

ご挨拶

熊本大学工学部附属工学研究機器センター
センター長 富村 寿夫

工学部研究機器センター報告第45号をお届けいたします。本報告は、平成24年4月から平成25年3月までの間に、工学研究機器センターの機器もしくは同センター内の機器室を使用したプロジェクトや研究に関して、学内外で発表された論文等の要旨をお知らせするものです。

本年度も数多くの皆様にご利用いただき、総数13件の優れた研究成果が盛り込まれた報告を発行することができました。ここに感謝申し上げます。

今年度も、引き続き本センターの機器充実を図る取り組みを推進しておりますが、皆様におかれましては、今後なお一層、本センターをご利用いただきますよう、どうぞよろしくお願い申し上げます。

以上

熊本大学工学部附属工学研究機器センター報告 ー第 45 号ー
研 究 課 題

【沿岸域環境科学教育研究センター・大学院先導機構】

- 45-1 八代海北部海域における浅海化・干潟化の実態把握に関する研究
- 45-2 ペーパースラッジ灰造粒物の現地適用性に関する検討
- 45-3 八代海における塩生植物の生育環境特性に関する基礎的研究
- 45-4 底泥表色系による海域底泥表層の硫化物濃度の推定に関する研究

【工学部 情報電気電子工学科】

- 45-5 連続視野角計測による単相薄膜上の微小パーティクル検出に関する研究
- 45-6 電子線照射を用いたフラーレンの構造破壊によるグラフェンの生成と評価に関する研究
- 45-7 陽極酸化穴構造上への変調グラフェン作製に関する研究
- 45-8 Ion Beam Assist 法を用いた a-Si:H 膜への過剰水素添加に関する研究
- 45-9 フラーレンと電子線照射によるグラフェン形成およびパターンニング手法開発
- 45-10 相関法による空間中の微小パーティクルモニタリング
- 45-11 マルチ電極を用いた PPCM による絶縁膜評価技術開発
- 45-12 キセノンフラッシュランプを用いた空間中の微小パーティクル検出手法の研究開発
- 45-13 光伝導プロービングによる 10nm 世代半導体MO S 絶縁超薄膜のインライン評価手法開発

八代海北部海域における浅海化・干潟化の 実態把握に関する研究

沿岸域環境科学教育研究センター 教授 滝川 清

大学院先導機構 特任助教 増田龍哉

沿岸域環境科学教育研究センター 特定事業研究員 森本剣太郎

大学院先導機構 特定事業研究員 御園生敏治

(1) 研究の目的

九州西部に位置する八代海は、閉鎖性の強い内湾で、熊本県と鹿児島県に囲まれた約 1,200km² の海域面積を有している。近年、八代海北部海域では、浅海化・干潟化の進行による底質環境の悪化・水産資源の減少・農地排水機能の低下等が大きな社会問題となっており、そのメカニズムの解明と具体的な対策の実施が求められている。そこで本研究では、八代海北部海域における浅海化・干潟化の現状を把握するための深浅測量を行うとともに、過去に調査がなされた平成 18 年から 5 年間の堆積・浸食状況の実態について検討した。

(2) 研究の内容

調査海域において、測深情報（千本電気社製：PDR-1200）、位置情報（日本 GPS ソリューション：RTK-GPS）のシステムより深浅測量を行った。標高値は「GPS 測量」と「験潮所データ（八代港）」から算出し、その誤差について比較検証した。さらに、約 1km の検証断面を設け、トータルステーションを用いた直接横断測量を実施し、前述した 2 つの標高値を 10m 間隔で比較した。同海域において、平成 18 年に熊本県が深浅測量を行っているため、今回の深浅測量結果と比較することで、平成 23 年までの 5 年間の堆積・浸食状況を検討した。なお、比較ポイントは、東経 130°36.4'より 0.2°の間隔で東に 16 本、北緯 32°37.0'より北に 0.2°の間隔で 8 本の測線を設定し、その交点 58 地点を比較ポイントとした。

(3) 主要な結論

1) 直接横断測量と GPS 測量による標高値の較差は平均-6.9cm となったが、起伏が激しい砂川と五丁川との滞筋合流点である距離 730m 付近で標高較差に大きな値が確認された。そこで、較差が測線を除外すると、較差は平均-4.0cm となった。同様の比較を「験潮所データによる標高値」で行った結果、較差は平均+14.0cm となった。これにより、較差の小さい GPS 測量による標高値を採用するものとした。 2) 流入する五丁川、砂川河口に滞筋が形成され、西側には 3 つの滞筋が合流し区域外へ伸びており、流入河川からの土砂供給の影響が示唆される。 3) 5 年間の標高較差頻度は、10cm 前後堆積している地点が多く、平均較差は誤差範囲内であった。面的には干潮時に干潟が露出する東側で堆積が進行し、滞筋付近では浸食されていることが分かった。また、西側では全体的に浸食されているが、区域外との境界で堆積がみられる。これは、氷川からの土砂供給や境界の地形条件から流速が低下したことによるものと考えられる。以上のように、八代海北部海域における浅海化・干潟化の実態が明らかとなった。今後は底質調査や数値シミュレーション等を行うなどしてメカニズムの解明と対策法の提言を行っていく予定である。

ペーパースラッジ灰造粒物の現地適用性に関する検討

沿岸域環境科学教育研究センター 教授 滝川 清

大学院先導機構 特任助教 増田龍哉

沿岸域環境科学教育研究センター 特定事業研究員 森本剣太郎

(1) 研究の目的

日本の閉鎖性海域の多くは、赤潮や貧酸素水塊発生等の環境悪化に伴う諸現象が問題となっている。このような閉鎖性海域の抜本的対策として、総量規制が行われ浚渫、覆砂等による対症療法的な底質改善策が実施されているが、海域環境の再生には未だ至っていない。また、覆砂事業では使用する山・海砂が環境保護等の観点から採取が禁止される状況となり、砂の代替材の確保が望まれている。一方、浚渫事業では、年間約 2,000 万 m^3 発生する浚渫土の処理が問題となっている。そこで著者らは、閉鎖性海域における底質環境改善とリサイクル材料の有効活用を目的として、建設副産物である浚渫土と産業廃棄物である PS(Paper Sludge)灰を混合・造粒化した PS 灰造粒物を開発した。本研究では、開発された PS 灰造粒物を実海域へ適用する前段階として、生物毒性試験(96 時間 : OECD ガイドライン準拠)及び野外暴露試験により生物に対する安全性を評価し、現地実証試験を行うことで PS 灰造粒物の現地適用性について検討を行った。

(2) 研究の内容

生物毒性試験と野外暴露試験は、配合の異なる PS 灰造粒物 2 種に加えて、既に成分分析により安全性が確認され実海域での適用事例もあるリサイクル材等 8 種を用いて同一条件下で実施した。野外暴露試験は、干潮時に全ての材料を容器に入れ 2 ヶ月間暴露し、メイオベントスの定着状況等をモニタリングした。生物毒性試験は実現象に近い流水式で行い、アサリ、キチヌ(幼魚)、シラタエビ、スジエビ、ウミニナ、アマガイの計 6 種の生物を使用した。なお、生物毒性試験の前段階として止水・半止水条件下での pH 測定も行った。現地実証試験は、2009 年 8 月より熊本港近傍のエコテラス護岸に PS 灰造粒物を投入して行っている。本試験では、PS 灰造粒物と浚渫土との混合率を 0%、40%、70%、100%に変化させた 4 つの区画と護岸前面干潟の対照区の計 5 区画を設定し、設置 22 ヶ月後まで追跡調査を行った。

(3) 主要な結論

①野外暴露試験では、全ての材料において、2 ヶ月後にはカイアシ類や線形動物等のメイオベントスが確認された。②止水・半止水条件下で pH 測定を行ったが、7.2~8.6 の範囲で推移し、生物毒性試験での使用に関して問題は無いことが明らかとなった。③生物毒性試験では、各材料に pH 上昇も無く、生物は 96h 後に半数以上が生存していた。④現地実証試験では、全区画で冬季(3~5 カ月後)にかけて個体数・種数ともに減少し、夏季(10~12 カ月後)では、増加する傾向が見られ、試験開始 12 カ月後の定性調査では造粒物 100%区画でアサリの稚貝も確認された。

(土木学会海洋開発論文集 B3 特集号 2012,06)

八代海における塩生植物の生育環境特性に関する基礎的研究

沿岸域環境科学教育研究センター 教授 滝川 清
大学院先導機構 特任助教 増田龍哉
沿岸域環境科学教育研究センター 特定事業研究員 森本剣太郎

(1) 研究の目的

八代海では江戸時代以前から干拓が行われ、現在までに約 8,000ha の干潟が消失したと言われている。そのため、多くの動植物の生息・生育場が消失したと懸念されているが、干潟に生育する塩生植物も生育場を失い、多くが絶滅危惧種に指定されている。塩生植物は生物生息場形成、水質浄化、底質浄化、地球温暖化防止、景観形成といった、重要な役割を果たしていると考えられる。しかし、八代海に現存する塩生植物の種類と分布、その生育特性すら明らかとなっておらず、今後再生を目指す干潟に塩生植物を植栽する際の生息に適した条件や植栽方法などを提示することができない。

そこで本研究では、塩生植物の植栽技術を確立することを最終目的として、八代海に現存する塩生植物群落の現況把握を行い、塩生植物の生息環境特性について調べた。

(2) 研究の内容

八代海に現存する塩生植物群落の現況把握を目的として、2011年11月に鹿児島市出水市から熊本県上天草市までの海岸線を踏査し、簡易調査の「繁茂状況の確認」と詳細調査の「生育条件調査」を実施した。繁茂状況の確認は、海岸線に添って踏査してまわり塩生植物が繁茂している場所を見つけ、種の同定、写真撮影、緯度・経度の記録を行った。生育条件調査は、塩生植物が繁茂している箇所を選定し、植生被度、地盤高、底質の含泥率・ECを調べた。本研究では八代海に多く繁茂するハマツナ、ホソバノハマアカザ、ハマサジ、フクドを中心に分析する。

(3) 主要な結論

八代海における主要な塩生植物群落の現存地および生育条件調査・繁茂状況の確認より、塩生植物は砂礫質で標高が高く、波浪などの外力の影響を受けにくい遮蔽域に広く分布し、干出する面積が少ない堤防前面では微地形や窪地の狭い潮上帯に生育していた。

八代海に現存する塩生植物群落において、その生息環境特性について調べた結果、ホソバノハマアカザ、ハマサジが潮上帯付近、フクド、ハマツナは汀線付近に生育する傾向にあることが明らかとなった。また SI (Suitable Index) モデルを作成し、2006～2008年の有明海の調査結果より、有明海と八代海を比較すると、有明海の塩生植物の方が全体的に含泥率と比高の高い場所に生育していた。

底泥表色系による海域底泥表層の硫化物濃度の推定に関する研究

沿岸域環境科学教育研究センター 教授 滝川 清

工学部技術部 矢北孝一

沿岸域環境科学教育研究センター 准教授 秋元和實

沿岸域環境科学教育研究センター 島崎英行

国立水俣病総合研究センター 自然科学室長 森 敬介

大学院先導機構 特任助教 増田龍哉

沿岸域環境科学教育研究センター 特定事業研究員 森本剣太郎

(1) 研究の目的

近年、各地の沿岸域において貧酸素水塊の発生、底生生物数の激減等の環境悪化が顕在化している。この要因の一つとして、海水中の溶存酸素濃度の低下による底泥中での硫化物の生成が考えられる。そのため、硫化物濃度が環境指標の一つとして用いられ現地で試料を採集し、室内で定量分析する手法が一般的である。しかし、この手法では、多大な労力・時間を要するため調査域の縮小、調査間隔の拡大が必要となり、海域底質の時・空間変動を捉えることは困難である。沿岸域の環境を評価し、環境悪化の進行を抑制するためには、沿岸域の環境実態と様々な負荷要因の継続的なモニタリングの実施と伴に、取得されたデータの簡便・効率的分析手法が求められている。そこで本論では、底泥表層の硫化物濃度の推定手法の開発を目的として、その試料を採集・分析し、土色計及びデジタル画像の表色系と硫化物濃度の関係について検討した。

(2) 研究の内容

底泥の採集位置は、水深 60~5m、硫化物濃度 0.31~0.02mg/gdry を示す八代海 22 地点とした。ミス・マッキンタイヤ型グラブを使用し、1 地点当り 2 個の不攪乱の底泥表層試料を採集した。採集直後に底泥表面をデジタルカメラで撮影し、表面の 5ヶ所で色相を MINOLTA 製土色計で計測した。また、硫化物濃度の試料は、表層より 5cm までを採取し、亜鉛アンミン溶液で固定後、冷暗保存にて持ち帰り分析依頼した。底泥表面を計測した土色計の表色系の平均値及びデジタルカメラ画像より求めた表色系と硫化物との関係を検討した。底泥表面のデジタル画像は、撮影画像から日射の影響等を除去した画角を用いた。データ処理は、画像の RGB 平均値から XYZ・L*a*b*・HSV 表色系に変換し、各表色系を主成分分析により共通要素を抽出することで説明変数を決定した。この表色系を説明変数とした硫化物濃度推定式は、重回帰分析で残差平方和を基準とした段階的手法による最良回帰式とした。

(3) 主要な結論

土色計のマンセル色相及び L*a*b*表色系と硫化物濃度の関係より、各表色系は回帰直線周辺に分布した。データの範囲内で色相 a*、彩度 b*との相関係数 r が 0.7 以上となり、底泥の表色系と硫化物濃度には、有意な関連性があることが分かる。デジタル画像の表色系を主成分分析した因子負荷量の分布から L*, a*, b*, H を説明変数とし、各説明変数と硫化物濃度との関係を示す。図より r は、土色計値と比較し低い値を示した。推定式の説明変数として a*, b*, L*が選定され、重相関係数 R は、土色計 0.79、デジタル画像 0.52 を示す。本手法では、八代海 22 個のデータから土色計・デジタルカメラ画像の表色系より、硫化物濃度は推定可能であることを示せた。しかし、推定式定数の物理的意味及び精度等には議論の余地があり、今後、研究の蓄積が必要になると考えられる。

(土木学会海洋開発論文集 B3 特集号 2012.06)

連続視野角計測による単相薄膜上の 微小パーティクル検出に関する研究

情報電気電子工学科
//
大学院自然科学研究科

教授 久保田弘
学部学生 刀根輝徳
前期課程 山本将史

1. はじめに

半導体デバイスでは、歩留まりや品質の向上のために薄膜上の清浄度が重要である。従来の手法による清浄度の観測は狭い範囲をゆっくりとした速度で行うことができなかった。このため、現場のライン上ではパーティクル検出をインラインで行うことのできる方法が求められている。

本研究では、従来ウェハ上の薄膜の膜厚計測を目的として研究してきた連続視野角方式を用いて、薄膜上の微小パーティクル検出を行った結果を示す。

2. 連続視野角方式

薄膜が作成された基板上に一定の角度で光を当て基板を移動させながら測定すると基板からの反射光の位相が変わり、薄膜からの反射光と互いに強めあったり弱めあったりするために光の当たる角度によって反射光強度が変化する。これを反射角度-反射光強度特性と呼び、この特性は薄膜の膜厚に依存する。すなわち、特性を計測することで膜厚を知ることができるのである。

今回はこの方式を用いて反射角度-反射光強度特性を測定し、この特性の変化から薄膜上に存在する微小なパーティクルの検出を行う。Fig.1に連続視野角の画像を取得するための概略図を示す。

3. 実験

実験に用いる試料として、SiO₂(膜厚 300nm)付きの Si ウェハ(4 inch)に膜厚 100nm の欠陥を作成したものを用いた。実験では連続視野角方式を用いるために、試料を載せたステージの移動と CCD カメラによる反射光の画像取り込みを繰り返し行った。なお、画像は固定カメラで基板全体の反射光強度を一括して撮影することで取得した。

その後、取り込んだ画像を解析することで角度-反射光強度特性を求め、パーティクルを検出した。その結果を Fig.2 に示す。この実験では 100 μ m/pixel の画素分解能を持つ画像を用い、50 μ m のパーティクルを検出することができた。

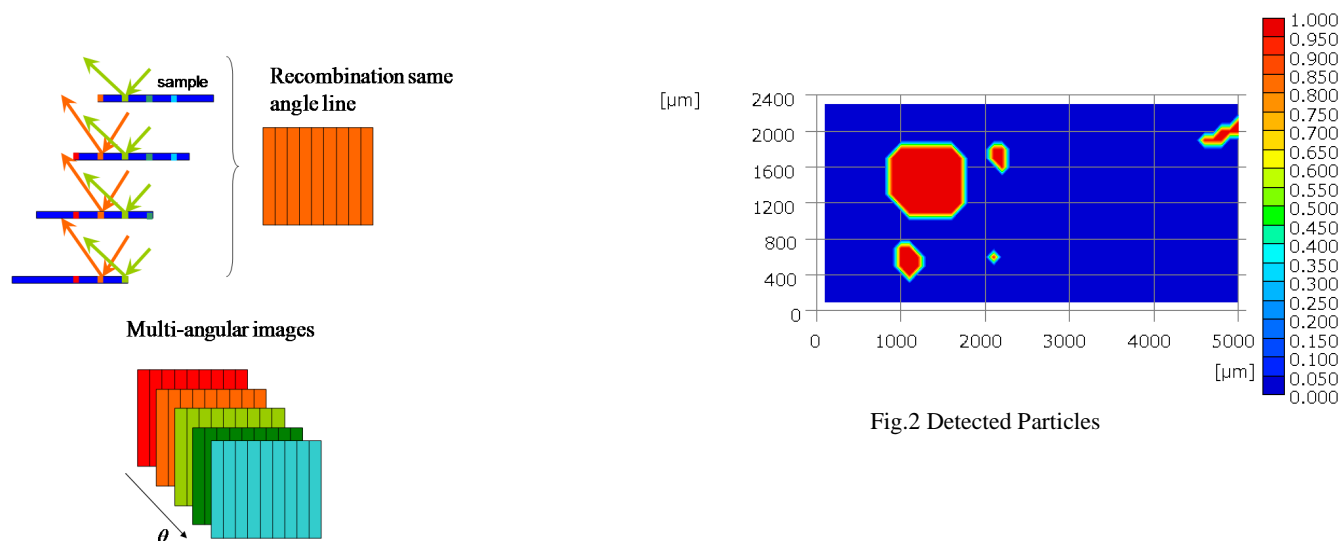


Fig.1 Glancing method of Multi-angular Images

Fig.2 Detected Particles

電子線照射を用いたフラーレンの構造破壊による グラフェンの生成と評価に関する研究

情報電気電子工学科 教授 久保田弘

// 学部学生 今村友紀

大学院自然科学研究科 博士後期 松川誠也

研究背景

半導体集積回路の微細化に伴い発生・顕在化してきた問題について解決する手法・研究開発のうちの一つとして新材料によるデバイスの作製が研究されている。その半導体デバイスの新材料として考えられているのがグラフェンとカーボンナノチューブと呼ばれる炭素同素体である。生産性、電気特性、光学特性など多方面に優れた特徴を持っており、ポスト Si 材料になると言われている。

研究目的

現在、これらの新材料である炭素系材料を利用した半導体デバイスを研究していくことについて材料の生産性・パターニングなど様々な課題がある。これらの課題を解決するために本研究室では、グラフェンと同じ炭素系同素体であるフラーレンへ電子線照射を行うことで構造を破壊し、自己組成化によるグラフェンの生成するEB法を提案している。本研究は構造破壊後に行うアニール処理の温度を変化させることによって構造が変化した部分の評価を行いグラフェンの生成を目指すものである。

実験方法

実験はグラフェン生成のためのアニール温度の確定を目的として行なっている。そのための方法として、酸化膜付きシリコンウエハ上にフラーレンの膜を生成し、そこに電子線を照射したサンプルを作製する。その後、2つのサンプルを600度と700度で2時間アニールを行うことで、温度に変化をつけた2種類のサンプルを作製する。これらのサンプルとアニール処理をおこなっていないサンプルの3種類のサンプルの電気特性を計測し、体積抵抗率をグラフェンやフラーレンなどの炭素系同素体と比較することでサンプルの評価を行う。計測を行う際、SEMによる観察によって電子線照射し構造が変化した部分に断線がないことを確認しておく。(図1)

結果と考察

実験結果を表した図2より体積抵抗率がグラフェンに近いものはできなかった。そのことから今回作成したサンプルではグラフェンを生成するためのアニール条件は確定できなかった。しかし、アニールを行った場合と行っていない場合では体積抵抗率に大きな変化が生じた。そのことからアニールを行う前と後では炭素の結合が変化し、電気を流しやすいグラフェンやグラファイトに近い結合になったと考えられる。このことからアニールの有用性が示される結果を得ることができた。

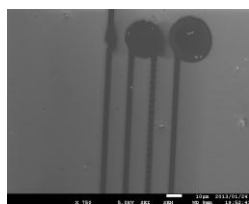


図1：電子線照射後SEM画像

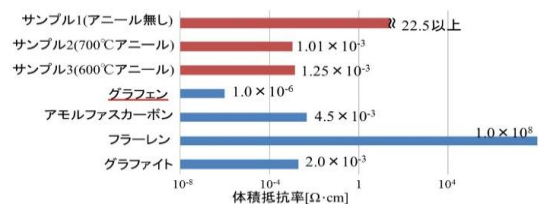


図2：サンプルの計測値と炭素系同素体の理論値

陽極酸化穴構造上への変調グラフェン作製に関する研究

情報電気電子工学科	教授	久保田弘
〃	前期課程	松尾経太
大学院自然科学研究科	後期課程	松川誠也

1. 研究背景

グラフェンは炭素原子の六員環が連なって平面上になった理想的な 2 次元材料である。理論的にはシリコン中の電子の約 2000 倍の移動度を持ち、実験的にも約 200 倍 ($200000\text{cm}^2/\text{Vs}$) の移動度を持つことが知られている。そのため、微細化限界に到達しつつある LSI・CMOS デバイスにおける Si の代替材料として注目されている。現在は Si 基板上のゲート部分に応用されており、MOSFET と比較しても遜色のない遮断周波数・駆動周波数が報告されている。ところが、グラフェンは金属特性を持つために FET (電界効果トランジスタ) におけるスイッチング制御が不可能である。グラフェンにバンドギャップを、つまり半導体特性に変化させることで、グラフェンの高移動度性をもたせつつスイッチング機能をもたせることが可能であると考えられており、グラフェンを主とした FET を実現させ、MOSFET を超える新たな素子の開発・研究が進められ始めている。

2. 本実験の目的

グラフェンリボンには欠陥・孔・不純物の置換や吸着を施すことにより、電気特性を変化させることが可能である。今回の実験ではアルミニウムを陽極酸化させたアルミナは規則性のある孔を持つことを利用して、アルミナ上にグラフェンを作製し、グラフェンリボンに孔を開けることにより孔の開いたグラフェンの電気特性を図ることが目的である。そこで、今回は EB 法を用いたグラフェン生成用の陽極酸化変調基板の作製を行った。EB 法とは電子線を用いたグラフェンの生成方法であり、本研究室で研究中である。

3. 実験概要

アルミニウムの陽極酸化処理によりアルミナ基板を作製し、その後、マグネトロンスパッタリングにより SiO_2 を成膜する (図 1)。今回は成膜時間を 10min, 30min, 60min と変えて考察を行った。作製した試料は FE-SEM (図 2) を用いて観察を行う。

4. 実験結果

実験により、変調度が SiO_2 の膜厚、アルミナ孔の周期に依存し、xy 軸方向と、z 軸方向に変調した陽極酸化穴構造基板を作製できた。 SiO_2 の成膜時間による変化はあまり観察できなかった。

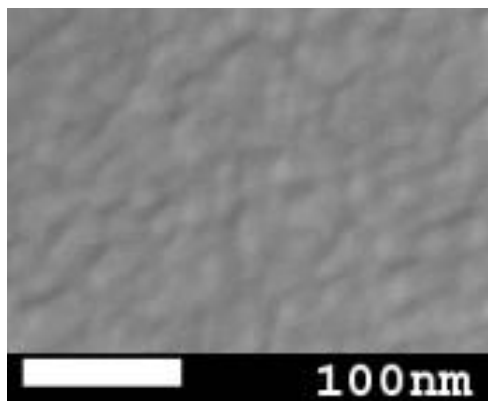


図 1 : SiO_2 成膜時間 (30min)



図 2 : FE-SEM

Ion Beam Assist 法を用いた a-Si:H 膜への過剰水素添加に関する 研究

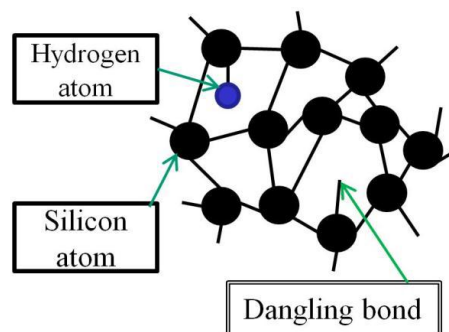
情報電気電子工学科 教授 久保田 弘
" 学部生 美山 和樹
大学院自然科学研究科 前期課程 ンダギジマナ・ジャスティン

今まで、化石燃料を主なエネルギー源として用いるようになり、日常生活を始めとした運輸、通信、生産等、あらゆる場面で消費することにより発展を続けてきた。しかし、長い時間をかけて地球に蓄積された化石燃料資源は有限のものであり、さらに、エネルギーを取り出す際には環境へ大きな負荷を与えている。これらの問題を解決する方法として「新エネルギー」が挙げられる。このエネルギー源は、「技術的に実用段階に達しつつあるが、経済性の面での制約から普及が十分でないもので、石油代替エネルギーの導入を図るために特に必要なもの」と定義されており、盛んに研究開発が進められている。

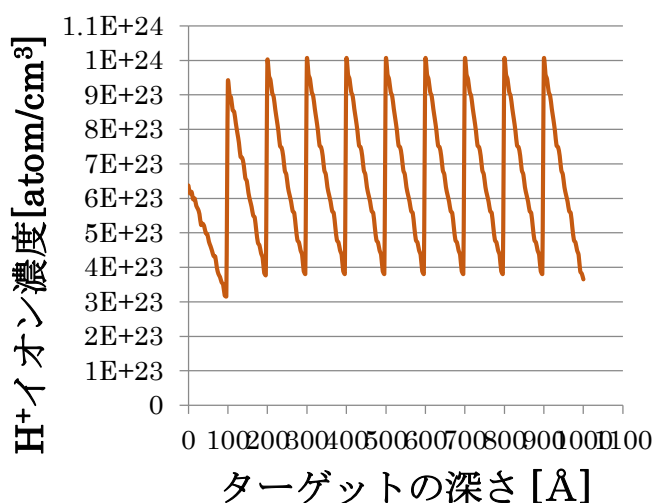
近年、太陽光エネルギーを直接電気エネルギーに変換し、発電プロセスにおいてクリーンなエネルギー源である太陽光発電に注目が集まっている。太陽電池の主な材料はSi(シリコン)であり、その結晶状態により、単結晶Si、多結晶Si、アモルファスSi (a-Si) に分類される。a-Siは、結晶系Si (単結晶Si、多結晶Si) に比べると変換効率(太陽エネルギーを電気エネルギーに変換する比率)が低く、コストは安価であるという特徴を持っている。

a-Siの変換効率が低い要因に、a-Si膜に多量に含まれる結晶欠陥(原子配置の不安定さに起因するダングリングボンドのこと)が挙げられる。この結晶欠陥を取り除くことがa-Siにおける必須事項であり、方法としてダングリングボンドに水素のドーピングを行う方法が存在している。

本研究室では、水素の打ち込む手法としてIon Beam Assist法を提唱しており、これは成膜とイオンビーム照射による水素ドーピングを交互に行い、理論上、a-Si膜中に均一な水素ドーピングが可能であり、これによりa-Si:H膜を成膜することができるといった研究である。



図：a-Si:Hの結晶構造



図：過剰水素添加a-Si:H膜のH⁺濃度分布

フラーレンと電子線照射によるグラフェン形成および パターニング手法開発

大学院自然科学研究科	後期課程	松川 誠也
〃	前期課程	今村 友紀
〃	前期課程	松尾 経太
大学院自然科学研究科	教授	久保田 弘

グラフェンは炭素原子の六員環が連なって平面上になった理想的な2次元材料である。理論的にはシリコン中の電子の約2000倍の移動度を持ち、実験的にも約200倍(200000 cm²/Vs)の移動度を持つことが知られている。そのため、微細化限界に到達しつつあるLSI・C-MOSデバイスにおけるSiの代替材料として注目されている。現在の主な製法として、剥離・スタンプ法、SiC基板を高温処理、溶剤分散グラフェンの基板上塗布法等があるが、LSIプロセスには適応しているとは言い難い。現在、安定した作製・精製法でLSIプロセスへの整合を保つSi基板への直接製膜を可能とし、かつ回路パターニングに適した製膜法が待ち望まれている。グラフェンはパターニング技術が進展していないこともあり任意の場所に単層または複層グラフェンを配置し難い。そこで、グラフェンの新たな生成方法としてフラーレンの結合を破壊し、アニールによるグラフェンシートを生成することで任意の場所にグラフェンを作製・パターニングが可能であることを提案し、実験内容を示す。

C61 フラーレンを有機溶剤に溶かしスピコートを用いてSiO₂上に塗布する。サンプルをベーク・長時間アニールにより塗布した有機溶剤を取り除く。その後電子線照射により結合を破壊する(図1)。次にアニール処理を施しサンプル形成を行う。パラメータはアニール温度と時間とする。使用サンプルの概要を図2に示す。C61 フラーレンを有機溶剤に溶かしスピコートを用いてSiO₂上に塗布する。サンプルをベーク・長時間アニールにより塗布した有機溶剤を取り除く。その後電子線照射により結合を破壊する(図1)。次にアニール処理を施しサンプル形成を行う。パラメータはアニール温度と時間である。使用サンプルの概要を図2に示す。例として、600°C 1hアニール温度の場合のラマンスペクトルを図3に示す。1350cm⁻¹付近においてグラフェンではなくアモルファスカカーボンのスペクトルが見られ、アニール温度不足が予想される。現在、ここから温度変化によるスペクトルの推移等を計測し、グラフェン形成のための実験を継続している。

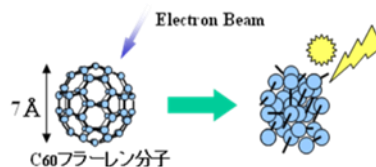


図1：電子線照射による球状構造の破壊

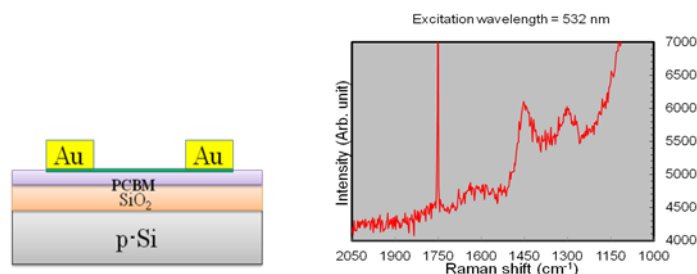


図2：サンプル概要図

図3：600°Cアニール時のラマンスペクトル

相関法による空間中の 微小パーティクルモニタリング

情報電気電子工学科	教授	久保田弘
〃	学部学生	有田龍之介
大学院自然科学研究科	前期課程	伊藤雄大

1. はじめに

近年、半導体デバイスの微細化が進んでおり、今まで許容されていたサイズのパーティクルでさえ歩留まり悪化等を引き起こす要因となっている。そのため、よりクリーンルーム内のパーティクル管理が重要になってくる。そのため、特に清浄度の高いクリーンルームにおいて広い視野で測定することを必要とするところまで来ている。相関法によるパーティクルモニタリングでは、粒子による散乱光の時間的揺らぎから粒子濃度を推測するため清浄度の高いクリーンルームにおいても粒子濃度を推測することができる。

本研究では、相関法を用いてパーティクル検出を行った結果を示す。

2. 理論

相関分光法は、光強度のゆらぎを解析しその光ゆらぎにかかわる物理量を得ようとする方法である。粒子がブラウン運動することにより光強度は領域内の粒子数の増減を反映したランダムなゆらぎとして観測される。粒子の数が少ない場合、測定領域内の少量の粒子数の変化で光強度は急激に変化するためゆらぎは大きく、粒子の数が多の場合、ゆらぎは平均化され小さくなる。このように蛍光強度のゆらぎの幅からは測定領域内の分子の数が推定できる。測定領域の大きさがわかっているならば分子の数は濃度に換算できるため、蛍光相関分光法でサンプルの濃度が測定できる。

3. 実験

実験には六方管を使用する。また、クリーンルーム中の実験により粒子は水蒸気を使用する。水蒸気の粒径は約 $15\mu\text{m}$ 、 $8\mu\text{m}$ 、 $4\mu\text{m}$ の 3 種類で、水蒸気数は多・少の 2 通りである。CCD カメラとキセノンフラッシュランプを使い散乱光のゆらぎを観測する。六方管内に水蒸気を散布し、側方からキセノンフラッシュランプの光を当て、キセノンフラッシュランプの 90 度に位置する所から CCD カメラで散乱光を撮影する。その際はファンクションジェネレータを使用しカメラとキセノンフラッシュランプを同期させている。CCD カメラで撮影したデータから粒子の流れている管内中央部分を縦横 10 画素ずつ切り取り、計 100 個の数値を加算し輝度値を求める。その輝度値のゆらぎから、粒子数を求める計算式により粒子数を求める。

4. 実験結果

どの大きさの粒子においても濃度が高いか低いかの区別をつけることは可能であり、相関法の有効性を示した。しかし、相関法は輝度値のゆらぎにより粒子数を推定するのでノイズが大きな問題となる。本実験ではノイズ対策が十分にできていないので今後の課題とする。

(卒業論文 平成 25 年 2 月 27 日)

マルチ電極を用いた PPCM による絶縁膜評価技術開発

大学院自然科学研究科 教授 久保田 弘

〃 前期課程 深 純平

〃 前期課程 ンダギジマナ・ジャスティン

1. 背景

現在、MOSFET の微細化により、ゲート長は数十 nm となり、ゲート絶縁膜である SiO₂ (酸化膜) の薄膜は 0.5nm を下回るほどに薄膜化が進んできた。しかし、絶縁膜の薄膜化が進むとリーク電流が発生しやすくなり、それに伴う半導体デバイスの信頼性の低下が懸念される。今後、半導体産業がさらなる拡大をしていく中で、高い歩留まりを維持したハイスループットなインラインでの検査技術の必要性は高まっていく。インラインでの計測を実現するためには、非破壊・非接触であることが必要不可欠となり、そのような方法として、パルス光伝導法の利用が考えられる。本研究では、パルス光伝導法による光信号の観測を目指している。

2. 理論

パルス光伝導法 PPCM(Pulse Photoconductive Method)とは、電界をかけた試料の表面に光を照射し、試料基板の電子を光励起させ、試料の分極を観察することで伝導特性の評価を行う方法である。プローブ電極を用い非接触で試料に電圧を印加し、その一定時間後にパルス光の照射を行う。パルス光の照射を行うと内部光電効果により光電子が励起され、エネルギーの高い電子はシリコン基板と薄膜間のギャップを飛び越え薄膜内に入る。薄膜中に飛び込んだ電子の挙動は薄膜の伝導率と誘電率からなる時定数に支配される。このときの電子の過渡現象が光信号として現れる。

3. 実験方法

PPCM による光伝導信号を出すための実験手順を示す。

- ・プローブ電極を使用して、高電界をサンプルウェハに印加する
- ・パルス光をサンプルウェハに照射する
- ・サンプルウェハと電極とのギャップを接触しないように少しずつ縮めていく

4. 実験結果・考察

光信号観測の様子を図に示す。結果として、プローブ電極を用いた光信号の観測にいたったことで、この方法による絶縁膜評価が可能であることが実証された。

しかし、ハイスループットを実現するためにはマルチ計測をしなければならない。そのため、現在はマルチプローブ電極（セラミック基板上に電極メッキを 102 本施したもの）を使用して、マルチ計測を実現するべく研究を行っている。マルチ電極による実験では、シングルプローブ電極に比べてプローブ径が小さく光も弱い。また、マルチ計測では、試料と電極板が接しないように電極板の平坦度を上げることも重要である。平坦度制御により、平坦度を 10 μm にまで抑えることができたが、未だ光信号の観測にいたっていない。今後、光量を上げるための工夫をして、マルチプローブ電極による光信号観測を目指す。

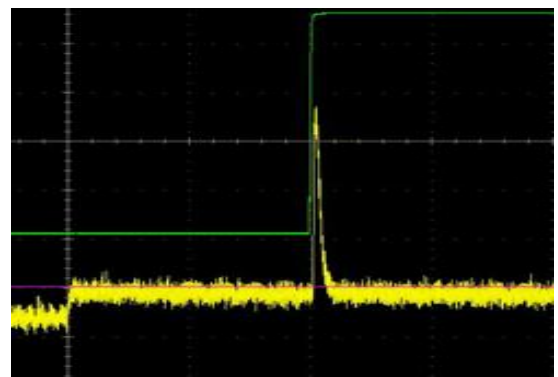


Figure 1 光信号観測の様子

キセノンフラッシュランプを用いた 空間中の微小パーティクル検出手法の研究開発

情報電気電子工学科	教授	氏名	久保田 弘
〃	学部学生	氏名	有田 龍之介
大学院自然科学研究科	前期課程	氏名	清水 隆広

1. 研究背景と目的

パーティクルの影響は昨今半導体の微細化が進むにつれて相対的に大きくなってきており、歩留り低下の一つの要因となっている。半導体装置を扱うメーカーの対策としては突発的なパーティクルの発生を防ぐために装置の定期的なメンテナンスを行い、装置内のデバイスへ影響を与えないようにしている。しかし、そのためには半導体装置を停止させる必要があり、生産ラインを止めなければならない。製品のスループットに影響を与える。そこで、ますますの製品のスループット向上の第一歩として、本研究ではクリーンルームまたは半導体装置中のパーティクルの軌跡を可視化することで、パーティクルの発生源や軌道を監視することを目的としている。その目的を達成することで未然にパーティクルの発生や対策を講じる参考になると考えている。

2. 理論

一個の球状粒子を落下させると粒子に上向きの力を及ぼす抵抗力と浮力が作用するため、無限に粒子の速度が速くなることはなく、下向きの重力と釣り合いが取れたときにある一定の速度となる。その速度を終端速度といい、ストークスの式で終端速度 v_t は次式であらわされる。

$$v_t = \frac{(\rho_p - \rho)g}{18\mu} D_p^2$$

粒子の密度を ρ_p 、流体の密度を ρ 、重力を g 、流体の密度を μ 、粒子直径を D_p とする。

3. 実験方法

排気管を想定した六方管から粒子を落下させ、管内で粒子が散乱することができる位置にキセノンフラッシュランプを置き照射する。その照射によって散乱された光をキセノンフラッシュランプと垂直な位置に CCD カメラを置き、管内の散乱光の画像を取得する。CCD カメラの露光時間を任意の時間に設定し、その露光時間中にキセノンフラッシュランプを数回照射させ画像を取得する。その画像から粒子の速度を計算し、ストークスの式から粒子直径を算出する。

4. 結果と考察

Fig. 1 は横軸に粒子直径、縦軸に終端速度を対数でとり、両対数グラフとなっている。理論値はストークスの式から導き、実測値は実験において計測された値をプロットしたグラフとなっている。本実験では $10 \sim 50 \mu$ 程度の粒子直径の粉を落下させている。Fig. 1 から粒子直径が大きくなると終端速度が速くなっていることがわかり、また実測値が理論値に近い勾配でプロットされていることもわかる。

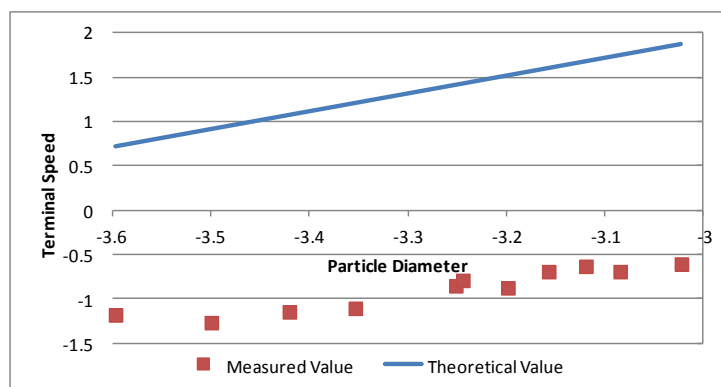


Fig.1 Terminal Speed versus Particle Diameter

光伝導プロービングによる 10nm 世代半導体MO S 絶縁超薄膜の インライン評価手法開発

大学院自然科学研究科	教授	久保田	弘
大学院自然科学研究科	前期課程	ンダギジマナ	ジャスティン
大学院自然科学研究科	前期課程	深	純平

本研究では、微細化に伴って原子スケールの薄膜となる絶縁酸化膜の電気伝導性をインラインで計測する技術開発を目指しています。

従来のゲート酸化膜の特性評価は、酸化膜に電界を印加することで絶縁破壊を起こし、その結果を基に通常動作範囲における寿命を推定評価する方法が一般的です。具体的な方法として TEG 評価による加速寿命試験などがありますが、これらの方法は絶縁膜の破壊を伴った特性評価であるため、インラインプロセスへの適用は不可能です。また、非破壊の評価方法として、光学式や X 線式などがありますが、酸化膜の電気的特性を間接的にしか評価できないという課題があります。

そこで、本研究では、光パルスを用いて絶縁膜に流れるリーク電流伝導率に着目し、非破壊・非接触で直接的に評価する方法を提案しました。通常、絶縁膜試料に電界を印加すると、絶縁膜は充電されますが、分極効果によって試料内の電界は緩和されていきます。このとき、試料内電界の時間変化率は伝導率と誘電率の比からなる時定数に支配されているため、電界緩和の時定数を計測することで、絶縁膜の特性を評価することができます。この原理を応用し、試料に光パルスを入射し、光電効果により発生させた光キャリアを用いて試料内の電界を観測する方法が Pulse Photo Conductivity Method(PPCM)です。本実験においては、PPCM によって非破壊・非接触で 300mmWafer 全面のゲート絶縁膜の絶縁性能を測定する技術開発と、その装置化研究が行われました。

5nm の絶縁薄膜付き 300mmWafer 全面を 170point 計測し、リーク電流伝導率のマッピングを行いました。装置化のため、300mmWafer の全面計測を 1 分で完了するスループットを目指し、電界印加と光パルス入射プローブを複数点に配置したマルチプローブの開発を行いました。今後は、マルチプローブでの光信号の測定のために、装置構成の改良を行い、光ロスを防ぐことで、光パワーを最大にする。

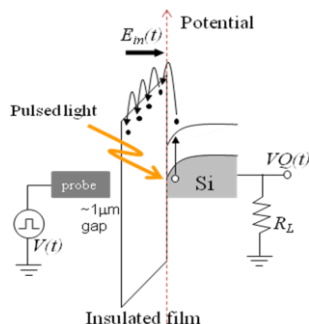


Fig. 1 パルス光伝導技術の原理

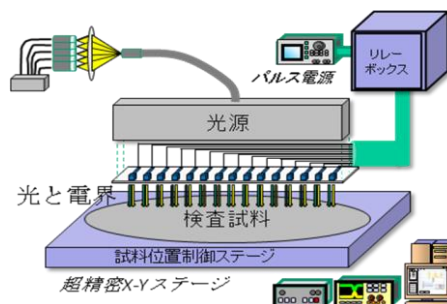


Fig. 2 PPCM 装置構成