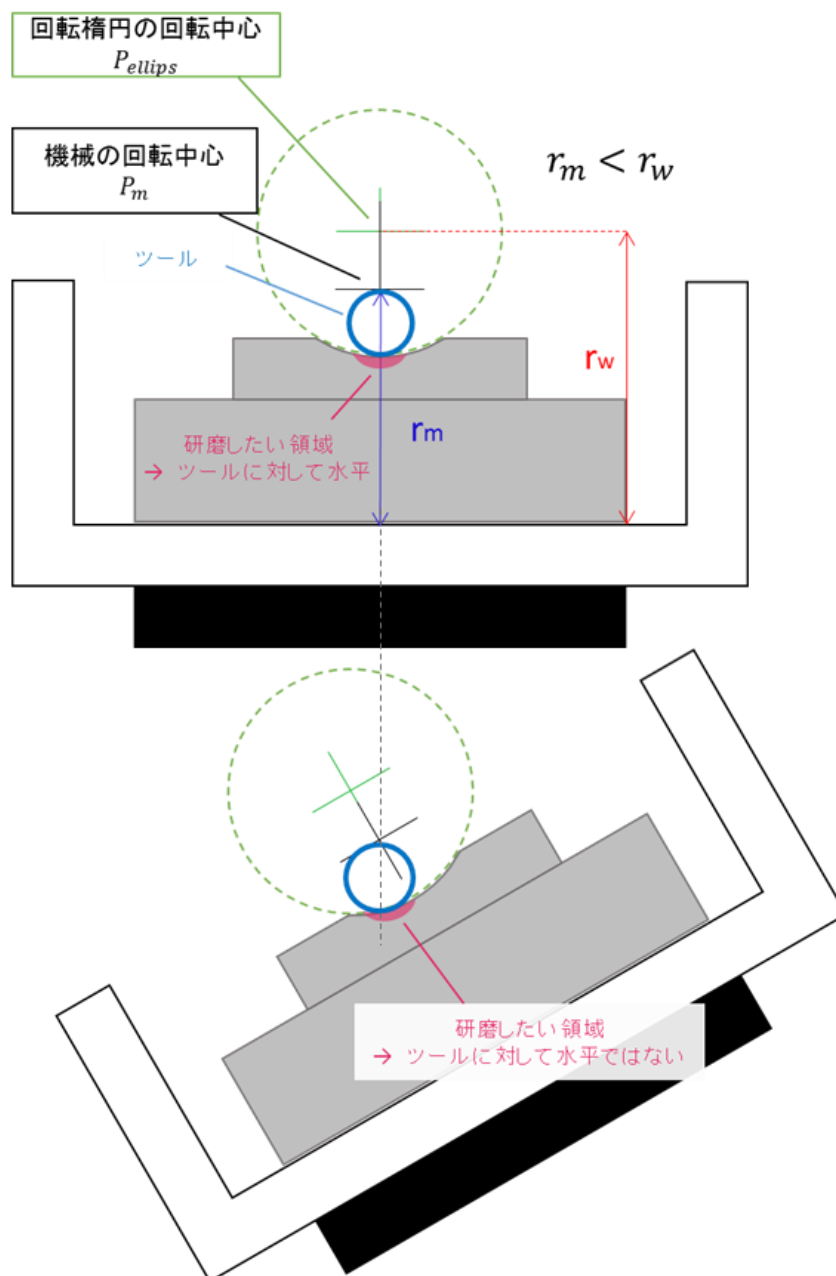


図 5-13. ミラーを傾けた際の研磨領域の違い。

したがって、傾き量 θ に応じて工具の X 座標も $(r_w - r_m) \sin \theta$ だけ位置調整する必要がある。

る。段階的にミラーを $d\theta$ ずつ傾ける場合、 $d\theta$ の値によってどの程度の不均一さが生じるのかを確かめる必要がある。そのために研磨ツールでミラーを実際に研磨し、その研磨痕を取得してその研磨痕を元に研磨ツールの移動間隔と被研磨物を傾ける角度間隔を決めた。

下向きの圧力を VCM で一定に保つように指定することで、曲面に倣わせる。

5.9.4.1 小径ツールの研磨痕取得

小径ツールを使用した場合の研磨の研磨痕を取得するため、R20 mm の円筒形状の凹面を設けたアルミ合金製 (A5052) の小型のテストピースを使用して研磨テストを行った。テストピースは図 5-14 に示すように加工機に取り付けられ、研磨ツールはミラーの長手方向に対して 45° の角度で接触するように加工機に設置した。

研磨砥粒は酸化アルミナ (BAIKALOX 0.3CR、粒径約 300 nm) の液体研磨剤を超純水で 10 倍に希釈したものを使用した。図 5-15 に研磨液の循環システムを示す。

研磨液はポンプによってタンクから組み上げられ、2 本の研磨液供給ノズルを通してミラー表面に直接供給される。ポンプと研磨液供給ノズルの間にバッファタンクを設置することで、2 つのノズルからの供給量が一定となるようにした。供給された研磨液はアクリルケースからパイプを通して排出され、フィルターを通してタンクに戻される。

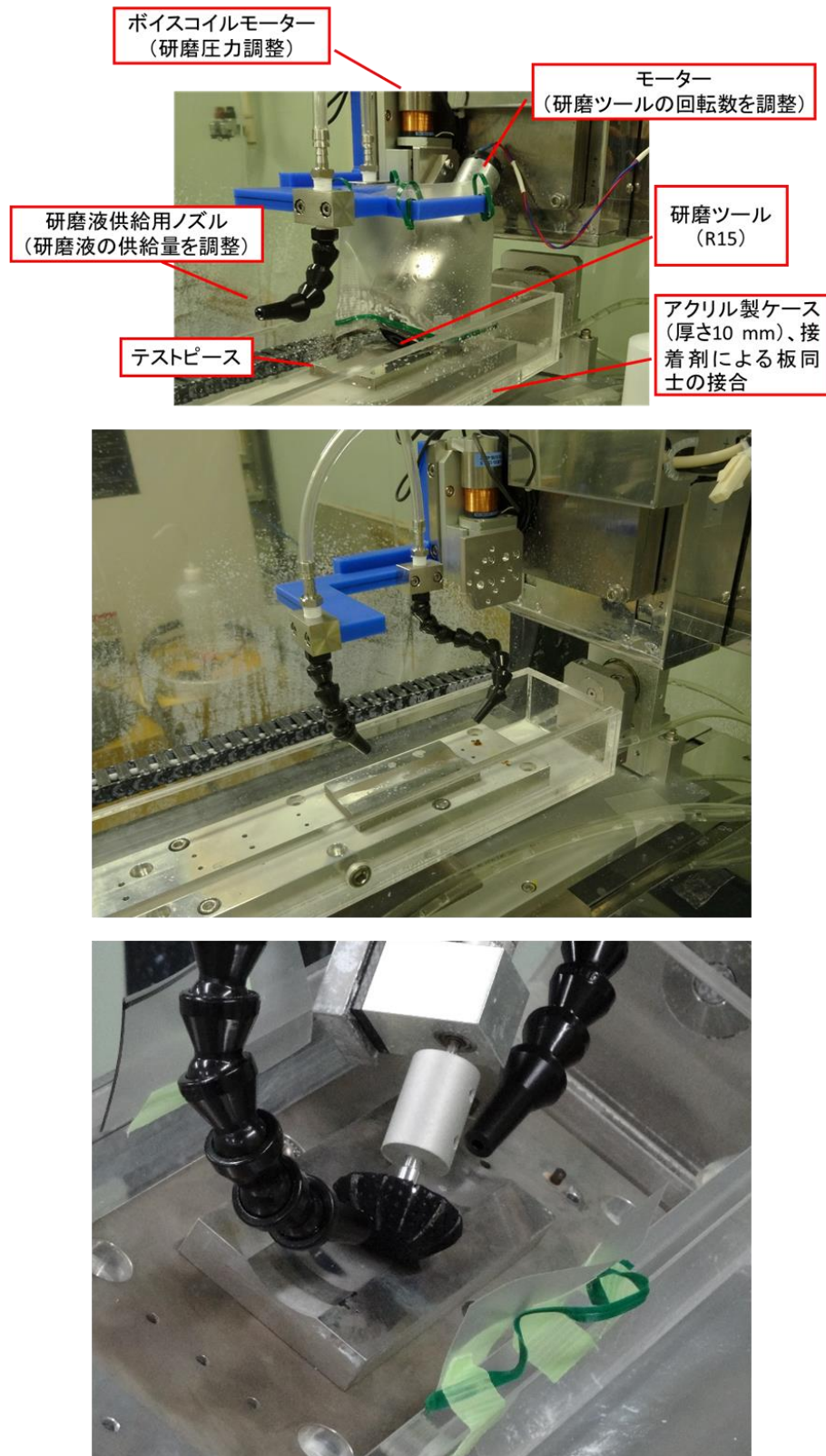


図 5-14. 研磨加工機に取り付けられたテストピース。(上) 各部名称。(中) 研磨液供給ノズルと研磨ツールの位置。(下) 研磨ツールとミラーの位置関係 (ミラーは 30° 傾いた状態)。

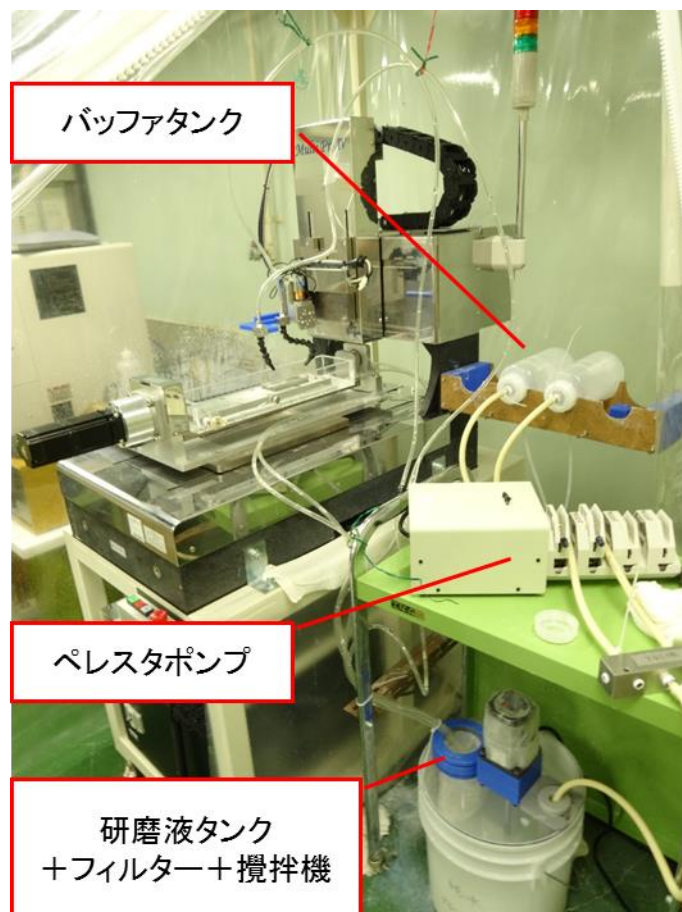


図 5-15. 研磨液の循環システム。

研磨圧力の調整には VCM を使用した。図 5-16 に VCM に印加する電流値と、研磨ツールの垂直下向きの負荷の関係を示す。

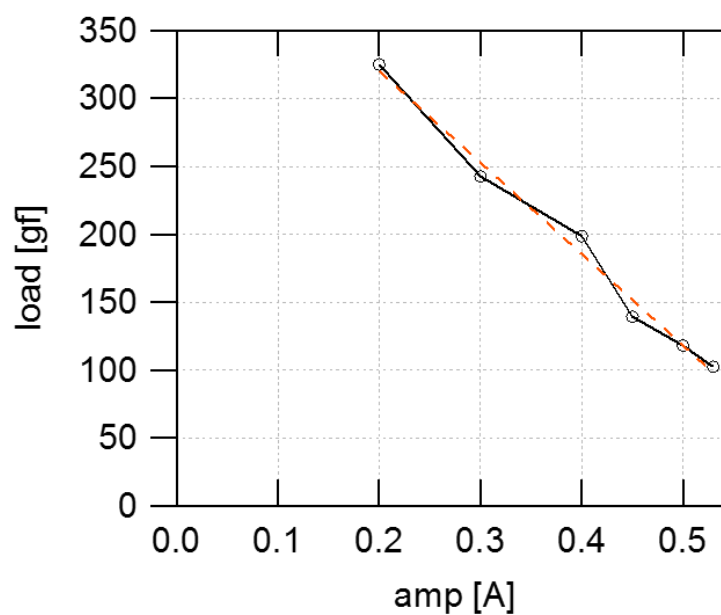


図 5-16. VCM の電流値と研磨ツールの垂直下向きの負荷。

図 5-16 より、研磨ツールの負荷は VCM に印加する電流値に対してほぼ線形に変化していた。電流値を 0.55 A よりも大きくすると、研磨ツールが浮いてしまった。そのため、加工時の電流値は 0.45 A とし、ツールによる下向きの負荷は 140 gf とした。

以上の条件でツールを 2400 rpm で回転させ、テストピース上の同じ個所を 10 時間研磨した。

研磨領域の周辺を三鷹光機社の非接触表面正常測定装置 (PFU-3) を用いて形状計測し、研磨による除去量を求めた。図 5-17 にテストピース上の研磨痕の写真と計測した表面のプロファイルを示す。

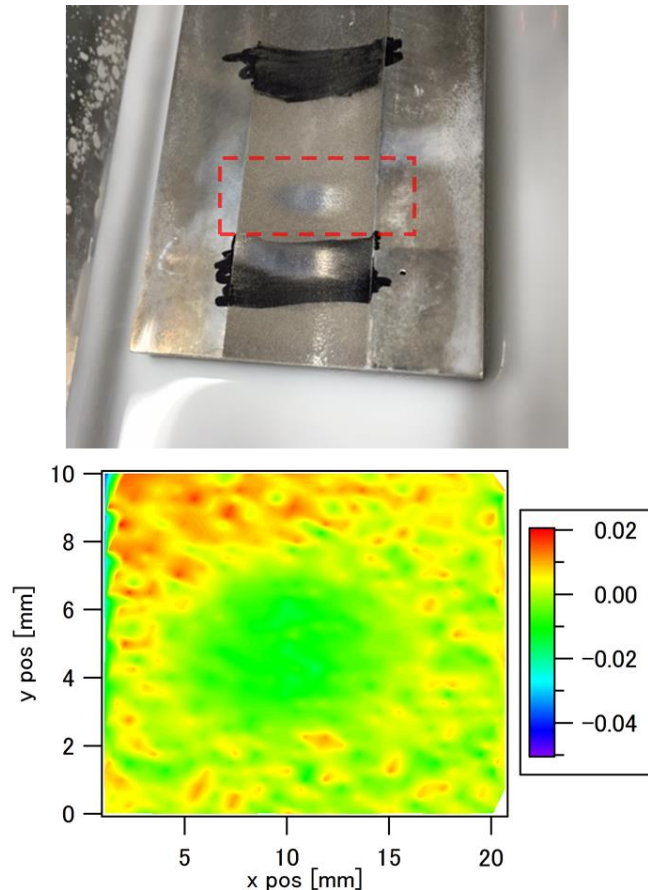


図 5-17. 研磨された領域の表面プロファイル。(上) テストピース上の研磨痕の写真。(下) 研磨痕の付近を PFU-3 で形状計測した結果。

図 5-17 より、中央に高さが低い領域が楕円形状に分布していることが分かる。これが図 5-14 に示されている研磨ツールの研磨痕である。この研磨痕の中央付近の加工機の X、Y 方向の断面形状を図 5-18 に示す。

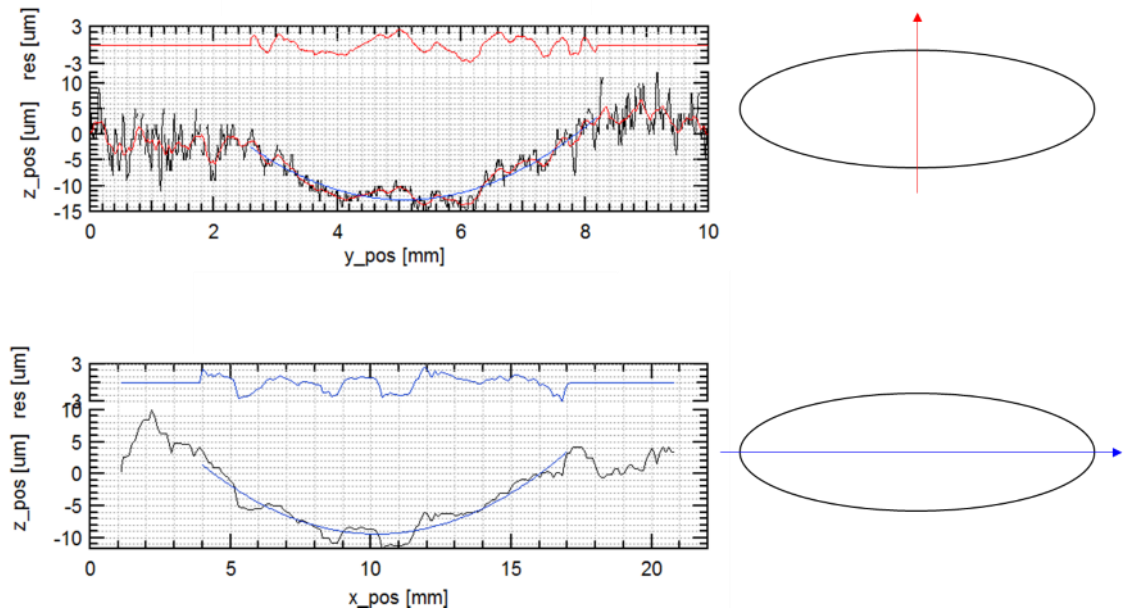


図 5-18. 研磨された領域の表面プロファイル。(上) Y 軸方向の断面形状と楕円でフィッティングした場合の残差。(下) X 軸方向の断面形状と楕円でフィッティングした場合の残差。いずれも黒い線が実測値である。

研磨痕取得のために使用したテストピースの粗さが大きかったために研磨

5.9.4.2 分割型ミラーの研磨試験

図 5-18 の X 軸方向の断面形状を楕円でフィッティングし、その楕円式を用いて、 $d\theta$ を計算した。 $d\theta$ を 3.58° (円周方向で 1.25 mm) 間隔で傾けていけば、計算上は研磨によって発生するカスプの高さは 5 nm 程度となる。これは超精密切削後の回転軸断面方向の形状精度より十分に小さい値である。したがって、ミラーを段階的に 3.58° ずつ傾けながら研磨加工を行うための加工パスを作成し、研磨加工を開始した。

研磨加工は効率的に表面粗さを小さくするために 2 段階に分けて行った。まず、粒径の大きな砥粒 (BAIKALOX 0.3CR、粒径約 300 nm) を用いて超精密切削によって発生した切削痕の除去を行った。続いて、粒径の小さな砥粒 (コロイダルシリカ、粒径約 70 nm) を用いて表面粗さを極限まで小さくした。以下、前者を粗研磨、後者を仕上げ研磨と分けて記述する。

粗研磨を行う際、数時間おきに表面プロファイルを計測し、変化の様子を記録した。図 5-19 に経過時間毎の分割型ミラーの光学中心付近の表面プロファイルを示す。

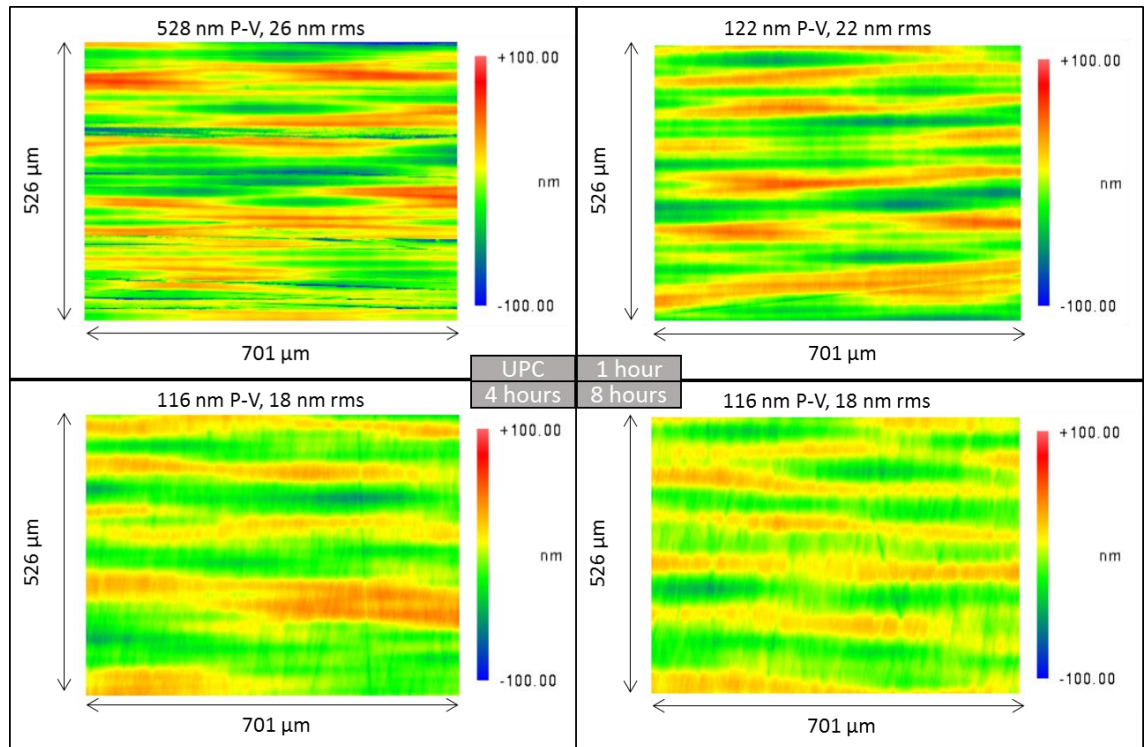


図 5-19. 研磨後の表面プロファイル。(左上) 超精密切削直後。(右上) 研磨開始 1 時間後。
(左下) 研磨開始 4 時間後。(右下) 研磨開始 8 時間後。

超精密切削直後にあった 0.02 mm 間隔の切削痕は研磨時間が長くなるとともに小さくなっている。図 5-19 の各表面プロファイルの、中央付近での縦方向の断面プロファイルと、その周波数成分毎の振幅を図 5-20 示す。

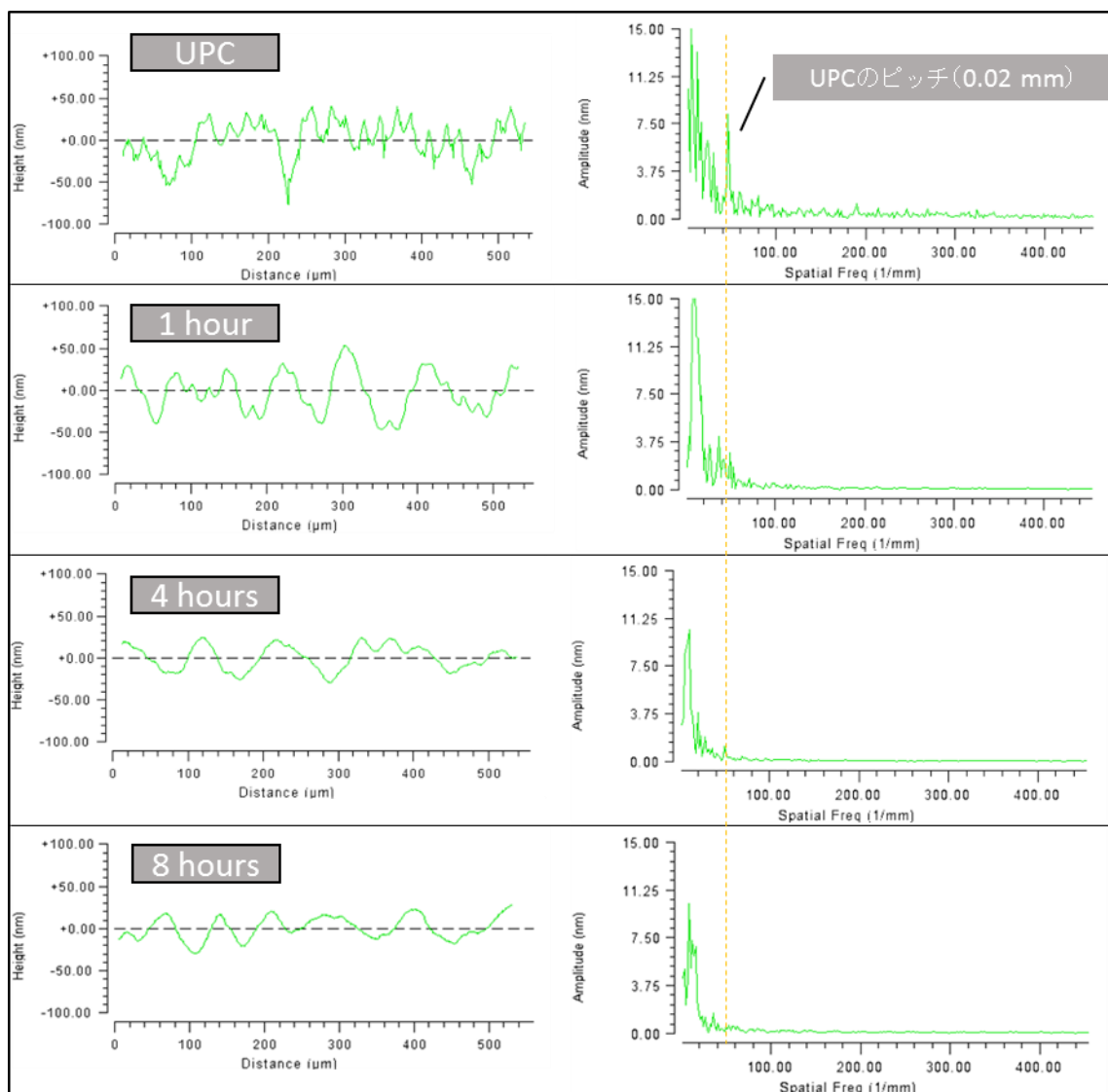


図 5-20. 研磨後の経過時間毎の表面プロファイルの（左）縦方向の断面プロファイルと（右）周波数成分毎の振幅。

周波数成分ごとの振幅をグラフに表した場合、超精密切削直後では切削加工のピッチに由来する 0.02 mm の位置にピークが表れている。このピークは研磨加工の時間経過とともに小さくなり、研磨時間が 8 時間経過した時点でほぼ除去されている。切削痕がなくなるにつれ、およそ 0.1 mm の周期のうねりが観測された。このうねり成分は研磨時間が長くなるにつれて徐々に小さくなることか小さくなることが分かった。図 5-21 に研磨時間とうねり成分の振幅の関係を示す。

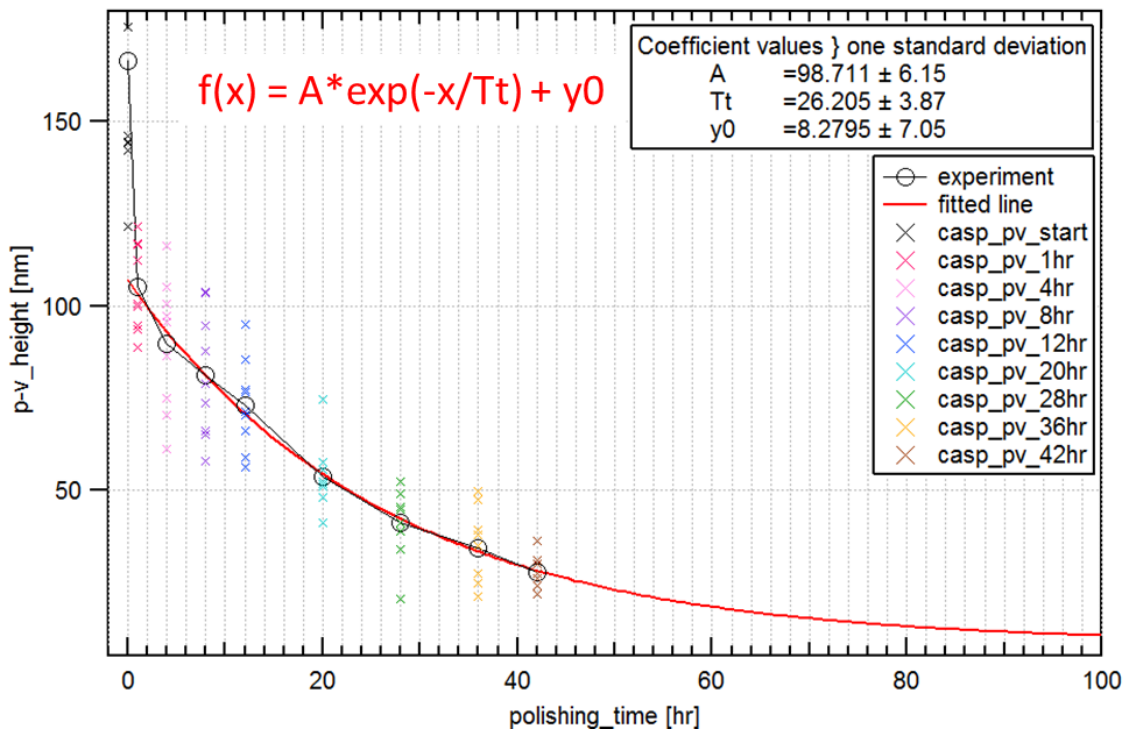


図 5-21. 100 μm 周期のうねり成分の振幅と研磨時間の関係。

研磨加工は 42 時間行い、その間、数時間おきにうねり成分の振幅が評価した。うねり成分の振幅は、研磨時間に対して対数的に減少しており、時定数を T_t とした時、以下のような関数に従っているような傾向が見られた。

$$f(x) = A e^{\left(-\frac{x}{T_t}\right)} + y_0$$

但し、 A は振幅の初期値、 x は経過時間、 y_0 は最終的に到達する振幅である。42 時間研磨した時点でうねり成分の振幅に大きな変化が見られず、図 5-21 よりこれ以上の振幅の改善が期待できなかったため、粗研磨加工を終了した。図 5-20 より、粗研磨加工を 8 時間行った時点でこのうねり成分によるスロープエラーは数 mrad 程度であり、回転軸方向の集束性能としては十分小さいと言える。

このうねりの原因は現在分かっておらず、研磨加工の経過時間とともに減少することから、研磨加工に由来するものや計測時の測定誤差等ではなく、超精密切削加工時に発生するものであると考えられる。より詳細な理解には超精密切削加工機の加工時の挙動を調べる必要がある。

切削痕の除去を確認したため、仕上げ研磨を開始した。仕上げ研磨加工は粗研磨加工と研磨液のみが異なり、それ以外は同じ環境で行った。図 5-22 に仕上げ研磨を 8 時間行った後の分割型ミラーの光学中心付近の表面プロファイルを示す。

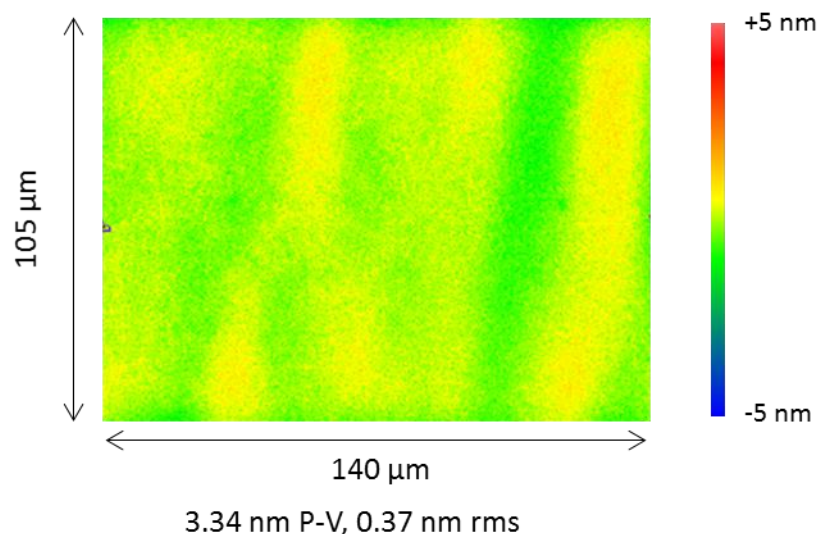


図 5-22. 仕上げ研磨後の分割型ミラーの光学中心付近の表面プロファイル。

仕上げ研磨加工後の分割型ミラーの表面プロファイルは異なる 9 点について計測し、9 点の表面粗さの平均値は 0.28 nm rms であった。

一体型ミラーに関しても同様に粗研磨加工を 8 時間、仕上げ研磨加工を 8 時間行い、表面プロファイルを計測した。図 5-21 に仕上げ研磨を 8 時間行った後の一体型ミラーの光学中心付近の表面プロファイルを示す。

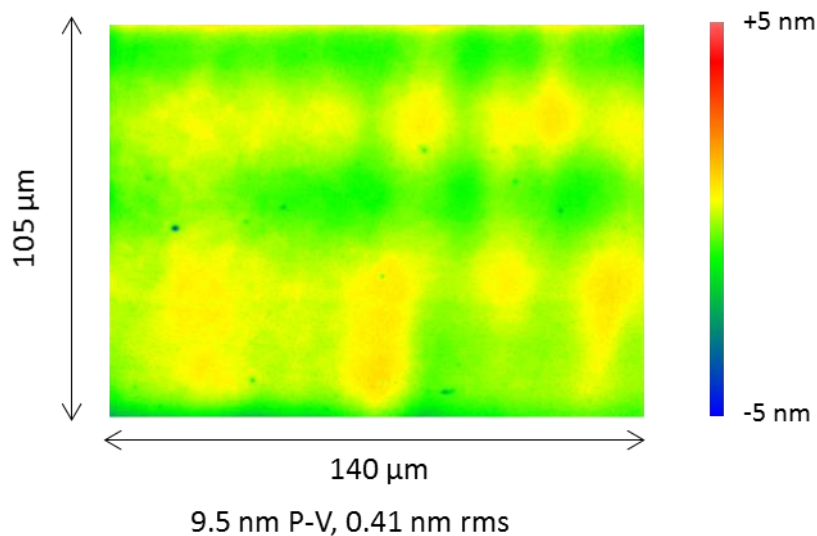


図 5-23. 仕上げ研磨後の一体型ミラーの光学中心付近の表面プロファイル。

仕上げ研磨加工後の一体型ミラーの表面プロファイルは異なる 3 点について計測し、3 点の表面粗さの平均値は 0.27 nm rms であった。表面粗さ

5.10 研磨後のミラーの形状精度

研磨後の各ミラーの形状を、複合三次元測定機を用いて計測し形状精度を評価した。図 5-24

に各ミラーの形状計測結果を示す。

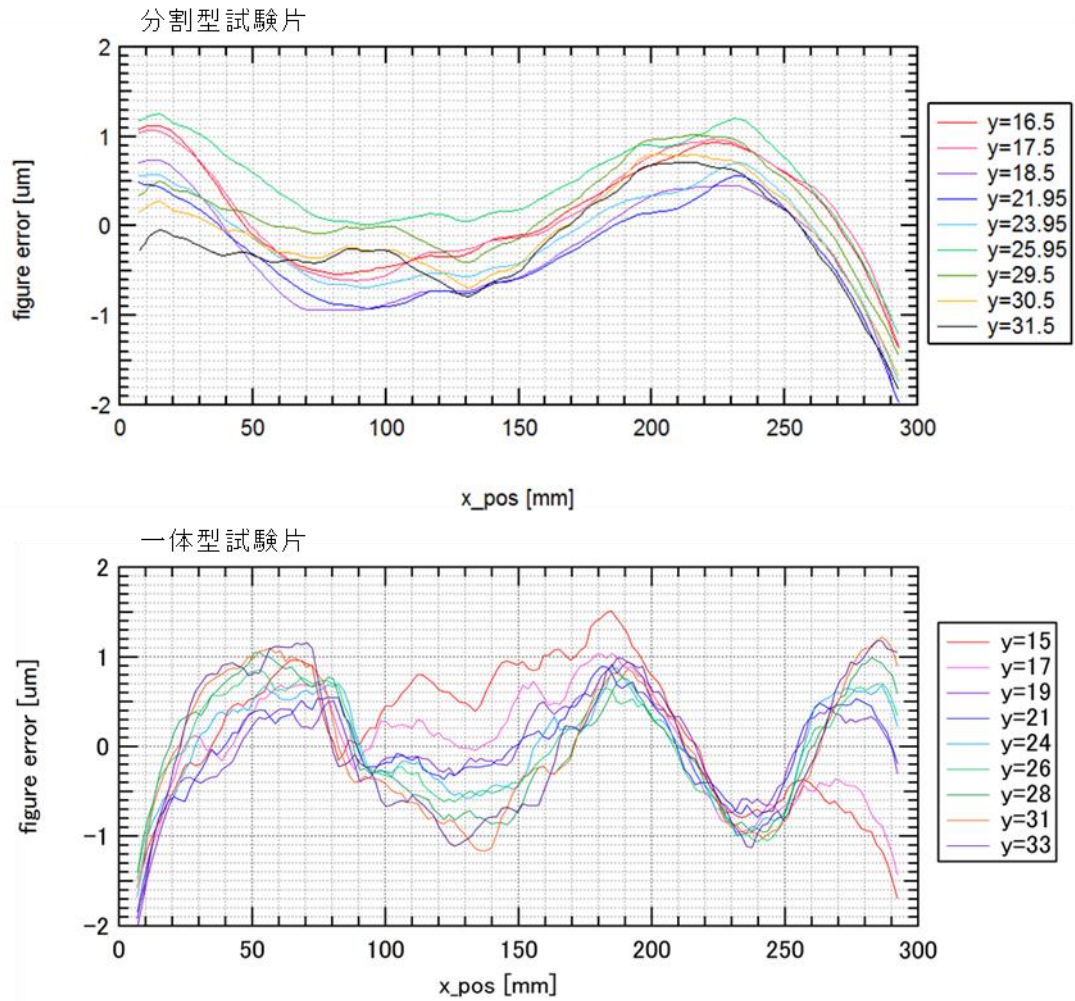


図 5-24. 研磨後の各ミラーの形状誤差。(上) 分割型ミラー、(下) 一体型ミラー。

形状計測の結果、形状誤差は分割型ミラーが $3.28 \mu\text{m P-V}$ 、一体型ミラーが $3.49 \mu\text{m P-V}$ であった。図 5-25 に分割型ミラーについてスロープエラーを計算した結果を示す。

分割型ミラーと一体型ミラー、それぞれの形状誤差の値からスロープエラーを計算した結果、分割型ミラーが $132 \mu\text{rad P-V}$ 、一体型ミラーが $346 \mu\text{rad P-V}$ であった。

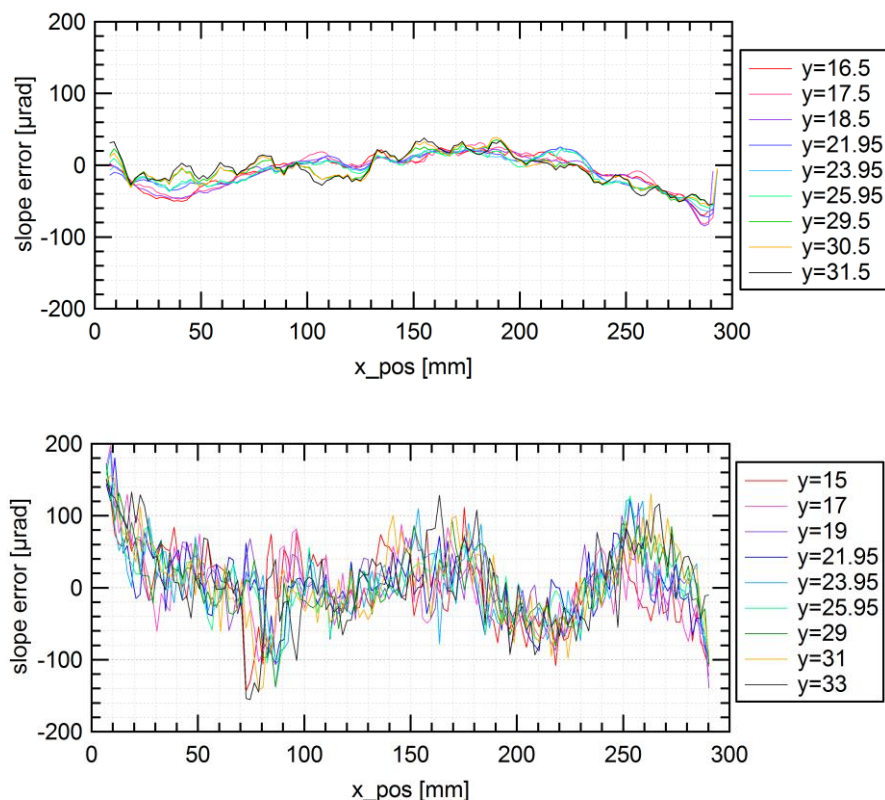


図 5-25. 研磨後の各ミラーのスロープエラー。(上) 分割型ミラー、(下) 一体型ミラー。

5.11 中性子を用いた性能評価

5.11.1 基板のみの性能評価

作製した二つのミラーは J-PARC の MLF BL06 にて中性子を用いて性能評価を行った。J-PARC BL06 では図 5-27 に示すような測定体系で中性子ビームの集光実験を行った。

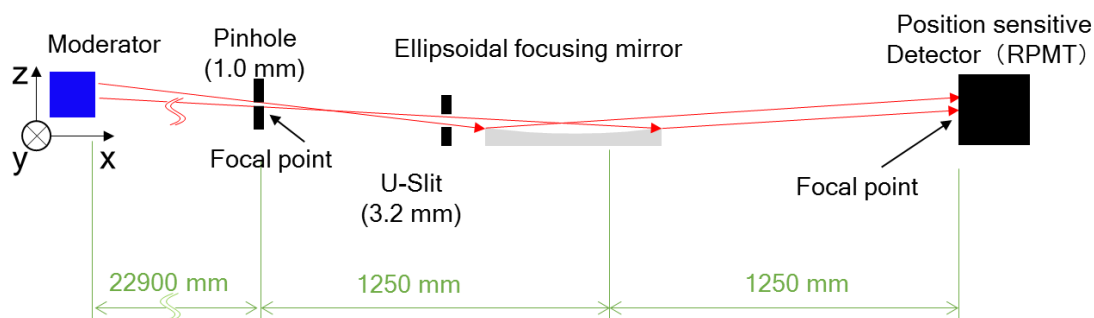


図 5-27. J-PARC BL06 での集光実験体系。

冷中性子源から放射される中性子のうち、バンドチョッパーを用いて波長が 1.0 nm 以上のもののみを使用した。スーパーミラーガイド管を通ってきた中性子ビームはピンホールと U 字形状のスリットによってコリメートされ、ミラーに照射される。ミラーによって反射された中性子は下流の二次元検出器 (RPMT) で検出され、ビームサイズを評価した。図 5-28 に入射中性子ビ

ームの波長スペクトルとミラーによって反射された中性子ビームの波長スペクトルを示す。

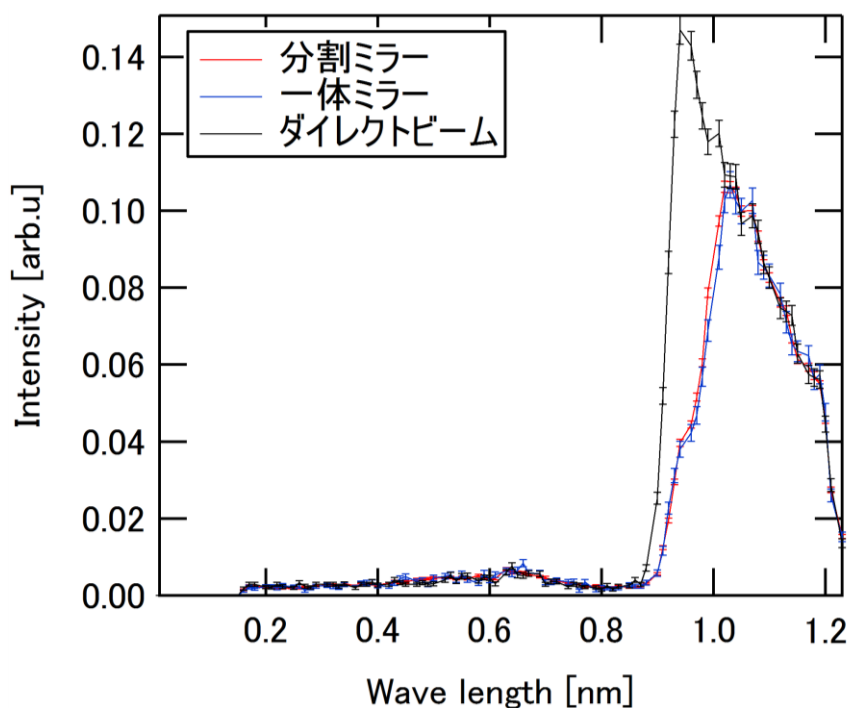


図 5-28. 入射中性子ビームの波長スペクトルとミラーによって反射された中性子ビームの波長スペクトル。黒い線がダイレクトビーム、赤い線が分割ミラー、青い線が一体ミラーの波長スペクトルを示している。

波長スペクトルは NiP メッキ面による全反射が可能な波長 1.06 nm 以上の積分強度で規格化されている。分割ミラーと一体ミラーの波長スペクトルの間に大きな差は確認されなかった。

図 5-29 に検出されたビームの全波長領域の集光位置での二次元プロファイルを示す。

分割ミラーによって反射されたビームのほとんどは直径 10 ピクセル程度の領域に集束している。カラーバーの間隔を対数にした場合、バックグラウンドが強調され、寄生的な散乱を含めるとビーム径はおよそ 100 ピクセル程度に広がっていることが分かる。正確なビームサイズの評価のため、ビームの二次元プロファイルのデータを垂直方向・水平方向にそれぞれ投影し、その強度分布をプロットした。図 5-30 に垂直方向・水平方向に投影したビームプロファイルを示す。

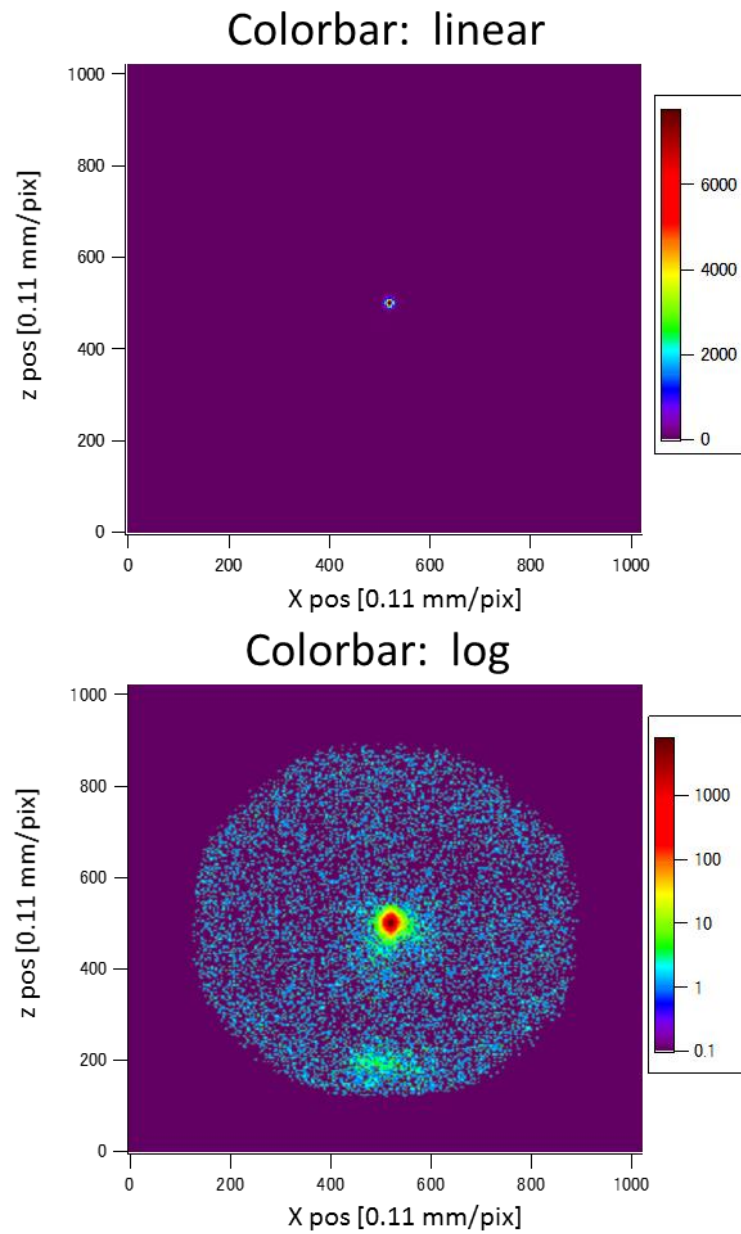


図 5-29. 分割型ミラーで反射されたビーム全波長領域の集光位置での二次元プロファイル。
(上) カラーバーの間隔を線形にした場合、(下) カラーバーの間隔を対数にした場合。

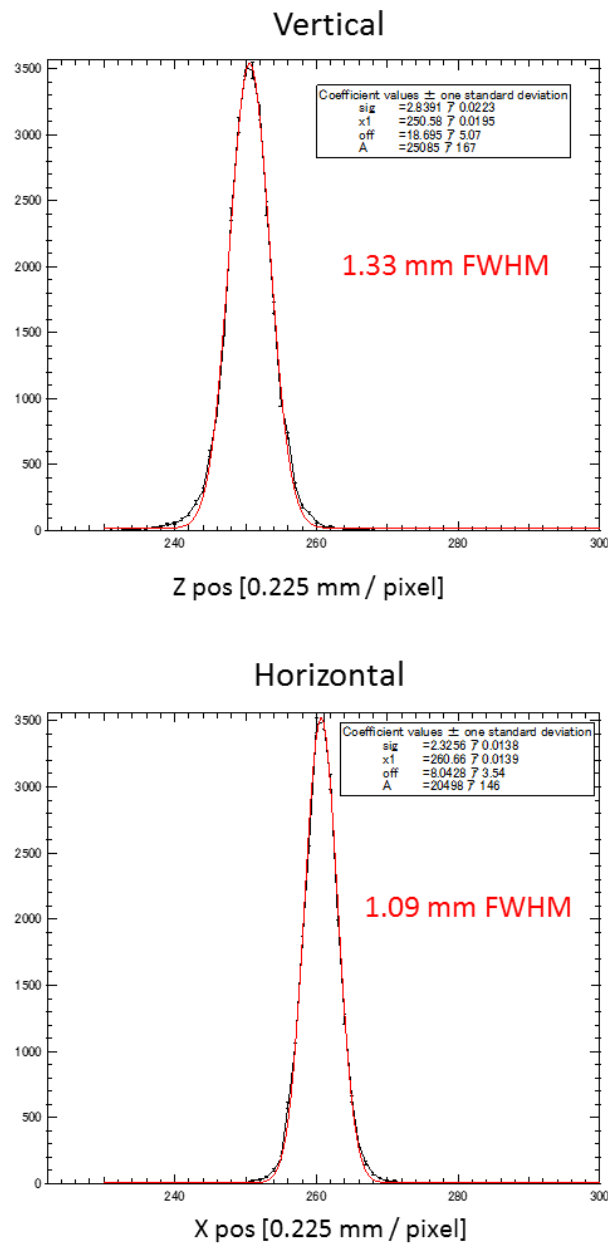


図 5-30. 集束ビームの二次元プロファイルの各方向の投影図。(上) 垂直方向、(下) 水平方向。

投影されたビームプロファイルはガウス関数を用いてフィッティングし、その半値幅を評価した。フィッティングの結果、集束ビームは垂直方向に 1.33 mm、水平方向に 1.09 mm の半値幅であった。

一体型ミラーについても分割型ミラーと同様に集束実験を行い、ビームサイズを評価した。図 5-31 に一体型ミラーによって集束されたビームの二次元プロファイルを各方向に投影したものを示す。

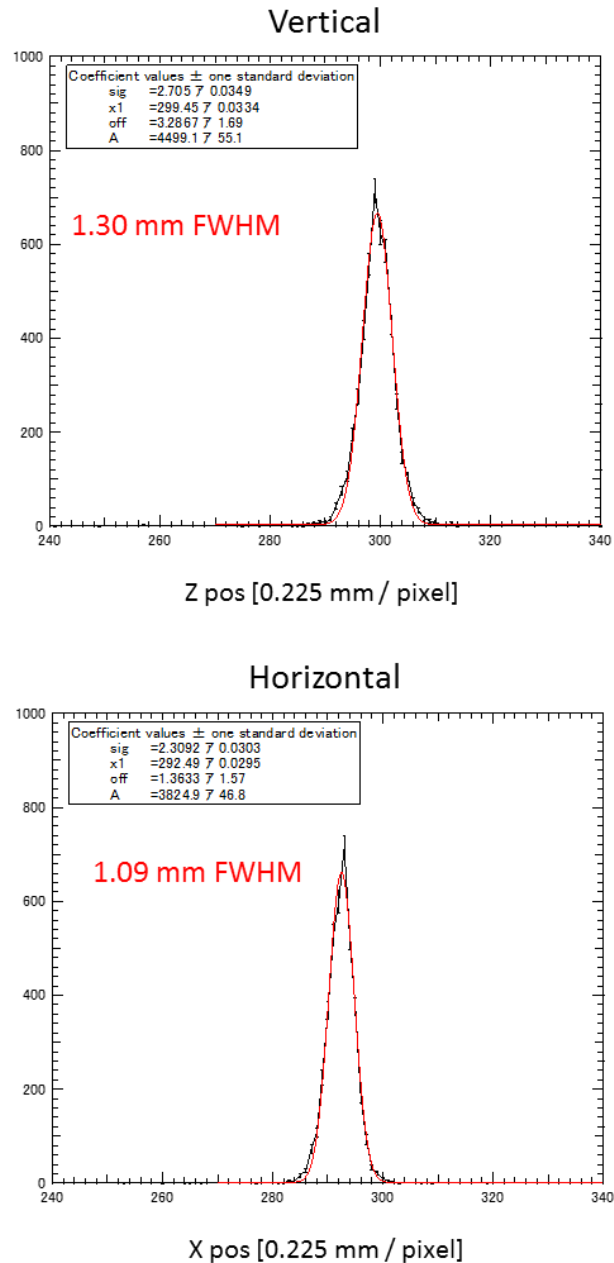


図 5-31. 一体型ミラーによって集束されたビームの二次元プロファイルの各方向の投影図。
(上) 垂直方向、(下) 水平方向。

一体型ミラーによって集束されたビームは垂直方向に 1.30 mm、水平方向に 1.09 mm の半値幅であった。

第 4 章の 4.4.3 より、形状誤差の値から集光後の焦点位置でのビームサイズのオーダーを予測できることが分かっている。図 5-25 のスロープエラーの値から、図 4-10 と同様のモデルを用いて、集光位置でのビームの位置ずれを計算した。図 5-32 に集光位置での位置ずれを計算した結果と、そのプロファイルをガウス関数でフィッティングすることで得られた半値幅を示す。

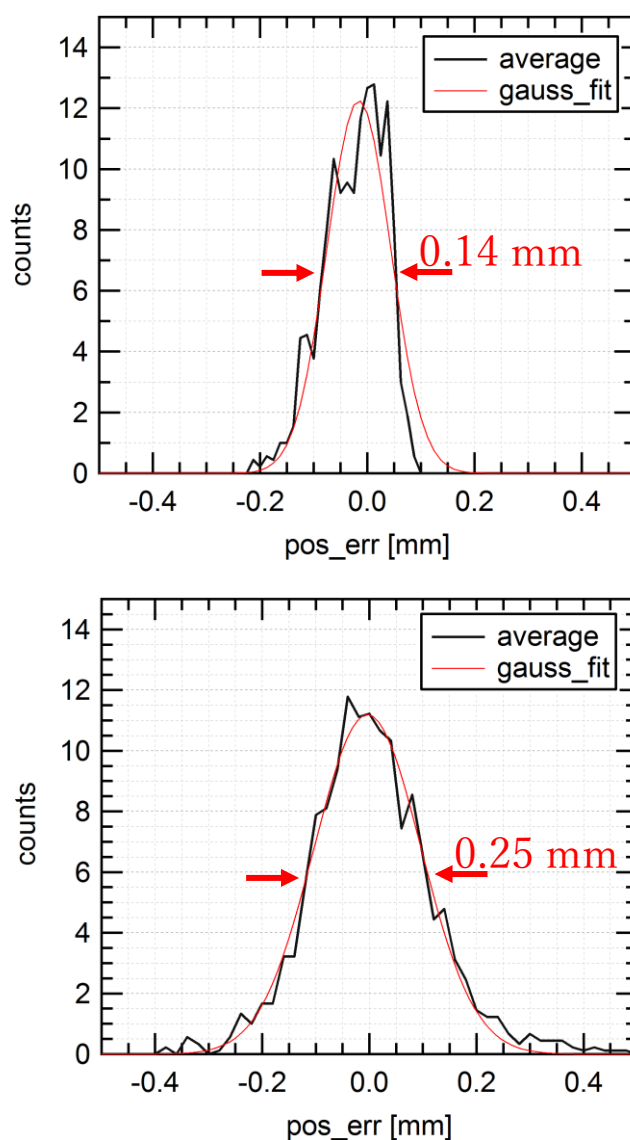


図 5-32. 各ミラーのスロープエラーから計算した集光位置での位置ずれと半値幅の値。(上) 分割型ミラー、(下) 一体型ミラー。

図 5-32 の結果より、焦点位置では光束径が入射側のアパーチャーよりも数百 μm のオーダーで大きくなることが予想される。実験によって得られた値は形状誤差から計算した値と近く、形状測定の結果から光束サイズを予測する手法は妥当であると言える。

5.12 結論

金属基板にマルチセグメント設計を導入し、大型の回転楕円形状の集束ミラーを設計・作製した。集束ミラーは最終的に表面粗さが 0.28 nm rms 、形状精度が $3.28 \mu\text{m P-V}$ と非常に良い物が完成した。分割したものとしていないミラーに関し中性子を用いた集束実験を行い、垂直方向に 1.30 mm 、水平方向に 1.09 mm の半値幅の綺麗な集束光束を得ることができた。回転軸方向に 3 分割した集束ミラーでも垂直方向に 1.33 mm 、水平方向に 1.09 mm の半値幅を持つ光束

が得られ、誤差範囲内で両者は一致する結果を得ることができた。

第6章 総括

近年中性子散乱を行う上で、中性子光学素子の利用がますます不可欠の物となってきた。このような中で、中性子反射率計、中性子小角散乱装置などには、従来のような平板ミラーを用いたガイド管だけでなく、精密な曲面を持った中性子集束ミラーの利用が始まりつつある。これまではガラスの基板を用いた集束ミラーの開発が行われてきたが、ガラス基板は曲面加工が難しく、製作に長時間がかかる。例えば分割型のミラーを作成する際にどう精度高い曲面ミラーを構成するかという問題に直面する。

そこで、アルミニウム、ステンレス鋼などの基板を加工、無電解 NiP をメッキした後に超精密切削・機械研磨を施し、最後にスーパーミラーを製膜するという新しい手法を開発した。通常の金属材料では実現が困難である 0.3 nm 程度の表面粗さを実現できている。実際にそのように製作した一次元楕円体のミラーを中性子反射率計に組み込み、15mm 角程度の小さな試料への集束が出来ることを確認した。さらに中性子集束型小角散乱装置のための分割型の大きな非曲面形状のミラー（二次元楕円体ミラー）を用いた集束ミラーを実際に作成し、小角散乱装置に利用できるように数 μm 以下の形状精度を持ち、散漫散乱の非常に小さい集束を実現できた。分割型ミラーに関しては位置決めピンを使用して組み立てることで、ミラーの総合的な形状誤差を数 μm 以内に抑えることに成功している。

第2章では、このような金属基板の超精密加工、研磨を試験するための試験片を実際に作成し、形状精度、表面粗さが十分に小さいことを確認したため、それについて述べている。

第3章では回転楕円形状の小型の試験片を用いて本手法によって到達できる形状精度を検証し、高い形状精度が得られることを確認したため、それについて述べている。

第4章では、全長 550 mm の大型の楕円面形状ミラーを作製し、マルチセグメントであっても高い形状精度が得られることを確認したため、それについて述べている。また、本研究で製作した楕円面形状のスーパーミラーは J-PARC/MLF BL16(SOFIA)という世界最高クラスの中性子反射率計の高度化に充分貢献可能なことを示した。

第5章では小型集束型中性子小角散乱装置 (mfSANS) に用いるための回転楕円形状の集束ミラーを製作し、回転軸方向の分割を行った場合でも形状精度が維持できることを確認したため、それについて述べている。

引用文献

-
- [1] <http://www.isis.stfc.ac.uk/>
- [2] <https://neutrons.ornl.gov/sns>
- [3] <http://j-parc.jp/index.html>
- [4] <https://europeanspallationsource.se/>
- [5] <http://csns.ihep.ac.cn/english/>
- [6] <http://www.indiana.edu/~lens/>
- [7] Wang, Xuewu, Chun-K. Loong, Xialing Guan, and Taibin Du. "Recent Progress of the Compact Pulsed Hadron Source Project and Related Activities at Tsinghua University." *Physics Procedia* 60 (2014): 97-100.
- [8] <http://rans.riken.jp/>
- [9] Oda, Tatsuro, Masahiro Hino, Masaaki Kitaguchi, Yuji Kawabata, Norifumi L. Yamada, and Hideki Seto. "Numerical simulation of BL06 neutron beamline for "VIN ROSE" at J-PARC/MLF." (2014).
- [10] Seto, H., S. Itoh, T. Yokoo, H. Endo, K. Nakajima, K. Shibata, R. Kajimoto et al. "Inelastic and quasi-elastic neutron scattering spectrometers in J-PARC." *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-General Subjects* (2016).
- [11] Hino, Masahiro, Seiji Tasaki, Toru Ebisawa, Takeshi Kawai, Masahiko Utsuro, and Norio Achiwa. "Development of a neutron supermirror polarizer for a low external magnetic field." In *Advances in neutron scattering research*. 2001.
- [12] <http://www.swissneutronics.ch/>
- [13] <http://www.mirrortron.kfkipark.hu/>
- [14] Maruyama, Ryuji, Dai Yamazaki, Toru Ebisawa, Masahiro Hino, and Kazuhiko Soyama. "Development of neutron supermirrors with large critical angle." *Thin Solid Films* 515, no. 14 (2007): 5704-5706.
- [15] Stahn, J., U. Filges, and T. Panzner. "Focusing specular neutron reflectometry for small samples." *The European Physical Journal Applied Physics* 58, no. 1 (2012): 11001.
- [16] Alefeld, B., D. Schwahn, and T. Springer. "New developments of small angle neutron scattering instruments with focussing." *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 274, no. 1-2 (1989): 210-216.
- [17] Glinka, C. J., J. G. Barker, and D. F. R. Mildner. "Comparison of pinhole collimation and focusing optics for SANS." *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 795 (2015): 122-127.
- [18] Takahashi, Tadayuki, Kazuhisa Mitsuda, Richard Kelley, Henri Aarts, Felix Aharonian, Hiroki Akamatsu, Fumie Akimoto et al. "The ASTRO-H x-ray observatory." In *SPIE Astronomical Telescopes+ Instrumentation*, pp. 84431Z-84431Z. International Society for Optics and Photonics, 2012.
- [19] Mimura, Hidekazu, Hirokatsu Yumoto, Satoshi Matsuyama, Yasuhisa Sano, Kazuya Yamamura, Yuzo Mori, Makina Yabashi et al. "Efficient focusing of hard x rays to 25nm by a total reflection mirror." *Applied Physics Letters* 90, no. 5 (2007): 051903.

-
- [20] Mimura, Hidekazu, Soichiro Handa, Takashi Kimura, Hirokatsu Yumoto, Daisuke Yamakawa, Hikaru Yokoyama, Satoshi Matsuyama et al. "Breaking the 10 nm barrier in hard-X-ray focusing." *Nature Physics* 6, no. 2 (2010): 122-125.
- [21] Tabata, Takaaki, Mikinori Nagano, Dai Yamazaki, Ryuji Maruyama, Kazuhiko Soyama, and Kazuya Yamamura. "Figuring of aspherical metal mirror substrate for neutron focusing by numerically controlled electrochemical machining." In *Key Engineering Materials*, vol. 523, pp. 29-33. Trans Tech Publications, 2012.
- [22] Ice, Gene E., Camden R. Hubbard, Bennett C. Larson, Judy WL Pang, John D. Budai, Stephen Spooner, and Sven C. Vogel. "Kirkpatrick-Baez microfocusing optics for thermal neutrons." *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 539, no. 1 (2005): 312-320.
- [23] Alefeld, B., C. Hayes, F. Mezei, D. Richter, and T. Springer. "High-resolution focusing SANS with a toroidal neutron mirror." *Physica B: Condensed Matter* 234 (1997): 1052-1054.
- [24] Liu, D., Khaykovich, B., Gubarev, M.V., Robertson, J.L., Crow, L., Ramsey, B.D. and Moncton, D.E.. "Demonstration of a novel focusing small-angle neutron scattering instrument equipped with axisymmetric mirrors." *Nature communications* 4 (2013).
- [25] Oba, Yojiro, Masato Ohnuma, Shigehiro Ohnuma, Michihiro Furusaka, Suresh Koppoju, and Shin Takeda. "Nanostructure characterization of Co-Pd-Si-O soft magnetic nanogranular film using small-angle X-ray and neutrons scattering." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 334 (2013): 45-51.
- [26] Sinha, S. K., E. Bv Sirota, S. Garoff, and H. B. Stanley. "X-ray and neutron scattering from rough surfaces." *Physical Review B* 38, no. 4 (1988): 2297.
- [27] Pullen, S. T. E. W. A. R. T., G. E. N. E. Davidson, S. Pangalis, F. R. A. N. K. Klose, and S. H. A. N. E. Kennedy. "Report on the repair of the opal neutron beam transport system." In *Joint IGORR 2013 and IAEA Technology Meeting*. 2013.
- [28] Namba, Y., T. Shimomura, A. Fushiki, A. Beaucamp, I. Inasaki, H. Kunieda, Y. Ogasaka, and K. Yamashita. "Ultra-precision polishing of electroless nickel molding dies for shorter wavelength applications." *CIRP Annals-Manufacturing Technology* 57, no. 1 (2008): 337-340.
- [29] 三浦義正. (2002). ハードディスクドライブ技術の開発. *計測と制御*, 41(1), 3-7
- [30] Guo, Jiang, Yutaka Yamagata, Shin-ya Morita, Shin Takeda, Jun-ichi Kato, Masahiro Hino, and Michihiro Furusaka. "Figure correction of a metallic ellipsoidal neutron focusing mirror." *Review of Scientific Instruments* 86, no. 6 (2015): 063108.
- [31] Guo, Jiang, Shin Takeda, Shin-ya Morita, Masahiro Hino, Tatsuro Oda, Jun-ichi Kato, Yutaka Yamagata, and Michihiro Furusaka. "New fabrication method for an ellipsoidal neutron focusing mirror with a metal substrate." *Optics express* 22, no. 20 (2014): 24666-24677.
- [32] Guo, Jiang, Yutaka Yamagata, Shin Takeda, Junichi Kato, Masahiro Hino, Michihiro Furusaka, and Shinya Morita. "Preliminary Investigation on Design and Fabrication of a Metallic-Ellipsoidal Neutron Focusing Mirror." In *Key Engineering Materials*, vol. 625, pp. 230-233. Trans Tech Publications, 2015.
- [33] Mitamura K, Yamada NL, Sagehashi H, Seto H, Torikai N, Sugita T, Furusaka M, Takahara A. Advanced

- neutron reflectometer for investigation on dynamic/static structures of soft-interfaces in J-PARC. In *Journal of Physics: Conference Series* 2011 (Vol. 272, No. 1, p. 012017). IOP Publishing.
- [34] Yamada NL, Torikai N, Mitamura K, Sagehashi H, Sato S, Seto H, Sugita T, Goko S, Furusaka M, Oda T, Hino M. Design and performance of horizontal-type neutron reflectometer SOFIA at J-PARC/MLF. *The European Physical Journal Plus*. 2011 Nov 1;126(11):1-3.
- [35] Liu, Dazhi, D. Hussey, M. V. Gubarev, B. D. Ramsey, D. Jacobson, M. Arif, David E. Moncton, and Boris Khaykovich. "Demonstration of achromatic cold-neutron microscope utilizing axisymmetric focusing mirrors." *Applied Physics Letters* 102, no. 18 (2013): 183508.
- [36] <http://j-tec.co.jp/focusing/index.html>

第2章 付録

2-1 NewView7200 の仕様

(<http://cweb.canon.jp/indtech/zygo/lineup/newview/7200/spec.html> より引用)

タイプ	非接触光学式、走査型白色干渉計
計測方法	走査型白色干渉法 (SWLI) + 周波数領域解析 (FDA)
光源	白色 LED
垂直測定範囲	<150 μ m (拡張スキャンで最大 20mm)
対物レンズ	1X, 2X, 2.5X, 5X, 10X, 20X, 50X, 100X (LWD, SLWD, 特注で LR, GC 対応タイプもあり)
ズームレンズ	1 ポジション (以下の中から選択)
	ディスクリットズームレンズ 0.5X, 0.75X, 1.0X, 1.5X, 2.0X
観察視野	0.04 × 0.03mm ~ 14.14 × 10.6mm (640 × 480 カメラ、対物レンズにより異なる)
	0.05 × 0.05mm ~ ϕ 21.91mm (992 × 992 カメラ、対物レンズにより異なる)
	Stitch アプリケーションにより最大 150mm × 150mm
水平分解能	0.36 μ m ~ 9.50 μ m (対物レンズにより異なる)
対物レンズマウント	6 ポジション電動タレット、6 ポジションマニュアルタレット、シングルマウント
CCD 画素数	640 × 480 (320 × 240、160 × 120 をソフトウェアで選択可能)
	992 × 992 (オプション)
垂直走査速度	<26 μ m / sec.
	全対物レンズ、ズームレンズの組み合わせにおいて同一精度で同一速度
ステージ種類	XY 電動ステージ、Tip/Tilt 電動ステージ、X(Y) θ 電動ステージ、XY マニュアルステージ、Tip/Tilt マニュアルステージ
コントロール	フィールドストップ、フィルタートレイ
システム制御	CAN bus デジタルインターフェース
コンピューター	DELL 製 PC
解析ソフトウェア	Zygo MetroPro™ ソフトウェア
自動化開発言語	Zygo MetroScript (ユーザーにてカスタマイズ可能)

測定精度

垂直分解能	0.1nm
RMS 再現性	RMS 0.01nm 未満 (1σ)
段差測定正確性	0.75%以下～ ($1.8\mu\text{m}$ 段差原器使用)
段差測定再現性	0.1%以下 (1σ) ($1.8\mu\text{m}$ 段差原器使用)
トレーサビリティ	NIST (面形状、段差量共にシステム校正用原器は証明書付属) d

寸法／重量

寸法 ^{※1}	694±50mm × 578mm × 422mm (H×W×D) ^{※2}
質量 ^{※1}	約 92.5kg (5 軸電動ステージの場合)

※1NewView 本体のみ。このほかに防振台、制御 BOX、PC、モニタあり

※2NewView ヘッドの位置を 75mm 高くすることができるのためサンプル高さは+75mm まで可。オプションによりさらに拡張可

使用環境

温度	15℃～30℃
温度変動率	1℃／15 分未満
湿度	5～95%RH 結露なきこと

ユーティリティ

供給電力	100VAC、50／60Hz、最大 15A、単相アース付
------	------------------------------

測定試料

材質	ガラス、金属、セラミック、樹脂、プラスチック、フィルム、紙など、さまざまな材質へ対応 (膜の付いているものも可能)
測定前処理	特に必要なし
試料寸法 (H×W×D)	自動ステージ：75mm × 203mm × 203mm、マニュアルステージ：150mm × 127mm×144mm ^{※2}
試料反射率	1%～100% (1%以下でも試料により測定可能な場合あり)



2-3 HUNS での中性子反射試験の測定体系最適化のための計算

反射試験で得られる中性子ビーム強度 I_{Ref} は、

$$I_{\text{Ref}} \propto I_{\text{spectrum}} \times I_{\text{geo}}$$

で表され、 I_{spectrum} は中性子の波長スペクトルに依存する要素であり、 I_{geo} は実験体系に依存する幾何学的な要素である。図 2-11 に示した HUNS から中性子スペクトル $I(\lambda)$ を波数 $I(k)$ で表すと、図 A2-1 のようになる。

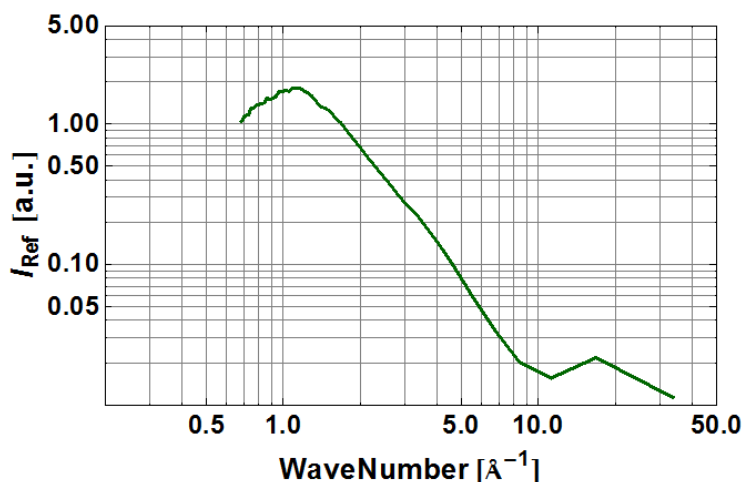


図 A2-1. 北海道大学冷中性子源の波長スペクトル $I(k)$ (2013.10 時点)

モデレータ内部で中性子は多重冷却されており、図 A2-1 の波長スペクトルの $1 \text{ \AA}$ 以上の波長の領域は複数の Maxwellian カーブが重なった結果である。したがって、 I_{spectrum} を計算するため図 A2-1 の波長スペクトルを Maxwellian でフィッティングして、関数で表した。Maxwellian の式は、

$$\text{Maxwellian} = \frac{e}{e_{\text{temp}}^2} \text{Exp}\left(-\frac{e}{e_{\text{temp}}}\right) \quad (\text{A2.1})$$

を用いた。エネルギーは波数を用いて、

$$e = \frac{p^2}{2m} = \frac{(\hbar k)^2}{2m} \quad (\text{A2.2})$$

と表される。以上を用いて、図 A2-1 に対して Maxwellian でフィッティングした結果を図 A2-2 に示す。

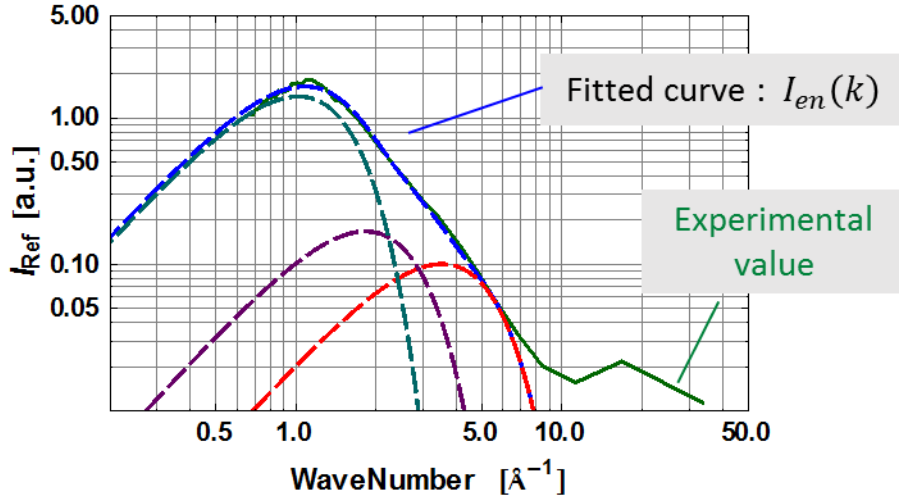


図 A2-2. 北海道大学冷中性子源の波長スペクトル $I(k)$ を 3 つの Maxwellian でフィッティングした結果。

フィッティングには 3 つの Maxwellian を用いた。フィッティングは $I(k)$ の波数で $6 \text{ \AA}^{-1}$ 以下の領域に対して行われた。三つの Maxwellian はそれぞれ $3.8 \text{ \AA}^{-1}$ (30 meV)、 $1.8 \text{ \AA}^{-1}$ (6.6 meV)、 $1.0 \text{ \AA}^{-1}$ (2.0 meV) に対応したものであり、HUNS の冷中性子源周辺の構造としても大きな矛盾は無い。フィッティングによって得られた、

$$\int_{k_{min}}^{k_c} I_{en}(k) dk \quad (\text{A2.3})$$

を用いて HUNS で最も高いビーム強度が得られる実験レイアウトを計算した。

幾何学的な実験配置によって決まるビーム強度の要素 I_{geo} は、

$$I_{geo} \propto \left(\frac{L1}{L2} \times (d1 + d2) + d1 \right) \times \Omega_{d2} \quad (\text{A2.4})$$

と表すことができる。この時、 $d1$ 、 $d2$ 、 $L1$ 、 $L2$ はそれぞれ図 2-12 中に記されているパラメータである。これを波数 k を用いて表すと、

$$I_{Ref} \propto I_{spectrum} \times I_{geo} \quad (\text{A2.5})$$

$$= \int_{k_{min}}^{k_c} I_{en}(k) dk \times \left(\frac{L_1}{L_2} \times (d_1(k_c) + d_2(k_c)) + d_1(k_c) \right) \times \frac{d_2(k_c)}{L_1 + L_2}$$

と表すことができる。これを $\Delta\theta/\theta = 20\%$ と固定した場合について計算し、 $I(\lambda)$ としてプロットしたものを図 A2-3 に示す。尚、 $\Delta\theta/\theta = 20\%$ は HUNS で NiP からの反射率を測定する場合に、経験的に分かっている角度分解能の限界値である。

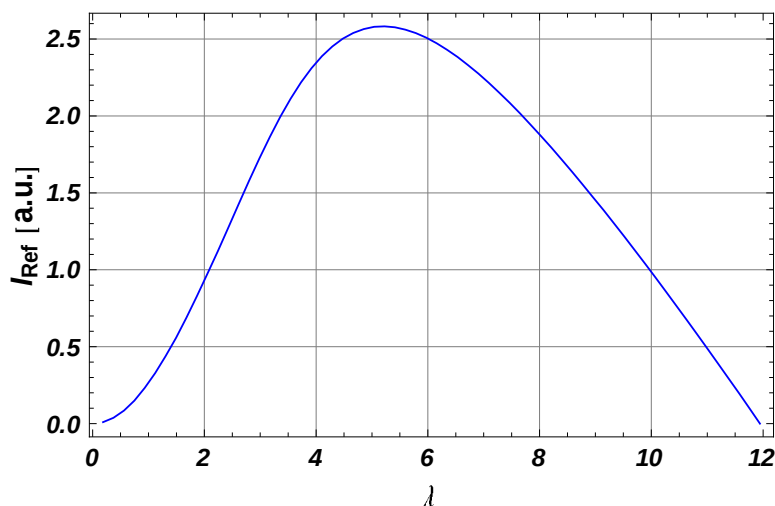


図 A2-3 A2.5 を $I(\lambda)$ としてプロットした結果。

これより、波長はおよそ $5.2 \text{ \AA}$ から使用すると、最も高いビーム強度が得られることになる。実験スペースの都合上、 $L_1 = 4000 \text{ mm}$ 、 $L_2 = 1300 \text{ mm}$ に固定されている。したがって、 d_1 と d_2 の値はそれぞれ、 2.2 mm 、 0.4 mm となる。

2-4 超精密切削によって表面を仕上げた試験片の反射率測定実験

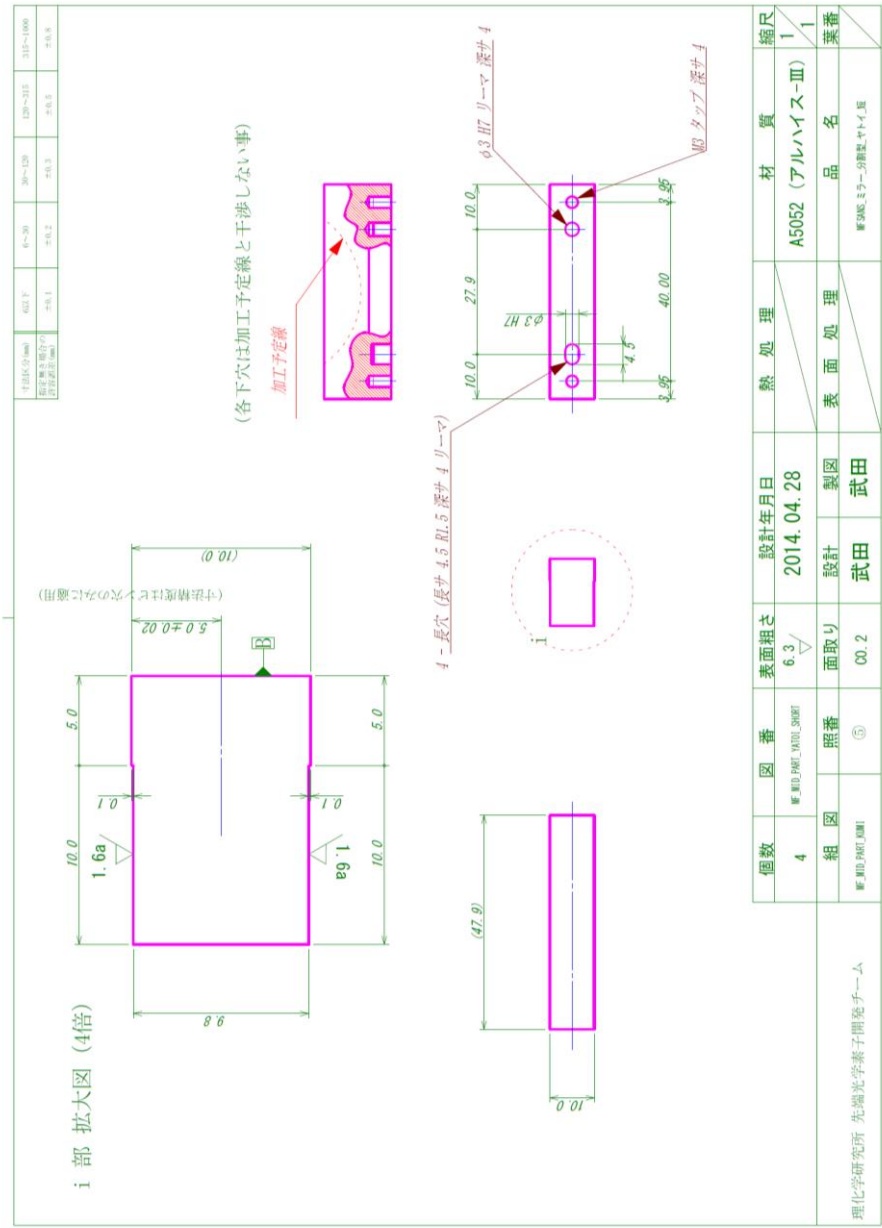
超精密切削によって表面を仕上げた試験片の反射率測定実験は HUNS で行われ、おおよそ 2.5 で説明されている測定体系と同じである。但し、スリット幅、装置全長が異なっている。スリット幅は d_1 と d_2 の値がそれぞれ、3.2 mm、0.2 mm であり、 L_2 は 1500 mm であった。また、Slit-2~試料の距離が 125 mm であった。







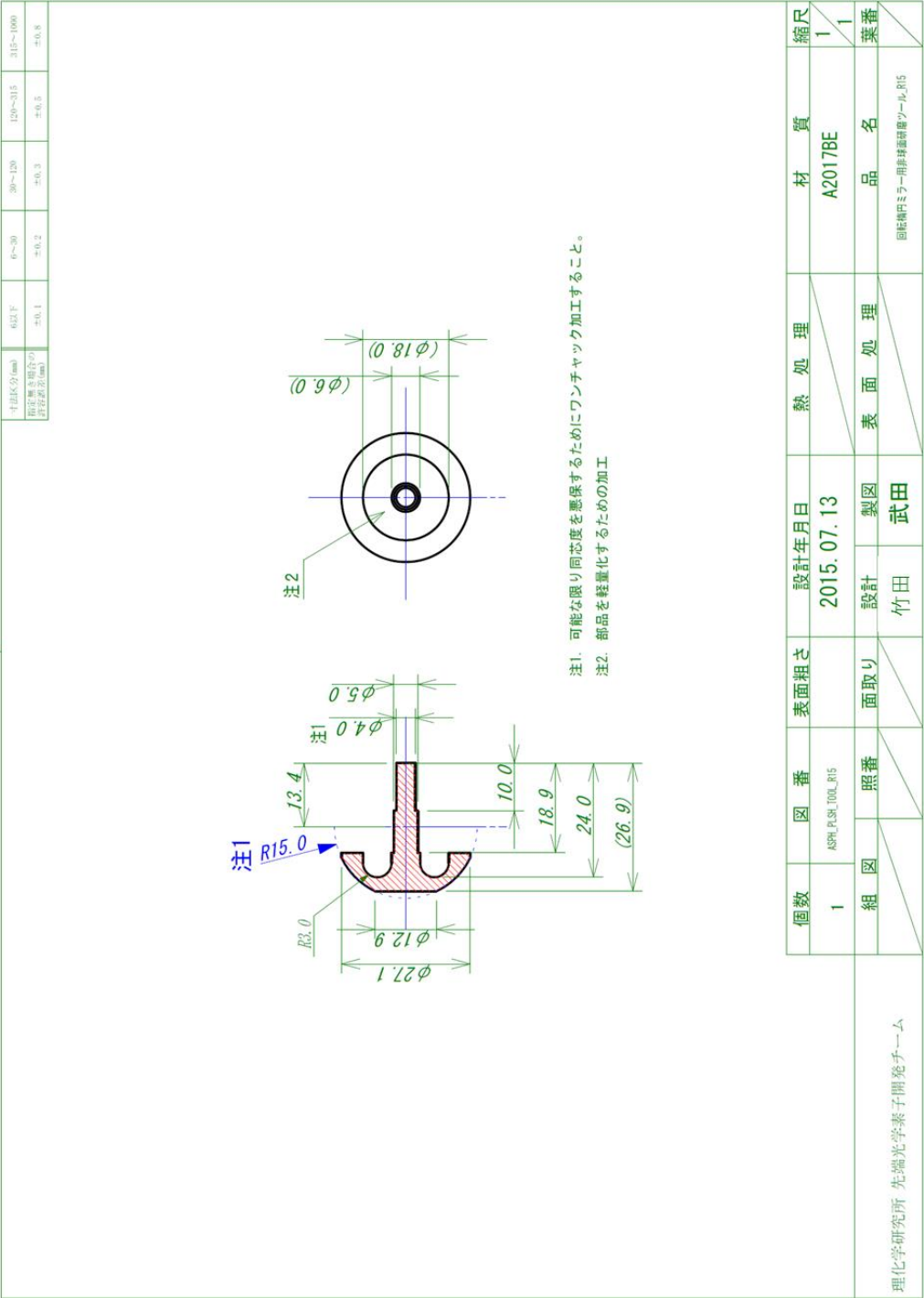
短ヤトイ（分割型、一体型共通）







5-2 研磨ツールの図面



謝辞

著者は博士課程在学中、文部科学省の科学技術試験研究委託事業による光・量子融合連携研究開発プログラムの委託業務として、国立研究開発法人理化学研究所が実施した「ものづくり現場で先端利用可能な小型高輝度中性子源システムの整備・高度化」による研究支援を受けました。また、理化学研究所の大学院生リサーチアソシエイトプログラムによる研究・生活両面での支援を受けました。

本論文ならびに博士課程在学中における様々な研究活動を行うに当たり、公私にわたって非常に多くの方々から多大なるお力添えを頂戴致しました。特に以下の皆様には大変お世話になりました。ここに深く感謝の意を表します。

北海道大学大学院工学研究院量子理工学専攻量子ビーム応用計測学研究室の古坂道弘教授には、学部生の頃から指導教官として計 7 年半もの間、多大なるご指導ご鞭撻を賜りました。また、様々な局面においてその深い理解と共感に幾度となく救われました。研究者として必要な特異性を持ちながら、本質を見抜く鋭い感性をあらゆる場面で体現していらっしゃるお姿は今後の私の目標となるものでした。

同研究室の佐藤博隆助教には時には先輩として、時には兄貴分として、そして時には教官として学内外を問わずに多くの曲面においてご指導・ご協力・ご理解をいただきました。日頃から研究者としての姿勢や心構えについて相談に乗っていただきました。特に「物事は何とかなるんじゃない、何とかするんだ。」という言葉は非常に印象深く、今後の人生において大きな糧となるものでした。

同研究室の本間彰技官には師として研究者の姿勢や人生観について多くの曲面で相談に乗っていただきました。その感性や深い思考は研究者というよりも仙人に近いものであり、私自身にとって新鮮なものでした。

北海道大学大学院工学研究院量子理工学部門応用量子ビーム工学分野瞬間強力パルス状放射線発生装置研究室の佐藤孝一技官には、北大 LINAC 利用全般に関して、日頃から多くのご指導・ご協力をいただきました。また、数多くの叱咤激励を賜りました。

高田機械製作所の高田和幸社長には、HUNS での実験における装置製作の設計から加工依頼までご協力いただきました。また、殺伐とした実験室に颯爽と現れ、雰囲気をやかにしていただくことも多くありました。

高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所の山田悟史助教には BL16 での実験だけでなく、投稿論文執筆の指導までご指導いただくなど大変大きなお力添えをしていただきました。測定方法からデータの処理に至るまで、その洗練された手法は私にとって非常に参考になり、今後の大きな糧となりました。

同研究所の遠藤仁准教授には BL06 で実験する際に、装置の扱い方や試料の準備でお力添えを頂いただけでなく、実験データの取得までしていただきました。実験中の不慮の事態に困っていた時に、非常にスムーズかつスマートに解決していただきました。

謝辞

京都大学原子力実験所の日野正裕准教授には、研究の早い時期から試料成膜・実験・論文執筆・研究の取り組み方など、書ききれないほど多くの事でご協力・ご指導をいただきました。未熟な私を見限らずにご指導いただきました。そのパワフルな姿勢と状況を打破する力は今後、研究者として生きようとする私の目標になるものでした。

京都大学原子力実験所の小田達郎博士には同学年の友人として、また非常に優れた研究者として、多くの実験で協力していただきました。実験中に、状況を正確に把握し冷静に対処する様子は非常に参考になりました。また、BL06の実験では装置の設置からデータ取得までをお願いすることもありました。

理化学研究所先端光学素子開発チームの山形豊チームリーダーには大学院生リサーチアシシエイトとして採用していただくことから始まり、未熟であった私に研究の進め方を一から教えていただきました。時には優しく、時には厳しく、ありとあらゆる局面で指導していただきました。すべてを上げるとキリがない程、本当に多くの事をご教授いただきました。

同研究所の細畠拓也博士には試験片の加工準備・加工・計測・評価と多くの面でお力添えをいただきました。また、己の未熟さに落ち込む私を幾度となく励ましていただきました。その研究を進める速さ・情報整理の正確さは今後の私の目標になるものでした。

同研究所に所属しており、現在も海外で研究活動が続けいらっしゃる郭江博士には加工・評価の面でご協力をいただきました。実験等は、共同で行う事も多く、近くで感じた「研究を進める熱意」は私にとって今後持ち続けたいものでした。

同研究所の故加藤純一博士には生前、試験片の計測・評価・論文の執筆の面でお力添えをいただきました。また、研究での行き詰った時に食事に誘っていただきました。論文の執筆に関しては共同研究者の助言の取り入れ方などを指導していただきました。

同研究所技術基盤支援チームの高橋一郎副チームリーダーには加工装置の扱い方や加工方法をご指導いただきました。特に第3章の二次曲面の加工方法や第5章の回転楕円ミラーの加工では余分なメッキの除去という困難な加工依頼でお力添えをいただきました。

同研究所技術基盤支援チームの竹田真宏氏には加工装置のノウハウや加工ツールの設計等でご協力いただきました。特に第5章の回転楕円ミラーの加工では曲面の精密な研磨に必要な高精度な研磨ツールの設計・加工を依頼させていただきました。

東京電機大学工学部機械工学科の森田晋也准教授には私が理化学研究所に入所して以来、加工準備・加工・計測・評価・データ処理等、何から何までお指導・ご協力いただきました。山形チームリーダーにと共に私に研究の進め方・考え方・本質の捉え方を一から教えていただきました。また、研究の各段階で私の体調及び精神状態を常に気遣い、研究を継続できるように励ましていただきました。

私が所属していた研究室の秘書であった北海道大学の山田直子さまと後藤雅子さま、理化学研究所の関根理玲さまには私が苦手とする事務手続きで多大なご協力をいただきました。

北海道大学量子ビーム応用計測学研究室の横川航平君には実験の手伝いから私的な様々な相談に至るまで、公私にわたってご協力いただきました。

謝辞

北海道大学量子ビーム応用計測学研究室の石田倫教君には実験の徹夜番を含む手伝いから中性子散乱の基本的な事から深い議論に至るまでご指摘・ご協力をいただきました。

北海道大学量子ビーム応用計測学研究室の上田英明君には実験の手伝いから研究全般の特に物理に関わる部分の議論に至るまでご指摘・ご協力いただきました。また、様々な私的な相談等をした時間は非常に有意義であり、博士課程の中で数少ない楽しい時間でした。

上記では個別に述べられなかった各所の多くの皆様にも大変なご指導・ご協力をいただきました。

以上の皆様に深い感謝と敬意を表します。特に古坂先生、山形先生、日野先生、森田さん、細畠さん、山田さんは私が頓珍漢な発言で何度も呆れさせたにも関わらず、最後まで私の事を見限らずにご指導いただきました事に格別の感謝を申し上げます。博士研究を通して皆様と出会えた事が私の今後の研究者としての人生において、何よりも貴重なものでした。

最後に、今まで育てていただいた両親と共に育った兄弟に深い感謝と敬愛の念を表します。

2016 年 8 月 17 日

武田 晋

謝辞
