

## 数値制御プラズマ CVM による石英製中性子顕微鏡用 Wolter I マンドレルの高精度加工

大阪大学工学部 ○山本有悟, 荒川翔平, 川合健太郎, 有馬健太, ◎山村和也  
日本原子力研究開発機構 J-PARC センター 山崎大, 丸山龍治, 曾山和彦  
総合科学研究機構中性子科学センター 林田洋寿

### 要 旨

我々は、大気圧マイクロ波プラズマ CVM を用いた中性子顕微鏡用 Wolter ミラーマンドレルの加工に取り組んでいる。プラズマ CVM 法は化学反応を利用した加工法であるため、エッチングレートは加工時の試料表面温度に依存する。高精度な加工に必要な正確な温度測定のためにサーモカメラの較正を行い、測定精度を改善することができた。また、加工速度の依存性を調査し、有意性のあるアレニウスプロットを得ることができた。

### 1. 緒 言

近年、中性子線を用いた構造解析技術が注目されている。中性子線はX線や電子線とは異なり、電気的に中性であることや、原子核によって散乱されるなどの特徴を持っている。このことにより、透過性がよく、同位体や軽元素の識別能に優れている。また、磁気モーメントを持つため、磁性材料の構造解析も可能である。この特徴を活かし、中性子線を用いた物性解析は、タンパク質の構造解析や燃料電池中の水の挙動解析など多岐にわたる分野に貢献する基盤技術として実用化が期待されている。特に、中性子線をプローブとした結像型顕微鏡を開発することで微小構造を持つ磁性体や軽元素が観察できると期待されている。一方で、現在得られる中性子線の強度はX線等と比べて極端に弱いという問題があり、利用効率を上げるための拡大結像デバイスの開発が急務である。そこで我々は Wolter I 型スーパーミラーの作製に取り組んでいる。

このミラーは円筒型であるため開口数が大きく中性子線の利用効率を上げられるが、収差を低減するために円筒内面がアッペの正弦条件を満たすように、楕円面と双曲面を組み合わせた形状になっている。そのような形状は直接の機械加工が困難であることから、作製難易度が高くなっている。このため、図

1 に示すレプリカ法による作製プロセスを適用し、大気圧マイクロ波プラズマジェット用いた NC-PCVM (Numerical Controlled Plasma Chemical Vaporization Machining) によって合成石英製のマンドレルの高精度修正加工を行う。<sup>1-2)</sup>

NC 加工は単位時間当たりの体積加工量を求め、プラズマの滞在時間を制御することで任意の目標形状の作製が可能である。しかし、マンドレルは先細り形状なので、加工時の表面温度が加工点位置の径によって変化する。PCVM は化学反応による加工であるため、温度変化に従って単位時間当たりの体積加工量も変化してしまう。このため、温度変化の影響を補正しながらの加工時間計算が必要である。我々はプラズマ照射時間を補正した数値制御加工を行うことで、形状精度  $0.1 \mu\text{m p-v}$  のマンドレルの作製を目指している。上記の理由から加工時における正確な温度測定が重要となってくるが、温度測定に使用されるサーモカメラは測定環境や距離などの補正パラメータの設定が適切に行われていない場合、温度変化の傾向は捉えられても測定結果の絶対値に大きな誤差が生まれてしまう可能性がある。そこで、環境や補正の影響が少ない接触式温度計の測定値と比較し、補正パラメータの最適化を行うことでサーモカメラの測定値の信頼性を保証した。また、較正したカメラで温度測定を行いながら PCVM を行い、較正前後の加工温度と加工速度の依存性を調査した。また、それぞれで活性化エネルギーを算出した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 温度較正実験

本実験では、マンドレルと同じ材料である合成石英の円筒型試料(内径:12.5 mm, 肉厚:1.2 mm, 長さ 200 mm)の内部にカートリッジヒーター(坂口電熱:HI-SD ロッド)を挿入し、温度コントローラー(AS ONE: TJA550K)でヒーターの温度を変化させながら円筒試料の表面温度を測定する。表面温度の測定は較正対象であるサーモカメラ(FLIR: T650scc)と、接触式温度計の K タイプ熱電対(八光電機)で行う。測定値を比較し、サーモカメラの設定パラメータのうち、主に放射率を少しずつ変化させて熱電対の測定値と一致させることで現在の測定環境における最適パラメータを求める。

#### 2.2 較正済み温度と加工レートの測定

本実験では径の異なる 3 種類の合成石英製円柱試料(径:4.0 mm, 9.4 mm, 14.2 mm)を 100 rpm で回転させながら PCVM を行う。PCVM におけるガス流量は実際にマンドレルを加工する

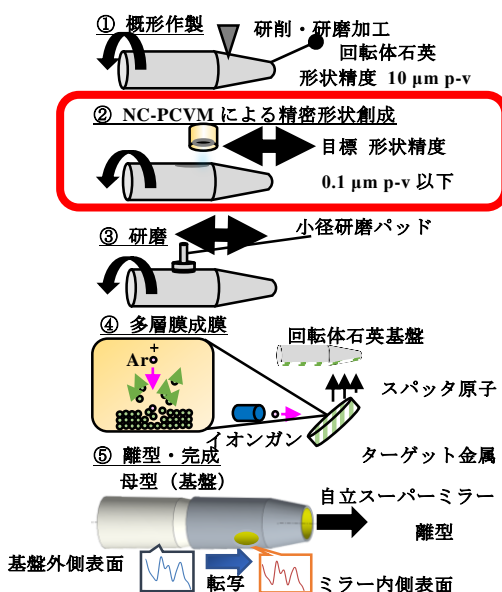


図 1 レプリカ法による Wolter ミラー作製プロセス

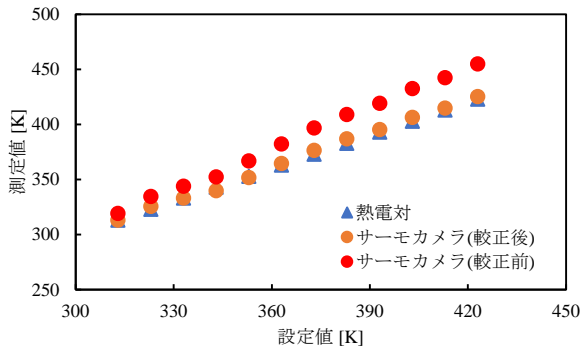


図2 温度測定の較正結果

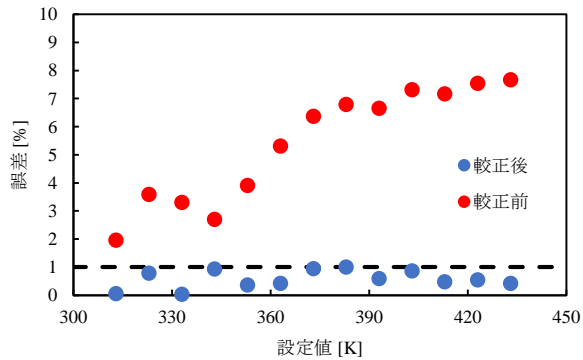


図3 サーモカメラと熱電対の測定値の誤差

際と同様に、キャリアガスの Ar を 500 sccm, プロセスガスの Ar を 600 sccm, CF<sub>4</sub> を 5 sccm とした。Gap 長はそれぞれ 2.5 mm とし、40 分加工を行ったときの加工深さから加工体積及び加工速度を計算した。加工深さの測定にはレーザープローブ式の非接触 3 次元形状測定機(三鷹光機:NH-5N)を使用した。また、実験 2.1 での較正前後のサーモカメラでの温度測定を行った。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 サーモカメラと熱電対の測定値の比較

図 2 にサーモカメラのパラメータを、熱電対での測定値にフィッティングした結果を示す。また、図 3 にサーモカメラと熱電対の測定値を絶対温度で比較した際の誤差を示す。このときのパラメータは、放射率は 0.93, 距離は 0.8 m, 大気温度と外部光学系温度は 26.0℃であった。設定した全ての温度点において両者の間の測定値の誤差が約 1%以下となり、十分な精度でフィッティングできていると言える。以前までの測定は初期設定のパラメータで行っていたが、その際のデータは数 10℃～100℃の誤差が生じており、今回の較正によって温度変化の傾向に加えて、測定値の絶対値にも信頼性が高められた。

#### 3.2 加工温度と加工速度の依存性調査

続いて図 4 に、径の異なる 3 つの円柱試料を 2 回ずつ加工した時の加工温度を較正済みのサーモカメラを使用して測定した結果を示す。また、図 5 にはそれぞれの加工での加工速度である MRR (Material Removal Rate)を示す。温度、加工速度ともに再現性が取れていることから、加工は問題なく進行したと考えられる。次にこれらのデータをアレニウスプロットで表示したものが図 6 である。線形の結果が得られたことから、この反応系は一定の活性化エネルギーを有する化学反応であり、その値は約 0.18 eV であることが分かった。

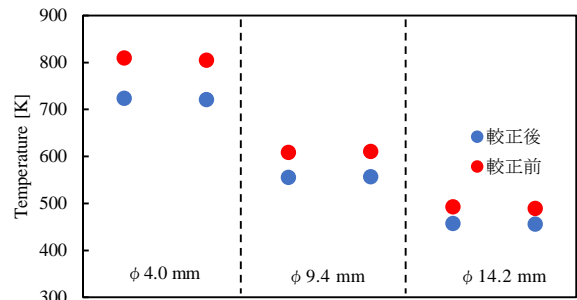


図4 径の異なる円柱試料の加工温度

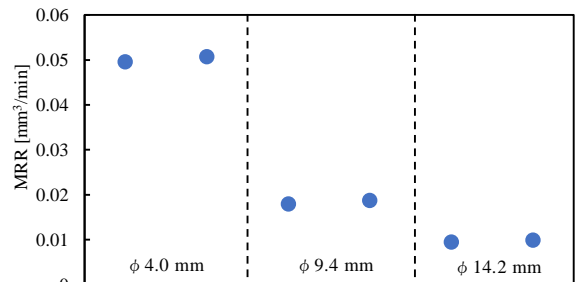


図5 径の異なる円柱試料の加工速度

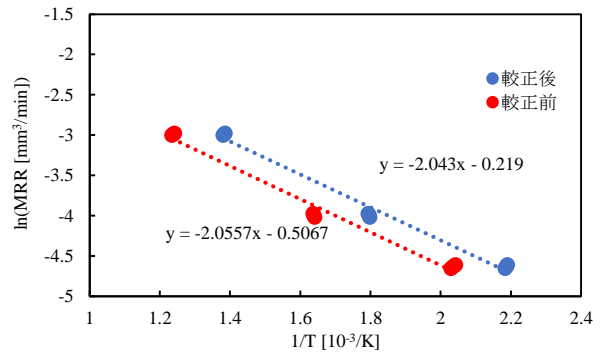


図6 アレニウスプロット

### 4. 結言

今回得られた結果を以下にまとめる。

- (1) 本実験条件での温度測定における、サーモカメラの補正パラメータを求めた。これにより、加工時温度の正確な温度測定が可能となった。
- (2) 加工時の温度と加工速度を比較したところ、アレニウスプロット上で線形の結果が得られた。このことにより、反応系が一定の活性化エネルギーを持ち、化学反応のみで加工が進行していることを確認できた。

以上より、加工時の正確な温度と加工速度の依存性が明らかになり、マンドレルの NC 加工においてより高精度な補正を行いながら形状創成ができる可能性が高まった。将来的には、リアルタイムで観測しながら加工を行うことで温度の外乱などにも対応できることが期待される。

### 参考文献

- 1) S. Arakawa *et al.*: 2019 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2019) 695.
- 2) S. Arakawa *et al.*: The 8th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (2019) B18.