

## 表面プラズモン共鳴を介した電子バンチ長の非破壊計測の検討 (2) NON-DISTRACTIVE ELECTRON BUNCH LENGTH MEASUREMENT VIA THE SURFACE PLASMON RESONANCE 2

岡安雄一<sup>\*A)</sup>,  
Yuichi Okayasu<sup>\*A), A)JASRI</sup>

### Abstract

A new principal and method to realize non-distractive and real-time electron bunch length measurement are proposed and investigated. A surface plasmonic filed, associated with a coulomb field from the electron bunch, is resonated outside the accelerator vacuum system through metamaterial media. The resonated plasmonic field is measured with the electro-optic (EO) sampling technique at a distance in order to avoid radiation damages for the detection system.

### 1. 概要

フェムト秒単一電子バンチについて、加速器真空系の外で測定系への放射線損傷を気にすることなく、非破壊・リアルタイムでバンチ長計測を可能とする計測手法の実現を目指す。真空ダクトに設けた金薄膜付きプリズムと電子バンチ起因のクーロン場で表面プラズモン共鳴 (Surface Plasmon Resonance : SPR) を真空ダクト外に励起させ、この SPR を電気光学サンプリング (EOS) で計測する測定系 (SPR-EOS) を開発する。目標とする電子バンチ長は数十フェムト秒 (FWHM) である。

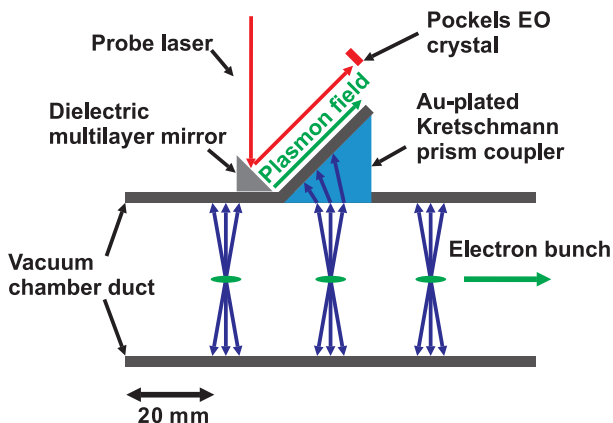


Figure 1: SPR-EOS measurement system via the surface plasmon resonance excitation at RF photocathode gun test accelerator facility, SPring-8/SACLA.

SPR-EOS のセットアップ横断面の概念図を Figure 1 に示す。合成石英製プリズムを、電子バンチの進行方向に対しクレッチマン配置で真空チェンバーに設置する。大気側のプリズム表面には、厚さ 80 nm 程度のパターン付き金薄膜 (メタマテリアル層) を設ける。電子バンチ起因のクーロン場がプリズムを透過してメタマテリアル層へ入射する際、固有の入射角においてメタマテリアル層上に表面プラズモン場が励起・共鳴される。この SPR をメタマテリアル層に

設けたパターンで空間線量の低い任意の場所まで導波し、有機ポッケルス EO 結晶を用いた EO 計測 [1] により電子バンチ長を評価するものである。メタマテリアル層を一般的な電子ビームリソグラフィ装置で直接プリズムに蒸着するのはサイズの制限から不可能であるため、一旦合成石英の薄板にメタマテリアル層を加工し (以下、SPR 基板)、薄板とプリズムをオプティカル接着する手法を採用した。SPR-EOS の実証試験は、SPring-8/SACLA 附設の RF フォトカソード電子銃試験加速器で行う。2016 年 7 月末まで加速器及びレーザー光源の増強工事が行われていたため、実証試験は実施されていない。2016 年 8 月より加速器の試験運転を行い、極端バンチ生成のための調整運転を経て順次実施する。参考までに、計算コード Parmela で評価を行った試験加速器の諸元とプローブレザーパルスの代表的な特性を Table 1 に示す。

Table 1: Expected Specifications of the RF Photocathode Electron Gun Test Accelerator Facility in SPring-8/SACLA

*Electron bunch	
Energy	~70 MeV (Max. 85 MeV)
Bunch charge	20 - 60 pC
Bunch length	20 - 50 fs (FWHM)
Repetition rate	10 Hz
*Probe laser pulse	
Band width	300 nm (FWHM) @ 795 nm
Pulse energy	~10 $\mu$ J
Repetition rate	10 Hz

本学会では、SPR の製作方法に重点をおいて議論する。SPR 基板製作のための、数値計算による条件最適化の詳細については、第 12 回日本加速器学会年会のプロシーディングス [2] を参照されたい。

### 2. SPR 基板製作

2015 年 12 月及び 2016 年 1 月に、京都大学吉田キャンパスのナノテクノロジーハブ拠点 (以下、京大

\* okayasu@spring8.or.jp

ナノハブ)において、一回目の SPR 基板の試作を行った。当該施設はクラス 100 - 100,000 のクリーンルームに数多くの最新鋭のナノリソグラフィ装置、材料加工装置、分析・評価装置を所有する。また、優秀な技術職員が常駐し、有益な技術相談から技術代行までの充実した支援が得られる。京大ナノハブでは、幅 10 mm x 長さ 28 mm x 厚さ 3 mm の合成石英板に 1 mm x 20 mm のパターンニングを加工し、加工済みの合成石英板とプリズムのオプティカル接着は株式会社ジャパンセル(東京都町田市)に依頼した。

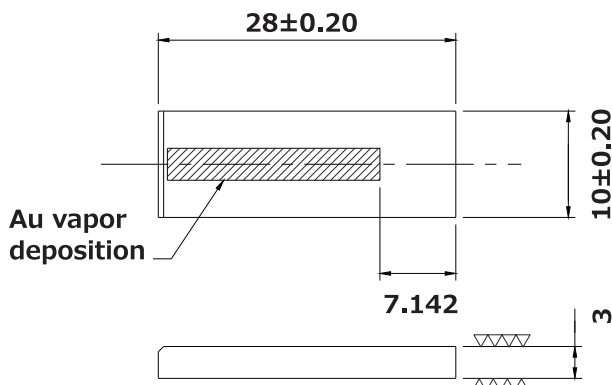


Figure 2: A schematic of Au vapor deposited synthetic fused silica plate.

## 2.1 パターン構造

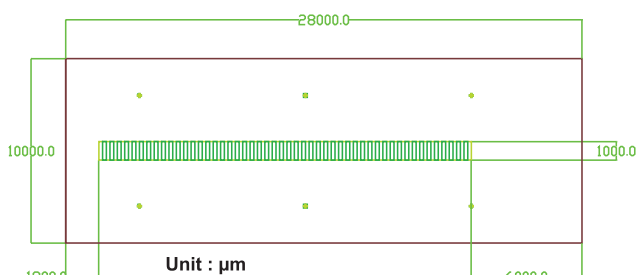
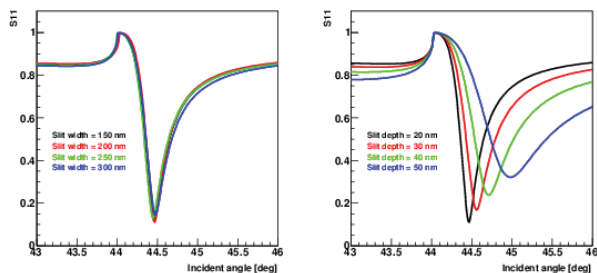


Figure 3: Calculated correlation between  $S_{11}$  parameters and incident THz wave angle for 150 - 300 nm of varied slit width with 20 nm of fixed slit depth (upper left) and for 20 - 50 nm of varied slit depth with 200 nm of fixed slit width (upper right) and a schematic of pattern design provided on Au vapor deposition (lower).

金蒸着面に加工したパターンは、SPR 励起効率と

加工の安定性を鑑みて、一直線上に凹凸を繰り返すスリット構造を採用した。プリズムを通してメタマテリアル層へ入射するクーロン場起因の THz 波の入射角と励起する SPR の強度に相当する  $S_{11}$  パラメータの相関を、スリットの深さ 20 nm 固定でスリット幅を可変とした場合 (Figure 3 : 左上) と、スリット幅を 200 nm に固定してスリットの深さを可変にした場合 (Figure 3 : 右上) について、CST MW STUDIO SUITE で計算・評価した。いずれの場合も、合成石英と金薄膜の間には、厚さ 20 nm の Ni 接着層 [2] を仮定した。その結果、スリットの幅は 200 nm、深さは 20 nm が最適であると判断し、合成石英及びメタマテリアル層の設計を Figure 3 (下) の通りに決定した。Figure 3 (下) のパターン図において、メタマテリアル層の周りに描かれている 6 つの点は、金蒸着面へパターンを転写する際のアライメント用の目印である。

## 2.2 パターンニング工程

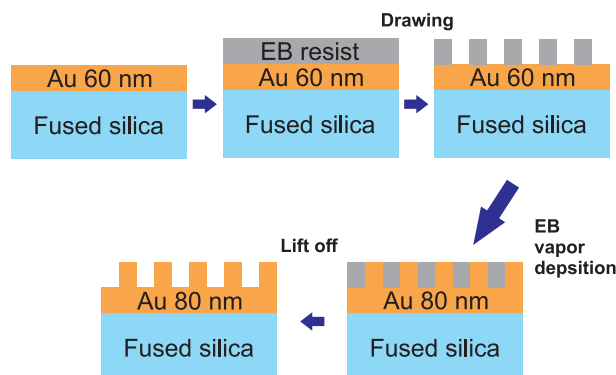


Figure 4: A schematic of the patterning flow.

パターンニング工程の概念図を Figure 4 に示すとともに、詳細を以下にまとめる。各項目の括弧内の数字は、作業時間 [hour] である。

- 1 基板洗浄 (1)  
硫酸と過酸化水素水の混合液 (5:1) に合成石英板を 2 分浸し、蒸留水で 5 分洗浄したのち乾燥。
- 2 Ni/Au 蒸着・ベーク (3)  
電子線蒸着装置 (キャノンアネルバ製 EB-1200) により、合成石英板に Ni、Au の順で蒸着を行った。厚みは Ni で 20 nm 相当 (217 Å)、Au で 60 nm 相当 (601 Å) とした。その後、ホットプレートを使用し、200 °C で 5 分ベークを実施。
- 3 フォトレジスト塗布 (1)  
厚膜フォトレジスト (以下、PR) 用スピンコーティング装置 (ズース・マイクロ・テック製 Delta80、他) を用いてリフトオフ用 PR 剤 (日本ゼオン製 ZPN1150-90、10 cc 程度) を合成石英板に塗布した。ローテーターの回転数は 2600 rpm で 5 秒の後、4000 rpm で 30 秒。その後 90 °C で 90 秒間プリベークを実施。
- 4 露光・現像 (1)  
高速マスクレス露光装置 (ナノシステムソリュー

シヨズ製 DL-1000GS/KCH) でパターンを載せる領域のみ露光 (140 mJ/cm<sup>2</sup>)。110 °C x 90 秒で露光後レジストベーク (PEB) でレジストの安定化を図り、未感光部を除去。現像液は NMD-3 を使用し、現像時間は 70 秒。

- 5 Au/Ni エッチング (4)  
最初に合成石英に蒸着した Ni/Au のうち、パターンを載せない領域をエッチング処理。エッチャントと時間は Au が AURUM302 で 3 分間、Ni は硝酸と酢酸の混合液 (2:1) で 2 分間。
- 6 PR 除去・ベーク (1)  
合成石英板をアセトンに浸し、1 分間超音波洗浄を実施。その後エタノールと蒸留水で 5 分間洗浄。150 °C x 5 分間の除湿ベーク。
- 7 PR 塗布 (1)  
HMDS (ヘキサメチルジシロキサン) に 1 分間浸し、合成石英板を疎水化表面処理。その後 3 項の処理を実施。
- 8 露光・現像 (2)  
4 項と同様の処理を実施。但し露光条件は、合成石英面に対しては 240 mJ/cm<sup>2</sup>、Au 面に対しては 140 mJ/cm<sup>2</sup>。
- 9 Au 蒸着 (2)  
2 項の装置を用い、Au を 20 nm 相当 (202 Å) 蒸着。
- 10 リフトオフ (16)  
剥離剤 (microposit 製 remover1165) に 75 °C で 1 分間浸した後、室温にて 15 時間浸す。

### 2.3 表面観察と寸法評価

2.2 に示した工程に従い SPR 基板を 4 点製作した後、三次元レーザー顕微鏡を用いて金蒸着面に施したパターンの寸法及び表面粗さを非破壊計測した。Figure 5 (上) は合成石英板を含む、メタマテリアル層の端の表面観察例を示す。中央の線を隔てて左側が金蒸着に加工したスリット凹部、右側が凸部であり、左下の黒い領域が合成石英板である。右下の合成石英板とスリット凸部に囲まれた領域は、リフトオフ時に合成石英板へ染み出した Au である。Au の染み出し部とスリット凹部に定義した直線部 (1-2) に対し、三次元レーザー顕微鏡 (OLYMPUS LEXT OLS4000、繰返し精度: ±6 nm) で凹凸構造の高さを評価している様子を Figure 5 (下) に示す。また、試作した SPR 基板のスリットの幅、深さ、表面粗さの代表値を Table 2 にまとめる。

Table 2: Typical Pattern Dimensions of the Metamaterial Layer

Slit width (concave)	194 μm
Slit width (convex)	206 μm
Slit depth	18 nm
Surface roughness	±5 nm

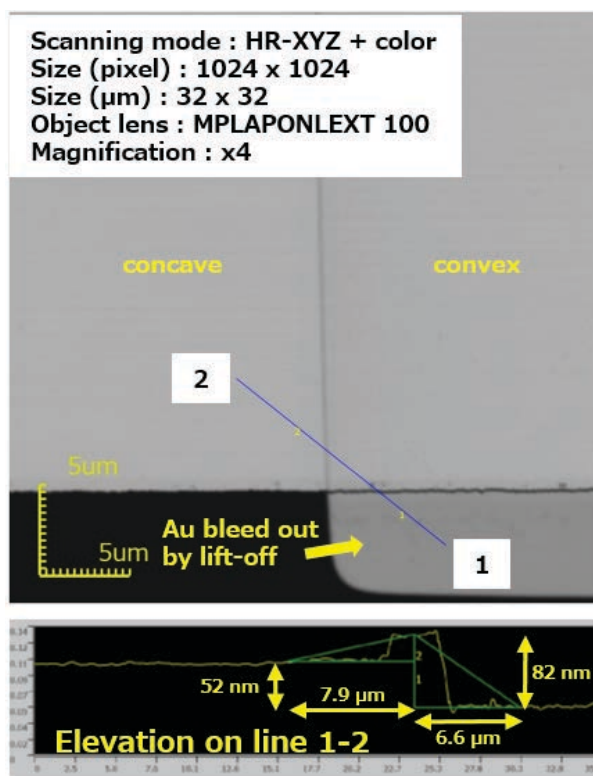


Figure 5: Magnified surface image of the patterned Au vapor deposition (*upper*) and a sample of the pattern dimension measurement (*lower*) by a 3D laser microscope (OLYMPUS LEXT OLS4000).

スリット幅において、凸部より凹部のほうが狭い理由は、PR の断面形状が上底が長い台形のためであり、リフトオフによるパターンニングの特徴である。PR の断面形状は 2.2 の工程 7 で実施するプリベークの温度に依存し、温度が低い場合は上底の長い台形で、温度が上昇するほど半円形になる。因みにドライエッチングによるパターンニングの場合、溝の形状は制御できるがエッチングで残した膜厚を正確に制御できない。スリット深さの値は幅 1 mm のパターン中心部での測定値であり、端部は 30 nm 程度である。表面粗さについては相対的に大きくなってしまい、さらに精度よく抑制する手法の開発が今後の課題である。一方で三次元寸法計測で使用した顕微鏡の繰返し精度が表面粗さとほぼ同等である。またレーザー顕微鏡の場合、合成石英板のような透明な被測定体は精度が劣ることから、より精度よく寸法計測可能な手法を採用する必要がある。

蒸着と PR 塗布、若しくはドライエッチングによるパターン加工は、主として精度の良い膜厚の制御に限界がある。蒸着においては、電子線蒸着装置の電流及び照射時間による経験則から膜厚を外挿し、PR 塗布についてはスピンコーティングの回転数と時間で膜厚を外挿する。標的とするパターン寸法の一割程度のオーダーが、加工精度・計測精度となっているのが現状である。

Figure 6 には、ICF152 ヘバックシールで接合した SPR 基板付きプリズムを示す。また、Figure 7 には SPR-EOS チェンバーの断面図 (上) と試作機 (下) を示す。

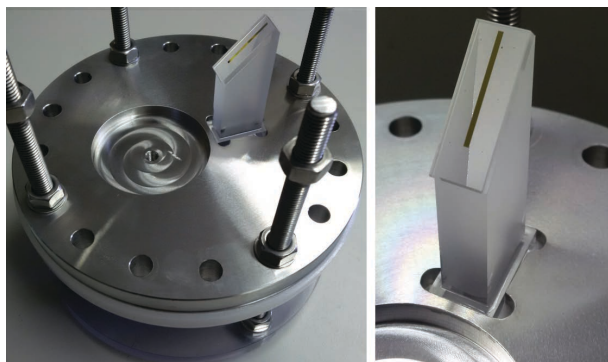


Figure 6: Bird's eye view of a synthetic fused silica prism in the Kretschmann configuration with the SPR substrate (left) and magnified view of the SPR substrate with Au vapor deposition (right).

### 3. まとめ

電子バンチの空間電荷分布を有機ポッケルス EO 結晶を用いた EO サンプリングにより、加速器真空系の外で非破壊・リアルタイム計測する測定系の開発を行っている。計測対象の電子バンチ長は数十フェムト秒 (FWHM) である。測定系を真空系の外へ導く理由は、有機物を含む測定系を電子ビーム軌道から離し、空間線量の低い場所に設置するためである。真空ダクトにメタマテリアル層を蒸着したプリズムをクレッチマン配置で設置し、電子バンチ起因のクーロン場で SPR を励起させ、これを EO 計測するものである。製作上の制限から、合成石英薄板にメタマテリアル層を蒸着した SPR 基板を製作し、この基板とプリズムをオプティカル接合させた。SPR 基板は 2015 年 12 月と 2016 年 1 月に、京大ナノハブで試作した。SPR 基板は合成石英の薄板とリフトオフによりパターンを施した金蒸着からなり、金蒸着と薄板の間の接着層には Ni を採用した。

試作したメタマテリアル層を三次元レーザー顕微鏡で観察し、パターンの寸法・表面粗さの測定を行った。スリット間隔については、凹部が設計値に対して 3% 程度狭く、深さは設計値に対して 10% 程度浅い結果となった (いずれも代表値)。また、表面粗さは  $\pm 5$  nm と相対的に大きい。一方で測定に用いたレーザー顕微鏡の繰り返し精度も  $\pm 6$  nm と大きく、現時点ではパターン設計寸法の一割程度が、加工・計測精度となっているのが実情である。

SPR-EOS 測定系の実証試験は、SPRing-8/SACLA 附設の RF フォトカソード電子銃試験加速器で行う。当該加速器は 2016 年 7 月まで加速器及びレーザー光源の増強工事が行われ、8 月より試験運転を開始した。実証実験は 2016 年 10 月以降を予定している。

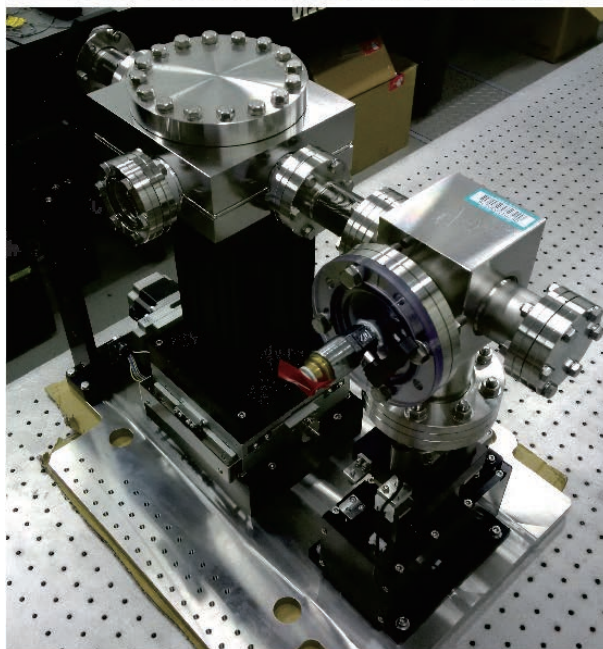
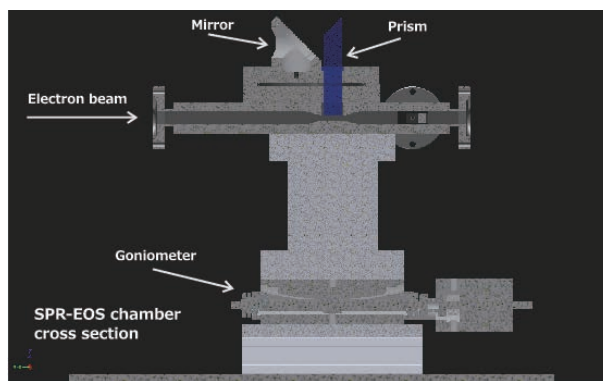


Figure 7: A schematic cross section of the SPR-EOS chamber (upper) and a prototype of the SPR-EOS chamber (lower).

### 謝辞

本研究は JSPS 科研費 15K13415 の助成を受けたものです。

### 参考文献

- [1] Y. Okayasu *et al.*, Phys. Rev. ST Accel. Beams **16**, 052801 (2013).
- [2] Y. Okayasu *et al.*, in Proceedings of the 12th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, August 5-7, 2015, Tsuruga, Japan, p1227.