

## 科学研究費補助金研究成果報告書

平成24年6月8日現在

機関番号：82110

研究種目：基盤研究 (C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20612017

研究課題名 (和文) 高臨界角スーパーミラーを用いた多重チャンネル中性子収束デバイスの研究

研究課題名 (英文) Research on the spheroidal supermirror with multi-channel substrates for neutron focusing

研究代表者

曾山 和彦 (SOYAMA KAZUHIKO)

独立行政法人日本原子力研究開発機構・J-PARC センター・リーダー

研究者番号：90343912

研究成果の概要 (和文)：中性子集光デバイスは、超高压実験など極限条件下の中性子回折実験等において重要な役割を果たす。本研究では、イオンビームスパッタ法を用いた高臨界角スーパーミラーとローカルウェットエッチング法を用いた高精度基板創製法を応用した多重チャンネル回転楕円スーパーミラーを開発した。

研究成果の概要 (英文)：Neutron beam focusing devices are indispensable in neutron scattering facilities to meet demands for various areas such as powder diffraction experiments under extreme pressure and so on. A spheroidal supermirror with multi-channel substrates has been developed using an ion beam sputtering instrument that can good quality layers with a large critical angle and using numerically controlled local wet etching (NC-LWE) process which can fabricate the elliptical substrate with the figure accuracy of micrometric level.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2009年度	900,000	270,000	1,170,000
2010年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2011年度		0	
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：複合新領域

科研費の分科・細目：量子ビーム科学・量子ビーム科学

キーワード：中性子収束、スーパーミラー、中性子回折散乱

## 1. 研究開始当初の背景

## 【理想的な2次元中性子レンズへの課題】

中性子の収束法としては、1) 全反射単層膜ミラー、スーパーミラーによる反射光学デバイス、2) 物質界面での中性子の屈折を利用した屈折レンズや、3) 磁場勾配中で中性子磁気モーメントが受ける力を利用した磁

気レンズなどの屈折光学デバイスが挙げられる。この内、2) は界面での屈折角が小さく多重化する工夫がなされているが吸収・散乱が大きくなる。3) は磁気モーメントが小さいため現状のマグネットでは長波長中性子に限定される、等の問題があり、中性子回折散乱実験などの応用を念頭に短波長中性

子を含めた中性子の収束には、スーパーミラーによる光学系が高效率とされる。しかしながらこれまではスーパーミラーの成膜技術や曲面基盤製作技術に様々な課題があり、理想的な二次元収束デバイスの開発には至っていなかった。

#### 【高臨界角スーパーミラーの成功】

スーパーミラーは、基板上に Ni 及び Ti 薄膜を交互に堆積させたブラッグ反射膜で、その膜厚を可変とすることで幅広い波長の中性子を反射するデバイスである。スーパーミラーはニッケル全反射角 ( $0.1^\circ / \text{\AA}$ ) を  $m$  倍に増加させることができるが、スーパーミラーの総膜数は  $m^4$  に比例して増加し  $m=3$  で 400 層、 $m=4$  では 1200 層の積層が必要となり、これまでは膜応力による剥離が発生し、大きな  $m$  値のスーパーミラーを曲面基板に成膜することは困難であった。

原子力機構では、イオンビームスパッタ法を用いて膜付着力の大きい、かつ界面粗さの小さい  $m=6.7$  の世界最高臨界角・大面積スーパーミラーを開発に成功 (R. Maruyama, et al, Thin Solid Films 515 (2007) 5704) し、短波長中性子を曲面ミラーで反射する理想的な 2 次元中性子レンズの可能性を拓いた。

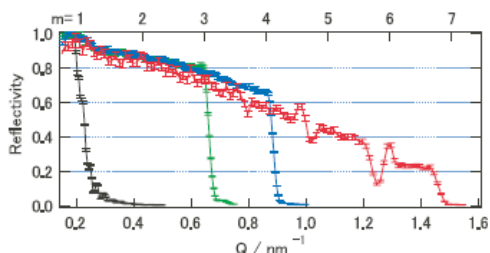


図 1 大面積イオンビームスパッタ装置で成膜されたスーパーミラーの中性子反射率 ( $m=3, 4, 6.7$ )

#### 【数値制御ローカルウェットエッチング (NC-LWE) 法による超高精度基盤創成技術を開発】

スーパーミラーによる二次元収束光学系には、回転放物面が理想的で、多重化によって大きな立体角をカバーすることが期待される。このための課題は、回転曲面の加工において、ナノメートルオーダーの形状精度で、かつ多層膜成膜の要求である  $0.5\text{nm}$  以下という表面粗さの要求である。研究分担者である山村は、局所的な液相エッチング領域を速度制御走査することによって非接触で形状創成を行う新しい加工法の開発に成功した (K. Yamamura, Science and Technology of Advanced Materials, 8 (2007) 158)。本

法の採用により表面粗さを  $0.5\text{nm}$  以下に抑えて、かつナノメートルオーダーの形状精度で加工するという光学系の厳しい要求を満足できる見通しが得られた。

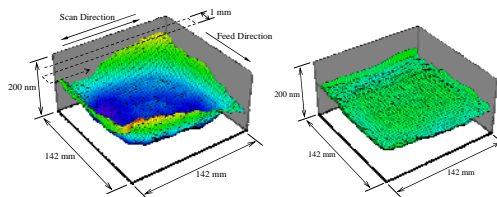


図 2 NC-LWE 法による石英ガラスの超高精度基盤加工

## 2. 研究の目的

加速器や研究用原子炉における熱中性子源は、放射光などに比べ体積は大きいが中性子密度は低く指向性が無いため、遠方の実験試料に中性子を収束させ実験効率を高める手法は大変重要となる。現実的に中性子源では、実験効率や分解能、S/N を高めるために中性子導管を用いて所定の位相空間密度の中性子を遠方に輸送し、試料直前で条件に応じて中性子収束デバイスにより強度を増加させるケースが多い。特に特殊環境下の実験等で収束デバイスが試料に接近できない場合には楕円面や放物面を用いた集光光学系が有効であり、特に超高压環境下の回折実験では試料の結晶モザイクの広がりによって、収束デバイスによる入射中性子の発散の増加がダイレクトに観測シグナルの増大につながる。

本研究では、これらの応用を念頭に世界最高臨界角スーパーミラーの成膜技術と、ナノメートルの加工精度をもつ超精密形状基盤創成技術の融合し、多重チャンネルスーパーミラー中性子収束デバイスを構築することを目的とした。

## 3. 研究の方法

本研究の方針と主な検討内容は、以下のとおりである。

- 1) NC-LWE 装置を用いて砲弾型基盤の加工法の検討を行う。(エッチング加工特性の把握、曲面加工形状精度の検討、表面粗さの検討)
- 2) イオンビームスパッタ装置を用いて、スーパーミラーの曲面基盤への成膜法の検討を行う。(散漫散乱の低減、剥離防止、膜厚均一性の検討)
- 3) 砲弾型基盤に成膜したスーパーミラーに金属の電着を行い薄型新基盤を構築する。

- 4) 3) の中央部を除去し、薄型金属基盤をベースとした砲弾型スーパーミラーを構築する。
- 5) 4) の砲弾型ミラーの多重チャンネル化を行う。(高精度位置決め検討)
- 6) 研究用原子炉 JRR-3 において実証実験を行う。(中性子収束実験)

#### 4. 研究成果

##### (1) NC-LWE 装置による回転楕円面のエッチング加工特性評価

NC-LWE 装置の加工量は、加工物に対するエッチャント供給ヘッドの滞在時間で制御される。ここでは、エッチャントの濃度と温度を考慮した平板石英ガラスに対するエッチングレート等加工特性を測定し、両パラメータに対して加工量が指数関数的に変化することが分かった。また、成膜した多層膜の剥離の原因が石英基板表面の加工変質層によることが表面観察の結果判明した。さらに、今回のように回転曲面基板の直径が小さい場合にはエッチャント供給ヘッドから供給されるフッ酸が均等に吸入されないため、均一性が低下することが判明し、ノズルの形状修正が検討課題となった。最終的には NC-LWE 法に代えて低圧研磨法によって最終形状を構築した。

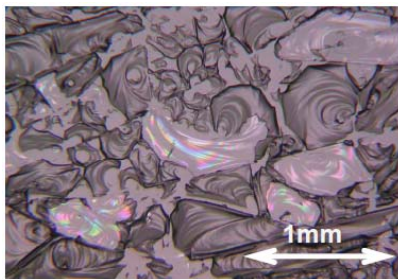


図3 剥離後の表面基板

##### (2) 回転楕円基板へのスーパーミラー成膜法検討

回転楕円基板への成膜においては、膜厚均一性及び膜密着性が大きな課題であった。膜厚均一化にあたっては、回転楕円ガラス基板上に成膜した Ni/Ti 膜の膜厚分布を X 線回折計により評価し膜厚分布制御用マスクを製作し膜厚分布を±5%以下にコントロールした。また、イオンビームスパッタ法の膜密着性の向上を図るため、基板を蒸着粒子に対して垂直に回転させる成膜機構を製作した。



図5 回転楕円基板の成膜治具

##### (3) 薄型金属基盤を有した砲弾型ミラーの構築

回転楕円ガラス基板に成膜したスーパーミラー上に薄い金属基盤(厚さ  $50\mu\text{m}$ )を電鍍法により形成し、続いて円柱ガラス基板をエッチング等で除去することによって、金属基盤上に形成された直径  $10\sim 15\text{mm}$ 、長さ  $100\text{mm}$  のスーパーミラー( $m=3$ 、 $400$ 層)を試作することに成功した。基板表面粗さは  $0.65\text{nm}$  とスーパーミラーの反射率特性を得るためには十分な精度であった。



図6 回転楕円スーパーミラー(長さ  $100\text{mm}$ 、直径  $10.9\sim 15.5\text{mm}$ 、厚さ  $50\mu\text{m}$ )

##### (5) JRR-3 における中性子収束実験

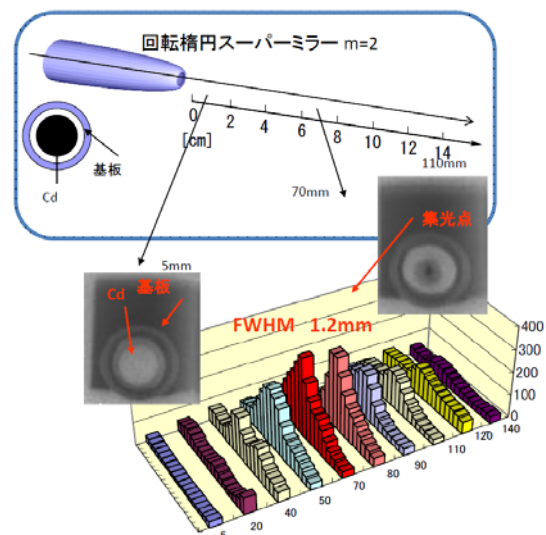


図7 JRR-3 における回転楕円スーパーミラーの収束実験

最初に試作した回転楕円スーパーミラー

(長さ 100 mm、直径 5~7.6 mm、 $m=2$ ) について、JRR-3 の冷中性子ビームライン CHOP (C2-3-2、特性波長 5 Å) において中性子集光実験を実施した。検出器には中性子イメージングプレートを用いた。2次元中性子分布測定の結果、直径 1.2 mm (FWHM) の収束スポットを確認した。また、回転楕円基板の形状誤差(最大 8  $\mu$ m)に起因するとみられる収束スポットの歪みが確認された。

#### (6) 多重チャンネルミラーのアライメント

斜入射光学系である回転楕円スーパーミラーは、全反射臨界角が  $m \times 0.1^\circ \times \text{\AA}$  と非常に小さいために、中性子集光効率を増加させるには、多重チャンネル化して開口率を増す必要がある。そのためには、回転楕円スーパーミラーの単体の形状精度だけでなく、多重化した際のアライメント精度が重要である。本研究では回転楕円スーパーミラーをビームライン光軸上に高精度の位置決めするため、ワイヤーカット放電加工を用いて支持機構面上に差し込み部を試作した。図 8 に 3 体の回転楕円ミラーの組立外観写真を示す。各ミラーの端部の直径は、6.2 mm、10.3 mm、17.5 mm であり、組立寸法は  $\pm 60 \mu$ m 以下の精度であった。

多重チャンネルスーパーミラーによる収束実験及びスーパーミラーの詳細特性評価は、東日本大震災によって JRR-3 等のビームタイムが確保できず今後の課題となった。



図 8 多重チャンネルミラーの組立外観

#### 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 5 件)

- ① R. Maruyama, D. Yamazaki, T. Ebisawa, and K. Soyama, “Effect of interfacial roughness correlation on diffuse

scattering intensity in a neutron supermirror”, J. of Appl. Phys., 105 (2009) 083527-083535

- ② D. Yamazaki, R. Maruyama, K. Soyama, M. Nagano, F. Yamaga, K. Yamamura, “Neutron beam focusing using large- $m$  supermirrors coated on precisely-figured aspheric surfaces”, J. Phys: Conf. Series, 251 (2010) 012076
- ③ K. Yamamura, M. Nagano, N. Zettsu, D. Yamazaki, R. Maruyama, K. Soyama, “High-reflectivity ( $m=4$ ) elliptical neutron focusing supermirror fabricated by numerically controlled local wet etching with ion beam sputter deposition”, Nucl. Instr. and Meth. A, 616 (2010) 193-196
- ④ K. Soyama, D. Yamazaki, R. Maruyama, H. Hayashida, M. Nagano, N. Zettsu, K. Yamamura, “A Spheroidal Supermirror” Proceedings of Asia-Oceania Conference on Neutron Scattering, (2011) 446
- ⑤ M. Nagano, F. Yamaga, N. Zettsu, D. Yamazaki, R. Maruyama, K. Soyama, K. Yamamura, “Development of fabrication process for aspherical neutron focusing mirror using numerically controlled local wet etching with low-pressure polishing”, Nucl. Instr. and Meth. A, 634 (2011) 112-116

[学会発表] (計 4 件)

- ① 曾山和彦, 丸山龍治, 山崎 大, (阪大) 山村和也, 「高臨界角スーパーミラーによる中性子集光デバイスの開発」日本原子力学会「2008年秋の大会」2008年9月4日(木)高知工科大学
- ② 曾山和彦, 丸山龍治, 山崎 大, 永野 幹典, 山村和也, 「回転楕円スーパーミラーによる中性子収束デバイスの開発」、日本原子力学会「2009年秋の大会」、2009/9/18、仙台(東北大学)
- ③ K. Soyama, “A Neutron Focusing Device with Spheroidal Supermirrors” (invited), International Workshop on Neutron Optics (NOP2010), 2010/03/17, Grenoble (FRANCE)
- ④ K. Soyama, D. Yamazaki, R. Maruyama, H. Hayashida, M. Nagano, N. Zettsu, K. Yamamura, “A Spheroidal Supermirror” Proceedings of Asia-Oceania Conference on Neutron Scattering, 2011/11/23, Tsukuba

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

曾山 和彦 (SOYAMA KAZUHIKO)

独立行政法人日本原子力研究開発機構・  
J-PARC センター・リーダー

研究者番号：90343912

### (2) 研究分担者

丸山 龍治 (MARUYAMA RYUJI)

独立行政法人日本原子力研究開発機構・  
J-PARC センター・研究員

研究者番号：90379008

### (3) 研究分担者

山村 和也 (YAMAMURA KAZUYA)

大阪大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60240074