工学部研究機器センター報告第 47-48 号刊行にあたって

熊本大学工学部附属工学研究機器センター
センター長
町田　正人

工学部研究機器センター報告第 47-48 号（合併号）をお届けいたします。

本報告は平成 26 年 4 月から平成 28 年 3 月の間に，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て実施された研究の成果をまとめたものです。多くの利用者の皆様から寄せられた総数 8 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。

工学研究機器センターの機器利用状況データを収集し分析を行ったところ，平成 27 年度利用件数は延べ 1092 件に上り，改めて活発な稼働状況が浮き彫りとなりました．工学部で推進されている研究およびプロジェクトにおいて先端機器の利用はもはや必須であり，本センターの果たす役割はきわめて大きいものになっています。今後も引き続き本センターの機器の充実を図る取り組みを推進するとともに，利用促進セミナーおよび基礎分析技術セミナーなどの教育的取り組みを通して，より多くの教職員ならびに学生の方々に利用していただけるようにつとめてまいります。皆様におかれましては，今後なお一層，本センターの運営にご支援とご理解を賜るよう，宜しくお願い申し上げます。

熊本大学工学部附属工学研究機器センター報告 -第 47-48 合併号- 研究課題

【工学部 情報電気電子工学科】

47-48_1　水素注入によるグラフェンの SOI 構造への応用

47-48_2　パルス光伝導法を用いたマルチ測定装置の開発

47-48_3　電子線描画装置を用いたパターニンググラフェン作製

47-48_4　水素注入によるグラフェン半金属の半導体化

47-48_5　反射型レチクルフリー露光装置を用いた伸縮基板対応アライメント方式の開発

47-48_6　パーティクル高精度検出手法の開発と相関法実測結果との照合

【工学部 機械システム工学科】

47-48_7　Effect of particle size on biological response by human monocyte-derived macrophages

47-48_8　Textured bearing surface in artificial joints to reduce macrophage activation

水素注入によるグラフェンの SOI 構造への応用

情報電気電子工学科　教授　久保田弘
大学院自然科学研究科　前期課程　西口博樹
大学院自然科学研究科　後期課程　松川誠也
熊本大学工学部　技官　吉岡昌雄

1.研究背景

半導体デバイスの高性能化が進むにつれて、半導体素子の微細化、集積化が求められてきた。しかし、これまで半導体材料として主流であるシリコンでは、様々な問題が生じ、微細化に限界が見えてきた。そこで、シリコンの 100 倍以上の電子移動度を持ち、シリコンに代わる半導体材料として期待されている”グラフェン”に注目が集まっている。このグラフェンですべてのデバイス構造を作製できれば、これまでの半導体の限界を超える高速トランジスタの実現が可能であると考えられている。本研究の最終的な目標として、シリコンを用いず、すべてグラフェンで MOSFET の作製技術を確立することを掲げている。

2.目的

シリコンのデバイスにおいて、Si 基板上に絶縁体である SiO_2 の層があり、その上にシリコン薄膜があるという SOI（Silicon on Insulator）構造がある。これは LSI の高速化や低消費電力化が可能な技術であるが、この薄膜形成技術をグラフェンに応用したいと考えている。グラフェンにイオン注入をして、図.1 のように内部に絶縁層を作ることで、グラフェンを上下で分離し、上に薄膜グラフェンを形成することを目的とする。

3.実験方法

グラフェンは研究室で提案されているエレクトロンビーム法により作製する。これはフラーレンに電子線を照射することでその球構造を破壊し、その後アニール処理することによりグラフェンが生成されるという方法である。（図.2）また、先行研究より、グラフェンに水素を付加させると絶縁体になることが分かっている。これを用い、作製したグラフェンサンプルに水素イオンビームを打ち込み、内部を絶縁体にさせる。イオンビームはシミュレーションで求めた照射エネルギー及び計算したドーズ量で注入した。

4.結果と考察

水素を注入していないサンプルと水素を注入しているサンプルの電気特性を測定することにより比較を行った。上下方向の電気特性を測定して抵抗値を求めたが、注入前のサンプルより注入後のサンプルの方が抵抗値が小さいという結果になった。これは内部が絶縁体に変化しておらず、求める構造ができていないと考えられ、イオンビームによりグラフェンが削れただけだった。内部に絶縁層を生成するためにはグラフェンと水素の結合を強める必要があると考えている。

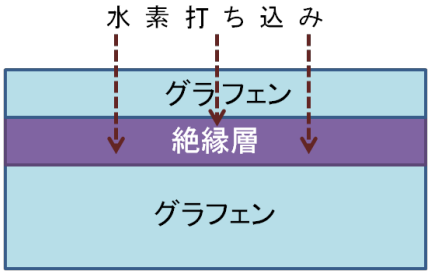


図.1 目標とする構造

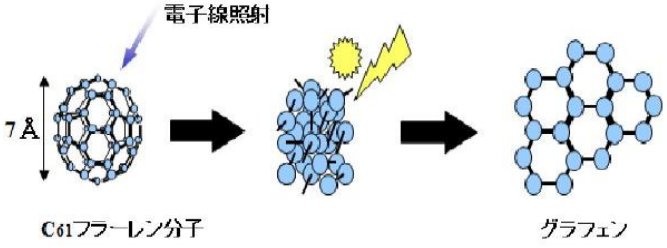


図.2 エレクトロンビーム法

パルス光伝導法を用いたマルチ測定装置の開発

大学院自然科学研究科　前期課程　清水　公志郎
〃　前期課程　長野　聖央
大学院自然科学研究科　教授　久保田　弘
熊本大学工学部　技官　吉岡　昌雄

はじめに

近年、LSI の高集積・高性能化によってゲート酸化膜の薄膜化が進んでいる。それに伴い、リーク電流の生じやすさが問題となり、ゲート酸化膜の絶縁性能の評価にはより信頼性の高い技術が必要となってきた。ゲート酸化膜の信頼性を得る従来の方法は破壊試験である。しかし、この方法の場合、サンプル抜き取りによる歩留まりの低下、などといった欠点がある。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検査技術の必要性は高まっていくことは明らかである。そこで本研究では、絶縁膜の非破壊・非接触の電気的特性の直接評価方法としてパルス光伝導法(PPCM)による新しい絶縁膜特性評価技術を提案し、この方法を応用した計測装置開発を目指す。

パルス光伝導法とは

パルス光伝導法とは、電圧を印加した薄膜試料に光を照射することで光励起電子を生成し、生成した励起電子を薄膜内伝導させることで試料内の内部電界の緩和を観察し、薄膜の電気的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。パルス光伝導法による測定の様子を Fig1 に示す。電圧を印加した後にパルス光を照射すると、薄膜内電界に沿った励起電子の挙動が光信号として観測される。内部電界の時間変化率は薄膜の伝導率と誘電率からなる時定数に支配されるため、パルス光を入射するまでの時間を変化させることで光信号の時間変化を観測し、絶縁膜の電気的特性の評価を行うことができる。

インライン測定装置

ハイスループットな計測のためには１ポイント毎の測定装置ではなく、多数のポイントを同時に測定できる装置が必須である。Fig2 に示すように 300mm ウエハを１万ポイント/分で計測可能で、面内の特性マッピングを行えるインラインウエハ測定装置を開発中である。

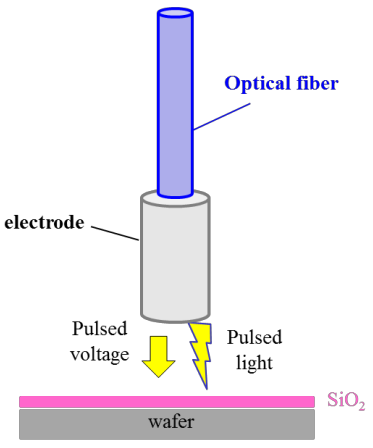


Fig1 ： Pulse Photo-Conductivity Method

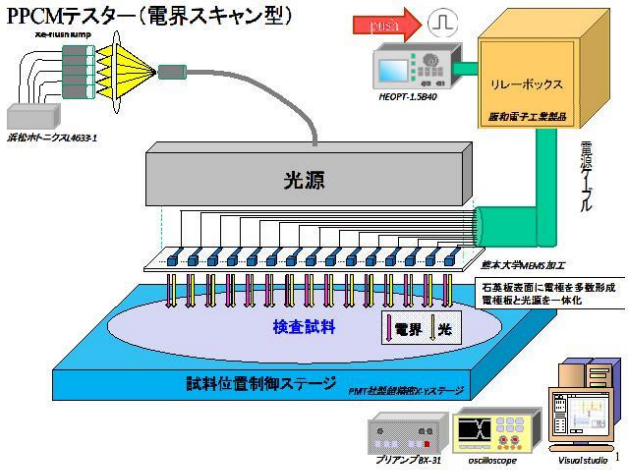


Fig2 ： PPCM Tester Model

(応用物理学会九州支部学術講演会 Vol.40 2014.12)

電子線描画装置を用いたパターニンググラフェン作製

—EB 法によるパターニンググラフェンの伝導率向上—

大学院自然科学研究科　教授　久保田　弘
〃　前期課程　伊﨑　貴生
〃　後期課程　松川　誠也
熊本大学工学部　技官　吉岡　昌雄

1.背景

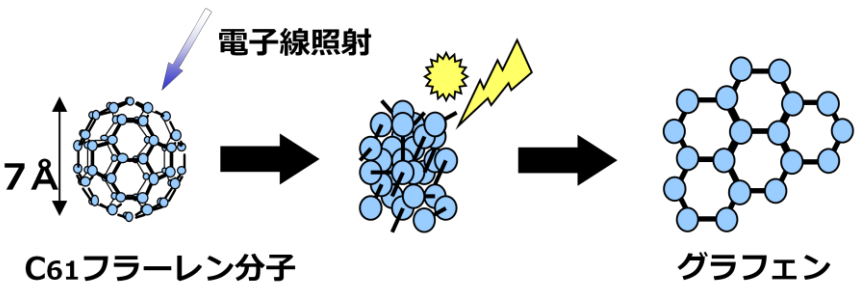
今までの半導体デバイスは微細化によって素子の集積度を上げ、性能向上を成してきた。しかし、微細化も原子レベルまで到達してしまい、今まで無視できていたリーク電流の問題や配線遅延の問題など様々な問題が顕著に現れてきた。そこで、この問題を解決するために今まで用いてきた材料をシリコンではなく他の半導体材料をベースにすることで様々な問題を解決しようと試みている。その中の材料の 1 つにグラフェンがある。なぜグラフェンに注目が集まっているかというと、グラフェンはシリコンの約 100 倍の電子移動度があることが確認されているためである。これはシリコンとグラフェンで同じ大きさの半導体デバイスを作った場合ではグラフェンの方がシリコンよりも 100 倍の性能を持つことをあらわしている。しかし、グラフェンは近年見つかった新材料であるため、まだまだ欠陥が少なく大面積なグラフェンを作製することは難しい。そこで私の研究室では電子線描画装置を用いたパターニンググラフェンの研究を行っている。

2.理論

電子線描画装置を用いてフラーレン分子に電子線を照射し、フラーレン分子の構造の一部を破壊することでアモルファス状にする。その後アニールを行うことによって自己組織化を促し、グラフェンを作製する。この手法を用いることによって、容易に基板上にグラフェンを直接作製することができ、電子線描画装置を用いることで自由自在なパターニングが可能となる。またマルチビームを用いることで大面積化が可能などのメリットがある。

3.実験

SiO_2 の基板上にクロロホルムにフラーレン C_{61} を溶かした PCBM 溶液をスピンコートで塗布を行う。その後プリベークを行なってクロロホルムを揮発させることによって基板上にフラーレン膜を形成し、電子線を照射し構造変化を引き起こす。電子線照射部分以外は不要なためクロロホルムによって除去し、アニールを行う。アニール温度は約 1200 度で行い、作製したサンプルに電極をリフトオフで作製し、電気特性を測定する。また作製したサンプルがグラフェンと特定するためにラマン分光法用いて作製したサンプルの同定を行う。



図：電子線描画装置を用いた Electron Beam 法

水素注入によるグラフェン半金属の半導体化

大学院自然科学研究科　　教授　　久保田　弘
〃　　前期課程　正木　良武
〃　　後期課程　松川　誠也
熊本大学工学部　　技官　　吉岡　昌雄

背景

現代の情報化社会の発展の背景には，様々な電子機器の中枢を担う集積回路の高性能化がある．集積回路の高性能化は，半導体素子の微細化によって達成されてきた．しかし，従来のようなシリコンを材料としたトランジスタの微細化による高性能化は，限界に達しつつある．そこで，新材料による性能向上が研究されており，シリコンの 100 倍もの電子移動度を持つ炭素材料グラフェンが注目されている．グラフェンは炭素原子がハニカム状に連なった 2 次元シートであり，非常に優れた強度や温度耐性を持つ．シリコンを高い電子移動度を持つグラフェンに置き換えれば，高応答性のトランジスタが実現できる．しかし，グラフェンは半金属的性質を持っており，半導体の持つバンドギャップがない．バンドギャップなしでは，グラフェンをスイッチングトランジスタの材料として使用した場合に電流を十分に遮断できない．本研究では，グラフェンを半導体化させ，バンドギャップを持たせることを目的としている．

実験

本研究室ではグラフェンの作製に EB（エレクトロンビーム）法を用いている．このグラフェンに対し水素イオンを注入する．イオンビーム装置はチャンバーに取り付けられており，真空状態にして水素イオンを照射する．図 1 に水素イオン注入の概要図を示す．イオンビームのエネルギーは 100～600eV の間で変化させ，いくつかのサンプルを用意し，そこに計測のための Ti・Pt 電極を蒸着により作製した．今回は四端子法にて抵抗温度を測定することにより，水素注入が及ぼしたグラフェンの半金属的性質への影響を見た．結果としては，図 2 のグラフに示すように，照射エネルギーが小さい場合，特に今回の実験では 200eV 以下のエネルギーにおいて，金属的な抵抗温度の動きから微小な変化が見られたが半導体性質にはまだ程遠い様子であった．

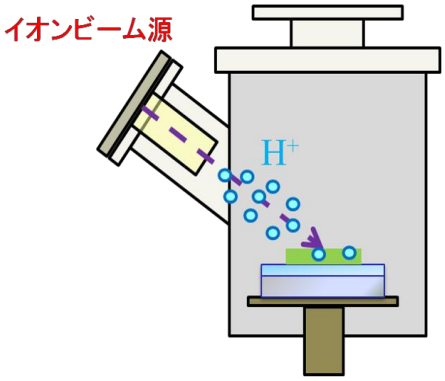


図 1：水素注入の概要図

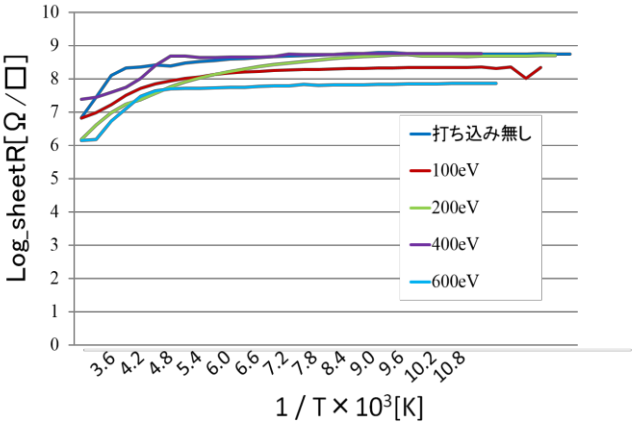


図 2：抵抗温度特性の計測結果

反射型レチクルフリー露光装置を用いた
伸縮基板対応アライメント方式の開発

情報電気電子工学科　　教授　　久保田弘
大学院自然科学研究科　　前期課程　　長野聖央

1. はじめに

1. 研究背景

我々の身の回りにはノート PC やスマートフォンに代表される小型情報機器が多数存在する．これらにはフレキシブルプリント回路基板(FPC : Flexible Printed Circuits)が採用されており，FPC 基板がこれらの機器の小型化，軽量化，高機能化に応用されている．しかし一方で，パターニング工程の際に不均一な歪みが発生する欠点があり，この歪みによってそれ以降の工程でアライメントを行うことが困難となる．これを解決するため，実際に歪みが発生したパターンを解析することで最適なコンタクトホールを作製する手法を考案した．

2. 原理

配線パターン(以下，パターン A)とそれが歪んだものを想定したパターン(以下，パターン B)を用意し，それぞれのコンタクトホールを検出する．その後，パターン A のコンタクトホールを頂点としてパターン A にドロネー三角形分割を施し，図 1 のように三角形メッシュを作成する．その後にパターン A とパターン B の等関係の各三角形に対してアフィン変換行列を求めることで，その三角形内での変化率を得ることができる．これを全ての三角形において行い，得られた行列を用いて以降の露光パターンを補正する．

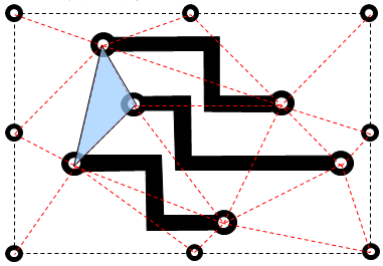


図 1：配線パターンと三角形メッシュ

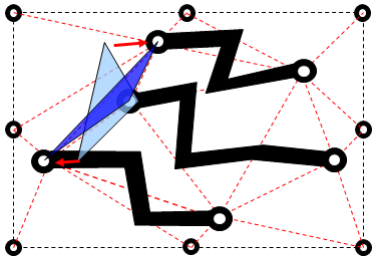


図 2：歪んだ配線パターンと三角形メッシュ

3. ソフトウェア作成

このシステムを開発するに際して，C#を用いて画像読み込みから補正後画像出力までを行うソフトウェアを作成した．主な機能は以下の通りである．

- 画像の入出力を行う．
- 任意の枚数画像を結合し，処理を適用後再び分割して出力する．
- ドロネー三角形分割におけるある点の包含判定，局所最適判定を行う．
- アフィン変換のために 3 元 1 次連立方程式の解を求める．
- 求めた行列を用いて入力された画像を補正する．

4. 結果

配線が歪んだパターンのアフィン変換行列を露光パターンに適用し，適用前後の画像を歪んだ配線パターンに重ねあわせると図 3(a)と図 3(b)が得られた．図 3(a)と図 3(b)でコンタクトホールのカバー率を調べると，図 3(a)の場合は非常に低いカバー率であったが，図 3(b)ではカバー率がすべて 100%になるという結果が得られた．

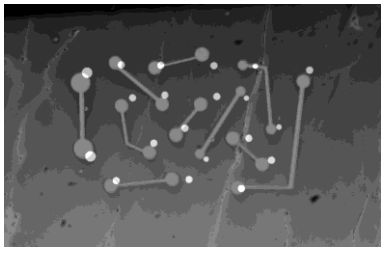


図 3(a)：補正前露光パターン重ねあわせ

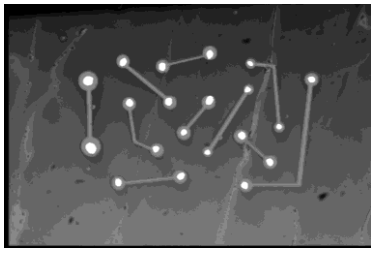


図 3(b)：補正後露光パターン重ねあわせ

パーティクル高精度検出手法の開発と相関法実測結果との照合

情報電気電子工学科　　教授　　久保田弘
大学院自然科学研究科　　前期課程　　田中利明
熊本大学工学部　　技官　　吉岡昌雄

1.研究背景と目的

半導体デバイス微細化・高集積化に伴い，故障の要因となるパーティクルの大きさが年々微小化しており，パーティクルによる歩留まりの低下が問題視されている．そのため，クリーンルーム内のより厳密なパーティクル管理を行う必要性がある．

本研究では空間中の粒子に光を照射した際の散乱光を取得することにより，パーティクルの移動方向， 速度，パーティクルの濃度を可視化する．これによりどのエリアに粒子が多いかやどのエリアにパーティクルが流れているかを判別することにより，パーティクル対策を施すことが可能となり，歩留まりを高く維持することができると考えている．

2.理論

相関法とは，検出範囲内で動いている粒子に光を照射することにより発せられる散乱光強度の時間的揺らぎを測定し，相関をとることによって，粒子の情報を得るというものである．本研究では，2 箇所の検出領域から発せられる散乱光強度の時間的揺らぎを測定し，相関をとることによって 2 箇所間を移動する粒子の速度を求める．ある間隔で区切られた 2 つの散乱光検出領域を用いて，2 つの領域 A，B それぞれで散乱光強度を測定し，相互相関関数（図 1）により相関をとることで 2 箇所間を移動する粒子の速度を算出し，気流を観測する．

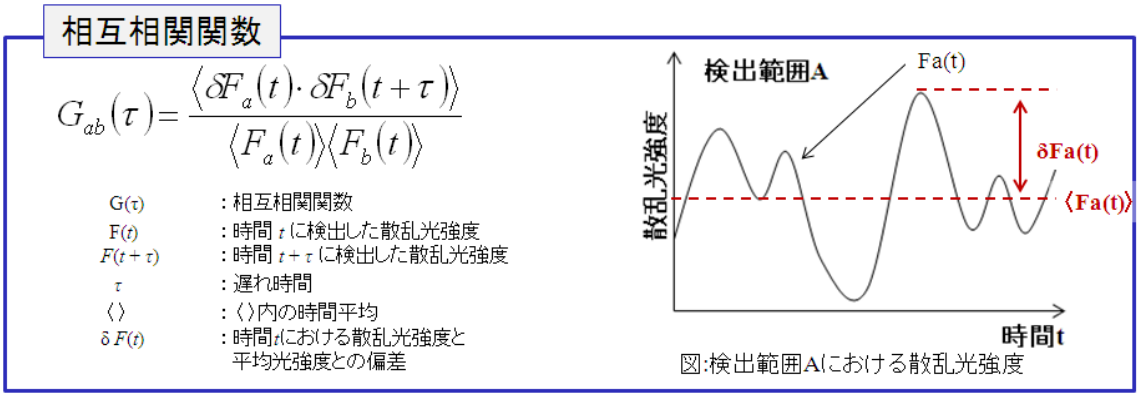


図 1：相互相関関数

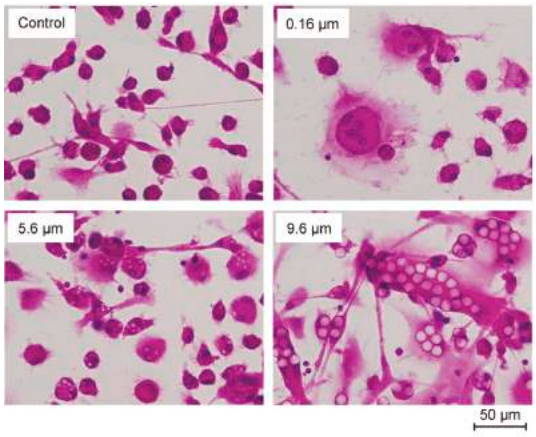
3.実験方法

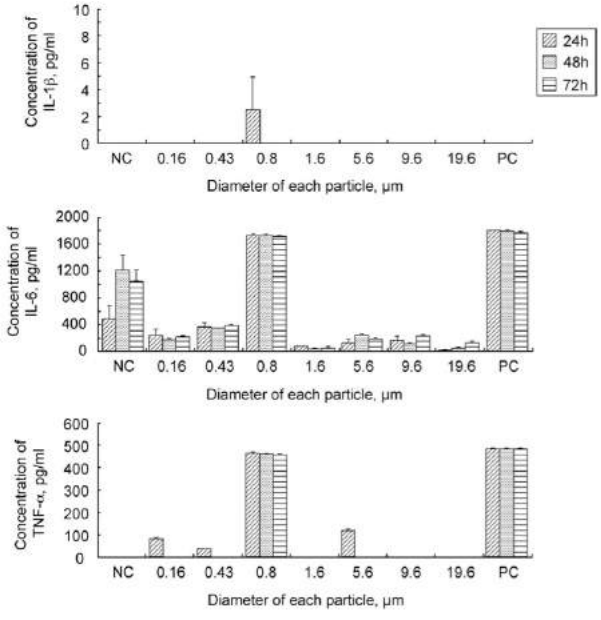
本実験では、CCD カメラとキセノンフラッシュランプを使い散乱光強度を測定する。空間中に漂うパーティクルにキセノンフラッシュランプの光を照射し、キセノンフラッシュランプの 90 度に位置するところから CCD カメラで 2 つの検出範囲 A,B からの散乱光を取得する。 検出範囲 A のデータの散乱光強度と検出範囲 B のデータの散乱光強度で相関をとり、最も相関が高いときの時間と、2 つの検出範囲間の距離から風速を算出する。このとき、2 つの検出範囲間の距離は，検出範囲 A の中心から検出範囲 B の中心までの距離とする。

Effect of particle size on biological response by human monocyte-derived macrophages

大学院自然科学研究科　前期課程　近浦裕斗
大学院自然科学研究科　准教授　中島雄太
生命科学部　講師　藤原幸雄
生命科学部　准教授　菰原義弘
生命科学部　教授　竹屋元裕
大学院自然科学研究科　教授　中西義孝

Ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) wear particles from artificial joints induce osteolysis and the subsequent loosening of implants. Studies have reported that particles in the size range of 0.1–10 μm are the most biologically active in macrophage immune response. To develop prosthetic joints with greater longevity and durability, it is crucial to understand the deleterious effects of wear particles. In this study, to evaluate the effects of particle size on the activities of human monocyte-derived macrophages (HMDMs), seven differently sized particles of polymethylmethacrylate (PMMA), in the range of 0.1–20 μm, were prepared. Viability and the secretion of cytokines were evaluated after phagocytosis of each size particles by HMDMs. Differences in the viability of HMDMs after phagocytosis of particles sized 0.16–9.6 μm were statistically significant. Proinflammatory cytokine production of both tumor necrosis factor-α and interleukin-6 by HMDMs was strongly induced by 0.8 μm PMMA particles. Consistent with the fact that macrophages are known to respond to pathogens measuring approximately 1.0 μm in size, in this study, PMMA particles measuring 0.8 μm in size induced an immune response. This work provides fundamental data for the designing of surface profiles of prosthetic joints, Which may expect the lower incidence of immune response.



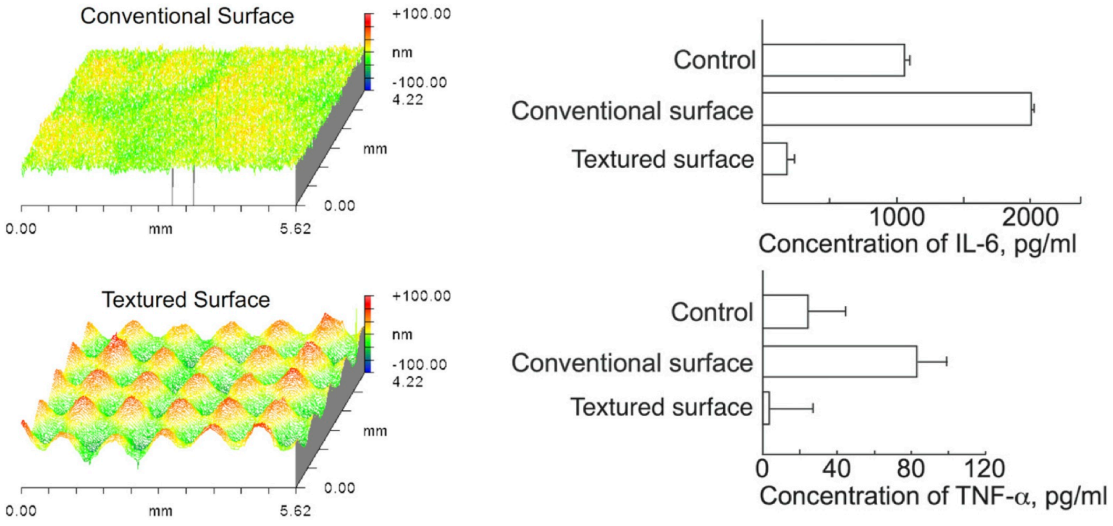


（Biosurface and Biotribology, DOI: 10.1016/j.bsbt.2016.02.003.）

Textured bearing surface in artificial joints to reduce macrophage activation

大学院自然科学研究科　教授　中西義孝
大学院自然科学研究科　前期課程　西　真生
大学院自然科学研究科　前期課程　近浦裕斗
大学院自然科学研究科　准教授　中島雄太
愛媛大学大学院医学研究科　教授　三浦裕正
九州産業大学工学部　教授　日垣秀彦
生命科学部　教授　水田博志
九州大学大学院医学研究院　教授　岩本幸英
生命科学部　講師　藤原幸雄
生命科学部　准教授　菰原義弘
生命科学部　教授　竹屋元裕

Micro slurry-jet erosion has been proposed as a precision machining technique for the bearing surfaces of artificial joints in order to reduce the total amount of polyethylene wear and to enlarge the size of the wear debris. The micro slurry-jet erosion method is a wet blasting technique which uses alumina particles as the abrasive medium along with compressed air and water to create an ideal surface. Pin-on-disc wear tests with multidirectional sliding motion on the textured surface of a Co–Cr–Mo alloy counterface for polyethylene resulted in both a reduction of wear as well as enlargement of the polyethylene debris size. In this study, primary human peripheral blood mononuclear phagocytes were incubated with the debris, and it was elucidated that the wear debris generated on the textured surface regulated secretion of the proinflammatory cytokines IL-6 and TNF-α, indicating a reduction in the induced tissue reaction and joint loosening.



（Surface Topography: Metrology and Properties, DOI: 10.1088/2051-672X/3/044005）