

文部科学省「先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業」

九州大学「クリーン実験ステーション」の概要

山内貴志^{1,2}、有田誠³、鳥越和尚⁴、土渕香織¹、本岡輝昭^{1,2}

¹九州大学クリーン実験ステーション

²九州大学大学院工学研究院応用化学部門

³九州大学大学院工学研究院材料工学部門

⁴(株) SAMCO

九州大学「クリーン実験ステーション」では、文部科学省先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業補助金の支援により、九州シンクロトロン光研究センター内に九州大学が設置している各種装置の利用時間の一部を、共用装置として企業等へ開放している。「クリーン実験ステーション」の主要目的は、地域産業の高度化と新規産業の創出、先端技術を担う人材の育成、九州地域における産学連携拠点の形成である。

当施設では原子間力顕微鏡（Atomic Force Microscopy: AFM）、ケルビンフォース顕微鏡（Kelvin Force Microscopy: KFM）、そして、国内では当施設でのみ共用可能である走査マイクロ波顕微鏡（Scanning Microwave Microscopy, SMM）が主な共用装置となっており、DNA分子の観察、有機・無機ハイブリッド材料、金属や半導体など様々な材料の評価・測定を行っている。ここでは、その代表的な測定結果を紹介する。



文部科学省「先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業」 九州大学「クリーン実験ステーション」

山内貴志^{1,2}、有田誠³、鳥越和尚⁴、土淵香織¹、栗野由紀子¹、本岡輝昭^{1,2}
¹九州大学クリーン実験ステーション
²九州大学大学院工学研究院応用化学部門
³九州大学大学院工学研究院材料工学部門
⁴(株)SAMCO

概要

九州大学「クリーン実験ステーション」では、文部科学省「先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業」補助金の支援により、九州シンクロtron光研究センター内に九州大学が設置している各種装置を、供用装置として企業等へ提供している。原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy: AFM) やケルビンフォース顕微鏡 (Kelvin Force Microscopy: KFM)、そして、国内では当施設でのみ共用可能である走査マイクロ波顕微鏡 (Scanning Microwave Microscopy, SMM) を用い、有機高分子材料の先端拠点として、バイオ分野を中心に、金属や半導体など様々な材料の評価・測定を行っている。ここでは、その代表的な測定結果を紹介する。

共用施設の紹介

クリーンルーム(実験室10)	超薄膜形成装置	化学処理用ドラフトチャンバー	走査型プローブ顕微鏡
 エアシャワー室 清浄度クラス1000 (パーティクルサイズ 0.3μm) クリーンルーム レジスト感光防止用照明	 Chemical Vapor Deposition: 化学気相堆積法 基板温度: 1000°C 反応ガス: SiH ₄ , N ₂ 圧力: 10 ⁻² Torr 時間: 100 min 基板サイズ: 100 mm 基板厚さ: 100 μm 特徴: 超音速アークジェットによる薄膜形成	 有機溶剤利用ドラフト 酸・アルカリドラフト 各ドラフトで純水供給可能	 Scanning Microwave Microscopy (SMM) SMM付随の各種分析機能 ～従来のAFMの機能を含めた各種分析～ 形状測定: 様々な材料・試料形状に対応 力学測定: 機械特性と微細な分散構造を評価 電気測定: 金属測定...導電性、仕事関数 半導体測定...ドーパント濃度 絶縁体測定...誘電率、帯電状態 SMMは、サンプル表面の反射係数をマッピングすることで、サンプルの局所的なインピーダンス変化を取得する。

測定結果

ナノボースSi基板への生体分子吸着の観察	表面ラフネスと欠陥観察	断面形状観察	表面形状とラフネス
 ナノボースシリコン基板への生体分子吸着の観察 ～ナノボースシリコン基板への生体分子吸着の観察～ ●ナノサイズの穴の中への生体分子の付着を確認。	 表面ラフネスと欠陥観察 ～SiC基板へのイオン注入による欠陥生成の観察～ ●数nmの表面構造を評価することが可能。	 断面形状観察 ～イカの平面石断面の軸状観察～ ●断面形状を作成することで、積層成長により形成する輪紋をAFMにより観察し、輪紋間隔や本数などを測定可能。	 表面形状とラフネス ～洗浄剤による毛髪へのダメージ観察～ ●AFMにより、表面形状の変化とその相違を測定可能。

電気測定とは	金属や半導体材料の仕事関数の測定	仕事関数測定
 カンチレバーと試料間の電流・電圧を測定 何が分かるのか? ●金属の測定...導電性、仕事関数 ●半導体の測定...ドーパント濃度 ●絶縁体の測定...誘電率、帯電状態 ★測定データを適切に解釈するためには ⇒モデル化とシミュレーションによる解析が有効 測定例 ①金属や半導体材料の仕事関数 ⇒ KFM測定 ②半導体のドーパント濃度分布 ⇒ SMM測定 (マイクロ波反射測定)	 KFMは、ケルビン法を用いた測定技術でAFMに付随した計測手法。 試料の表面電圧 (V _s) と試料の仕事関数 (φ) をマッピングする。 サンプルとカンチレバー間にAC電圧とDC電圧を印加 ⇒ 接触・非接触に問わず電圧 (φ _{tip} - φ _{sample}) / (2π) を測定 ⇒ 電圧 (φ _{tip} - φ _{sample}) / (2π) を測定 ⇒ 電圧 (φ _{tip} - φ _{sample}) / (2π) を測定	 仕事関数測定 ～金属薄膜の仕事関数の定量測定～ ●金属薄膜の仕事関数の定量測定 反印射時の異なる金属薄膜の反射係数マッピング結果を比較 ⇒ フラット線計を使用し、KFM測定を行うことにより、±50meVの精度で仕事関数の測定が可能。

1. 伸長固定されたDNAの蛍光顕微鏡観察	2. 伸長固定されたDNA試料のSMM測定	3. マイクロ波反射強度の解析、SMMによるDNA測定モデル化	4. 反射強度と抽出限界
 伸長固定されたDNAの蛍光顕微鏡観察 アモルファスシリコン スライドガラス 蛍光顕微鏡観察	 伸長固定されたDNA試料のSMM測定 図1. (a) SMMで測定した100nm幅のバンドルしたDNA分子の形状 (b) DNA分子の伸長方向に沿ったマイクロ波反射強度変化 ⇒ 塩基の濃いところからシミュレーションにより可視	 ①電場解析による終極条件の決定 ⇒ Maxwell方程式に基づく電場解析でサンプルとカンチレバーが成す微小コンデンサのキャパシタンスを決定 ②伝送線路のマイクロ波伝搬解析 ⇒ 抽出回路に微小コンデンサを接続した電気回路の問題を解くことでマイクロ波の反射強度を計算 ③DNA測定モデル化 ⇒ 電子双極子モーメントはすべて同じ方向を向いており、外部電場に対応しない。バックグラウンドの電気的影響は考慮しない。基底とDNAの電気的な相互作用は考慮しない。	 反射強度と抽出限界 針先端半径20nm、針中心から半径50nmの同心円上の同塩基試料においてA.T.G.Cによる反射強度の差が出た。今回実際に測定した塩100nmのバンドルしたDNAならば塩基の違いを反映するデータが得られる可能性がある。

λ-DNAのSMMによる観察
 λ-DNAのSMMによる観察 SMMによるλ-DNA分子の観察結果 (a) 表面形状 (AFM像) (b) マイクロ波反射強度像 ●λ-DNAを伸長固定し、AFMによる形状測定とSMMによる反射強度測定を同時に行い、DNAの局所部位における反射強度の変化を同定する。

弾性材料	硬い材料	柔らかい材料
 弾性材料 弾性材料の力学特性 ●弾性 ●非弾性 ●塑性変形 ●脆性 ●粘弾性、など	 硬い材料 硬い材料の力学特性 弾性材料の力学特性 弾性材料の力学特性 弾性材料の力学特性	 柔らかい材料 柔らかい材料の力学特性 弾性材料の力学特性 弾性材料の力学特性 弾性材料の力学特性

シリコン基板中のドーパント濃度分布の観察
 シリコン基板中のドーパント濃度分布の観察 半導体材料・デバイス上のインピーダンス (キャパシタンス) 測定 半導体や絶縁膜中の空間電荷分布 MOSのC-V特性 電位近接の電荷 (GaN) Model化: 半導体材料を測定する場合 ●半導体中の不純物 (ドーパント) 濃度の測定 ●絶縁膜や半導体・絶縁膜界面の評価 ●結晶欠陥の検出

まとめ

バイオ分野

- ・漁業・美容業界等の新規分野での利用が増加。
- ・国内では当施設のみ共用可能なSMMを用い、生体試料の特性評価が可能。
- ・SMMによる新規DNA塩基配列解析法を検討中。

材料分野

- ・形状測定...様々な材料・試料形状に対応
- ・力学測定...機械特性と微細な分散構造
- ・電気測定...仕事関数、ドーパント濃度分布など

モデル化とシミュレーションを利用し、ナノスケール領域での物性測定データを、定量的に解析し、地域の「ものづくり」に生かすことを目指している。

九州大学クリーン実験ステーション
<http://kuclif.jp/>