放射光XRD測定によるナノパターンガラスの構造解析と パターン配列の定量的評価による高機能ガラスの開発

Development of functional glass by structural analysis of nanopatterned glass and quantitative evaluation of nano-array pattern using X-ray diffraction

<u>吉本 護</u>°、秋田 泰志 °、豊川 秀訓^b、坂田 修身^b Mamoru Yoshimoto^a, Yasuyuki Akita^a, Hidenori Toyokawa^b, Osami Sakata^b

> ^a東京工業大学、^b高輝度光科学研究センター ^aTokyo Inst. Tech., ^bJASRI

セラミックス製ナノモールドを用いたガラスナノインプリントにより作製したナノパターンガラス 基板の表面ナノ構造を、放射光 XRD 測定により定量的に評価した。ナノインプリントガラスのステ ップ構造が回折格子のようにふるまうかどうかを、ナノパターンを格子列に見立て、反射型配置を用 いて調べ、試料表面のステップ形状が周期性を持つことを効率よく評価することができた。

We investigated quantitatively the nano-scale surface modifications of nanoimprinted silicate glass plates by using synchrotronx-ray diffraction technique. Nanopatterns of the glass exhibited regularly arranged straight atomic-steps and atomically flat terraces. The periodicity of the stepped glass nanopatterncould be characterized in the present XRD measurement.

キーワード:ナノインプリント、ガラス表面、ナノパターン、放射光X線回折測定、原子ステップ

背景と研究目的:高度情報化社会を支えるデバ イスの小型化が進む中、産業界においてそれら 小型化を支えてきた技術は、リソグラフィーな どのドップダウン型技術であった。しかし、こ れらの手法ではサブミクロンスケール以下の加 工には高額な費用と時間が必要となるといった 問題がある。これに対し、我々はレーザ MBE 法を用いた薄膜の作製や[1 – 3]、インプリント 法(図1)を駆使した表面ナノ加工により、ボ トムアップ型の技術を利用したナノスケール加 工を開発してきた。



Fig.1 Schematic procedure of nanoimprinting

これまで酸化物セラミックスの自己組織化現 象を利用して独自に開発した大面積セラミック ス製ナノパターン鋳型を作製し,これをガラス (酸化物および高分子も含む)などの非晶質固 体表面上のナノインプリントに応用するための 基盤的要素技術に関する研究を行ってきた(図 2)[4-6]。これらの技術を駆使し、新規な表面 ナノ構造を有するガラスを作製することで、超 強靱性・超撥水性・モルホ発色などのナノ構造 由来の物理的・化学的新機能の創出を目指すと 共に、このガラスを太陽電池、薄型ディスプレ ー、光触媒や DNA チップなどの基板への応用 が期待される。ここで、SPring - 8 の高輝度 X 線を用いて、ナノパターンガラスを解析するこ とは、今後の研究・実用化にとって重要である。



Fig.2 AFM surface image of the nanoimprinted glass plate (1000nm x 1000nm)

そこで本研究では、ナノパターニングしたガ ラスのナノ構造やナノパターン配列を放射光 XRD 測定による定量的評価を行うことで、パタ ーニングの高精度化を図り、ガラスのより一層 の高機能化につなげることを目的として研究を 行った。また、本研究ではピラタス2次元検出 器を用いることで、効率的な XRD 測定評価を 行うことをめざした。

実験:表面に自己組織化による原子ステップ形 状(ステップ高さ:0.2nm、テラス幅:約80nm) を持つ超平坦ステップサファイア基板(α -Al₂O₃)、および、この基板を利用して作製した ナノインプリントガラス試料(図2)の表面構 造をX線回折法により評価した。

ナノインプリントガラスのステップ構造が回 折格子のようにふるまうかどうかを、ナノパタ ーンを格子列に見立て、反射型配置を用いて評 価した。ステップ形状を持つナノインプリント ガラス試料はBL13XUの実験配置1の多軸回折 計に取り付け、ピラタス2次元検出器を実験ハッ チ3 に設置した。用いた波長は0.1 nm 、試料-検出器の距離は8.5 m 、実効の入射スリットの 縦幅0.1 mm であった。

結果および考察:ナノパターンガラス基板に対して、ピラタス2次元検出器で検出されたイメ ージング像(図3上図)及び散乱強度のプロフ ァイル(図3下図)を図3に示す。ステップエ ッジにほぼ垂直にX線を入射させた場合である。



Fig.3 The imaging profile (upper) and the scattered XRD intensity profile (lower).

図3下図において、試料をその表面法線周り に回転すると、左側のピークは消失したことか ら、ナノパターンガラス基板上での原子状ステ ップの周期に由来すると考えている。他方、右 側のピークは鏡面反射に由来するものである。 今回ピラタス 2 次元検出器を利用することに より、試料表面のステップ形状が周期性を持つ ことを効率よく評価することができた。

AFM 像からも観察されるような加工性の高

いナノ構造が数ミリメートルの試料表面領域で 得られている可能性が高いことを今回の放射光 XRD 測定により確認することができた。

今後の課題:ガラス基板を使ったナノインプリント熱加工により、種々のナノパターンをガラス表面上に形成し、それらナノパターンの周期性を定量的に評価した上で、新しいガラス表面ナノ加工の基盤要素技術の確立に向けた議論に発展させる。

参考文献:

[1] M.Yoshimoto et al, Appl. Phys. Lett. Vol. 67 (1995) 2615.

 $\left[2\right]$ M. Takakura et al, MRS Proc. , Vol. 648~(2001) P6.5.

[3] 吉本 護ほか,日本応用磁気学会誌、25巻、 9号(2001) pp.1.

[4] S. Akiba et al., Appl Surf. Sci., vol. **253**, No.10 (2007) 4512.

[5]A. Matsuda et al., Appl. Phys. Lett., vol.90, (2007) 182107-1.

[6]Y. Akitaet al., Jpn. J. Appl. Phys., vol.46(15), (2007) L342.

論文等発表状況:

[1] W. Hara and M. Yoshimoto, SPIE Proc., (2008)

[2] A.Matsuda et al., Mater. Res. Soc. Symp. Proc., (2008) (in press)

[3] Y. Akita, M. Yoshimoto et al., Sci.& Tech. of Adv. Mater., **5**(4) (2004) 527.

[4] 秋田泰志ほか,先端セラミックス国際会議 (STAC2)(2008年5月、幕張)(ポスター発表)。

[5] 杉本雄樹ほか、応用物理学会 2008 年秋季年

会(中部大学、9月)(口頭発表)。

[6] 秋田泰志ほか,日本セラミックス協会 2008 年秋季年会(北九州国際会議場、9月)(ロ頭発 表)。

[7] Y. Akita, M. Yoshimoto et al., Mater. Res. Soc. Fall Meeting (Boston, Dec. 2008)