

令和 4 年 6 月 21 日現在

機関番号：13801

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04530

研究課題名(和文) ナノ構造電子源を用いた超高分解能マイクロフォーカスエックス線源に関する研究

研究課題名(英文) A Study on High-Resolution Micro-Focus X-ray Devices Using Nanostructured Electron Sources

研究代表者

文 宗鉉 (MOON, Jonghyun)

静岡大学・電子工学研究所・助教

研究者番号：30514947

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：均一性に優れた先鋭な $\mu\text{m}$ から $\text{nm}$ サイズの微細構造作製が容易なマイクロエレクトロメカニカルシステム技術の一種、独自の転写モールド法を用いることで、電子放出面積や電子放出点などが可変で、エックス線ビームフォーカスが決められる、極微小電子放射源を用いた超高精細・高分解能のエックス線発生源として、エミッタ基底部長さが $1570\text{nm}$ から $41\text{nm}$ 、エミッタ先端極率が $2.8\text{nm}$ の先鋭な極微小であり、 $1.3\%$ の電子放出電流変動率を持つ高安定性先鋭な極微小電子放出源を作製し、エックス線出力変動率が $1\%$ 程度の高安定性及び焦点サイズが数十 $\mu\text{m}$ レベルの高分解能エックス線発生源用ナノ微細構造電界放出アレイの試作が成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

高安定性・数十 $\mu\text{m}$ レベルの焦点サイズを持つナノ微細構造電界放出アレイを用いた高分解能マイクロフォーカスエックス線源の基礎研究により、先進的医療機器の創出の可能性を秘めており、医学と工学の発展に寄与するという学術的・学際的に大きな意義がある。

研究成果の概要(英文)：Stable and high-resolution micro-focus X-ray devices have been developed by using nanostructured electron sources and Transfer Mold emitter fabrication method to realize highly efficient and high-resolution x-ray sources. Nanostructured Transfer Mold emitter arrays have the base-length, emitter-tip size and emission current fluctuations of as low as  $41\text{ nm}$ ,  $2.8\text{ nm}$ , and  $1.3\%$ , respectively. Moreover, extremely stable and high-resolution micro-focus X-ray devices have as low as stability of  $1\%$  and microlevel focal size.

研究分野：電子デバイスおよび電子機器関連

キーワード：電子デバイスおよび電子機器関連 MEMS・NEMS マイクロフォーカスエックス線 転写モールド法エミッタ作製方法

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

近年、大型化から小型化へという産業構造の変化による携帯電話、パソコン、液晶パネルや記憶装置、半導体部品などの検査等の工業分野にエックス線が広く利用されている。また、医療診断装置分野として癌の診断や治療等に細胞レベルの高解像度映像の要請があり、その形状も従来の球型から大面積平面型や小容積型などの様々な形状の高性能・高解像度エックス線源が切望されている。そのため、カーボンナノチューブ電界電子放出エミッタアレイを用いたマイクロフォーカスエックス線源が広く開発されているが、従来のカーボンナノチューブ等はエミッタ構造不均一性、電子放出位置ばらつき等のエミッタに起因した微小電子源の破壊・劣化、電流の揺らぎ(通常:  $\pm 5\%$  ~ 数 1000%)、電子ビームの形状不均一性等が障害となり未だに実用化されていない。カーボンナノチューブを利用したエックス線発生源は、10%以上の電子放出電流の揺らぎによるエックス線出力の不均一性のため、透過像の分解能が 30 ~ 100  $\mu\text{m}$  程度であり、追加的電流安定化素子が必要という欠点がある。微小電子源を用いたマイクロフォーカスエックス線源の実用化のためには、超精密位置制御の確立、電界電子放出特性や動作特性の変化の解明が不十分であり、ナノスケールオーダーの位置・構造制御などは必須である。電流変動率が極めて低い安定な電子放出特性を持つ、電子ビームの角度を 1 度以下及びビームスポットの直径を数  $\mu\text{m}$  以下に調整可能な転写モールドエミッタアレイを用いることで、透過影像に陰影がなく、歪曲がない高分解能エックス線源が実現可能である。

転写モールド法エミッタ作製技術は、研究協力者(中本正幸)が基本特許を取得した独自技術であり、この作製技術を利用して、基底部長さが 50 ~ 100nm の電流変動率 1% 以下の高安定先鋭な極微小電子放出源を作製し、エックス線出力変動率が 1% 以下であり、焦点サイズ数  $\mu\text{m}$  レベルの高安定・高分解能マイクロフォーカスエックス線源の開発は、国内外において類似の研究は存在しない。本研究は、微細な構造が要求される高分解能マイクロフォーカスエックス線源作製に MEMS 技術を積極的に利用し研究を推進するという特色を有する。独自の MEMS 技術を積極的に利用した研究は、これまでに例がなく独創的である。

MEMS 技術の一つである転写モールド法を用いることで、特徴的な先鋭微小電子放出源を作製することができ、大面積化から小容積化に対応が可能な電子放出面積や電子放出点などが可変でエックス線ビームフォーカスが決まる、超高精細の微小電子源アレイを用いたマイクロフォーカスエックス線源の実現が期待できる。

転写モールド法は、材料の種類によらず先端先鋭性と均一性に優れた微小電子放出源を作製することができ、高硬度・高化学安定性のあるアモルファスカーボン等材料エックス線源を作製可能である。様々な材料により電極を作製・評価することで、様々な材料の特性を正確に評価することができるという特色を有している。

カーボンナノチューブを利用したエックス線発生源は、10%以上の電子放出電流の揺らぎによるエックス線出力の不均一性のため、透過像の分解能が 30 ~ 100  $\mu\text{m}$  程度であり、追加的電流安定化素子が必要という欠点がある。微小電子源を用いたマイクロフォーカスエックス線源の実用化のためには、超精密位置制御の確立、電界電子放出特性や動作特性の変化の解明は不十分であり、ナノスケールオーダーの位置・構造制御などが必須である。また、電流変動率が極めて低い安定な電子放出源を用いることで、透過影像に陰影がなく、歪曲がない高分解能エックス線源が実現可能である。研究協力者(中本正幸)の独自技術である転写モールド法微小電子源作製技術は、ナノメーターオーダーの先端曲率半径と一様な構造均一性を持つ大面積・低コストの微小電子源の作製を可能とした。よって、半導体微細加工技術をさらに発展させたマイクロエレクトロメカニカルシステム(MEMS)技術をエックス線源作製へと積極的に利用することで、大面積化から小容積化に対応が可能なエックス線ビームフォーカシングが決まる、超高精細・高分解能の微小電子源アレイエックス線発生源の実現が可能であるという考えに至った。

従って、均一性に優れた先鋭な  $\mu\text{m}$  から nm サイズの微細構造作製が容易なマイクロエレクトロメカニカルシステム技術の一種、独自の転写モールド法を用いることで、電子放出面積や電子放出点などが可変で、エックス線ビームフォーカスが決められる、極微小電子放射源を用い超高精細・高分解能のエックス線発生源を開発する。エミッタ基底部長さが 50 ~ 100nm、エミッタ先端極率が 2 ~ 5nm の先鋭な極微小であり、1%以下の電子放出電流変動率を持つ高安定性先鋭な極微小電子放出源を作製し、エックス線出力変動率が 1% 以下の高安定性及び焦点サイズが数  $\mu\text{m}$  レベルの高分解能エックス線発生源用ナノ微細構造電界放出アレイを用いて、半導体検査や医療診断分野用の高分解能マイクロフォーカスエックス線源を実現するための基礎技術の開発を目指した。

### 2. 研究の目的

均一性に優れた先鋭な  $\mu\text{m}$  から nm サイズの微細構造作製が容易なマイクロエレクトロメカニカルシステム技術の一種、独自の転写モールド法を用いることで、電子放出面積の可変や電子放出点などが可変で、エックス線ビームフォーカスが決められる、極微小電子放射源を用い超高精細・高分解能のエックス線発生源を開発する。エミッタ基底部長さが 50 ~ 100nm、エミッタ先端極率が

2~5nm の先鋭な極微小であり、1%以下の電子放出電流変動率を持つ高安定性先鋭な極微小電子放出源を作製し、エックス線出力変動率が1%以下の高安定性及び焦点サイズが数 $\mu\text{m}$ レベルの高分解能エックス線発生源用ナノ微細構造電界放出アレイを用いて、半導体検査や医療診断分野用の高分解能マイクロフォーカスエックス線源の実現するための基礎研究を目指す。

### 3. 研究の方法

Si 鋳型内に陰極材料を形成し Si 鋳型除去して作製する転写モールド方法(Si 鋳型内成型)を用いて、均一性に優れた先鋭微小電子源アレイを作製し、マイクロフォーカスエックス線生成用微小電子源アレイを作製した。高硬度・高化学安定性のあるアモルファスカーボン等の材料とし、作製条件と電極材料作製プロセスとの関係を調べた。

(1) 転写モールド法微小電子源開発については、転写モールド法を用いて、電子ビーム露光法により鋳型は開口径(正方形開口部一辺の長さ)を1次年度は、1.6 $\mu\text{m}$ ~400nmとし、2次年度は、400~100nm、3次年度は、100nm~50nmとして、3段階のSi鋳型の均一形成の作製条件を検討・試作した。陰極材料とSi鋳型内面のSi酸化膜及び陰極充填材料の密着性・先鋭度の変化等の検討、機械的剥離・Si溶解除去などのSi除去方法検討等を行い、基底部長さ50nm~1.6 $\mu\text{m}$ 、先端極率半径数nm~10nmのエックス線発生源用微小電子源を開発する。

(2) 高硬度・高化学安定性陰極材料の開発については、低仕事関数・耐過酷環境性材料、高硬度・高化学安定性のあるアモルファスカーボン等をエミッタ材料として薄膜を形成し、耐腐食性に優れ、反応性ガスや作製条件・組成等が、仕事関数や電界電子放出特性に及ぼす影響、電流安定性・均一性等との関係を究明した。アモルファスカーボン薄膜は、プラズマCVD法により、基板印加電圧・基板温度を変更して、最適組成を決定した。

(3) 電子放出特性及び陰極材料の評価・解析については、電界電子放出源としての寸法最適化：転写モールド法を用いて、基底部長さのサイズで、電子放出面積などを変更し、電流変動率が最も低く、電流密度が最も大きくなる最適構造を探った。

(4) エックス線の焦点サイズや変動率の評価・解析について、エックス線の安定性と分解能を評価・解析した。電子放出面積や電子ビームの角度・ビームスポットなどとエックス線ビームフォーカシングの関係を探し、分解能を評価した。1次年度の100~数百 $\mu\text{m}$ 、2次年度の10~100 $\mu\text{m}$ 、3次年度の数~10 $\mu\text{m}$ のエックス線焦点サイズを目指して3段階で評価し、焦点サイズが数 $\mu\text{m}$ レベルの次世代高解像度マイクロフォーカスエックス線源の実現可能性を検証した。

### 4. 研究成果

均一性に優れた先鋭な $\mu\text{m}$ からnmサイズの微細構造作製が容易なマイクロエレクトロメカニカルシステム技術の一種、独自の転写モールド法を用いることで、電子放出面積の可変や電子放出点などが可変で、エックス線ビームフォーカスが決められる、極微小電子放射源を用い超高精細・高分解能のエックス線発生源を開発した。低仕事関数・高化学安定性のあるアモルファスカーボン等をエミッタ材料とし、フォーカス電極付き電流電圧特性計測システムを用いてエックス線出力安定性・均一性等との関係を究明し、最終年度に焦点サイズが数 $\mu\text{m}$ レベルの半導体検査や医療診断分野用次世代高分解能マイクロフォーカスエックス線源の実現を目指し、シリコン単結晶基板を異方性エッチング処理することで、基底部長さを1次年度は1.6 $\mu\text{m}$ から400nm、2次年度は100nmから400nm、3次年度は50nmから100nmのシリコン鋳型を作製した。このようにして作製したシリコン鋳型上に高融点・高硬度材料であるアモルファスカーボンを形成し、保持基板を接着した後、シリコン鋳型を溶解除去した。アモルファスカーボン膜は耐腐食性に優れ、低仕事関数材料として働き、低電圧駆動が可能である。以上の作製方法により、各年度にそれぞれ1570nm-370nm、180nm、41nmの基底部長さ、4-8nm、3.5nm、2.8nmの先端曲率半径の転写モールド法微小構造エミッタアレイを作製した。最終年度の目標値である基底部長さ100nm以下及び先端曲率半径5nm以下の先鋭性に優れるナノサイズの転写モールド法微小エミッタアレイの試作に成功した。

更に、微小化した転写モールド法微小エミッタアレイの電界電子放出電流変動率は、各年度にそれぞれ1.7-2.4%、1.6%、1.3%となり、構造均一性が向上し、電界集中係数のばらつきが減少したため低くなった。基底部長さ41nmの転写モールド法微小構造エミッタアレイに対してエックス線放射特性を評価し、エックス線イメージの評価を行った。1mmのエミッタとアノード間距離で電界電子放出電流が400 $\mu\text{A}$ となった。ターゲット角度 $12^\circ$ のアノードを用いて放射したエックス線は、50 $\mu\text{m}$ 焦点サイズを持つエックス線発生源の試作に成功した。半導体検査や医療診断分野用次世代高分解能マイクロフォーカスエックス線源の実現のため、焦点サイズが研究目標値の数 $\mu\text{m}$ レベルである50 $\mu\text{m}$ 焦点サイズを持つエックス線発生源の試作に成功した。更に、基底部長さ1570nmから41nmまでの転写モールド法微小構造エミッタアレイに対してエックス線放射特性を評価するため、共同研究協力者である韓国KyungHee大学のProf. KyuChang Parkの研究室に協力を依頼し、電界電子放出特性およびエックス線イメージの評価を行った結果、 $9.0 \times 10^{-7}$  Torrの超高真空中に、1mmのエミッタとアノード間距離で電界電子放出電流が50

$\mu\text{A}$ であった。更に、 $12^\circ$  ターゲット角度を持つアノードを用いて放射したエックス線は、焦点サイズが  $50\text{-}100\ \mu\text{m}$  の良好なイメージを持つ転写モールド法微小構造エミッタレイのエックス線源を開発に成功した。

エックス線出力変動率が1%程度の高安定性及び焦点サイズが数十 $\mu\text{m}$  レベルの次世代ナノ微細構造電界放出アレイを用いた高分解能マイクロフォーカスエックス線源の基礎研究の礎石を築くことができるので、本研究により半導体部品の検査等の工業分野や医療用紫外線診断用デバイスとして極めて重要なエックス線源を高性能にすることで、先進的医療機器の創出の可能性を秘めており、医学と工学の発展に寄与するという学術的・学際的に大きな意義がある。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 3件／うちオープンアクセス 1件）

|   |                         |
|---|-------------------------|
| 1. 著者名<br>Nakamoto Masayuki, Moon Jonghyun  | 4. 巻<br>52              |
| 2. 論文標題<br>Extremely Uniform and Highly Efficient Plasma Discharge Sources by using Transfer Mold Micro Projection Cathode Arrays for Large area and Flat Type Ultra Violet Lighting Applications | 5. 発行年<br>2021年         |
| 3. 雑誌名<br>SID Symposium Digest of Technical Papers  | 6. 最初と最後の頁<br>207 ~ 209 |
| 掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子）<br>10.1002/sdtp.14437   | 査読の有無<br>有              |
| オープンアクセス<br>オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難  | 国際共著<br>該当する            |

|   |                     |
|---|---------------------|
| 1. 著者名<br>M. Nakamoto and J. Moon   | 4. 巻<br>474         |
| 2. 論文標題<br>Stable and environment-hard vacuum nanoelectronic devices for aerospace applications | 5. 発行年<br>2019年     |
| 3. 雑誌名<br>IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.  | 6. 最初と最後の頁<br>12005 |
| 掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子）<br>10.1088/1757-899X/474/1/012005                                       | 査読の有無<br>有          |
| オープンアクセス<br>オープンアクセスとしている（また、その予定である）   | 国際共著<br>該当する        |

|  |                         |
|--|-------------------------|
| 1. 著者名<br>Masayuki Nakamoto, Jonghyun Moon, Kosuke Shimizu   | 4. 巻<br>S2              |
| 2. 論文標題<br>Highly Efficient Ultra-Violet Lighting Sources by Transfer Mold Micro-Protrusion Cathode Arrays | 5. 発行年<br>2021年         |
| 3. 雑誌名<br>International Conference on Display Technology (ICDT2021)  | 6. 最初と最後の頁<br>560 ~ 563 |
| 掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子）<br>10.1002/sdtp.15199  | 査読の有無<br>有              |
| オープンアクセス<br>オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難   | 国際共著<br>該当する            |

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 3件／うち国際学会 3件）

|  |
|--|
| 1. 発表者名<br>Masayuki Nakamoto, Jonghyun Moon, Kosuke Shimizu  |
| 2. 発表標題<br>Highly Efficient Ultra-Violet Lighting Sources by Transfer Mold Micro-Protrusion Cathode Arrays |
| 3. 学会等名<br>2021 International Conference on Display Technology (ICDT2021)（招待講演）（国際学会）                      |
| 4. 発表年<br>2021年  |

|   |
|---|
| 1. 発表者名<br>Masayuki Nakamoto and Jonghyun Moon  |
| 2. 発表標題<br>Extremely Uniform and Highly Efficient Plasma-Discharge Sources by using Transfer Mold Micro-Projection Cathode Arrays for Large area and Flat-Type Ultra-Violet Lighting Applications |
| 3. 学会等名<br>ICDT 2020 International Conference on Display Technology (招待講演) (国際学会)   |
| 4. 発表年<br>2020年   |

|  |
|--|
| 1. 発表者名<br>Masayuki Nakamoto and Jonghyun Moon   |
| 2. 発表標題<br>Stable, environment-hard and low work function materials for display applications and high power conversion systems |
| 3. 学会等名<br>International Conference on Energy, Materials and Photonics 2019 (EMP19) (招待講演) (国際学会)                              |
| 4. 発表年<br>2019年  |

|   |
|---|
| 1. 発表者名<br>文宗鉉, 清水皓介                    |
| 2. 発表標題<br>転写モールド法微小突起型陰極アレイの紫外線発光特性の評価 |
| 3. 学会等名<br>第82回応用物理学会秋季学術講演会            |
| 4. 発表年<br>2021年                         |

|   |
|---|
| 1. 発表者名<br>清水皓介, 文宗鉉                        |
| 2. 発表標題<br>転写モールド法微小突起型陰極アレイの誘電体バリア放電の膜厚依存性 |
| 3. 学会等名<br>第80回応用物理学会秋季学術講演会                |
| 4. 発表年<br>2019年                             |

|   |
|---|
| 1. 発表者名<br>清水皓介, 文宗鉉                            |
| 2. 発表標題<br>転写モールド法微小突起型陰極アレイの誘電体膜厚による誘電体バリア放電特性 |
| 3. 学会等名<br>電子情報通信学会電子デバイス研究会                    |
| 4. 発表年<br>2019年                                 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

| 氏名<br>(ローマ字氏名)<br>(研究者番号) | 所属研究機関・部局・職<br>(機関番号) | 備考 |
|---------------------------|-----------------------|----|
|---------------------------|-----------------------|----|

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|
|---------|---------|