

課題番号 : F-19-RO-0022  
 利用形態 : 共同研究  
 利用課題名(日本語) : 電子顕微鏡による含水サンプルの観察のための DLC 薄膜の開発  
 Program Title (English) : Development of DLC thin film for observation of hydrous samples by electron microscope  
 利用者名(日本語) : 上月具挙  
 Username (English) : Tomotaka Kozuki  
 所属名(日本語) : 広島国際大学保健医療学部医療技術学科  
 Affiliation (English) : Department of Medical Science and Technology, Faculty of Health Sciences, Hiroshima International University  
 キーワード/Keyword : 膜加工・エッチング、電子透過膜、DLC

### 1. 概要(Summary)

SEM の試料室を大気雰囲気と真空に分離するための電子透過膜として、ガスバリア性、電子透過性を有する DLC に着目した。本研究では、DLC の耐圧強度向上を目的とした、電子透過膜の作製法について検討した。

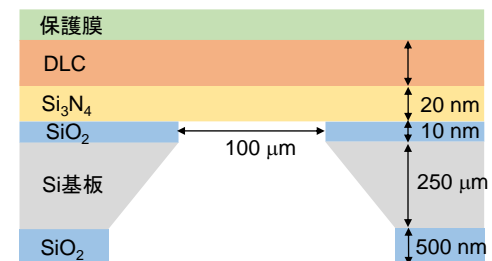


Fig. 1. Cross-sectional schematic of sample.

### 2. 実験(Experimental)

#### 【利用した主な装置】

レイアウト設計ツール、酸化炉、LPCVD 装置(SiN 用)、スパッタ装置(Al 用)、マスクレス露光装置、エッチング装置(CDE SiN 用)

#### 【実験方法】

図 1 に作製するサンプルの透過窓部分の断面構造を示す。まず広島大学にて、2 インチ Si ウェハに酸化炉で SiO<sub>2</sub> 膜を、LPCVD 装置で Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 膜を形成後、広島国際大学にて DLC 膜を Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 膜上に形成した。再び広島大学にて、DLC 膜の上に対 TMAH 液保護用のマスクとして窒化チタン(TiN)を成膜した。次にリソグラフィでウェハ裏面に観察用の窓をパターンニング後、CDE 装置で Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 膜を、フッ化水素酸(HF)にて SiO<sub>2</sub> 膜をエッチングした。その後濃度 5%の TMAH 溶液で 250um の厚さの Si を約 180 分かけてエッチングし、観察用の窓を形成した。最後に保護用の TiN 膜を除去後、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 膜直下の SiO<sub>2</sub> を HF 処理で除去し、サンプルを完成させた。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

図 2 にリファレンス用として作製した、DLC 膜をつけていないサンプルの上面及び裏面からの光学顕微鏡写真を示す。基板の Si がエッチングされ、100 μm 角の透過窓が形成されたことを確認した。一方 DLC 膜をつけたサ

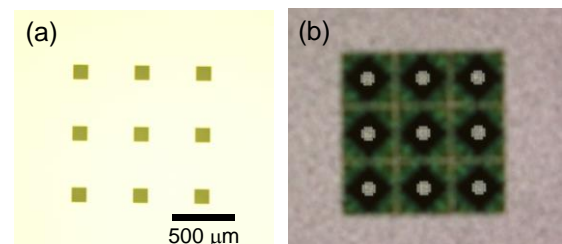


Fig. 2. Optical microscope image of a fabricated reference sample. Top (a) and back view (b).

ンプルでは、対 TMAH 液保護用のマスクとしてつけた TiN 膜が TMAH 溶液に入れた数分後に剥がれてしまい、透過膜を形成することが出来なかった。DLC 膜に対する TiN 膜の密着性が弱かったことが考えられる。DLC 膜は長時間の TMAH 溶液処理には耐えられないため、今後は適切な保護膜を検討する。

### 4. その他・特記事項(Others)

共同研究者： 田部井哲夫(広島大学)

### 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし

### 6. 関連特許(Patent)

縄稚典生, 山本晃, 本多正英, 筒本隆博, 菅博, 上月具挙. 電子透過膜及びその製造方法. 特許第 5339584. 2013-8-16