

課題番号(Number of project) : F-19-HK-0006
利用形態(Type of user support) : 機器利用
利用課題名(日本語) : X線レーザーイメージングのための試料ホルダ作製
Program Title (English) : Fabrication of sample holders for X-ray laser imaging
利用者名(日本語) : 城地保昌¹⁾、鈴木明大²⁾、小西祐輔²⁾、鈴木芳幸²⁾、新井田雅学²⁾、西岡晶子²⁾、西野吉則²⁾
Username (English) : Yasumasa Joti¹⁾, Akihiro Suzuki²⁾, Yusuke Konishi²⁾, Yoshiyuki Suzuki²⁾, Yoshiya Niida²⁾, Akiko Nishioka²⁾, Yoshinori Nishino²⁾
所属名(日本語) : 1) 高輝度光科学研究センター, 2) 北海道大学 電子科学研究所
Affiliation (English) : 1) Japan Synchrotron Radiation Research Institute, 2) Research Institute of Electronic Science, Hokkaido University
検索キーワード : 構造観察、元素分析、リソグラフィ

1. 概要 (Summary)

我々の研究グループは、X線自由電子レーザー施設 SACLA において、溶液試料を対象としたナノイメージング法の開発を進めている。本申請課題では、本手法の更なる高度化のために、新規溶液試料ホルダの材質として着目しているグラフェンの表面観察、ならびに元素分析を実施した。また、リソグラフィ装置群を利用して、従来型の溶液試料ホルダを量産した。加えて、脂質膜に埋め込まれた膜タンパク質のような異方性のある試料の3次元観察を目指した、X線入出射窓の大きい溶液試料ホルダも作製した。

2. 実験 (Experimental)

【利用した主な装置】

- ・超薄膜評価装置(日立 HD-2000)
- ・マスクアライナー(ミカサ MA-20)
- ・反応性イオンエッチング装置(サムコ RIE-10NRV)

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

1. グラフェン表面の観察と元素分析

化学気相成長法で合成したグラフェン膜を直径 3 mm の銅メッシュに転写し、超薄膜評価装置 HD-2000 で観察した。その結果、グラフェン表面にミクロンスケールの清浄領域がある一方で、数 10 nm のコンタミネーションが付着した領域も確認された。さらに、同装置で実施可能な EDX 測定により、コンタミネーションの元素分析を実施し、酸素やケイ素が含まれることを示唆するデータが得られた。継続して測定と分析を進める計画である。

2. 溶液試料ホルダ作製

数 100 nm 程度の試料を封入する従来型の溶液試料ホルダの作製には半導体プロセス技術を応用した。具体的には、窒化ケイ素(SiN)薄膜が成膜されたシリコン基板上に、マスクアライナーを利用してパターニングを行った。その後、水酸化カリウム水溶液によるウェットエッチングを行うことによって、SiN 薄膜を X 線照射窓とした溶液試料ホルダを作製した。その後、反応性イオンエッチング装置により照射窓表面を洗浄した。

さらに、同様の工程で X 線入出射窓の大きい溶液試料ホルダも高い歩留まりで作製することに成功した。その結果は、Physical Chemistry Chemical Physics 誌の 2019 PCCP HOT Articles に選出された¹⁾。

4. その他・特記事項 (Others)

- ・科研費(15H05737, 16H06589)

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

(1) A. Suzuki, Y. Joti and Y. Nishino *et al.*, Phys. Chem. Chem. Phys., **22**, 2622 (2020).

(2) 鈴木明大、城地保昌、別所義隆、西野吉則、“パルス状コヒーレント溶液散乱法の現状と高度化に向けた取り組み”、第 33 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、2020 年 1 月 11 日(ポスター発表)

その他 5 件。

6. 関連特許 (Patent)

なし。