



3.2 光量子科学研究センターにおける軟 X 線光学素子の開発

Development of Soft X-ray Optical Elements at the Advanced Photon Research Center

石野 雅彦, 依田 修, 小池 雅人

日本原子力研究所 関西研究所 光量子科学研究センター

〒619-0215 京都府相楽郡木津町梅美台 8-1

Masahiko ISHINO, Osamu YODA, Masato KOIKE

Advanced Photon Research Center, Kansai Research Establishment,

Japan Atomic Energy Research Institute

8-1, Umemidai, Kizu-cho, Souraku-gun, Kyoto 619-0215, Japan

佐野 一雄

(株) 島津総合科学研究所

〒101-0054 東京都千代田区神田錦町 1-3

Kazuo SANO

Shimadzu Scientific Research Inc.

1-3, Kanda-Nishiki-cho, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0054, Japan

岩崎 博

立命館大学 理工学部

〒525-8577 滋賀県草津市野路東 1-1-1

Hiroshi IWASAKI

Faculty of Science and Engineering, Ritsumeikan University

1-1-1, Noji-Higashi, Kusatsu-shi, Shiga 525-8577, Japan

We have been developing soft X-ray optical elements such as diffraction gratings and multilayer mirrors to applied to X-ray plasma sources and X-ray lasers and so on. In the field of the development of diffraction gratings, the laminar-type holographic gratings for flat-field spectrographs were found to be very effective in suppressing the higher orders and stray-light level. The fabricated holographic grating has a comparable spectral resolution to the replica commercial grating. In the development of the soft X-ray multilayer mirrors, the improvement of the heat stability of the Mo/Si multilayer was carried out. We have found that the Mo/SiO₂/Si/SiO₂ multilayer having the SiO₂ layer thicknesses of 0.5 nm at the Si-on-Mo interface and of 1.5 nm at the Mo-on-Si interface has thermally stable structure up to 500°C and maintains high soft X-ray reflectivity after annealing at 400°C. In addition, we have developed an evaluation system capable of measuring the wavelength and angular characteristics of the reflectivity and diffraction efficiency of soft X-ray optical elements.

Keywords : Soft X-ray optical elements, Diffraction grating, Multilayer mirror

1. はじめに

光量子科学研究センターでは軟X線レーザー等の光源開発やプラズマ分光等の利用研究で不可欠な光学素子である軟X線回折格子及び軟X線多層膜反射鏡の研究及び開発を行っている。軟X線回折格子の開発では、平面結像型斜入射球面回折格子分光器用のラミナー型ホログラフィック回折格子を開発した[1]。開発したホログラフィック回折格子は、従来の機械切り回折格子に比べて、高次光及び迷光が少なく、高い性能を有する。軟X線多層膜反射鏡開発においては、波長13nm近傍で高い反射率を有するMo/Si多層膜に対して、耐熱性の向上を目的として、熱による界面拡散を防止するために、界面にSiO₂層を挿入した多層膜の成膜を行い、従来のMo/Si多層膜よりも高い耐熱性をもつことを見出した[2]。しかし、SiO₂層を挿入した多層膜は、酸素によるX線の吸収が原因で、軟X線反射率がSiO₂層厚の増加と共に減少する。そこで、多層膜界面に挿入するSiO₂層厚を最適化することにより、従来のMo/Si多層膜がもつ高い軟X線反射率を維持したまま、高い耐熱性を有する高機能Mo/Si多層膜を開発した[3]。また、軟X線光学素子の開発では、光学素子の生成技術開発と共に、軟X線領域での光学特性評価が非常に重要である。そこで、広波長領域軟X線光学素子評価システムを島津製作所グループと共同で立命館大学SRセンター内に設置した[4]。以下では、光量子科学研究センターにおける軟X線光学素子開発の中でも、軟X線多層膜反射鏡開発である、高い軟X線反射率と耐熱性とを両立した高機能Mo/Si多層膜の開発について述べる。軟X線回折格子開発及び光学素子評価システム開発については、各々の文献を参照して頂きたい。

2. 実験

Mo/Si多層膜界面にSiO₂層を挿入することにより、従来よりも高い耐熱性を実現できるが、酸素によるX線の吸収が原因で、軟X線反射率がSiO₂層厚の増加と共に減少する。そこで、高い軟X線反射率と高い耐熱性とを両立したMo/Si多層膜を開発するため、表Iに示す設計値をもつ多層膜試料を成膜した。成膜した多層膜試料の周期数は10周期、設計周期長は10nmである。多層膜の熱による構造変化を評価するため、成膜した多層膜試料に対して、真空加熱炉を用いた熱処理を行った。そして、CuK α 1線によるX線回折(反射率)測定を行い、多層膜試料の構造変化を評価した。また、熱処理前(as-deposited)及び400°Cの熱処理後の試料に対する軟X線反射率測定を立命館大学SRセンターのBL-11に設置された軟X線反射率計[4]で行った。

多層膜試料 ← substrate surface →		膜厚 (nm)			
		Mo 層	SiO ₂ 層	Si 層	SiO ₂ 層
Mo(4.0)/Si(6.0)		4.0	—	6.0	—
Mo(4.0)/SiO ₂ (0.5)/Si(4.0)/SiO ₂ (1.5)			0.5	4.0	1.5
Mo(4.0)/SiO ₂ (1.0)/Si(4.0)/SiO ₂ (1.0)			1.0	4.0	1.0
Mo(4.0)/SiO ₂ (1.5)/Si(4.0)/SiO ₂ (0.5)			1.5	4.0	0.5
Mo(4.0)/SiO ₂ (2.0)/Si(2.0)/SiO ₂ (2.0)			2.0	2.0	2.0

表I 多層膜試料の設計値

3. 結果と考察

図 1(a)及び(b)に、熱処理温度に対する 1 次 Bragg ピーク反射率の相対変化と多層膜周期長の相対変化とをそれぞれ示す。反射率及び周期長のいずれも、熱処理前の値で規格化している。従来の Mo/Si 多層膜試料の X 線反射率は、300°C を超えると急激に減少し、周期長は 200°C を超えると徐々に減少している。しかし、界面に SiO₂ 層を挿入した Mo/SiO₂/Si/SiO₂ 多層膜試料では、400°C までの熱処理に対して、反射率及び周期長のいずれにも大きな変化は見られない。図 1 から、SiO₂ 層を挿入した Mo/SiO₂/Si/SiO₂ 多層膜の耐熱性は、Mo-on-Si 界面に挿入した SiO₂ 層厚 (Mo/SiO₂/Si/SiO₂) の増加に伴って向上していることがわかる。Mo(4.0)/SiO₂(0.5)/Si(4.0)/SiO₂(1.5) 多層膜の構造は、500°C までの熱処理に対してほとんど変化せず、600°C までの熱処理に対しては、界面に 2.0 nm の SiO₂ 層を挿入した Mo(4.0)/SiO₂(2.0)/Si(2.0)/SiO₂(2.0) 多層膜が安定した構造を示す。

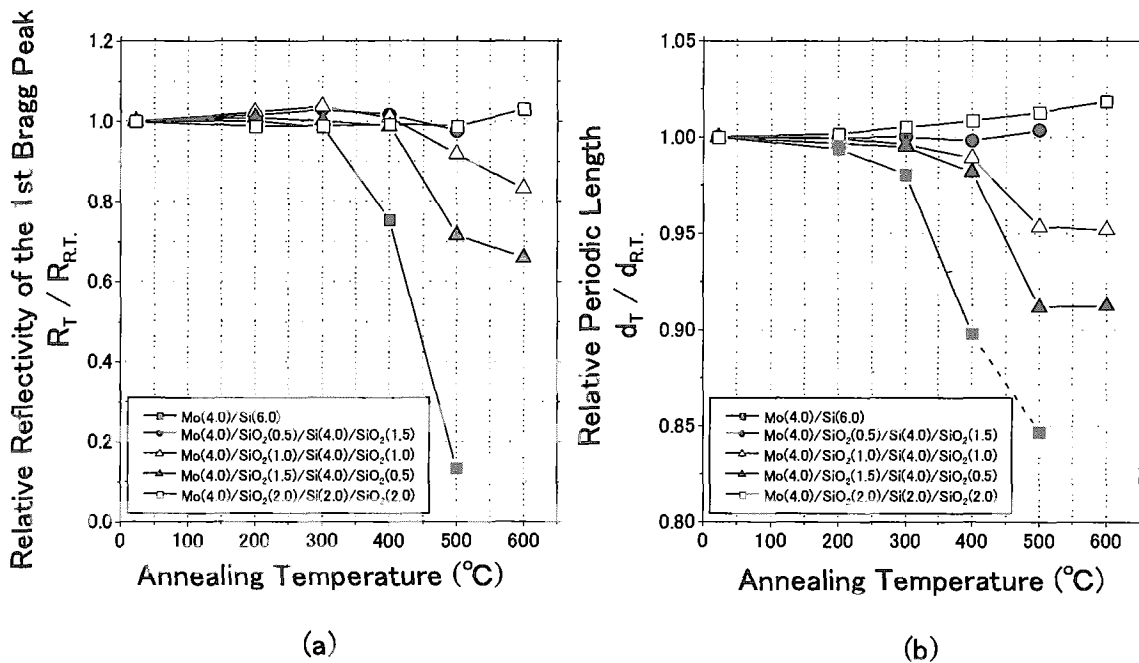


図 1 熱処理温度に対する 1 次 Bragg Peak 反射率(a)と周期長(b)の相対変化

図 2(a)及び(b)に、熱処理前及び 400°C における熱処理後の多層膜試料の軟 X 線反射率を示す。熱処理前の as-deposited 試料では、Mo/Si 多層膜が最も高い反射率を示し、次いで Si-on-Mo 界面に 0.5 nm、Mo-on-Si 界面に 1.5 nm の SiO₂ 層を挿入した Mo(4.0)/SiO₂(0.5)/Si(4.0)/SiO₂(1.5) 多層膜が続く。この波長域では、酸素の吸収係数が比較的大きいので、多層膜の軟 X 線反射率は SiO₂ 層厚の増加と共に減少し、SiO₂ 層厚が一番大きな Mo(4.0)/SiO₂(2.0)/Si(2.0)/SiO₂(2.0) 多層膜の反射率が最も小さくなっている。図 2(a)から、SiO₂ 層を挿入した Mo/SiO₂/Si/SiO₂ 多層膜の軟 X 線反射率は、Si-on-Mo 界面に挿入した SiO₂ 層厚 (Mo/SiO₂/Si/SiO₂) の減少に伴って向上していることがわかる。次に 400°C における熱処理を加えた多層膜試料の軟 X 線反射率をみると、Mo/Si 多層膜は多層膜の周期長の減少と構造の劣化を反映し、ピーク波長の短波長側への移動と共に反射率も大きく減少している。一方、界面に SiO₂ 層を挿入した Mo/SiO₂/Si/SiO₂ 多層膜は、熱処理前と同程度の反射率を維持しており、ピーク波長の移動もほとんどない。

以上の結果から、500°Cまでの温度に対してはMo(4.0)/SiO₂(0.5)/Si(4.0)/SiO₂(1.5)多層膜が最も優れた耐熱性をもつことを見出した。この温度は、従来のMo/Si多層膜(300°C)よりも200°C高い温度まで構造が安定していることを示している。600°Cを超える温度に対しては、多層膜界面に厚いSiO₂層(2.0 nm程度)を挿入することが必要である。

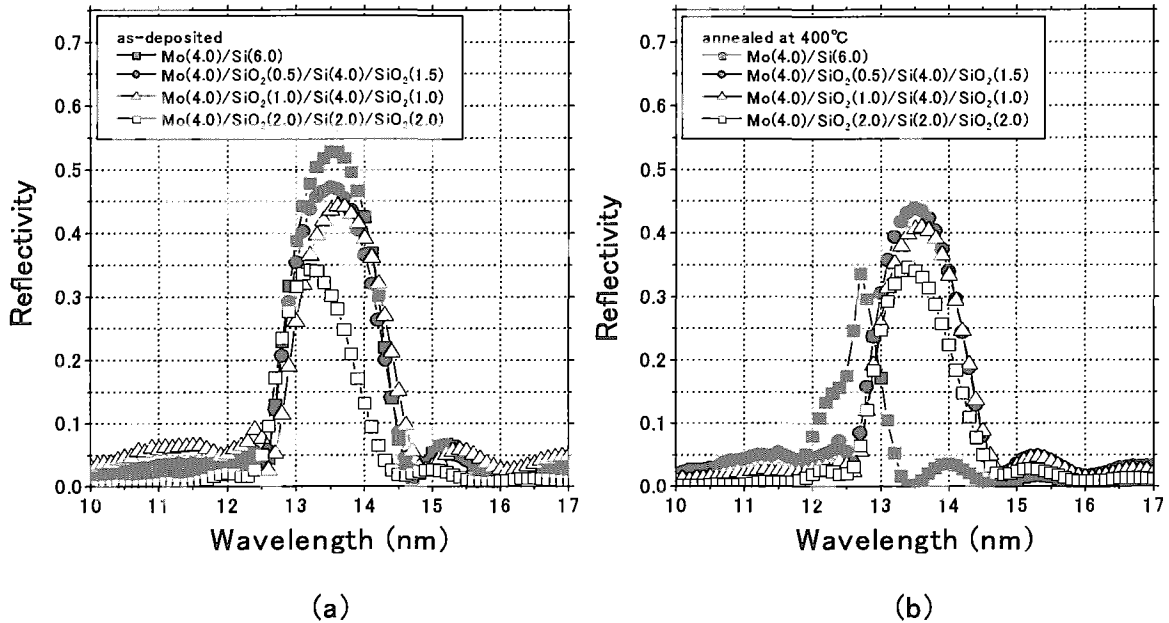


図2 熱処理前(a)及び400°Cにおける熱処理後(b)の軟X線反射率測定結果

4. まとめ

Mo/Si多層膜界面にSiO₂層を挿入することによって耐熱性が向上するが、Mo/Si多層膜が高い反射率を示す波長13 nm近傍の軟X線領域においては、酸素によるX線の吸収が比較的大きいため、SiO₂層厚の大きなMo/SiO₂/Si/SiO₂多層膜の軟X線反射率は低くなる。そこで、Mo/SiO₂/Si/SiO₂多層膜に対して、高い耐熱性を維持したまま軟X線反射率の低下を抑えるため、多層膜界面に挿入するSiO₂層厚の最適化を行った。その結果、Si-on-Mo界面に0.5 nm、Mo-on-Si界面に1.5 nmのSiO₂層を挿入したMo(4.0)/SiO₂(0.5)/Si(4.0)/SiO₂(1.5)多層膜が、400°Cにおける熱処理後においても高い軟X線反射率を維持し、500°Cまでの熱処理に対しても安定した多層膜構造をもつことを見出した。

- [1] M. Koike, T. Namioka, E. Gullikson, Y. Harada, S. Ishikawa, T. Imazono, S. Mrowka, N. Miyata, M. Yanagihara, J. H. Underwood, K. Sano, N. Ogiwara, O. Yoda, and S. Nagai, Proc. SPIE 4146, 163 (2000).
- [2] M. Ishino, O. Yoda, K. Sano, and M. Koike, Proc. SPIE 4782, 277 (2002).
- [3] M. Ishino and O. Yoda, J. Appl. Phys. 92, 4952 (2002).
- [4] M. Koike, K. Sano, O. Yoda, Y. Harada, M. Ishino, N. Moriya, H. Sasai, H. Takenaka, E. Gullikson, S. Mrowka, M. Jinno, Y. Ueno, J. H. Underwood, and T. Namioka, Rev. Sci. Instrum. 73, 1541 (2002).