

研究種目：基盤研究（B）
 研究期間：2006～2008
 課題番号：18360157
 研究課題名（和文）
 13nm 帯極紫外光および 0.15nm 軟 X 線伝送用高効率フレキシブル中空ファイバ
 研究課題名（英文）
 Flexible and highly-efficient hollow optical fiber for transmission of 13-nm extreme ultraviolet light and 0.15nm soft X ray
 研究代表者
 松浦 祐司（MATSUURA YUJI）
 東北大学・大学院医工学研究科・教授
 研究者番号：10241530

研究成果の概要：極紫外（EUV）光・軟 X 線という伝送路未開の領域を開拓し、可視～近赤外領域で一般的に使用されているガラス光ファイバのように、柔軟かつ高効率な伝送路を実現することを目的とする。その方法として、EUV・軟 X 線の波長の全域をほぼ完璧に透過する唯一の材料、「真空」をコアとする中空光ファイバを選び、その構成材料や構造などについて最適設計を行うとともに、製造方法をあらたに開発した。また、開発した中空光ファイバを用いた新機能を有する X 線検査装置の試作・評価を行った。

交付額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	5,000,000	0	5,000,000
2007年度	5,100,000	1,530,000	6,630,000
2008年度	4,400,000	1,320,000	5,720,000
年度			
年度			
総計	14,500,000	2,850,000	17,350,000

研究分野：光デバイス工学

科研費の分科・細目：電気電子工学 電子デバイス・電子機器

キーワード：中空ファイバ、真空紫外、軟 X 線、X 線伝送、中空導波路、レーザー誘起プラズマ

1. 研究開始当初の背景

半導体リソグラフィ業界の急速な技術開発の波に乗る形で、波長 13nm 帯の極紫外（EUV）光を発生するレーザー誘起プラズマ光源が各種提案され、開発が進んでいる。また、高強度フェムト秒レーザーの出現に伴い、その高次高調波を利用したテーブルトップ軟 X 線源の開発も国内外で盛んである。これらの波長域の用途は、微細加工に限らず半導体材料・環境物質の分析、生体細胞の観察、蛋白質の構造解析など多岐にわたっている。また、これまでは放射光などの大規模なシステムが

必要なため用途が限られていた領域であったが、高出力コヒーレント光源の登場により、微細部分への照射による材料改質、人体への照射によるガン治療等、新しい応用も次々と考案されている。

このように急速に光源の開発が進んでいる EUV・軟 X 線領域ではあるが、良好な透明性を示す材料が存在しないため、本領域に対応する伝送路はほとんど未開発といえる。そのため、EUV・軟 X 線光源を利用する応用システムにおいては、光源から照射ターゲットへの導光は複数の鏡をもちいた空間伝送

に頼るしかない。特に、この領域では空気による吸収損失が問題となるため、光路すべてを真空化する必要があり、システムの小型化、低コスト化が難しいのが現状である。もし、可視 - 近赤外領域で用いられている光ファイバのような柔軟かつ高効率な伝送路が実現されれば、システム開発上の大きなハードルが取り除かれることとなり、その意義はきわめて大きいといえる。

2. 研究の目的

本研究の主な目的は EUV・軟 X 線という伝送路未開の領域を開拓し、可視 - 近赤外領域で一般的に使用されているガラス光ファイバのように、柔軟かつ高効率な伝送路を実現することである。その手法として、EUV・軟 X 線の波長の全域をほぼ完璧に透過する唯一の材料、「真空」をコアとする中空光ファイバについての研究を行う。本研究で取り扱う中空伝送路は、ガラスもしくは金属チューブなどの構造体の内面に金属や誘電体多層膜などの反射層を形成した構造をしている。幾何光学的に見れば、中空（真空）コア中の光は反射層にきわめて浅い角度で入射（グレーティング入射）し、反射を繰り返しながらコア中を伝搬するが、反射時の損失を低く抑えることができれば低損失伝送が可能となる。

EUV・軟 X 線領域において高反射率を呈する材料としては、まず各種の金属が考えられるが、波長によって最適な金属材料を選択する必要がある。また、金属表面は散乱損失を低減するためにきわめて平滑でなければならず、容易に実現することは難しい。そのため、適切な金属材料の選択と平滑面の形成について、理論的・実験的に検討する。また、もうひとつの手法として内面に多層薄膜を形成し、特定波長領域の反射率を増大させる方法が考えられる。グレーティング入射に対して高反射率を呈する多層膜の設計および多層膜を内装したファイバの製作を行うことが本研究の目的である。

3. 研究の方法

(1) EUV 光伝送用金属薄膜内装中空ファイバ

図 1 は本研究で取り扱う中空光ファイバの構造図であり、図 2 は EUV 領域における各種金属のグレーティング入射 (0.5°) に対する反射率の計算値である。対象とする波長 5-20nm の領域では、モリブデンや銀が石英より高い反射率を示し、これらの金属で中空ファイバを構成すれば、石英ガラスキャピラリーよりはるかに高い伝送効率が得られることが期待される。

そこで、ほぼ理想的な平滑面をもつガラスチューブを母材として、その内面に金属薄膜を形成する。その手法としては、銀について

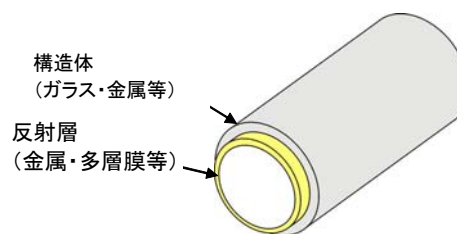


図1 中空伝送路の構造

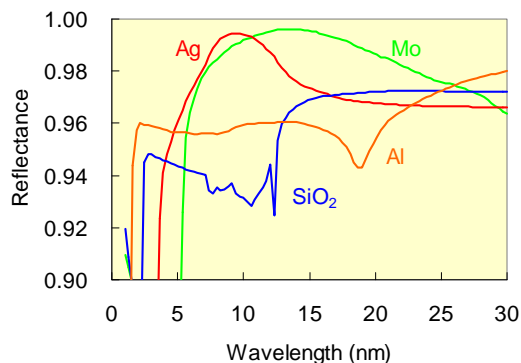


図2 各種金属の反射率

(入射グレーティング角 0.5°)

は銀鏡反応を、モリブデンについては成膜が難しいため、ほぼ同等の光学定数をもつルテニウムを選択し、MOCVD 法を用いる。金属膜の表面粗さが問題となると考えられるが、現在進行中の実験結果より、母材表面の前処理や金属成膜時の条件最適化により粗さを低減できることがわかってきており、これらの手法により問題解決を図る。

次に製作したファイバについて伝送特性の評価を行う。使用する波長に応じて適切な波長フィルタを選択し、特定の波長域が得られ、その領域での波長特性を反射型分光器によって測定する。金属材料による特性の違いや、ファイバの長さ、内径、またファイバの曲げ状態が伝送効率に及ぼす影響について調査する。

(2) 軟 X 線伝送用金属薄膜内装中空ファイバ

各種イメージングや分析、がん治療などに用いられる波長 0.5nm 以下の軟 X 線領域においては、物質の屈折率の実部が 1 を下回るため、空気との境界面で減衰全反射が生じる。図 3 に示すようにある臨界角より大きな角度においては屈折率の虚部はゼロでないため完全な全反射にはならないが、きわめて高い反射率を呈する。この現象を利用して軟 X 線用中空伝送路を実現する。本研究においてはイメージングや分析に広く用いられている X 線管から発生する特性 X 線のうち一般的な Cu の $K\alpha$ 線 (波長 0.15nm) を伝送対象とし、これまで使用してきた銀に加えて、新たにニッケルを成膜したファイバの製作について検討し、試作したファイバについて評価を行う。

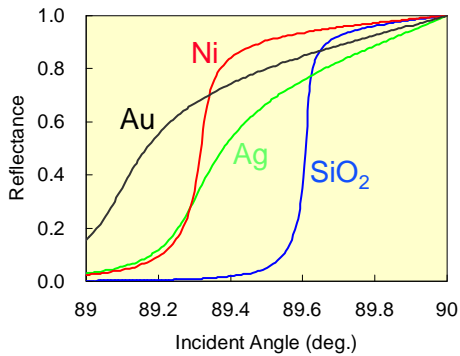


図3 各種金属の反射率の入射角依存性

そこでガラスキャピラリ内面にメッキ法により金薄膜を生成する。しかしガラス表面への金の付着強度は一般に高くないことが知られている。そこで十分な強度を得るために、薄い銀の中間層を形成し、その表面上にニッケル薄膜を形成することにより上記の問題を解決する。

製作した中空ファイバにX線管と、シリコンドリフトディテクタとの組み合わせからなる系によって、その伝送特性の評価を行う。内装した金属材料、ファイバの内面粗さ、内径などの伝送効率への依存性を調査するとともに、その伝送特性のエネルギー依存性について評価を行う。

(3) 多層薄膜内装中空ファイバ

EUV・軟X線領域における高効率伝送路を実現するもうひとつの方法として、中空コア部分を多層薄膜で囲んだファイバを用いることがあげられる。多層薄膜の膜厚を利用波長域においてブラッグ条件を満たすように設計すればフォトニックバンドギャップにより、伝送エネルギーを中空コアに閉じ込めることができる。

まず、ファイバ内で生じるグレーディング入射時に反射率を増強するための最適な多層膜構造を幾何光学的手法および電磁界方程式に基づく解析的手法により導く。

多層膜の設計および製作工程の詳細検討を行い、まずは、可視光領域で機能するファイバの試作・評価を行う。

(4) 軟X線伝送用金属薄膜内装中空ファイバの実用化検討

金属膜内装ファイバの製作および評価を行い、金属膜生成時の成膜条件の最適化を行うことにより表面粗さを低減し、ファイバの更なる高効率化を行うとともに、より長尺なファイバの製作について検討する。そして、試作したファイバを用いて小型のX線蛍光分析装置の試作を行う。最終的な装置の概念

図は図4に示すようなものであり、この装置には柔軟な中空ファイバがプローブとして取り付けられているため、これまで困難だった狭窄部の測定や微小部位の分析が可能となるものである。



図4 分析装置イメージ図

4. 研究成果

(1) EUV 光伝送用金属薄膜内装中空ファイバ

平滑面をもつガラスチューブを母材として、その内面に金属薄膜を形成した。その手法としては、銀については銀鏡反応を、ルテニウムについてはMOCVD法を用いた。図5に示す、波長13nmのレーザ誘起プラズマEUV光源を構築し、それを用いてファイバの特性評価を行った。

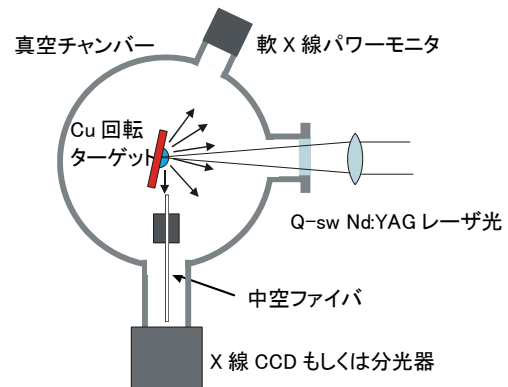


図5 EUV 伝送特性評価系

その結果、銀薄膜を形成したファイバ（内径1mm、長さ50cm）は、その製造条件を最適化し、生成した銀薄膜表面を平滑化することにより、石英キャピラリと比較して高い透過効率を示した。特に、その優位性はファイバを曲げた場合に顕著に現れ、銀薄膜の内装により、石英キャピラリのほぼ2倍の透過率が得られた。

ルテニウム成膜についてあらたにMOCVD法による金属膜形成法を開発し、内径1mm、長さ10cmのファイバ製造に成功したが、十分な膜厚が得られていないために、損失低減の効果は確認できなかった。

(2) 軟X線伝送用金属薄膜内装中空ファイバ 軟X線を伝送するための金属膜内装ファ

イバの製作および評価を行った。これまでの理論計算結果から、蛍光X線分析に有効なエネルギー帯域をカバーするのに有効な、中空ファイバに内装する金属材料として、ニッケルが優れていることがわかっており、無電界メッキ法によるニッケル薄膜生成について検討した。工程は前処理として脱脂、エッチング、触媒付与を行い、その後、新規に作製した75℃で安定して加熱を行うためのウォーターバスを利用してメッキを行った。その際の、メッキ液の流速およびメッキ時間を実験により最適化した結果、きわめて平滑でかつ十分な厚さをもつニッケル薄膜の生成に成功した。

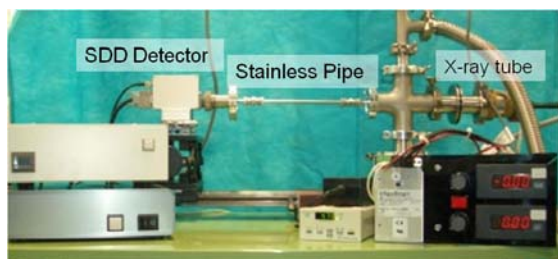


図6 X線用ファイバ評価装置

製作したファイバに対して、図6に示すような、X線管を光源とし、シリコンドリフトディテクタ(SDD)を検出器とする系で評価を行った。ファイバはステンレスパイプ内にあり、すべての光路は真空となっている。

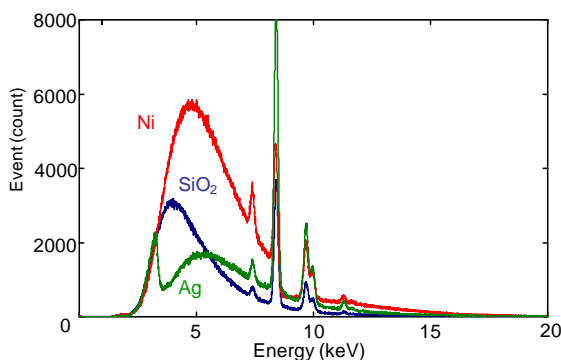


図7 ファイバ透過スペクトル

ファイバを透過したX線のパワースペクトルを図7に示す。従来の銀薄膜を内装したファイバではエネルギー6KeV以上の領域で石英キャピラリを若干上回っている程度であるが、ニッケルを内装したファイバでは4KeV以上の広い領域で大幅に石英キャピラリの透過パワーを上回っており、ニッケル内装の効果を明確に確かめることができた。石英キャピラリと比較すると透過パワーは低エネルギー領域で2-4倍程度、高エネルギー領域では4倍以上大きくなっていることがわかった。

(3) 多層薄膜内装中空ファイバ

中空コア部分を多層薄膜で囲んだファイバについて検討する前段階として、まずは可視から近赤外の波長域で機能する石英ガラスをコアとするファイバについて設計・試作を行った。石英ガラスコアの外側に石英より屈折率が高いシリコンと石英の多層膜を形成し、そのブラッグ反射により低屈折率コアに光を閉じ込めるブラッグファイバと呼ばれるもので、中空コアを用いた場合も同様の効果が得られると考えられる。

多層薄膜の膜厚を利用波長域においてブラッグ条件を満たすように設計し、それにより生じるフォトリックバンドギャップにより、伝送エネルギーを中空コアに閉じ込めるような設計を行った。次に、スパッタリング法をもちいて石英コアの周囲に石英とシリコンの交互多層膜を形成し、ブラッグファイバを試作した。その伝送特性の評価を行ったところ、設計通りのバンドギャップ特性が得られることを確認した。

次に本構造のファイバを製作する方法として、ガラスチューブの外面にスパッタリング法により多層薄膜を形成した後に、弗酸によってチューブを溶解・除去するという手法を用いることについて検討した。

(4) 軟X線伝送用金属薄膜内装中空ファイバの実用化検討

上で開発したX線伝送用ニッケル中空ファイバを用いてX線蛍光分析システムを構成し、その有効性の検証を行った。構築した系は図8に示すようなもので、X線管および検出器の両方に内径1mmの中空ファイバが取り付けられている。これによりサンプル上の微小部位の分析が可能となる。

まずは基準サンプルとして亜鉛板をもちいて評価を行った結果、ニッケル中空ファイバを用いることにより石英キャピラリを用いた場合の1.5倍程度の高感度での検出が可能であった。

次にプラスチック中の有害物検出を目的として、エポキシ樹脂中に亜鉛粉末を混入したサンプルの測定を行った。その結果、0.1%程度の濃度の検出が可能であったが、目標とされるppmオーダの検出のためにはファイバおよび光学系を最適化し、系全体の効率を上昇させる必要があることがわかった。

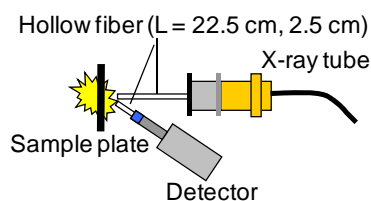


図8 ファイバを用いたX線蛍光分析装置

5. 主な発表論文等
(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 9 件)

1. L. Ma, Y. Matsuura, "Bragg fiber taper for subwavelength beam generation," J. Lightwave Technol., vol. 26, no. 24, pp. 3847-3852 (2008). 査読有
2. Y. Matsuura, E. Takeda, "Hollow optical fibers loaded with an inner dielectric film for terahertz broadband spectroscopy," J. Opt. Soc. Am. B, vol. 25, no. 12, pp. 1949-1954 (2008). 査読有
3. K. Iwai, M. Miyagi, Y. Shi, X. Zhu, Y. Matsuura, "Infrared hollow fiber with a vitreous film as the dielectric inner coating layer," Opt. Lett., vol. 32, no. 23, pp. 3420-3422 (2008). 査読有
4. Y. Matsuura, A. Tshuchiuchi, H. Noguchi, M. Miyagi, "Hollow fiber optics with improved durability for high-peak-power pulses of Q-switched Nd:YAG lasers," Appl. Opt., vol. 46, no. 8, pp. 1279-1282 (2007). 査読有
5. S. Narita, Y. Matsuura, M. Miyagi, "Tapered hollow waveguide for focusing infrared laser beams," Opt. Lett., vol. 32, no. 8, pp. 930-932 (2007). 査読有
6. R. Kasahara, Y. Matsuura, T. Katagiri, M. Miyagi, "Transmission properties of infrared hollow fibers produced by drawing a glass-tube preform," Opt. Eng., vol. 46, no. 2, pp. 025001-1-025001-5 (2007). 査読有
7. T. Katagiri, Y. Matsuura, M. Miyagi, "All-solid single-mode Bragg fibers for compact fiber devices," J. Lightwave Technol., vol. 24, no. 11, pp. 4314-4318 (2006). 査読有
8. T. Watanabe, Y. Matsuura, "Side-Firing Sealing Caps for Hollow Optical Fibers," Lasers in Surgery and Medicine, vol. 38, pp. 792-797 (2006). 査読有
9. .O. Yilmaz, M. Miyagi, Y. Matsuura, "Bundled hollow optical fibers for transmission of high-peak-power Q-switched Nd:YAG laser pulses," Appl. Opt., vol. 45, no. 27, pp. 7174-7178 (2006). 査読有

[学会発表] (計 7 件)

1. 前田 真吾, 松浦 祐司, "軟X線伝送用金属中空ファイバを用いた蛍光X線分析," 電子情報通信学会 2009 年総合大会 (2009 年 3 月 24 日, 松山) B-13-1
2. 前田 真吾, 松浦 祐司, "軟X線伝送用金属中空ファイバ ー曲がり損失低減の

検討ー," 電子情報通信学会通信ソサイエティ大会 (2008 年 9 月 13 日, 川崎) B-13-27

3. 前田 真吾, 松浦 祐司, "軟X線スポット照射用金属中空ファイバの高効率化," レーザー学会学術講演会第 28 回年次大会 (2008 年 1 月 29 日, 名古屋) 1pIV-7
4. 前田 真吾, 松浦 祐司, "軟X線伝送用金属中空ファイバ," 電子情報通信学会通信ソサイエティ大会 (2007 年 9 月 14 日, 鳥取) B-13-15
5. 吉田 貴則, 松浦 祐司, "EUV光用ルテニウム中空ファイバの試作," 第 54 回応用物理学関係連合講演会 (2007 年 3 月 27 日, 相模原) 27p-ZL-7
6. Y. Matsuura, "UV, x-ray, and Raman waveguides for medical treatments," Advanced study institute on optical waveguide sensing and imaging (Oct.19 2006, Gatineau, Canada).
7. 吉田 貴則, 松浦 祐司, "13nm帯EUV光用金属中空ファイバ -金属の選択と試作-, " 第 67 回応用物理学学会学術講演会 (2006 年 8 月 30 日, 滋賀) 30a-ZB-2

6. 研究組織

(1) 研究代表者

松浦 祐司 (MATSUURA YUJI)
東北大学・大学院医工学研究科・教授
研究者番号：1 0 2 4 1 5 3 0

(2) 研究分担者

岩井 克全 (IWAI KATSUMASA)
国立仙台電波工業高等専門学校
・情報通信工学科・助教
研究者番号：1 0 3 6 1 1 3 0