

令和 6 年度 TC 論文

マイクロプロセスにおける成膜と 薄膜物性分析評価を核とした研究支援

東京科学大学

佐藤 美那

TC カレッジ マイクロプロセス系 TC コース

目次

第1章 序論

- 1.1 東京科学大学における戦略的研究基盤
- 1.2 マイクロプロセス部門での研究支援体制
 - 1.2.1 共用クリーンルームメカノマイクロプロセス室に対する研究支援
 - 1.2.2 金属材料評価設備共用推進組織に対する研究支援
- 1.3 マイクロプロセスのための核となる技術
 - 1.3.1 成膜技術(スパッタリング装置・蒸着装置)
 - 1.3.2 分析評価技術(SEM/EDX・エリプソメータ)
- 1.4 本論文の目的
- 1.5 本論文の概要

第2章 メカノマイクロプロセス室の環境整備

- 2.1 施設整備
 - 2.1.1 クリーンルーム環境整備
 - 2.1.2 利用者環境整備
- 2.2 装置整備

第3章 共用装置の技術探究

- 3.1 共用装置の運用のための調査
- 3.2 共用装置に関する基礎実験データの提供
- 3.3 共用装置に関する成果提供

第4章 マイクロプロセス技術による研究支援

- 4.1 成膜技術による研究支援
 - 4.1.1 ドライエッチングのためのメタルマスク成膜への研究支援
 - 4.1.2 スパッタリング成膜による IPMC のマグネシウム電池作製への研究支援
- 4.2 分析・評価技術による研究支援
 - 4.2.1 ドライエッチングによるプロセス条件最適化のためのエッチング面の SEM/EDX 分析による研究支援
- 4.3 成膜技術から分析評価技術までの一貫した研究支援
 - 4.3.1 SiO₂ 成膜によるエバネッセント波による磁気光学効果測定のための半球プリズム作製への研究支援
 - 4.3.2 NbO 成膜による複屈折結晶を用いた光学用波面センサ作製への研究支援

第 5 章 支援技術の自主開発

5.1 一つのステンシルマスクによる多サイズパターンのプロキシミティスパッタ成膜法の開発

5.2 試料の成膜から分析までを可能とする可搬式真空一貫プロセスの開発

第 6 章 結論

6.1 まとめ

6.2 展望

謝辞

成果発表一覧

第1章 序論

本章では筆者の所属する東京科学大学リサーチインフラ・マネジメント機構 コアファシリティセンター(CFC: Core Facility Center) マイクロプロセス部門(旧 東京工業大学オープンファシリティセンター(OFC: Open Facility Center)マイクロプロセス部門)での研究支援業務の概要および TC 論文の背景について述べる。マイクロプロセス部門内での担当業務として、メカノマイクロプロセス室と金属材料評価設備共用推進組織に対する研究支援を主に実施している。メカノマイクロプロセス室では、その環境整備に加え成膜・分析評価を、金属材料評価設備共用推進体では分析評価を実施している。成膜技術はスパッタリング装置、蒸着装置を、分析評価技術では SEM (Scanning Electron Microscope), エリプソメータを担当している。これら装置の構成, 原理についても本章で説明する。

1.1 東京科学大学における戦略的研究基盤

CFC(旧 OFC)は、国立大学経営改革促進事業の一環で経営、教育、研究戦略に基づき全学の研究基盤を統括し、設備共用を中心とした最高水準の研究支援を提供する本学のコアファシリティとなる組織として令和2年4月に設置された。図 1-1 に現在の本学コアファシリティセンターの組織図を示す。9 部門からなる組織で技術職員が所属している。それぞれの技術分野毎に部門として組織され、筆者はその中のマイクロプロセス部門に所属している。マイクロプロセス部門は半導体プロセス技術によるマイクロデバイス開発支援を目的として設置され(旧東京工業大学規則第 20 号第 9 条), 技術職員 5 名が所属している(2024 年 12 月現在)。サブマイクロメータからマイクロメータオーダーの微細加工技術で半導体や MEMS(Micro Electro Mechanical Systems)に関する研究を支援する部門で、従来技術の運用、継承のみならず、新技術開発も行っている。2011 年の技術職員採用から 14 年間にわたり一貫してマイクロプロセスに関する業務に従事してきた。

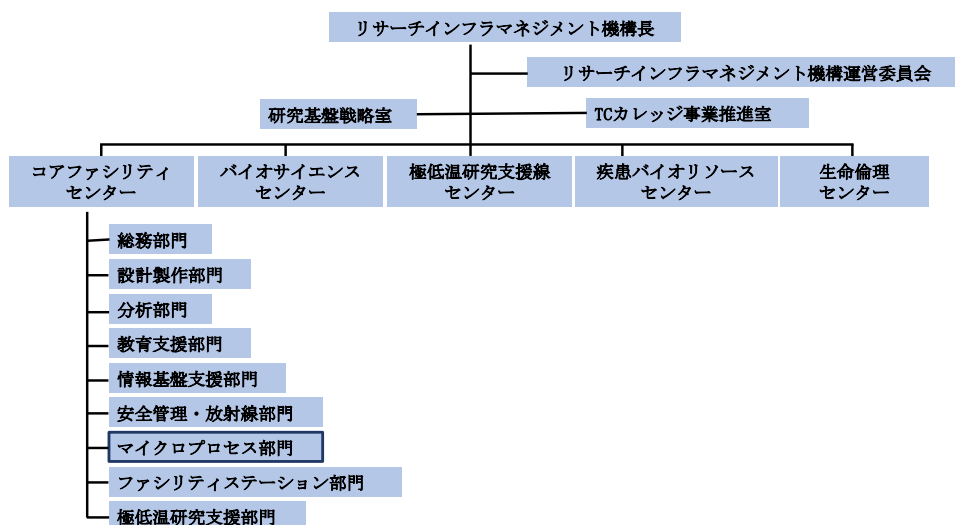


図 1-1 リサーチインフラ・マネジメント機構組織図

1.2 マイクロプロセス部門での研究支援体制

マイクロプロセス部門の研究支援形態は、1) 共通施設あるいは共同で運営している実験装置、2) 各研究室に設置されている学内共同設備の実験装置の担当からなる。筆者の研究支援先は、共用クリーンルームに対する研究支援と金属材料評価設備共用推進組織に対する研究支援である。

1.2.1 共用クリーンルームメカノマイクロプロセス室に対する研究支援

東京科学大学すずかけ台キャンパスの R3-D 棟にある共用クリーンルームはメカノマイクロプロセス室と呼ばれ、マイクロプロセスに関わる設備・装置を提供している。メカノマイクロプロセス室は、清浄度がクラス 1000(ISO Class 6)、広さ 105 m² のメカノマイクロプロセス室 1 (メカプロ 1) と、清浄度がクラス 10000(ISO Class 7)、広さ 91 m² のメカノマイクロプロセス室 2 (メカプロ 2) からなる(図 1-2, 1-3)。各クリーンルームは、無塵衣に着替える前室(メカプロ 1 : 33m², メカプロ 2 : 13m²) と、クリーンシャワーをそれぞれ備えている。筆者は、クリーンルーム環境整備や利用者に対する整備を 2020 年度より幹事として担当している。

メカノマイクロプロセス室の主要な装置群として、リソグラフィ装置、エッチング装置、成膜装置、評価分析装置がある。加えて、表面処理装置や、試料切断装置、接合装置、純水装置、研磨機、スピンドーターなどのマイクロプロセスに必要な装置が一通りそろっている。これら装置を技術職員 4 名で担当している。筆者は主に成膜装置および評価分析装置の一部を担当している。担当装置は以下の通りである(図 1-4 ~ 図 1-9)。

- ・ RF マグネトロンスパッタリング装置(成膜装置, サンヨー電子(株)製 : SVC-700RFII)
- ・ RF マグネトロンスパッタリング装置(成膜装置, キヤノンアネルバ(株)製 : L-250S-FH)
- ・ 簡易蒸着装置(成膜装置, サンヨー電子(株)製 : SVC-700TM)
- ・ EB(Electron Beam)蒸着装置(成膜装置, サンヨー電子(株)製 : SVC-700)
- ・ SEM (分析評価装置, (株)日立ハイテク製 : FlexSEM1000II) , EDX(Energy Diffraction X-ray spectroscopy)付帯
- ・ エリプソメータ(分析評価装置, (株)溝尻光学工業所製 : DHA-OLX/S6)



図 1-2 メカノマイクロプロセス室 1



図 1-3 メカノマイクロプロセス室 2



図 1-4 スパッタリング装置(SVC-700RFII)



図 1-5 スパッタリング装置(L-250S-FH)



図 1-6 簡易蒸着装置



図 1-7 EB 蒸着装置



図 1-8 SEM(EDX 付帯)



図 1-9 エリプソメータ

1.2.2 金属材料評価設備共用推進組織に対する研究支援

東京工業大学の金属材料評価分野における共用設備推進体に対して、研究支援を実施している。本組織の構成員として参加しており、2 台の SEM (S-4500:日立ハイテック(株)製および S-4300:日立ハイテック(株)製)を担当している(図 1-10, 図 1-11)。



図 1-10 SEM (S-4500)



図 1-11 SEM(S-4300)

S-4500 は FE(Field Emission)型走査電子顕微鏡であり、汎用 SEM に比べ、高い解像度での観察が可能である。S-4300 は SE(Schottky Emission)型走査電子顕微鏡である。本装置には EDX 装置を備えており、元素分析が可能である。本組織においては利用者に対する装置利用講習や装置に関する技術相談、メンテナンス、トラブル対応を実施している。常時真空系統稼働させている装置であるため、計画停電時の装置の完全停止・復旧や、圧縮空気用のコンプレッサーの配管交換・ドレン抜き等のメンテナンスを実施している。また、電子顕微

鏡内に試料を落下させた際の取り出しや誤操作による装置停止時の再起動などのトラブル対応を実施している。

1.3 マイクロプロセスのための核となる技術

微細な構造を持つデバイスを作製するために、マイクロプロセス技術が用いられる。マイクロプロセス技術はそれぞれの専門技術から成り立っており、主要な技術としてリソグラフィ技術、成膜技術、エッチング技術がある。またそれぞれの技術の懸け橋である分析評価技術がある。マイクロプロセス技術に関して、図 1-12 の微細な溝を持つ Si 構造体を作製する例で説明する[1-1]-[1-6]。

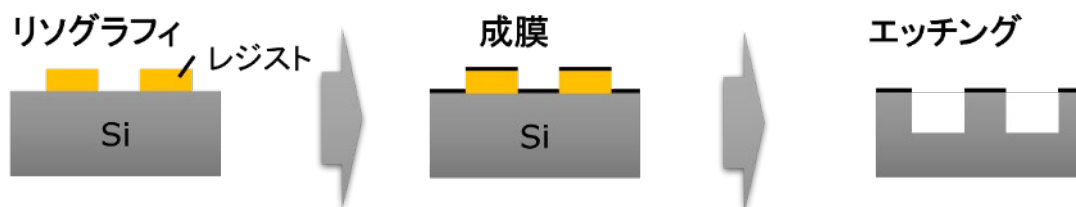


図 1-12 マイクロプロセス技術による微細な溝を持つ Si 構造体の作製例(断面図)

まず、Si 基板上にリソグラフィ技術によりパターンニングする。パターンニング材料として感光性の樹脂であるレジストが一般的に用いられる。次に成膜技術により、基板上に薄膜を堆積する。薄膜の材料はその後の工程における耐性や用途等により決定される。その後、レジストを溶解・除去することで、薄膜のパターンが形成できる。最後にエッチング技術により、この薄膜パターンをマスクとしてエッチングすることで Si に微細な溝の作製ができる。工程毎に形状等を確認する必要がある、分析評価技術を併用する必要がある。このように作製した構造体はマイクロ流路等のデバイスに応用される。マイクロプロセスは目的のデバイスを作製するために、本章で述べてきたすべての技術が必要であるが、それぞれの技術において専門性が高い。そのうち、筆者は成膜技術と分析評価技術を中心とした研究支援を実施している。

1.3.1 成膜技術(スパッタリング装置・蒸着装置)

成膜技術は基板に薄膜を堆積する技術である。図 1-13 のように成膜技術は湿式法や乾式(気相)法に大きく分類され、さらに気相法の中で化学堆積法(CVD: Chemical Vapor Deposition)と物理堆積法(PVD: Physical Vapor Deposition)に分けられる。PVD 法にも多くの方式があるが、メカノマイクロプロセス室に設置されている PVD 装置の成膜方法は、スパッタリング法と真空蒸着法の 2 種類である。

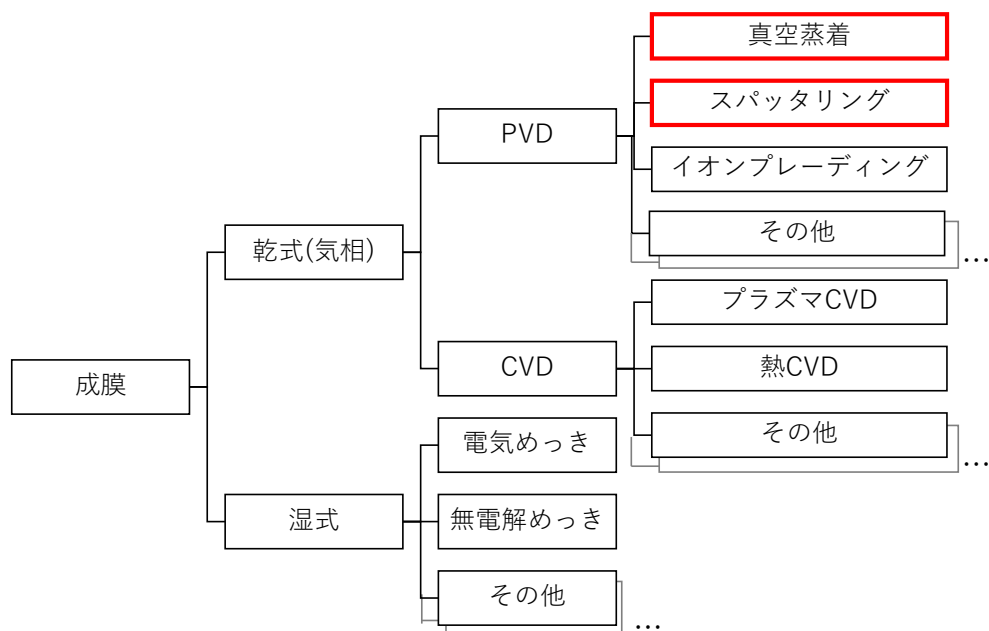


図 1-13 成膜技術の分類

真空蒸着装置

図 1-14(a)に真空蒸着装置の概略図を示す．真空蒸着法は，成膜材料と基板を高真空容器内に設置し，材料を加熱することで気化または昇華し，基板表面に膜を堆積する方法である．成膜レートが早く，スパッタリングのような装置ごとにサイズの決められたターゲットを用意する必要がなく線状や粒状の材料で成膜できるメリットがある．一方，膜厚の緻密な制御が困難であることや，スパッタリングに比べて密着性が低いことがデメリットである．メカノマイクロプロセス室の真空蒸着装置は，デバイスの電極や電鍍用シード層としての Au や Ti の成膜によく使われる．例えば，本学金俊完研究室の大友らにより試作された ECF マイクロポンプを搭載した流体デバイス^[1-7]では，メカノマイクロプロセス室で管理運営する簡易蒸着装置により Au/Ti 膜を作製し，それを電鍍用のシード層としている．

スパッタリング装置

図 1-14(b)にスパッタリング装置の概略図を示す．スパッタリング法は高真空容器内にガスを導入して，プラズマを生成し，イオンがターゲット材料に衝突することではじき出された材料粒子が基板に堆積する方式である．その導入ガスとして，希ガス(不活性ガス)を使用することでターゲットと同じ材料の薄膜の作製が可能である．導入ガスとして窒素や酸素などの反応性ガスを利用することで，反応性スパッタリングとなり酸化物や窒化物等の化合物の成膜も可能である．

メカノマイクロプロセス室のスパッタリング装置は，プラズマ生成のための放電様式として RF(Radio Frequency) 放電を利用している．直流放電では堆積レートは早いですが，成膜材

料が絶縁体の場合には成膜が困難である．その一方 RF 放電の堆積レートは低いが，絶縁体の成膜が可能である．また，成膜材料の下部にマグネットを配置するマグネトロンスパッタリング方式を利用している．磁場の中に電子を囲い込み，電子密度を高め，導入ガス分子との衝突確率が増加することでプラズマ密度を高め，成膜レートの向上が可能である．

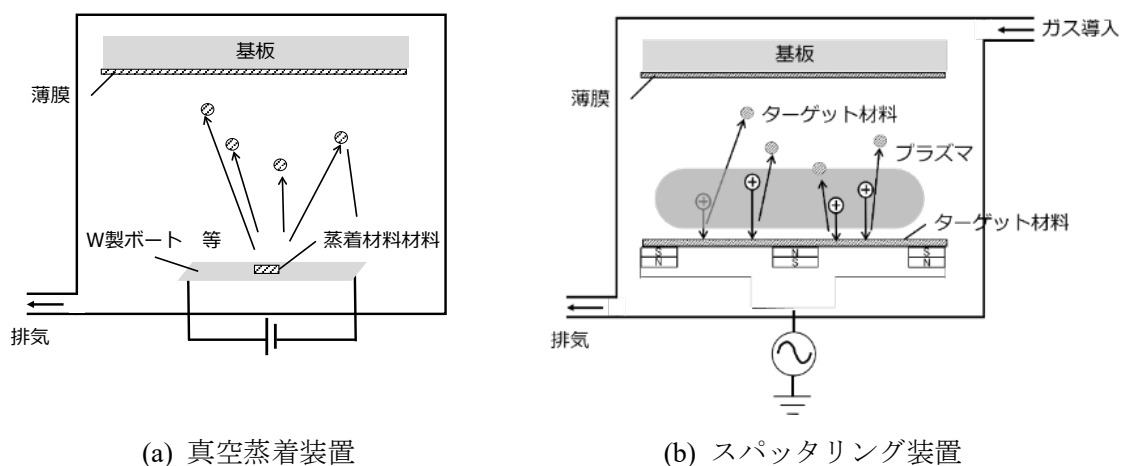


図 1-14 成膜装置の概略図

1.3.2 分析評価技術(SEM/EDX・エリプソメータ)

マイクロプロセス技術における分析評価技術として光学顕微鏡，SEM（Scanning Electron Microscope，走査電子顕微鏡）などによる基本的な形態観察に加え，SEM に付帯する EDX（Energy Dispersive X-ray Spectroscopy，エネルギー分散型 X 線分光法）やエリプソメータによる物性評価による研究支援を行っている．

SEM/EDX

図 1-15(a)に SEM の概略図を示す．SEM は真空中で細く絞った電子線で試料表面を走査することで出てくる信号を検出して，画面上に試料表面の拡大像を表示する装置である．電子線を照射することで，二次電子や特性 X 線などが発生する．二次電子は試料表面から発生する電子で，その信号は表面の微細な凹凸を反映した像である．特性 X 線のエネルギーは元素固有であるため元素分析(EDX 分析)が可能である．

エリプソメータ

図 1-15(b)にエリプソメータの概略図を示す．膜厚や屈折率などの光学特性を測定する装置である．基板上の薄膜表面对して斜めから光を当て，そこから反射した光が検出器に入る．その検出器に入る反射光の偏向(p, s) の振幅比および位相差が，膜の特性に応じて変化する．その測定値と層構造を仮定したモデルの計算値をフィッティング，解析することで光学特性を算出することが可能となる．メカノマイクロプロセス室のエリプソメータの光源は He-

Ne レーザで、単色光の波長は 633 nm である。

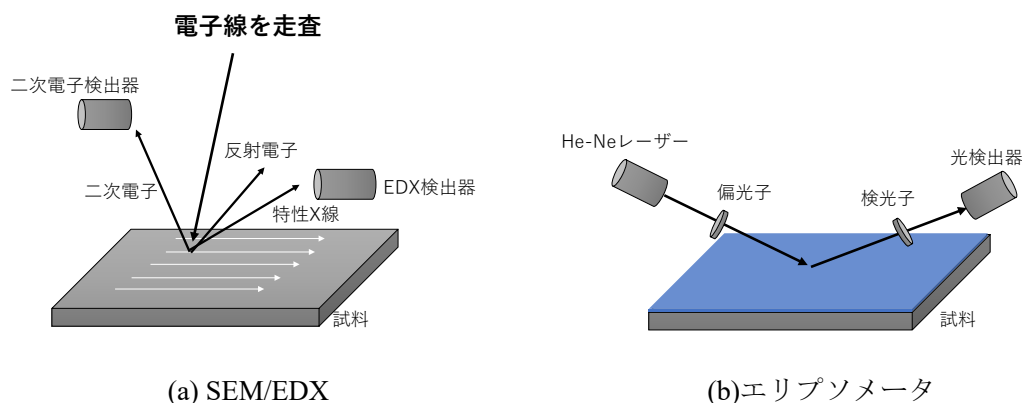


図 1-15 分析・評価装置の概略図

1.4 本論文の目的

筆者はこれまで、施設や装置などの整備、成膜技術および評価分析技術を活用した研究支援を行ってきた。施設や装置の提供は研究支援の基本であり、利用者が安全に利用し、研究目標を達成できるようにするための重要な取り組みである。

特に、成膜技術や評価分析技術を用いた研究支援では、利用者の研究が前進するよう支援してきた。マイクロプロセス技術では、単に装置を提供するだけでは目的のデバイスを作製できない。薄膜一つとっても、材料の種類だけでなく膜厚、膜質、密着性、応力、温度、プロセス適合性など、多くの要素を考慮した作製が求められる。また、評価分析技術は目的のデバイスを作製するプロセスの進捗を確認するために利用されるが、これはあくまでデバイス作製プロセスを補助する手段に過ぎない。これらマイクロプロセス技術自体が未だ研究分野でもあるため、目的のデバイスを作製するには基礎実験や研究が必要となる。しかし、多くの共用設備利用者にとって、マイクロプロセス技術は研究構想を達成するための一つのプロセスであり、研究の最終目標はその後のデバイス活用にある。そのため、筆者は各装置に関する基礎データの提供や科研費の奨励研究による新しいプロセス技術開発を進め、これらの成果を利用者が円滑にデバイスを作製できる環境の構築に活かしてきた。

そこで本論文では、環境整備やマイクロプロセス技術による研究支援を通じて、利用者の研究構想の実現可能性を高め、研究成果の効率的な創出を目的とする。共用設備運営において発生した課題や、それ解決した事象を述べるとともに、高度な知識と技術力を獲得するための取り組みを説明する。また、その技術力を基にした研究支援実績を述べる。さらに、その技術を発展させるために科学研究費助成事業として独自の研究支援技術を開発した実績も述べる。最後に、今後マイクロプロセス系の目指すべき TC 像として、マイクロプロセス技術における“研究の中心的な役割”を果たし、“知識、経験、技術をもとに高度技術系専門職人財を養成するとともに、組織運営に携わっていく”ために、今後どのような研究支援

を続けていくか、TC としての目標を述べる。

1.5 本論文の概要

本論文の構成は以下のとおりである。

第2章では、メカノマイクロプロセス室の環境整備について述べる。メカノマイクロプロセス室では施設から装置までデバイス研究の基盤となるインフラを提供している。2021年に未来産業技術研究所から OFC へ移管され、全学共用化が進んだ結果、これまで踏襲し実施してきた業務では多くの課題が生じた。また老朽化も目立ってきた。そこで、全学化に対応するために運営幹事として種々工夫し改善した例を述べる。装置整備については、メカノマイクロプロセス室では数十台の装置を運用しているがその中の担当する成膜装置の整備を実施した例を述べる。

第3章では、メカノマイクロプロセス室と金属材料共用推進体で管理する装置の円滑な運用のため実施している事象を説明する。装置の円滑な運用のため、研究会、展示会、学会、文献での調査、情報収集により高度な知識と技術力の取得に取り組んでいる。また、担当する装置に関する基礎データを自ら実験し取得している。その結果について学内外で報告し、情報交換を行い、知見を広めた例を述べる。

第4章では、前章で述べたメカノマイクロプロセス室や金属共用推進体での装置運用を通して得た成膜技術および分析評価技術を活かし、研究支援を実施しデバイス研究の成果に繋がった例を述べる。

第5章では、以上述べてきた核となる成膜技術と評価分析技術を用いた独自の技術開発について述べる。科学研究費補助事業の奨励研究で実施した結果である。

第6章では、結論と今後の TC としての展望を示す。

参考文献

- [1-1] S. M.ジュー著 (南日 康夫, 川辺 光央, 長谷川 文夫 訳) “半導体デバイス 第2版” 産業図書 (2009)
- [1-2] 麻蒔 立男著 “超微細加工の基礎 第2版: 電子デバイスプロセス技術” 日刊工業新聞社 (2001)
- [1-3] 小林 春洋著 “スパッタ薄膜: 基礎と応用” 日刊工業新聞社 (1993)
- [1-4] 深津 晋著 “図解入門よくわかる最新薄膜の基本と仕組み” 秀和システム (2011)
- [1-5] “速解光サイエンス辞典” オプトロニクス株式会社 (1998)
- [1-6] “SEM と友だちになろう” 日立ハイテクノロジーズ (2012)
- [1-7] T. Otomo, T. Matsubara, K. Yoshida, D. H. Kim, M. Ikeuchi and J.W. Kim “A microfluidic device integrated with a stretchable microporous membrane controlled by electro-conjugate fluid” Sens. Actuators A, Phys. **356**(2023)114332

第2章 メカノマイクロプロセス室の環境整備

メカノマイクロプロセス室では、長年、施設と装置の整備を含め研究支援を実施している。施設整備としてクリーンルーム環境整備や、共用設備の予約システムの整備や情報共有としての広報誌の発行などの利用者に対する環境整備などインフラストラクチャー面での研究支援をしている。

特に、2021年にメカノマイクロプロセス室は未来産業技術研究所から OFC 移管され、広く全学共用化されたことに伴い、新たな課題が生じた。機械系だけでなく化学系やバイオ系の他分野の利用者が増えることから、機械系では共通認識であったメカノマイクロプロセスの概要や登録方法、利用方法等の情報も他分野の利用者にもしっかりと伝えるため情報共有が必要となった。また機械系の利用者だけが使いやすいのではなく、全ての利用者が利用しやすい安全で公平な環境である必要があることからガスや薬品の管理の見直しやメカノマイクロプロセスの利用料から提供している消耗品の整理が必要となった。さらにクリーンルームの運用開始から25年を経過し、設備の老朽化も目立ってきた。そこで、全学化に対応するために運営幹事として種々工夫を行い改善した。

装置整備については、メカノマイクロプロセス室では数十台の装置を運用しているが、その中の担当する成膜装置の整備を実施した。装置に関しては未来産業技術研究所の前身である旧精密工学研究所時代の2011年から担当している。その装置に関して、整備を実施してきた例を述べる。

2.1 施設整備

筆者は2020年よりメカノマイクロプロセス室運営幹事として施設整備を担っている。運営幹事としての施設整備業務は多岐にわたり、利用者の登録、利用者への利用方法等の案内、ホームページ(HP)の管理、共通消耗品の管理、定期的な刊行物の作成・配信、利用者宛のメールや Slack の管理、安全管理(SDS の設置、法令に適した掲示の管理)、会計、各種記録用紙の管理などを担当している。

2.1.1 クリーンルーム環境整備

特殊空調メンテナンス

クリーンルームは空気の清浄度が確保された部屋で、特殊空調が必要となる。一般的な温度調整器(エアコンディショナー)の他に空気の循環のための送風機、空気清浄化フィルターが必要となる。メカノマイクロプロセス室1の空調概要を図2-1に示す。本図の簡略化のため、クリーンルーム前室、クリーンシャワーおよびプレフィルターは除いてある。外気から取り込んだ空気はフィルターを通り、温度調製器に送られる。その空気はクリーンルームの天井から ULPA(Ultra-low particulate air)フィルターを通りクリーンルーム内に送られる。ダウンフロー式のため、その空気は下から排気され、再度循環または外に排気される。メカノマイクロプロセス室内に設置されているドラフトについては、HEPA(High efficiency

particulate air)フィルターを介して、送風機で吸気・排気することで室内の清浄度を保っている。

そのため、メカノマイクロプロセス室では送風機、フィルターおよび温度調製器のメンテナンスが必要となる。屋外に設置されている送風機はベルト掛け送風機のため、年に一度ベルトの点検および交換を実施している。各種フィルターはそれぞれの交換時期に応じて交換、清掃を実施している。しかし、温度調製器に関してはメカノマイクロプロセス室が OFC に移管されるまで定期点検が行われておらず、機器の不具合が生じてから対応していた。そのため、突発的な故障ができるだけ発生しないように保守計画をたて、専門業者による定期的なメンテナンスを実施した。年 2 回、空調機内部ベルトの交換、熱交換器、排水系、電気系系統、冷媒漏れの検査および清掃により、クリーンルーム環境の維持管理を実施している。

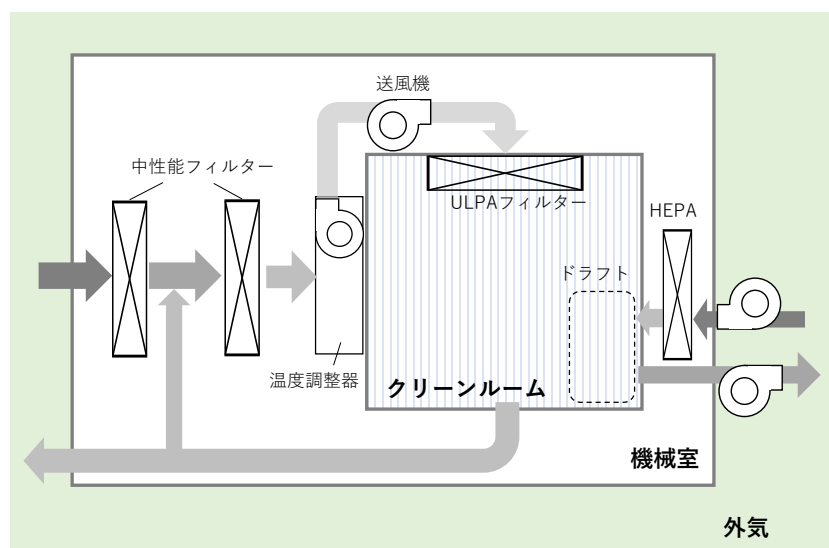


図 2-1 クリーンルーム空調概略図 [2-1]

漏水センサ

メカノマイクロプロセス室に設置されている装置は冷却水を使用する装置が多く、漏水対策が必須である。更に、メカノマイクロプロセス室は 3 階にあるため、漏水が起きた場合には、階下への影響も計り知れない。そこで、メカノマイクロプロセス室では、床面の防水加工だけでなく、漏水センサにより漏水をいち早く検知し、水の配管バルブを閉じる安全装置が設けられている。また、その漏水情報をメールでスタッフに送ることが可能である。メカノマイクロプロセス室の漏水センサの概略図を図 2-2 に示す。床面に張り巡らされた検出用リボンに水が接触すると、そのリボン内の抵抗値が変化する電極間抵抗検知方式を採用している。その抵抗値の変化により、漏水を検知し漏水信号を発する。その漏水信号が発せられるとネットワーク機器を介してスタッフにメールが送信され、同時に水道バルブの電磁弁が閉まる。本システムの漏液検出器では、断線信号を 7 秒間隔で発し連続的な断線の

検出も可能である。

その漏水センサに組み込まれているネットワーク機器は古く、セキュリティ対策ができていなかった。ネットワーク機器の設定には PC が必要であるが、メカノマイクロプロセス室が運用開始された 2008 年から使っていたネットワーク機器(NKE(株)製れんら君, UNC-RP04) は Windows XP を搭載した外部ネットワークにつなげた PC で設定可能であった。しかし、Windows XP のマイクロソフト社によるサポートが 2014 年に終了したことからセキュリティリスクが高まった。そこで、2021 年に UNC-RP06 に変更した。UNC-RP06 の設定は OS のバージョンに依存せず、HTML5 対応のブラウザで可能である。交換作業に当たり、機器の設置は購入先の業者が実施したが、交換後のネットワーク設定では、学内ネットワークではセキュリティの都合上、手動によるネットワークパラメータの設定が必要であり、作業を業者に依頼することができず困難であったが、ネットワークパラメータ設定とテストメール送信を繰り返すことでこれまで通り漏水時および断線時に、メカノマイクロプロセス室運営に関するスタッフ全員宛にメールにて連絡が届くよう更新できた。

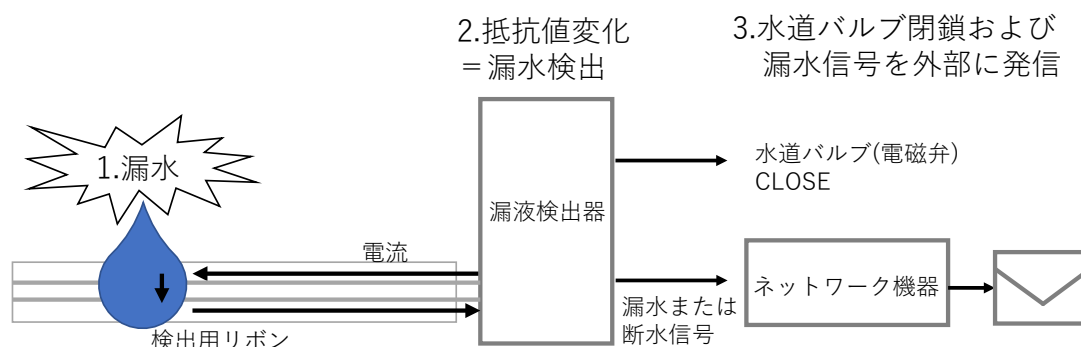
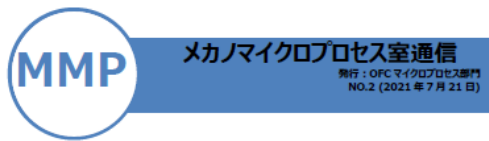


図 2-2 漏水センサ概略図

2.1.2 利用者環境整備

(1) HP 予約システムの作成

メカノマイクロプロセス室は学内外から多くの利用者が登録している。そのため、学内だけでなく学外にも必要な情報を発信する一方、安全上の理由から情報によってはパスワードによる閲覧制限を設ける必要がある。旧 HP は旧精密工学研究所の管理下の時代に作成した HP であり、開示する情報に過不足があった(図 2-3)。例えば、利用者は旧精密工学研究所所属の学生のみであったことからメカノマイクロプロセス室の概要、利用方法やアクセス等の情報が掲載されていなかった。一方、各装置の使用マニュアルがオープンアクセスとなっていた。そこで、OFC への移管により学内外に広く利用されるようになったため、HP を刷新し、HP の掲載内容を変更した(図 2-4)。利便性向上の観点から、予約管理システムについては CGI(Common Gateway Interface)プログラムで作成した学内サーバーでの管理システムから、外部の予約システムに変更した。外部のシステムを利用することで、5 分単位の予約管理や詳細なメンテナンス等のお知らせが可能となった。



INDEX

- ・メカノ室新機導入装置のご紹介
- ・高圧ガス保安教育講習会及び特殊材料ガス安全管理のための講習会受講のお願い(期限 8 月 31 日迄)
- ・メカノ室 SLACK チャンネル開設について意見募集

※取替メールで配属した内容と重複がございますが、急のためお送りしております。

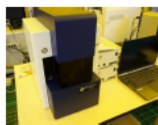
メカノ室新機導入装置のご紹介

以下の装置が納入されました。皆様が快適に利用できるよう、装置周辺やマニュアル等の整備後に利用開始となりますのでしばらくお待ちください。利用開始が可能になりましたら後述の通りお知らせいたします。

- ・マスキング露光機 Palet ネオアーク用 (8 月上旬使用開始予定、担当：藤本)
- ・電子線露光機 FlexSEM1000I 新日立ハイテック (8 月上旬使用開始予定、担当：佐藤)

※取替メールで配属した内容と重複がございますが、急のためお送りしております。

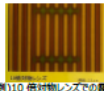
RIE/EB 装置の導入については現在契約中ですのでしばらくお待ちください。



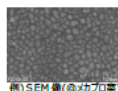
マスキング露光機



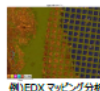
電子線露光機 (+EDX)



例)10 倍対物レンズでの露光



例)SEM 像(メカノ室)



例)EDX マッピング分析

高圧ガス保安教育講習会及び特殊材料ガス安全管理のための講習会受講のお願い(期限 8 月 31 日迄)

メカノ室内には高圧ガスや特殊材料ガスが多くございます。高圧ガスや特殊材料ガスについて理解した上、不測の事態の時には適切な対応が可能なよう心づける準備をお願いいたします。該当装置利用者に限らず、メカノ室ご利用の学生・教職員は必ずご受講をお願いいたします。

CCP 装置にて、TEOS を用いて成膜する利用室については、特殊材料ガスに関する講習会後に届く受講票メールをマイクロプロセス部門(semi-mem@ofc.titech.ac.jp)まで転送していただき、本学規則により、提出のない場合は利用不可となります。

メカノ室 SLACK チャンネル開設についてご意見お待ちしております

Slack の利用促進に伴い、メカノ室の登録専用のプライベートチャンネル開設を検討しております。そこで、チャンネルの開設に関してご意見がございましたら 8 月 6 日までに semi-mem@ofc.titech.ac.jp にご連絡いただけますと幸いです。

【現在検討している運用方法】

- ・設備内容は現在、メーリングリストで配属しているものと同様
- ・Slack で配属した内容を学生への通知する際はメールを利用している研究室が多数と想定しておりますので、当室のメンバーでも同じ内容を配属
- ・重要な内容は @channel のメンションをつけての配属(年度初めの登録連絡や他を要する連絡事項等)
- ・問い合わせ用フォーム(ワークフロービルダー)を作成し、個別案件の問い合わせも可能とする
- ・Slack は教職員のみが配属されますので、必ず学生にご通知ください。

メカノ室に登録しているメンバーの参加が可能です。登録をご希望されない場合はご連絡ください。またメール・Slack 共に支援員の方の登録も可能ですので、ご希望される場合はご連絡ください。

本件問い合わせ

semi-mem@ofc.titech.ac.jp

メカノ室を利用し、設備情報を行う場合は以下のように記載をお願いいたします。

- 【例1】本研究室は文部科学省の国際共同利用設備(コアファシリティ)として、高度な設備を有する。JPM050440200021 で利用可能な設備を利用した成果です。
- 【例2】This work was the result of using research equipment shared in MEXT Project for promoting public utilization of advanced research infrastructure (Program for supporting construction of core facilities). Grant Number JPM050440200021.
- 【例3】メカノマイクロプロセス部門による技術支援がある場合はその旨の記載をお願いいたします。
- 【例4】本研究は東京工業大学 OFC のマイクロプロセス部門との共同研究で実施された成果です。
- 【例5】This work was supported by the semiconductor and MEMS processing division, Open Facility Center, Tokyo Institute of Technology.

図 2-5 MMP 通信の例

(3) IASO R7, IASO G3

全学共用化に伴い機械系に加えバイオ系などの利用により、薬品、ガスの種類の増加が見込まれるため、全薬品・ガスの棚卸等の環境整備を実施した。本学では薬品やガスボンベの管理システムとして IASO R7, IASO G3 があり、すべての薬品・ガスが登録、保管場所が紐づけられている。メカノマイクロプロセス室が OFC に移管される際にそのアカウントを引き継いだ、使用期限が大幅に過ぎた薬品、リストと薬品庫の不一致や空瓶の放置があり、管理状況が不十分だった。さらにメカノマイクロプロセス室では、管理システムで登録された薬品を、さらに小瓶に分けて、通し番号を付けて、紙の薬品管理簿で管理、薬品庫に保管する場合もある。IASO 登録薬品数 59 本、薬品管理簿登録数 108 本、ガスボンベ 38 本の棚卸を実施した。また、マイクロプロセスでよく使われる TMAH(Tetramethyl ammonium hydroxide)は、2013 年より新たに毒物に指定された。そのため、それ以前に購入していたものは毒物表示がない。そこで薬品の成分を確認し、適切なラベリングおよび適切な保管場所に変更した。以上の作業により、メカノマイクロプロセス室の IASO 登録状況と現況が一致し、法令に沿った薬品やガスの適切な管理状態となった。

(4) 消耗品の整理

メカノマイクロプロセス室では、クリーンルーム用のワイプや綿棒、アセトン、IPA(Isopropyl alcohol)、レジスト、スパッタリング成膜用ターゲットなどの汎用性が高い共通消耗品を提供している。しかし、消耗品を購入するための財源に限りがあり利用者の専門

分野が多岐にわたることから、分野を問わない公平な利用につながるよう整理、最適化を実施した。例えば、クリーンルーム用綿棒を3種類提供していたが、使用頻度に応じてから2種類に減らし、スパッタリング成膜用のターゲットは反応性イオンエッチング用のマスクとしてよく用いられるCrと絶縁膜として使用されるSiO₂のみとした。一方、持ち込むことが難しいガス(KrやXeなど)は、新たに共用とした。さらに、消耗品を切らさない在庫管理の実現、その効率化のため、消耗品の見える化を実施した。具体的には、消耗品を購入後、それぞれの物品の定位置を決め、更に段ボールで保管せずに在庫が見えるようにクリアケースに収納することにした。

(5) DX 推進

近年、本学では全学的なDX(Digital Transformation)が積極的に進められている。デジタル技術とデータの活用により、質の高い教育、研究活動を柔軟かつ積極的に推進するため、2021年にslackやBOXが導入された。Slackとは、チームコミュニケーションツールで、チャットによるコミュニケーションや情報共有が可能である。BOXはオンラインファイル共有サービスであり、複数人でのデータ共有が可能である。そこで、メカノマイクロプロセス室においてもslackやBOXを活用し情報共有を進めており、幹事としてslackとBOXの管理を実施している。Slackではチャンネル作成し、利用研究室の教職員を登録した。そのチャンネルでは情報を発信している。更にslackのワークフローを作成し、利用者の登録や追加登録、問い合わせを簡便化し教員の定型業務の効率化を実施している。BOXではメカノマイクロプロセス室運営委員や技術支援員を登録し、運営における必要なデータをリアルタイムなファイル共有を実施している。DX化により情報共有の推進や業務効率化を実施している。

2.2 装置整備

装置整備については、メカノマイクロプロセス室では数十台の装置を運用しているが、成膜装置の改良、整備を2011年から担当している。具体的には、新たなガスの利用に伴うガス配管の増設、耐用年数に達した冷却水の配管交換、成膜装置改良のための部品の図面作成から発注までを実施している。以下にこれまで実施してきた装置改良、整備の一例を示す。

(1) RP の整備

成膜装置では真空を維持するため、必ず装置に真空ポンプが付随している。油回転ポンプ(RP, Rotary Pump)は、担当しているすべての成膜装置に用いられており、回転機構により気体を吸入、圧縮、排出し、圧力を低下するポンプである[2-2]。回転部の動きを滑らかにし、真空封止して気密性を高めるためオイルが用いられる。スパッタリング装置は、クリーンな環境が必要であるため、RPからの蒸気の逆流を防止することが好ましい。このため、装置の排気用配管とRPの吸気部の間に、活性アルミナのオイル吸着機能を利用したフォアライ

ントラップを新たに設置した。さらに、RP のオイルが劣化することで到達圧力の低下や故障の原因となるため、すべての RP に対して定期的な点検・交換も実施している。

(2) ガス配管整備

反応性スパッタリングを実施する既存のサンユー製スパッタリング装置は、Ar ガスのみ利用が可能であった。しかしながら、ユーザの求める成膜材料の多様化により、反応性ガスとして酸素や Kr などのガスの利用が求められるようになった。これに対応するため、ガス導入配管の増設と流量計(MFC: Mass Flow Controller)の設置を実施した。

設置したガス配管を図 2-6 に示す。チャンバーに導入するガス配管を分岐し、O₂ ガスおよび Kr ガスの導入を可能にした。導入ガスの流量制御のために MFC も取り付けた。但し、Kr 用の MFC は、近年の半導体不足により入手が困難であったため、窒素用の MFC を取り付けた。MFC に適用外の気体を用いる場合、コンバージョンファクター[2-3]により補正が必要となるため、その手順を示したマニュアルを作成、利用者に周知した。

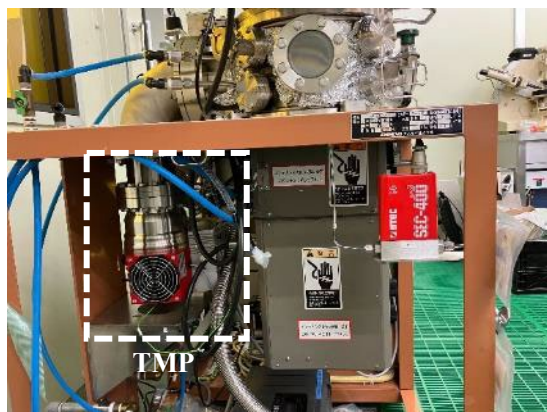


図 2-6 ガス配管整備

(3) TMP の交換ならびスパッタリング装置の冷却水配管の再整備

アネルバ製スパッタリング装置は高真空環境を達成するため、RP の前段に TMP(Turbo Molecular Pump)が接続されている。しかし、水冷式 TMP を使用していたため、漏水のリスクがあった。さらに上水道を利用して冷却、温度が上昇した水はそのまま排水していたため高コストであった。そこで、空冷式の TMP に交換した(図 2-7(a))。交換作業は数名の部門スタッフと共に実施した。これにより、冷却水はチャンバー、カソードの冷却のため、成膜中のみ必要となり、水の使用量の大幅な削減や漏水リスクを低減することができた。

空冷式の TMP への交換に伴い不要な冷却配管の変更等を実施した。樹脂製のチューブ配管の劣化もみられたことから、チューブの交換も実施した(図 2-7(b))。



(a)空冷式 TMP への交換



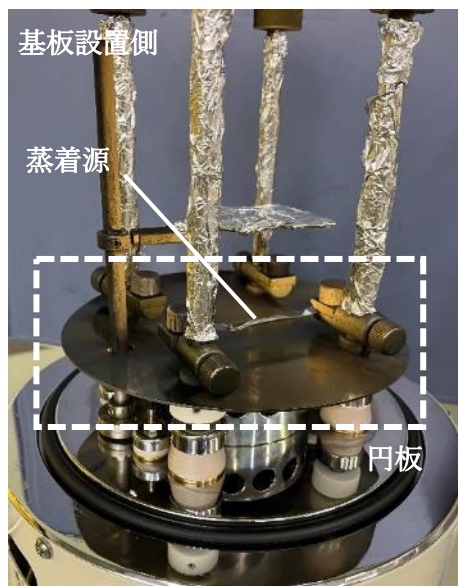
(b)冷却水用配管の交換

図 2-7 アネルバ製スパッタリング装置の整備

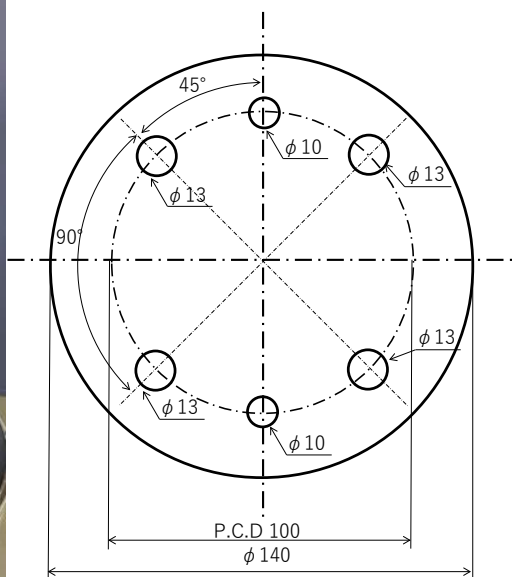
(4) 部品の自作による改修

成膜装置で、膜の堆積や熱の影響を受ける部品は変形等の不具合が生じる。それらのメーカー純正の交換部品は、一般に高価である。そこで、メカノマイクロプロセス室では構造が簡単な部品は、自ら製図し、部品の加工を学内の設計製作部門や金属加工メーカーに依頼することでメンテナンス費用を抑えている。

例えば、図 2-8(a)に示す簡易蒸着装置の蒸着源下部には、複数の貫通穴を有する円板が設置されている。この蒸着源の直下にある円板は、膜の堆積や熱による影響で変形した。その結果、蒸着源に電流を流すためのポールに、円板が接触するためリーク電流が生じ、蒸着源を加熱できず、成膜ができなくなった。そこで部品寸法を計測し、図 2-8(b)に示すように、変形を抑制するため、円板の板厚を増加する設計変更を行い、製図、加工依頼、交換を行った。自作することで、装置の不具合を低減するための改良ができた。アネルバ製スパッタリング装置のシャッターやサンヨー製スパッタリング装置の部品についても製図、加工、交換作業を実施した。また、複雑な部品の改良・修理事例については 4 章で説明する。



(a)簡易蒸着装置内部



(b)部品の図面

図 2-8 簡易蒸着装置の改修

参考文献

- [2-1] 東京工業大学 創造研究実験棟 新営機械設備工事竣工図
- [2-2] 中山勝矢著 “新版 真空技術実務読本” オーム社 (1994).
- [2-3] ㈱リンテック <https://lintec-mfc.co.jp/mass-flow-controller/>

第3章 共用装置の技術探究

本章ではメカノマイクロプロセス室や金属材料共用推進体で管理する装置の円滑な運用のための情報収集や技術開発の取り組みを紹介する。具体的には、研究会等での担当装置に関する調査、実験による基礎データの収集、装置能力を拡張するための研究開発を実施している。この成果については装置利用者に提供し、研究会、学会でも報告することで情報交換し知見を広めている。これらの取り組みを、装置の円滑な運用につなげている事例を紹介する。

3.1 共用装置の運用のための調査

研究で共用される施設の円滑な運営のために、最新の技術動向の情報収集や情報交換は重要である。そのため学会、研究会、展示会への参加や文献調査を実施している。

(1) 学会の活用

学会の学術講演会で、自身の研究成果の発表や最新の研究に関する情報収集をしている。応用物理学会に所属し、主催の学術講演会に12回参加、発表した。そこでは、多くの研究機関から最新の研究が発表され、高度な議論が行われる。研究支援先の研究にコミットするためには実際の研究内容を知ることが重要である。また、そこで発表することで情報交換でき、高度なプロセス技術の開発につながる。実際の発表内容については3.3節で述べる。

(2) 技術職員主催の研究会の活用

他機関の技術職員が主催している様々な研究会にも積極的に参加している。これまでの参加実績は以下の通りである。

- ・機器・分析技術研究会 4回
- ・総合技術研究会 2回
- ・実験・実習技術研究会 1回
- ・分子研技術研究会 1回
- ・微細加工に関する技術サロン会 3回

例えば、微細加工に関する技術サロン会では、同様に共用クリーンルームを運営している分子科学研究所の職員と情報交換を実施している。2023年7月に、分子科学研究所に新設されたクリーンルームを見学した。清浄環境を維持するための、クリーンルーム整備方法、利用者に対する消耗品の提供方法、情報掲示方法などの実際の現場を学ぶことができる機会となった。そこで得た知見は、第2章で述べたメカノマイクロプロセス室における消耗品管理やメカノマイクロプロセス室の整理整頓にフィードバックされている。

(3) 技術展示会の活用

展示会では商材のテーマに沿って多くの企業が新製品の発表や既存商品の紹介を行う。マイクロプロセスに関する展示会への参加実績は以下のとおりである。

- ・nano tech 9回
- ・SEMICON Japan 6回

- ・MEMS ビジネス展 5 回
- ・JASIS 2 回
- ・真空展 2 回

これらの展示会では、企業からのマイクロプロセスに関する装置・器具等の展示、研究機関からの先端技術紹介が行われており、知見を広げ、最新の技術を学ぶことができる。そこで得た知見は実際の研究支援業務に役立っている。例えば、共用装置である SEM を新規導入する際、仕様策定委員会が開催され、装置仕様を選定、入札公告される。展示会ではいくつかの企業が SEM を展示しており、新しい機能や技術が紹介されている。展示機を実際に操作することも可能である。そこで見て聞いて触って得た知見をもとに、仕様策定委員会において、マイクロプロセスにおいて必要な仕様を選定できる。共用装置は多くの分野の利用者が使うため、汎用的で使いやすい装置の選択に繋がっている。

マイクロプロセスは日々発展しており、企業が販売しているマイクロプロセス技術に関する製品を知ることは重要である。学内外からの技術相談に対して、プロセスの提案ができるよう引き出しを多く持っている必要があるため、そこで得た知見は、これまでメカノマイクロプロセス室で実施したことがない新しい技術や手法も含まれる。

(4) 講習会の活用

その他にも各種セミナーや講習会にも積極的に参加している。これまでに参加した講習会は以下のとおりである。

- ・真空夏季大学(日本表面真空学会)
- ・真空ウォーキングコース(日本真空工業会)
- ・プラズマエレクトロニクス講習会(応用物理学会)
- ・薄膜基礎講座(日本表面真空学会)
- ・ナノファブスクエア講習・実習会(大学ナノ・マイクロファブリケーションコンソーシアム, (地独)神奈川県立産業技術総合研究所(KISTEC), 川崎市)
- ・MEMS プロセス実習講座(センシング技術応用研究会)

この他にも企業主催のセミナーにも多数参加している。セミナーや講習会では知識を得ることができ、実習では技術習得できる。特に実習では、他機関のクリーンルームに入ることができ、メカノマイクロプロセス室の運営に直接役立つ、装置の操作方法をわかりやすく表示する方法など、現場のノウハウを得ることができる。

(5) 文献による技術動向調査

そのほかの取り組みとして、文献調査も欠かせない。マイクロプロセス部門では輪番制で論文を紹介し、議論している。これまでに筆者は 56 報(2024 年 7 月時点)報告した。紹介するために、事前に十分理解する必要がある知見を深めることにつながる。また文献から学んだプロセスは、メカノマイクロプロセス室で実際に試すことで、新規プロセス手法の提案に繋がっている。反応性スパッタリング法についても文献調査により、原理や手法を学び、自ら実験することでメカノマイクロプロセス室での反応性スパッタリングを可能にした[3-1]。

他にも利用登録している研究室の論文を紹介することで、利用者が作りたいデバイスを理解し的確なアドバイスにもつながっている。

3.2 共用装置に関する基礎実験データの提供

共用装置を運用するにあたり、各装置の基礎データを知ることは必須である。例えばスパッタリング装置は膜を作製する装置であるが、装置を導入しただけでは所望の膜の作製は困難である。例えば、膜厚は成膜装置の設定パラメータに依存する。スパッタリング装置は成膜する際のパラメータとして、RF 出力、プロセス中のガス圧力、ガスの流量、さらに成膜時間に依存する。図 3-1 に示すように、成膜時間に比例して膜厚は増加する。また図 3-2 に示すように、RF 出力にも比例して膜厚が増加する。膜厚は材料や装置にも依存するデータであり、アネルバ製スパッタリング装置とサンヨー製スパッタリング装置でも異なる。そこで、これらの基礎データを自ら実験して得た。代表的なパラメータで各材料を成膜した際の成膜レートも、基礎データとして報告している[3-2]。膜厚は、基板面内で分布を持つ(図 3-3)。その分布データを得ることで膜厚の緻密な制御が可能となる。またこの膜厚分布データは、デバイスに堆積した膜厚を実測できない時、成膜時にそのデバイスの隣にモニタ基板を設置し、同時に成膜することでモニタ基板の膜厚分布からデバイスの膜厚を高い精度で求めることを可能とする。

スパッタリング法の応用技術として反応性スパッタリングがある。たとえば Cr を Ar プラズマで成膜すると Cr 膜を堆積できるが、Cr を Ar と O の混合ガスのプラズマで成膜すると CrO 薄膜となる。スパッタリング装置で成膜できる材料の種類を増やすために、その基礎データを実験で得た。図 3-4 に示すように、反応性スパッタリングでは設定パラメータの閾値により大きく成膜状況が変化する。混合ガスの酸素分圧比を大きくすることで、成膜レートが減少するが、膜内に酸素が多く含まれることが分かった[3-3]。このように、基礎データや装置を使った応用的な利用方法を開発している。

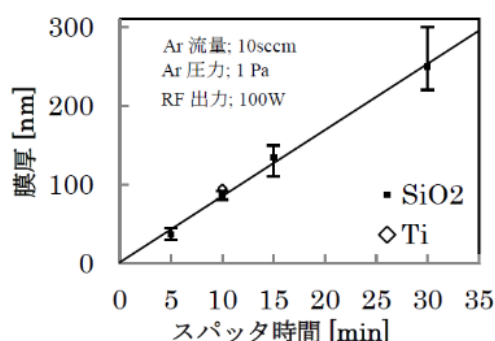


図 3-1 膜厚の成膜時間依存性

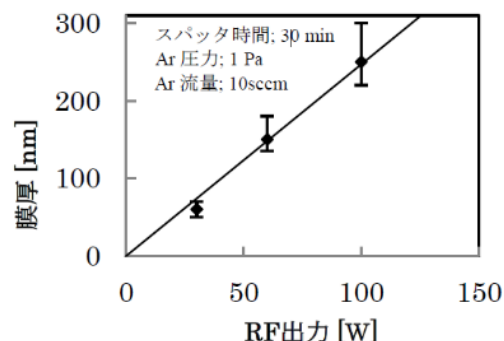


図 3-2 膜厚の RF 出力依存性

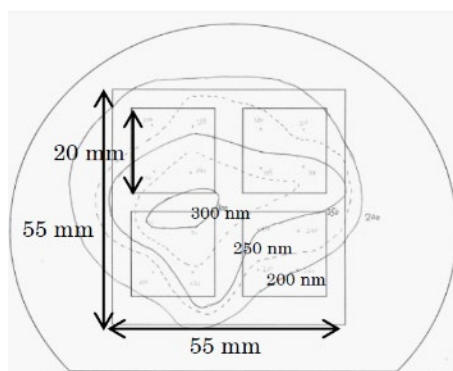
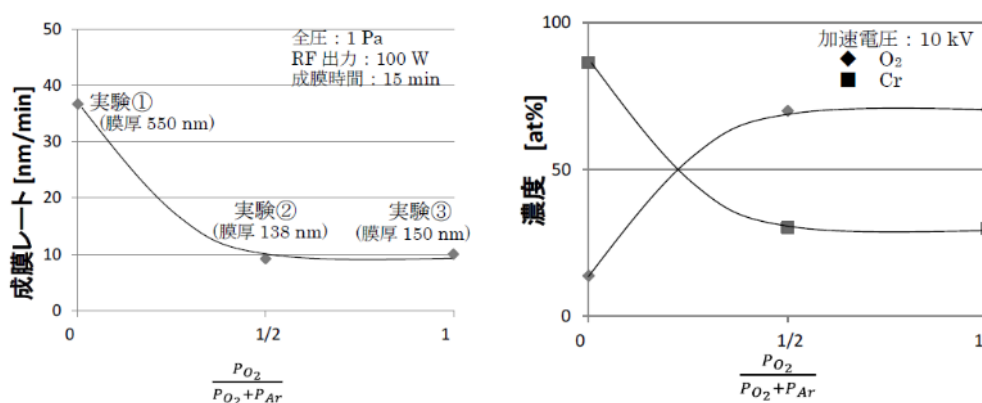


図 3-3 基板面内での膜厚分布



(a)酸素分圧と成膜レートの関係 (b)酸素分圧と元素濃度の関係

図 3-4 反応性スパッタリング

3.3 共用装置に関する成果提供

3.2 節で述べた基礎、応用データに関してはテクニカルレポートとして、これまでに 60 報にまとめて報告した(2024 年 12 月現在). これらのテクニカルレポートは技術報告として年度ごとに冊子として発行し、利用者に提供している. さらに、これらのデータのうち、新しい手法や技術、これまでにない知見があれば研究会や学会で発表している. 例えば 2013 年 9 月の鳥取大学機器・分析技術研究会で発表し、更に、その内容を発展させ 2014 年 3 月の応用物理学会で発表した例を紹介する[3-4, 3-5].

SEM/EDX 分析では、電子線照射により発生する特性 X 線を利用し試料表面の物質を特定することが可能である. 電子線の加速電圧が高いほど試料中への X 線発生領域が深くなることは知られている. 筆者はその深さを実測するため、Cu 薄膜の分析における深さ方向の検出範囲について、表面からの深さにより異なる元素の薄膜を挿入した多層膜構造の試料を用いて定量的に評価した結果を報告した. 図 3-5 に本手法の概要を示す. 加速電圧を変化させた際の深さ方向の X 線発生領域を測定するために、表面から 190 nm ピッチで膜厚 15 nm の Al, Ti, Cr 膜を順次 Cu 膜に挿入した多層膜の EDX 分析を行い、検出される元素に

よりその深さを測定した。低加速電圧では最下層の Cr は検出されないが、高加速電圧では Cr が検出される。図 3-6 に作製した多層膜の模式図及び断面 SEM 像を示す。Si(100)基板上に Cu と中間層の周期的多層膜構造を RF マグネトロンスパッタリング装置を用いて作製した。図 3-7 に加速電圧を変化させた際の各検出元素の原子数比を示す。各元素の検出される最低加速電圧を検出限界 0.1 at% として、測定値から線形近似により X 線発生領域を算出した。この結果を応用物理学会ではさらに深く考察し発表した。図 3-8 に実験結果から見積もられた各加速電圧に対する X 線発生領域を示す。その発生領域は Castaing の式[3-6]や Kanaya-Okayama の式[3-7]で見積もることが可能である。実験結果はそれらの式より算出した特性 X 線の発生領域や電子侵入深さより若干小さい値となったが、傾向としては概ね一致した。本方法は、多層膜構造の最適化により空間分解能を向上させることも可能であり、X 線発生領域を簡便に測定できる有効な方法としてその応用が期待でき、EDX 分析における分析の精度の向上につながると考えている。

この事例は、学生への指導の上でも役に立っている。よく、学生から EDX で試料分析において想定と違う元素が検出されたと相談されることがある。これは SEM 画面上では観察できない下層部の元素情報を検出しているためで、よく起こる現象である。そこで理論式だけでなく本実験結果を見せることは、学生の理解に役に立っている。

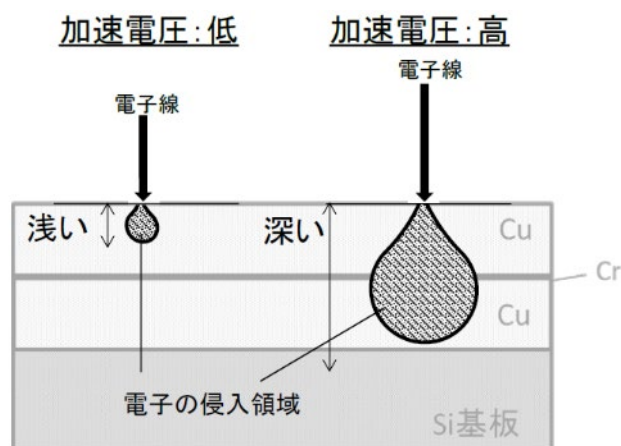


図 3-5 加速電圧による電子の侵入深さの違い

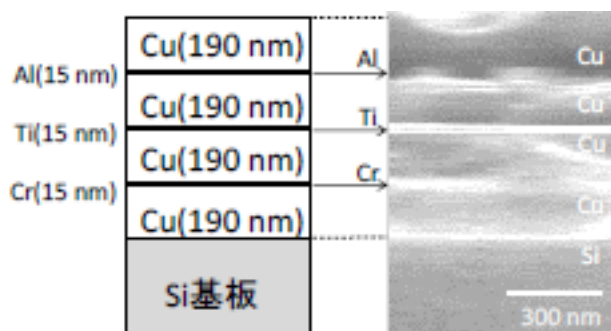


図 3-6 作製した試料(左：模式図，右：断面 SEM 像)

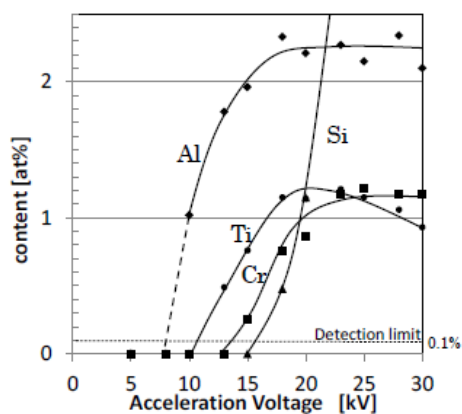


図 3-7 加速電圧と検出原子の原子数比の関係

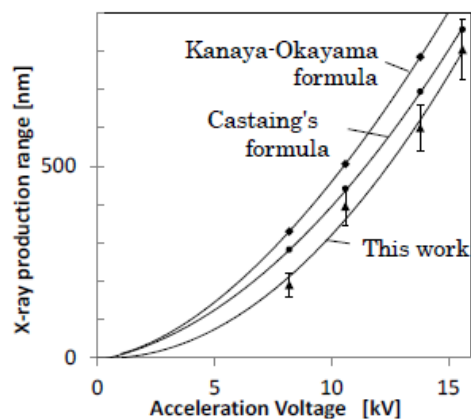


図 3-8 加速電圧に対する本実験による X 線発生領域と Castaing's formula (X 線発生領域) および Kanaya-Okayama formula (電子線侵入深さ) の関係

参考文献

- [3-1] S. Katsuta and Y. Kawanishi “反応性スパッタによる SIN 薄膜の安定性”, JCS-Japan **100**(1992)134
- [3-2] 佐藤 美那 “RF スパッタ装置の到達真空度と成膜条件と膜厚の関係” マイクロプロセス部門テクニカルレポート No.50 (2011)
- [3-3] 佐藤 美那 “Cr の反応性スパッタリングにより成膜した酸化クロム薄膜の評価” マイクロプロセス部門テクニカルレポート No. 110 (2014)
- [3-4] 佐藤 美那 “EDX による Cu 分析のための多層膜を用いた電子侵入深さの測定 ”, 平成 25 年度機器・分析技術研究会, P-17 (2013)
- [3-5] 佐藤 美那, 松谷 晃宏, 曾根 正人 “多層膜構造を用いた EDX 分析における Cu 中の X 線発生領域の測定” 第 61 回応用物理学会春季学術講演会, 19p-PA2-4 (2014)
- [3-6] R. Castaing, Ph. D. Dissertation, Univ. Paris, (1951)
- [3-7] K. Kanaya and S. Okayama, J. Phys. D **5**(1972)43

第4章 マイクロプロセス技術による研究支援

第4章では前章で述べたようにメカノマイクロプロセス室や金属共用推進体での装置運用を通して得た成膜技術および分析評価技術を活かし実施した研究支援例を述べる。

4.1 成膜技術による研究支援

4.1.1 ドライエッチングのためのメタルマスク成膜への研究支援[4-1]

本学の松下祥子研究室に対する TiO_2 フォトニック結晶の作製の研究支援例である。フォトニック結晶とは屈折率が異なる物質を光の波長と同程度の間隔で並べたナノ周期構造の人工結晶で、微細加工技術により作製される。松下研では微細加工技術により TiO_2 基板からフォトニック結晶を作製することを目的とした。

TiO_2 基板を RIE(Reactive Ion Etching)することでフォトニック結晶を作製できるが、そのマスクとしてレジストではエッチング耐性が十分得られず、RIE 中にマスクが除去され所望の深さの構造体を得ることができない。そこでメカノマイクロプロセス室のサンユー製スパッタリング装置により Cr を成膜し、マスクとして利用することで RIE に対するエッチング耐性を向上させ、図 4-1 に示す TiO_2 フォトニック結晶の作製に至った。 TiO_2 の RIE によりエッチングについては新しい知見であったため、そのプロセスに関しては当部門が筆頭著者となり論文を執筆した[4-2]。

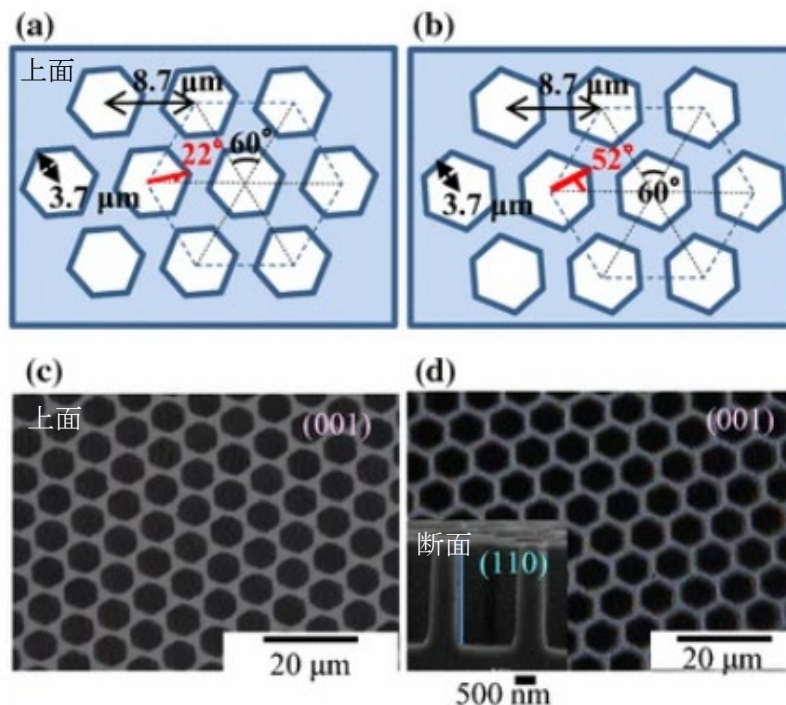


図 4-1 作製したフォトニック結晶の構造[4-1]

4.1.2 スパッタリング成膜による IPMC のマグネシウム電池作製への研究支援[4-3]

本学の鈴木康一研究室に対するスパッタリング成膜による IPMC のマグネシウム電池作製の研究支援例である。本研究支援は TC 受講期間中の成果である。ソフトアクチュエータの一つである Ionic Polymer Metal Composite (IPMC) は、水中で低電圧駆動が可能である。イオン交換膜をメッキした薄膜構造をしており、両面の電極に電圧を印加することで、屈曲動作を行うアクチュエータである。本アクチュエータから、電源からの配線を無くし自由度の高い IPMC ロボットへ応用することを目標としている。IPMC にスパッタリング装置を用いて Mg を成膜し、水を電解液として機能させることで、Mg 電池を電源として搭載することを目的とした。

図 4-2 に Mg 電池搭載型 IPMC の構造を示す。IPMC は Nafion と呼ばれるイオン交換膜の外側を金でメッキした構造をしており、水中に浸した本アクチュエータの両面に電圧を印加すると、内部の水分子が陽イオンと共に負極側に移動するため、膨張し、正極側に屈曲する。本論文で使用した Mg 電池は、負極材として Mg を、正極材として Cu を用いている。しかし Mg は酸化しやすい物質のため、成膜条件を工夫する必要があった。図 4-3(a) に Ar ガスを用いてスパッタリング成膜した Mg 薄膜を示す。サンヨー製スパッタリング装置 SVC-700RFII を使用し、液体窒素を用いて到達圧力を 2.5×10^{-4} Pa 程度まで低下させ成膜したが、Mg の銀白色が確認できなかった。そこで、導入ガスを Ar よりも原子番号の大きな Kr に変えて成膜を行った。その結果を図 4-3(b) に示す。Mg の金属色を確認でき、電池電極として機能させる為に十分な膜厚の Mg を成膜することができた。駆動実験の結果、Mg 金属板を用いて製作した電池よりもスパッタリング成膜の方が変位も大きくなった。これは、スパッタ成膜した電池と IPMC アクチュエータの密着性が向上し、内部抵抗が低下したためであり、スパッタリング法の有意性を示すことができた。The 2024 16th IEEE/SICE International Symposium on System Integration(SII2024)の Best Paper Award Finalist を受賞した。

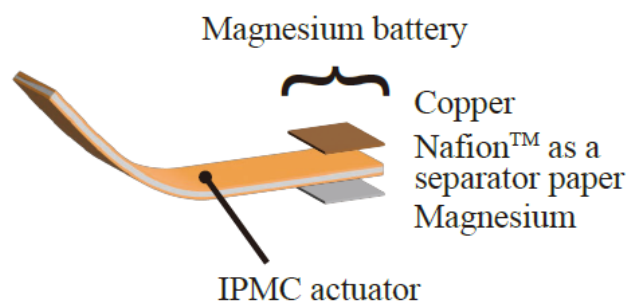


図 4-2 Mg 電池搭載型 IPMC の構造[4-3]

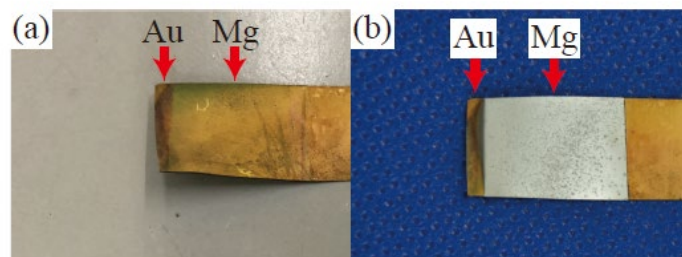


図 4-3 (a)Ar で成膜した Mg 薄膜 (b)Kr で成膜した Mg 薄膜[4-3]

4.2 分析・評価技術による研究支援

4.2.1 ドライエッチングによるプロセス条件最適化のためのエッチング面の SEM/EDX 分析による研究支援[4-4]

マイクロプロセス部門内で実施したプロセス技術開発例である。MEMS プロセスで用いられる Si のドライエッチングでは、深いトレンチ構造や基板を貫通する孔を形成するために、 SF_6/O_2 プラズマによるエッチングと C_4F_8 プラズマによるデポジションを交互に繰り返すボッシュプロセスを用いる。サイドエッチングやアンダーカットなどの横方向のエッチングを抑制するために、エッチング側面に保護膜を形成するが、単一のエッチング条件では、垂直形状を維持したまま深掘のエッチングは実現できない。この現象はエッチング深さやトレンチの幅に関連する。経験的にエッチング深さに応じてエッチング条件を変更することは行われているが、エッチング側面の保護膜の組成の調査についての報告はほとんど見当たらない。そこで、ボッシュプロセスにより深掘りエッチングされた Si エッチング側面の上部から下部の保護膜組成を EDX 分析した。

図 4-4 に分析に用いた試料を示す。単一条件でエッチングした $100\ \mu\text{m}$ 程度のエッチング深さの Si の深掘パターンである。試料トレイには Al を用いた。試料を左右方向にへき開し EDX 分析が可能となるようにトレンチ部分のエッチング側面を露出させた。図 4-5 に EDX 分析による測定箇所を示す。エッチング側面の上部、中部および下部のそれぞれ $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ の領域を分析した。図 4-6 にこれらの部位の半定量分析の結果を示す。エッチング側面の上部ではエッチング側面下部よりも C および F の割合が多いことがわかった。これはフルオロカーボン保護膜が下部よりも多く存在することを示しているものと考えられる。また Si の割合は上部より下部の方が大きかった。この現象はプラズマに曝されている時間に依存しているものと考えられ、上部には厚い膜が堆積していると考えられる。

そこで、側面上部には厚い膜が堆積していると考えられるため、本プロセスにおける保護膜の最大厚さおよびその保護膜の深さ方向の組成を推定するため、加速電圧を変化させて測定した。3.3 節で述べた通り電子線の加速電圧を上げることで X 線発生領域が深くなる。その現象を利用し、側面上部を分析した。その結果、加速電圧が高くなるほど Si の割合が増え、F や O の割合が減少したことから、F は表面近傍に存在していることがわかった。ま

た、Castaing の式より、10 kV 以上では、電子線が Si 壁を貫通していると推測される。そこで、X 線発生領域を球と仮定し保護膜の構成元素(C, O, F, Al, S)と Si の割合より保護膜の厚さを推定した。球の直径は Castaing の式より算出した X 線発生領域の最大深さとし、Si 壁の裏面にも同じ膜厚の保護膜があると仮定した。その結果、本プロセスにおける堆積膜の最大厚さは 10~50 nm 程度であると推定できた。

この分析方法を用いてトレンチ幅の異なる Si を深堀エッチングしたサンプルを分析した。その結果、組成はトレンチ幅と深さに依存することがわかった。深堀エッチングにおいてプラズマの挙動とパッシベーション膜の組成の両方を理解することが重要であり、これらのエッチングされた側壁の EDX 分析の結果は、Deep-RIE の垂直形状を保ちエッチングするためのプロセス条件の最適化に役立つと考えられる。

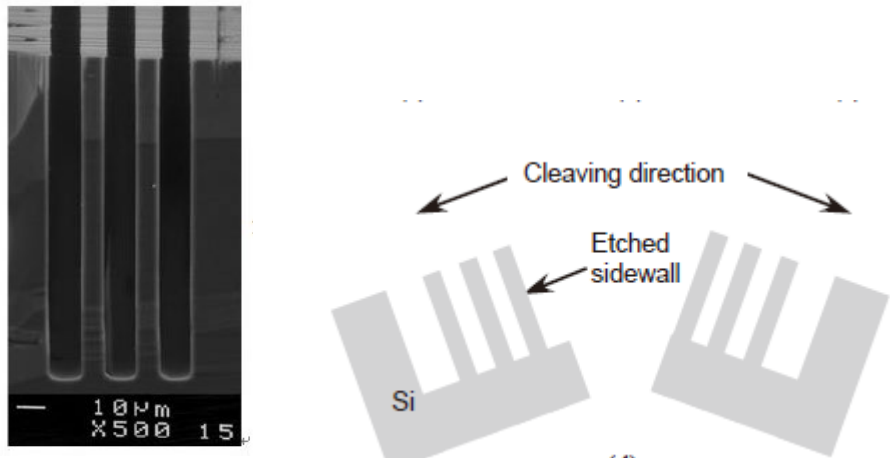


図 4-4 D-RIE により深堀した Si の断面 SEM 像および EDX 分析のためのへき開方法[4-4]

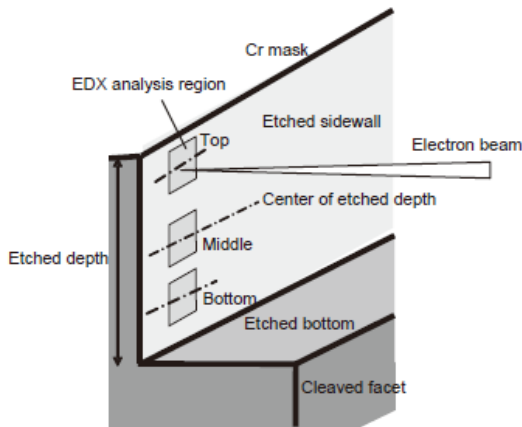


図 4-5 EDX 分析による測定箇所[4-4]

Atom	Bottom	Middle	Top
Si	92.2 at%	92.4	77.9
C	6.0	5.2	12.9
O	1.2	0.9	1.3
F	0.6	1.2	7.1
Al	0.0	0.1	0.8
S	0.0	0.1	0.0

加速電圧：5 kV

図 4-6 EDX 分析による半定量分析の結果[4-4]

4.3 成膜技術から分析評価技術までの一貫した研究支援

4.3.1 SiO₂ 成膜によるエバネッセント波による磁気光学効果測定のための半球プリズム作製への研究支援[4-5, 1-6]

本学の宗片比呂夫研究室に対する SiO₂ 成膜によるエバネッセント波^{*1} による磁気光学効果^{*2}測定のための半球プリズム作製の研究支援例である。図 4-7 に半球プリズムの構造を示す。プリズムと多層膜で構成されたサンプルであり、プリズム直下の SiO₂ 膜の作製に対して研究支援を実施した。本サンプルは磁気光学カー効果^{*3}についてエバネッセント波を利用して測定するためのデバイスであり、Ru と GdFe からなる磁性三層膜による光学特性の測定において、光学的スペーサとして SiO₂ 薄膜を利用するため、その膜厚制御が重要で、またその膜の屈折率を評価する必要がある。そこで RF マグネトロンスパッタリング装置で SiO₂ を成膜し、成膜した膜をエリプソメータで評価した。

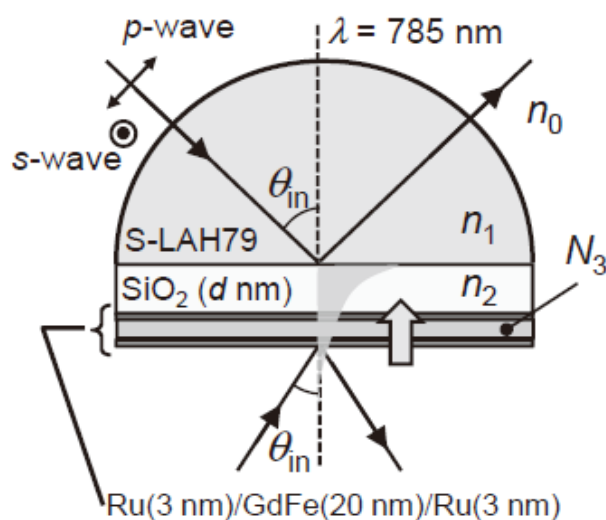


図 4-7 半球プリズム上の膜構造[4-5]

*1 エバネッセント波：高屈折率媒質と低屈折率媒質の境界面での光の全反射時に、境界面をわずかに超えて低屈折率媒質に浸透する光波。浸透した光は急激に減衰する。浸透深さは光の波長程度である。

*2 磁気光学効果：物質の光学的性質が磁場によって影響を受ける効果の総称。ファラデー効果、コottonムートン効果、カー効果など。

*3 カー効果：磁化を持つ物質の表面で直線偏光が反射されるときに、カー効果によって反射光は楕円偏光になり、偏光面が回転する。光磁気記録に広く応用される。

SiO_2 をスパッタリング装置で成膜するため、半球プリズムの固定方法を検討し、治具を作製した。メカノマイクロプロセス室のスパッタリング装置は成膜材料が下から上に飛来するため、被成膜サンプルをチャンバーの上側に成膜面を下側に向けて保持する必要がある。通常はSi基板などの平面形状のサンプルを設置するため、片面もしくは両面テープで固定する。しかし、球面であることからテープでの安定した固定が困難であった。そこで、半球プリズムに合わせた治具の作製を行った。図4-8に半球プリズムの固定方法の断面概略図を示す。二つの部品から構成されており、土台に半球プリズムを設置し、その上から穴あき蓋を止めることで保持できる治具である。半球プリズムに SiO_2 薄膜を成膜する前に膜の成膜条件を検討する必要があるため、本治具には半球プリズムだけでなくSi基板も設置できるように設計した。図4-9、10に作成した図面を示す。部門のスタッフの協力のもと、図面を作成した。本図面を基に、本学設計製作部門に加工を依頼した。図4-11に作製した治具および成膜条件出しのためSi基板に SiO_2 薄膜を成膜した写真を示す。Si基板の中心部の丸い箇所が SiO_2 の成膜されている箇所である。

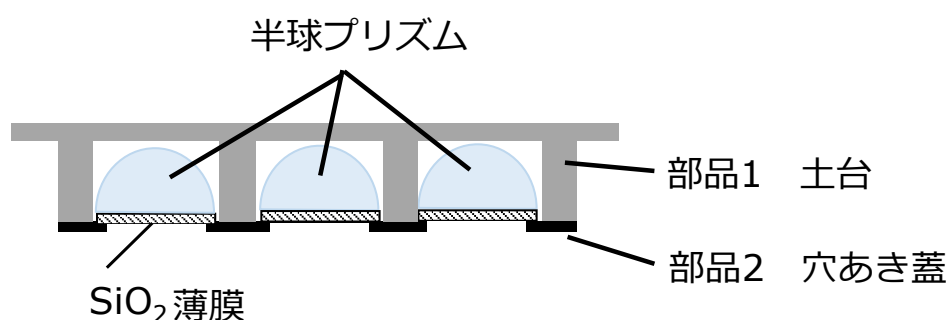


図 4-8 半球プリズムの固定方法断面図

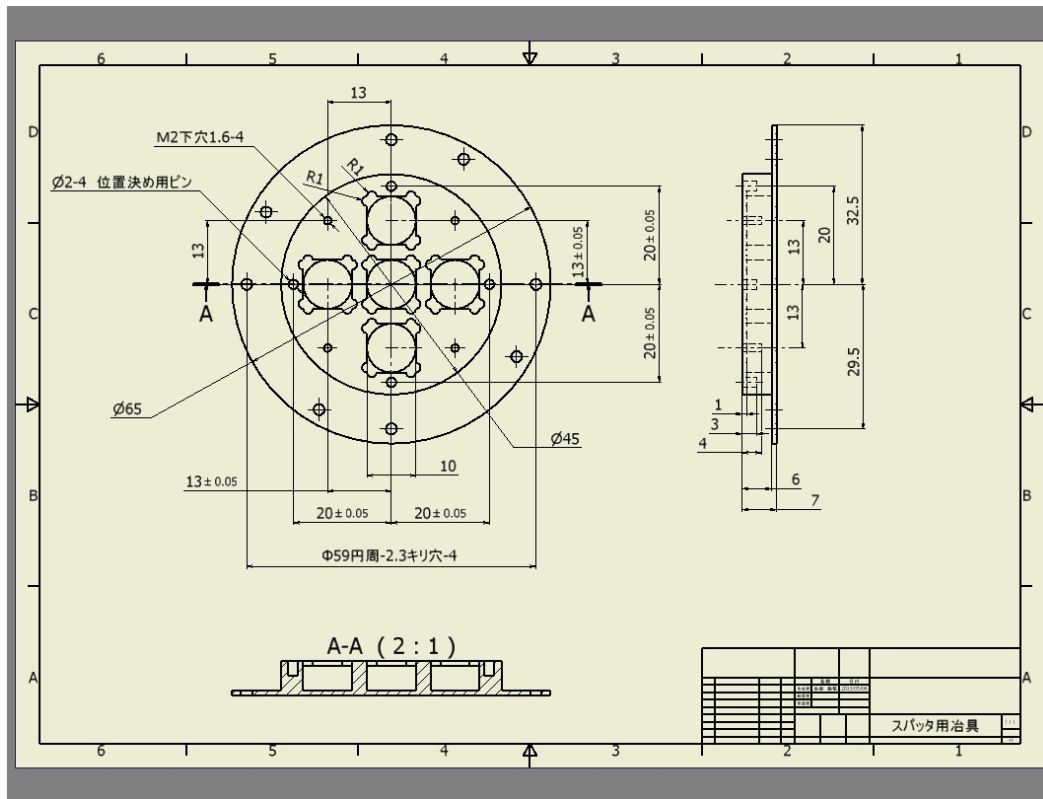


図 4-9 治具(部品 1 : 土台)の図面

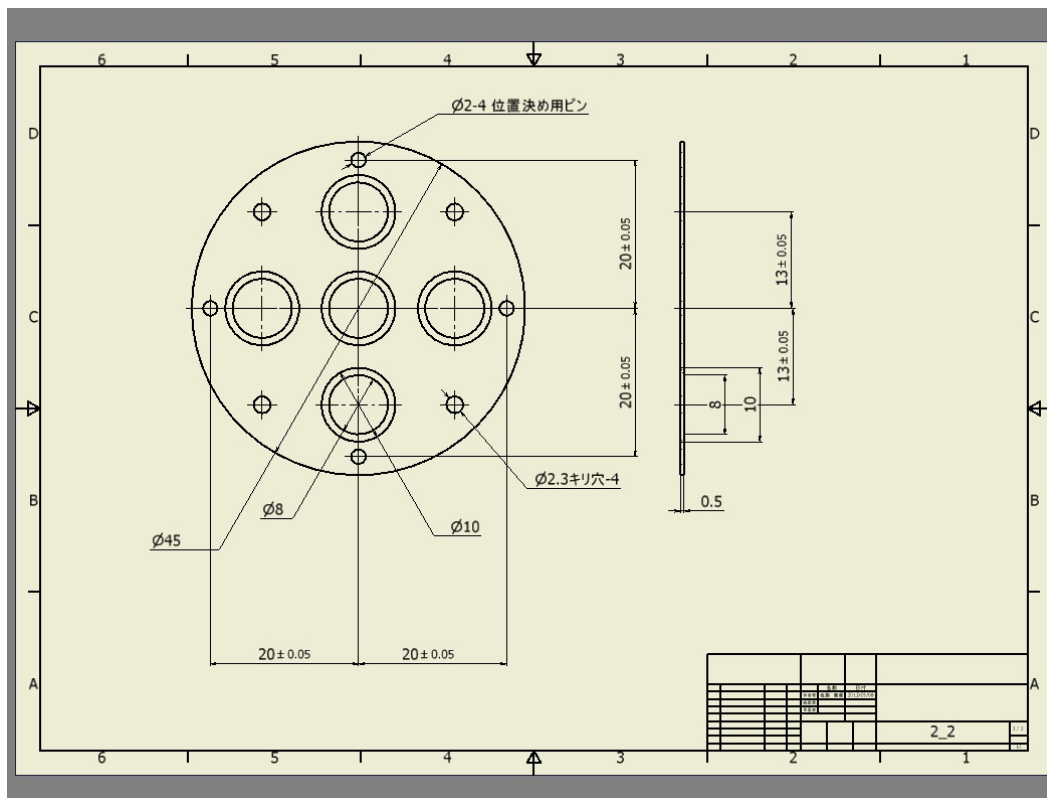


図 4-10 治具(部品 1 : 穴あき蓋)の図面



図 4-11 作製した治具および Si 基板に成膜した写真

次に、作製した治具に Si 基板を設置し、 SiO_2 の成膜レートおよび膜厚分布、屈折率を評価した。膜厚は触針式形状測定装置(Veeco 製:Dektak150)により測定した。Dektak で膜厚を測定する際は、基板上の成膜されていない部分と薄膜部分の段差を測定する。その測定箇所の段差が周期的な構造になっていることで精度の高い測定ができるため、成膜後の基板に L&S(Line&Space)のレジストパターンを作製し、そのレジストをマスクとして BHF(Buffered Hydrogen Fluoride)にて SiO_2 をエッチングすることで周期的な段差パターンを作製した。最後にレジストはアセトンにて除去してある。 SiO_2 の膜厚を測定した結果を図 4-12 に示す。中心の膜厚が大きく、外側に行くほど薄くなり最大で 25 nm 程度の差が生じた。

次に、Si 基板上に成膜した SiO_2 膜の屈折率をエリプソメータにより測定した。実際の半球プリズム上に成膜した後に屈折率を評価することは困難である。そこで、Si 基板を用いた条件出しの際に屈折率を事前に評価した。表 4-1 には波長 633 nm における屈折率とエリプソメータで算出した膜厚の結果を示す。同じターゲットを使用して同時に成膜しているが、屈折率は面内で異なることが分かった。以上のように SiO_2 薄膜を作製し、その膜厚と屈折率を適切に評価しデバイス作製に貢献できた。

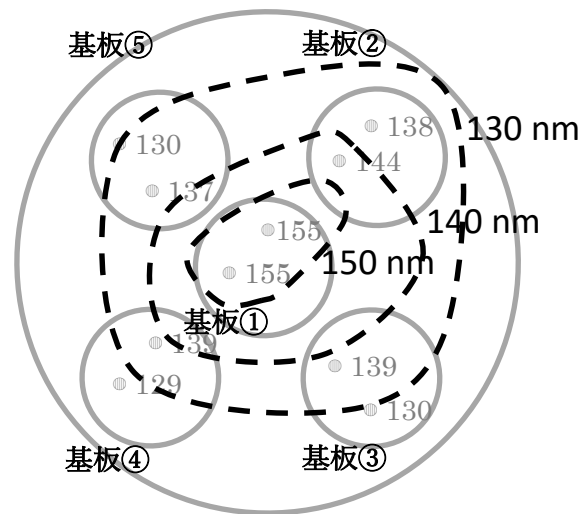


図 4-12 成膜した SiO₂ 膜厚分布

表 4-1 成膜した SiO₂ 膜の屈折率

	消衰係数 $k=0.000$ とし n, d を算出	
	屈折率 n	膜厚 $d[\text{nm}]$
基板①	1.462 ± 0.000	161.1 ± 0.1
基板②	1.465 ± 0.000	145.2 ± 0.5
基板③	1.466 ± 0.002	147.2 ± 1.5
基板④	1.462 ± 0.006	138.8 ± 4.0
基板⑤	1.462 ± 0.000	136.1 ± 1.1

4.3.2 Nb_xO_y 成膜による複屈折結晶を用いた光学用波面センサ作製への研究支援

京都大学の長田哲也研究室に対する光学用波面センサのための Nb_xO_y 薄膜のスパッタリング成膜による技術支援についてである[4-6]. 太陽系外惑星を直接撮像するために、高効率な波面センサが必要であり、そのセンサの開発のために複屈折点回折干渉計(b-PDI: Birefringent point-diffraction interferometer)の開発を目標とした。この干渉計の測定原理は位相シフト干渉法を用いており、3つの位相の異なる干渉縞が必要である。そこで、複屈折点回折ビームスプリッター (BPBS: Birefringent point-diffraction beamsplitter) を作製した。図 4-13 に BPBS の概略図を示す。 R_p と d はそれぞれピンホールの半径と深さを示す。図 4-14 に BPBS の作製プロセスを示す。本作製プロセス (3)におけるスパッタリング法による Nb_xO_y の作製について主に研究支援を実施した。

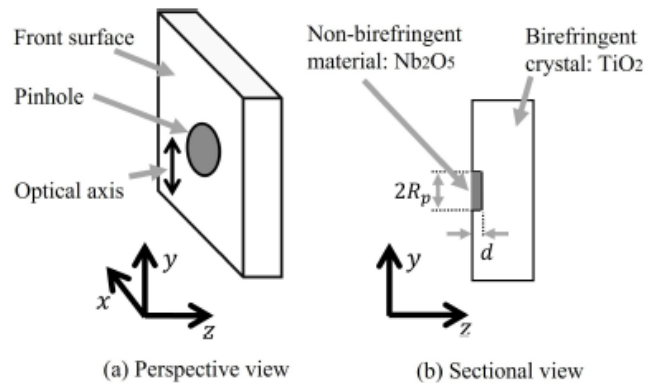


図 4-13 BPBS 概略図 [4-6]

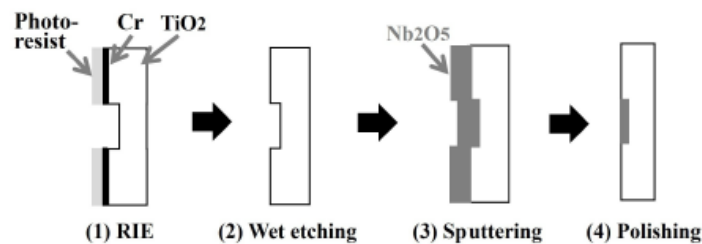


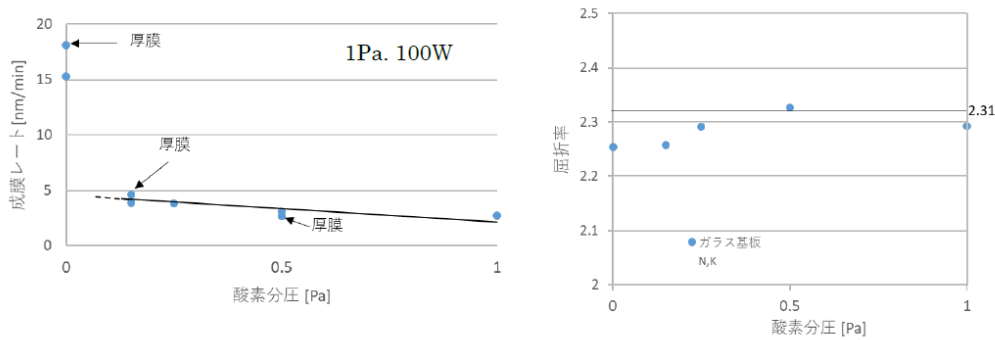
図 4-14 作製プロセス[4-6]

Nb_xO_y 膜を作製する上で膜厚だけでなく、物性の評価も重要である。特に屈折率はその値に応じてピンホールの深さに影響を与える。そこで、まず膜厚及び屈折率に関して成膜条件を検討した[4-7]。その後、膜の透過率および EDX による組成について解析した。

Nb_xO_y 薄膜の作製には O_2 ガス添加による反応性スパッタリングを利用した。ターゲットには Nb_xO_y (Nb_2O_5 の酸素欠損型) を用いた。 Nb_xO_y 薄膜の組成は屈折率に影響するため、 Ar ガスだけでなく酸素を成膜時に導入することで酸素の原子数比を調整した。スパッタリング条件は、RF 出力 100 W, 全圧 1 Pa, 到達圧力: $< 3.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ である。 Si 基板(100)およびスライドガラス上に成膜した。

基板ホルダー中心に設置した基板の膜厚を触針式形状測定装置により測定し、成膜レートを求めた。酸素分圧と成膜レートとの関係を図 4-15(a)に示す。 O_2 を 0.15 Pa 添加することにより成膜レートが大幅に低下した。反応性スパッタリングにおいて成膜レートは反応ガス流量に依存し、閾値を境に通常の金属モードから酸化物モードへ変化したと考えられる[4-8]。ガラス基板上に成膜した膜をエリプソメータ(株式会社光学工業所: DHA-OLX/S6)により測定した。屈折率を測定した結果を図 4-15(b)に示す。酸素分圧が大きくなるほど屈折率が上昇する傾向となった。また酸素分圧 0.5 Pa では Nb_2O_5 の屈折率 2.31 に近い値となった。

[4-9].



(a) 酸素分圧と成膜レートとの関係 (b) 酸素分圧と屈折率の関係図 4-15

図 4-15 作製した Nb_xO_y 薄膜の成膜条件[4-7]

次に作製した膜の透過率を評価するため、図 4-16(a)にガラス基板上に成膜した Nb_xO_y 薄膜の透過率を測定した結果を示す。また同図に各膜厚と屈折率により透過率をシミュレーションした結果を併せて示す[4-10]。本測定にはハロゲンランプを使用し、分光器の受光部に基板を設置し測定を行った。受光部穴径は直径約 4 mm である。測定値とシミュレーション値は概ね一致しているが、スライドガラスの屈折率が 1.520~1.523 と幅があり、その影響を受けており、測定値とシミュレーション値に差が生じていると考えられる。また受光部が大きいので、測定箇所の真の値とシミュレーション値で入力した値(膜厚/屈折率)に差が生じるため、測定値とシミュレーション値に差異が生じていると考えられる。

そこで、図 4-16(b)に Deep-RIE により作製したメンブレンの透過率を示す。メンブレンの測定において透過率の下限が 50~60 %とシミュレーションと概ね一致している。シミュレーションで用いた屈折率はメンブレンに加工する前の基板上で測定した値を使用している。分光透過率測定ではガラス基板上での測定結果よりメンブレン構造での測定結果の方がシミュレーション値に近い値である。これはガラス基板や界面の影響を受けないためであると考えられる。

図 4-16(a)で示したガラス基板上の Nb_xO_y の透過率よりメンブレンの透過率の方が小さくなっている。これはフレネル反射によるものであると考えられる[4-11]。波長 633 nm においてガラス基板から空气中に光が透過する際の反射は約 4%であるが、 Nb_xO_y 薄膜から空气中に直接光が透過する際は約 16%反射する。そのため、メンブレンの測定における透過率測定はガラス基板上の透過率より低くなっている。本結果は第 68 回応用物理学会春季学術講演会で発表した内容である[4-12]。

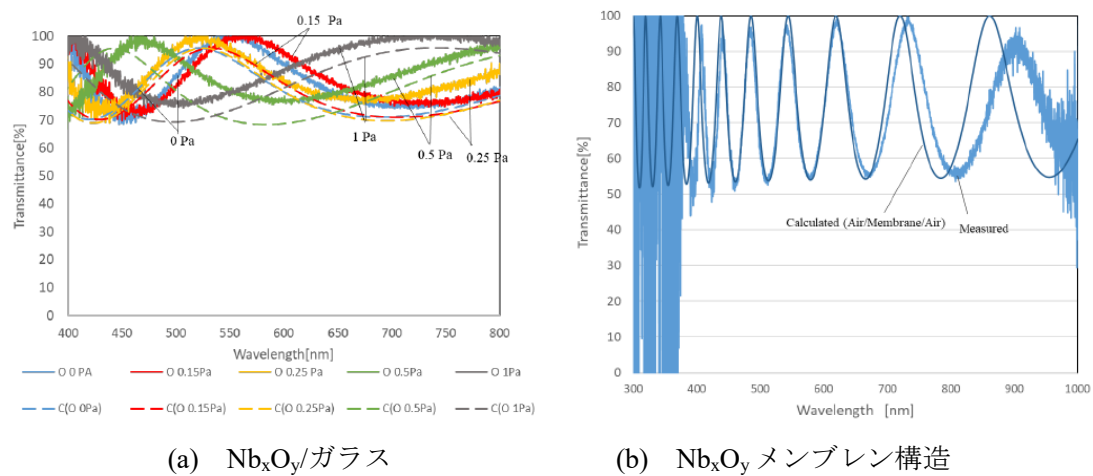


図 4-16 薄膜の透過率の実測値および計算値[4-12]

次に、薄膜を EDX 分析により物性評価した。測定結果を図 4-17 に示す。Si 基板上に作製した薄膜(膜厚 150 nm 程度)を EDX 分析した結果、酸素分圧が増加するほど薄膜中の酸素の原子数濃度が増加することが分かった。作製した厚膜(膜厚 1.5 μm 程度)に関しても酸素分圧が増加するほど酸素の原子数濃度が増加する傾向であった。厚膜ではターゲットの酸素濃度が Nb_2O_5 の理論上の酸素濃度比と比較的近い値となった。

EDX 分析では深さ方向の X 線発生領域が数 μm あり、厚膜に比べ薄膜のほうが基板や膜表面部の占める割合が大きくなり影響を受けやすい。そのため、本測定において薄膜試料では Si 基板上的酸化膜や試料表面の酸素等が測定値に影響し厚膜試料に比べ酸素の原子数比が多くなったと考えられる。

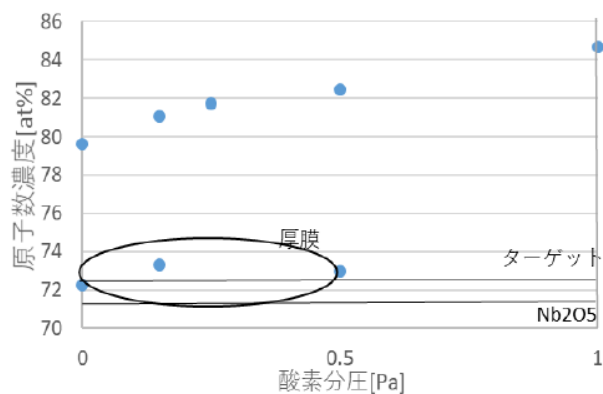


図 4-17 EDX 分析結果[4-7]

以上の様に、反応性スパッタリングにより Nb_xO_y 薄膜を作製し、種々の物性評価を実施し成膜条件を検討した。その成果は波面センサの作製に貢献することができた。

参考文献

- [4-1] S. Matsushita, A. Matsutani, Y. Morii, D. Kobayashi, K. Nishioka, D. Shoji, M. Sato, T. Tatsuma, T. Sannomiya, T. Isobe and A. Nakajima “Calculation and Fabrication of Two-dimensional Complete Photonic Bandgap Structures composed of Rutile TiO₂ Single Crystals in Air/Liquid,” J. MATER. SCI. **51** (2015) 1066
- [4-2] A. Matsutani, K. Nishioka, M. Sato, D. Shoji, D. Kobayashi, T. Isobe, A. Nakajima, T. Tatsuma and S. Matsushita “Angled etching of (001) rutile Nb-TiO₂ substrate using SF₆-based capacitively coupled plasma reactive ion etching” Jpn. J. Appl. Phys. **53**(2014) 06JF02
- [4-3] K. Shishikura, H. Nabae, A. Matsutani, M. Sato and K. Suzumori “Tetherless IPMC Actuator Integrated with Thin Magnesium Battery Formed by Sputtering” The 2024 16th IEEE/SICE International Symposium on System Integration, WedAT1.6 (2024)
- [4-4] A. Matsutani, M. Sato, K. Nishioka, D. Shoji “EDX analysis of Si sidewall surface etched by deep-RIE process” 28th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 12P-7-42(2015)
- [4-5] K. Nishibayashi, H. Yoneda, K. Kuga, Y. Iwasaki and H. Munekata, “Enhancement of magneto-optical effect via the evanescent wave and its figure of merit,” Jpn. J. Appl. Phys. **55**(2016)07MF03
- [4-6] R. Tsukui, M. Kino, K. Yamamoto, M. Sato, M. Tohnishi, A. Matsutani and M. Kurita
“Laboratory demonstration of the birefringent point-diffraction interferometer wavefront sensor” OPT Continuum **2**(2023)382
- [4-7] 佐藤 美那 “反応性スパッタリングによる Nb_xO_y の成膜—成膜レートおよび屈折率, 透過率, 発光分光分析の評価—” マイクロプロセス部門テクニカルレポート No. 211 (2021)
- [4-8] Y. Abe, M. Kawamura and K. Sasaki “反応性スパッタリングにおけるターゲットモード変化について —容器壁によるゲッタリングの影響—” J. Vac. Soc.Jpn **57**(2014)1
- [4-9] 原 浩之, 原 慎一, 伊 藤謙一 “新規高屈折率膜用スパッタリングターゲットの開発” TOSOH Research & Technology Review **60**(2016)65
- [4-10] フィルメトリクス㈱ <https://www.filmetricsinc.jp/reflectance-calculator>
- [4-11] 薮 哲郎著 “光導波路解析入門” 森北出版(2007)
- [4-12] 佐藤 美那, 松谷 晃宏, 津久井 遼, 木野 勝, 山本 広大, 栗田 光樹夫, 長田 哲也
“ドライエッチングにより作製したメンブレン構造のNbO薄膜の顕微分光透過率測定とEDX分析” 第68回応用物理学会春季学術講演会, 16a-P04-5(2021)

第5章 支援技術の自主開発

前章で述べた成膜技術と評価分析技術を基盤として、科学研究費補助金の奨励研究で実施した技術開発例を紹介する。

5.1 一つのステンシルマスクによる多サイズパターンのプロキシミティスパッタ成膜法の開発

本研究は平成 27 年度科学研究費補助金 (奨励研究：課題番号 15H00361)による補助を受け実施した。スパッタリング成膜における回り込み現象を利用し、ステンシルマスクと基板間の距離を変化させることで一つのステンシルマスクから様々なサイズの薄膜パターンを作製することを目的とした。スパッタリング成膜は一般的にターゲットから直線的に材料粒子が飛来する特性がある。しかし、スパッタされた材料粒子の一部は Ar ガスと衝突して散乱され、ターゲットからは見えない部分に回り込み堆積する。本報告ではその回り込み現象を利用し、ステンシルマスクと基板間の距離を変化させることで一つのステンシルマスクから様々なサイズのパターンを作製する方法について検討した。

実験概略図および期待される薄膜パターンを図 5-1 に示す。ステンシルマスクと基板を密着させる一般的な方法(コンタクト成膜)では、ステンシルマスクと同じ形状、寸法の薄膜パターンが基板上に形成される。一方、基板とステンシルマスクを一定距離で設置する方法(プロキシミティ成膜)では、ステンシルマスクの形より一回り大きい薄膜パターンの形成が期待される。

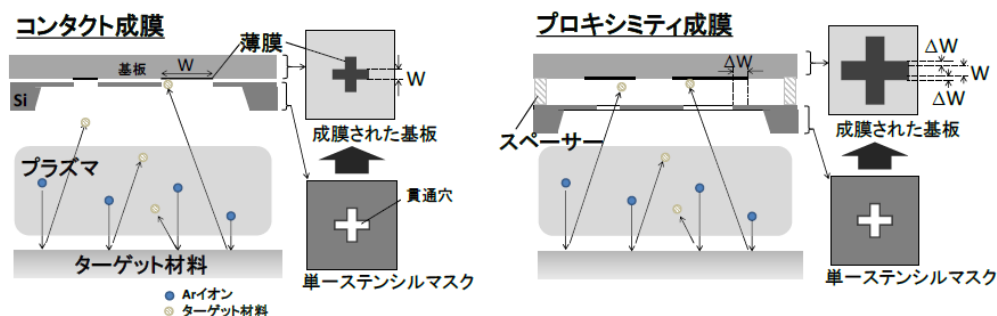


図 5-1 実験概略図および薄膜パターン[5-1]

まず、ステンシルマスクの作製を行った。ステンシルマスクは Si 基板から作製した。Deep-RIE 装置により Si 基板の一部をエッチングし、メンブレン構造を形成した。その薄膜化した部分に、FIB(Focused Ion Beam)装置により、開口部となるパターンを形成した。図 5-2 に作製したステンシルマスクの断面概略図を示す。本実験で作製したステンシルマスクは材料粒子の入射面の開口部の幅は広く、粒子の出射面の開口部は細い、テーパ形状である。図 5-3 に作製したステンシルマスクの SEM 像を示す[5-1]。加工面の開口幅は 14 μm 、裏面の開口幅は 0.7 μm であった。

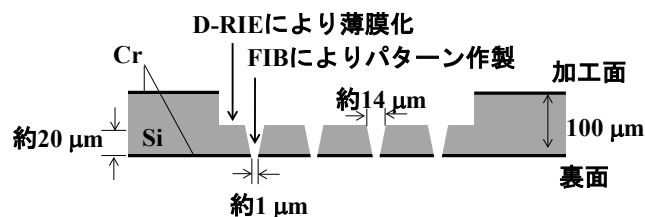
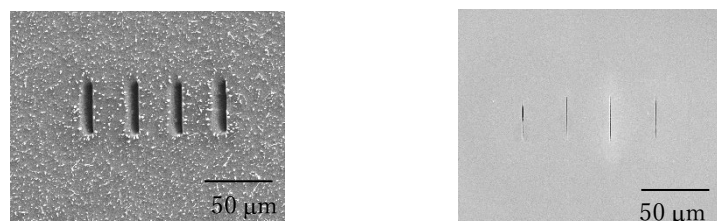


図 5-2 作製したステンシルマスクの断面概略図



(a)加工面

(b)裏面

図 5-3 作製したステンシルマスクの SEM 像[5-1]

次に、作製したステンシルマスクと Si 基板を密着、固定した状態で成膜するコンタクト成膜と、ステンシルマスクと基板の間にスペーサを用いることで間隔を設け、成膜するプロキシミティ成膜を行った。成膜には RF マグネトロンスパッタリング装置(キャノンアネルバ(株))製：L-250-FH)を用いて Cu を成膜した。Si 基板と Cu 薄膜の密着性は低いため Si 基板と Cu 薄膜の間にバッファ層として Cr を約 10 nm 成膜した。成膜条件は RF 出力 100W, プロセス圧力 1 Pa, Ar 流量 10 sccm である。成膜時間は Cr 45 sec, Cu 5 min とした。スペーサとして、厚さ 40 μm のアルミ箔を使用した。

図 5-4 に薄膜パターンの SEM 像と断面形状を測定した結果を示す[5-2]。断面形状の測定には Dektak を使用した。コンタクト成膜を行った場合はステンシルマスクとほぼ同じ形状の薄膜パターンを作製することができた。ただし、ステンシルマスクの歪み等により、材料粒子がわずかに回り込み、ステンシルマスクより若干大きなパターンが形成された。プロキシミティ成膜では 40 μm の間隔を設けることでステンシルマスクの形状より大きく薄膜パターンを形成することができた。コンタクト成膜およびプロキシミティ成膜のいずれも薄膜パターンの中心部は厚く、周囲に行くほど薄くなったが、プロキシミティ成膜ではより顕著であった。

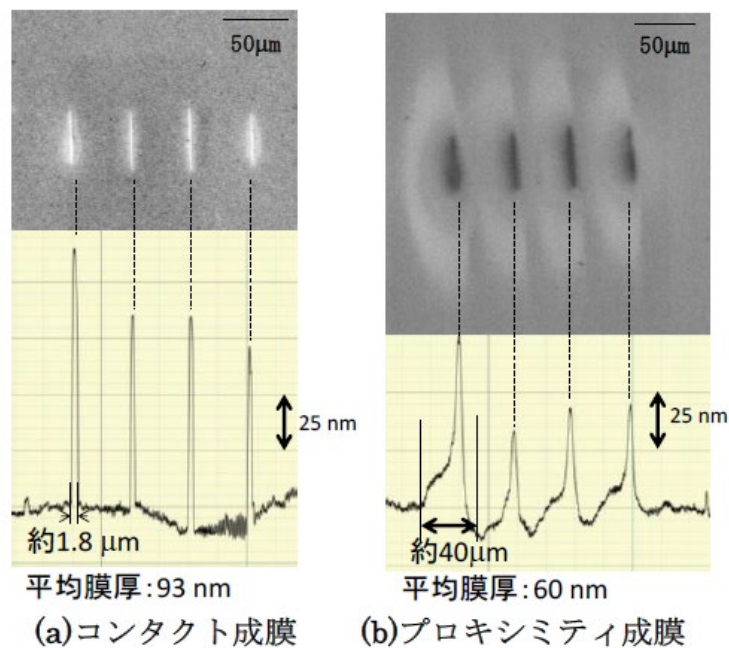


図 5-4 成膜後の基板 SEM 像および断面形状[5-2]

本実験で使用したステンシルマスクの断面はテーパ形状であるため、材料粒子の入射角度が制限されていると考えられる。図 5-5 に作製したステンシルマスクの開口部の概略図を示す。ステンシルマスクの形状から、成膜材料の最大入射角度は 20° であったと推測される。マスク裏面の開口部の幅と成膜されたパターンの幅の差分を ΔW として、計算により ΔW を求めた結果と実際に成膜した薄膜の ΔW を表 5-1 に示す。コンタクト成膜を行った場合、成膜されたライン幅は $1.8 \mu\text{m}$ であり、 ΔW に相当する広がりには $0.5 \mu\text{m}$ であった。本来 ΔW は $0 \mu\text{m}$ であるが、ステンシルマスクの歪み等により十分に密着されず材料粒子がわずかに回り込んだためと考えられる。プロキシミティ成膜の場合、 ΔW に相当する広がりには $19 \mu\text{m}$ であった。計算による ΔW は $15 \mu\text{m}$ でありステンシルマスクの歪み等を考慮するとほぼ一致する結果となった。

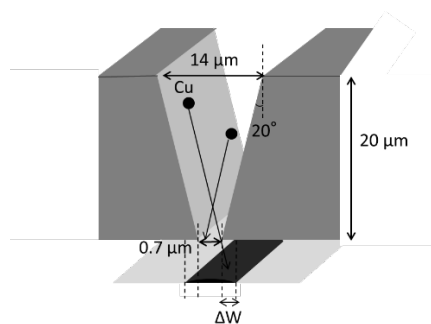


図 5-5 作製したステンシルマスクの開口部の概略図

表 5-1 本実験で成膜した薄膜の ΔW および計算による ΔW の比較

	ΔW (測定値)	ΔW (計算値)
コンタクト成膜	0.5 μm	0 μm
プロキシミティ成膜	19 μm	15 μm

材料粒子の入射角度を考慮し計算した薄膜パターンの大きさと、本実験で成膜された薄膜パターンの大きさはほぼ一致する結果となった。したがって、本研究の有用性を確認することができた。本方法を用いることで、経済的かつ効率的に、サイズの異なる構造物を作製することが可能になる。例えば金属電極のサイズやフォトリソ結晶の孔径のサブミクロンオーダーでの調整への応用が期待される。

5.2 試料の成膜から分析までを可能とする可搬式真空一貫プロセスの開発

本研究は平成 26 年度科学研究費補助金 (奨励研究：課題番号 26917015)による補助を受け実施した。ロードロックを用いず、試料の成膜から分析までを行う真空一貫プロセスの開発を目的とした。図 5-6 に本研究の可搬式真空一貫プロセスの概略を示す。ロードロックを持たない装置でこの目的を実現するために、成膜装置から取り出す前に、キャップにより基板表面を保護し、大気圧と真空の圧力差を利用してキャップを固定する方法を提案した。真空中での成膜直後の試料は清浄な状態であるが、大気リークの影響により Ti や Al などの材料は表面汚染、酸化されやすい。そこで、試料の作製から分析まで基板表面を、キャップにより包み込み、大気曝露せず真空状態に保つことで、成膜後の基板を酸化や汚染の影響をうけずに分析が可能か実験で確認した[5-3]。

真空チャンバー内のキャップの出し入れ、キャップの脱着に、回転直線導入機を使用した。キャップは、真空中で取り付けるため、キャップ内部は真空となる。チャンバーの大気リーク時に、キャップと基板ホルダーとの密着性が保たれれば、キャップの内外の圧力差により、強い吸着力がキャップと基板ホルダー間に働く。外気圧により、キャップが変形し、気密性が損なわれないように、強度のある SUS304 でキャップを製作した。また、キャップと基板ホルダー間の隙間ができないように、O リングを付けることでキャップ内への大気リークを抑えた。

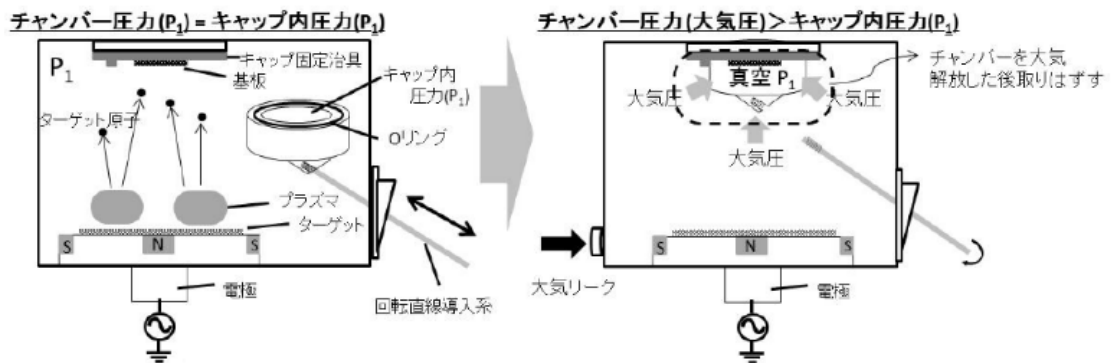


図 5-6 可搬式真空一貫プロセスの試料密閉方法[5-3]

図 5-7 に可搬式真空一貫プロセスを用いた EDX 分析についての概略図を示す。キャップ内の圧力 P_1 が試料交換室の圧力 P_2 より大きい時、キャップが固定された基板ホルダーを分析装置に導入し、真空環境にすることで、キャップ内外の圧力差はなくなり、基板ホルダーからキャップは、回転直線導入機で取り外すことができると考えた。

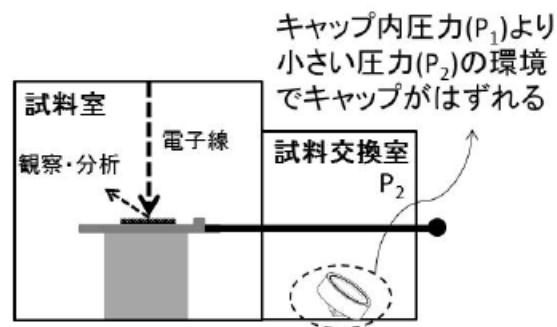


図 5-7 非大気暴露による EDX 分析について

本手法の有用性を確認するため、キャップ固定治具上に基板を設置し、成膜後 EDX 分析を実施した。図 5-8 にキャップ固定用治具と成膜用の基板を示す。成膜はスパッタリング装置で実施した。成膜条件は RF 出力：100 W, 到達真空度： 8.0×10^{-4} Pa, プロセス圧力：1 Pa, Ar 流量：10 sccm, 成膜時間：10 min とした。膜厚は 400 nm であった。本実験で使ったターゲット材料は豊島製作所製の Al ターゲット(純度 4N)であり、基板は Si(100)を使用した。5 mm 角基板を 2 枚用意し 1.8 cm 離して設置し、同時に成膜を行った。図 5-7 に示すように電子顕微鏡の試料交換室圧力より若干大きくすることでキャップを分析直前に真空中で外すことが可能であるため、キャップ内圧力は電子顕微鏡の試料交換室圧力を考慮し、成膜後にチャンバー内に Ar を導入し 15 Pa とし、回転直線導入機を用いてキャップをかぶせ大気リークすることでキャップを固定した。キャップにより、基板中心部は非大気曝露状態が保持されており、キャップを用いないもう一方の基板は大気曝露した状態である。

電子顕微鏡の試料交換室内に非大気曝露状態の基板をキャップと共に導入し、真空引きを行うことでキャップを外した。その状態で試料室へ導入し元素分析を行った。EDX 分析した結果を表 5-2 に示す[5-4]。検出結果は Al, O, Si および C が検出されたが、薄膜中に含まれると考えられる Al 及び O のみで原子数比の算出を行った。スパッタプロセス後の Al ターゲットを EDX 分析した結果も併せて同表に記載する。非大気曝露基板は大気曝露した基板に比べに O 含有量が約 3 at%程度少なく酸化されにくいことが分かった。非大気曝露の試料でもターゲット材料よりも多い酸素が検出された原因として、成膜中のチャンバー残留酸素による酸化やキャップ内への大気のリークによる酸化等が考えられる。基板の酸化の抑制ができ、本研究の有用性を確認することができた。



図 5-8 基板設置位置

表 5-2 真空一貫プロセスを用いた Al 薄膜の EDX 分析[5-4]

	非大気曝露	大気曝露	ターゲット材料
Al	97.1 at%	93.9 at%	98.5 at%
O	2.9 at%	6.1 at%	1.5 at%

参考文献

- [5-1] 佐藤 美那 “一つのステンシルマスクによる多サイズパターンのプロキシミティスパッタ成膜法について” マイクロプロセス部門テクニカルレポート No. 134(2016)
- [5-2] 佐藤 美那, “一つのステンシルマスクを用いて多サイズパターン作製を行うプロキシミティスパッタ成膜法の開発” 2017 年度機器・分析技術研究会 in 長岡, P-27 (2017)

[5-3] 佐藤美那, “圧力差を利用したキャップ固定による可搬式真空一貫プロセスの検討”, 平成 26 年度北海道大学総合技術研究会, P01-04B(2014)

[5-4] 佐藤 美那 “圧力差を利用したキャップ固定による試料の作製から分析まで可搬式真空一貫プロセスの有用性についての評価” マイクロプロセス部門テクニカルレポート No. 116(2015)

第6章 結論

6.1 まとめ

筆者は14年にわたり、メカノマイクロプロセス室や金属材料共用推進組織で成膜技術および評価分析技術を核としてマイクロプロセスに関する研究支援を実施してきた。メカノマイクロプロセス室ではインフラストラクチャーの整備として施設の維持管理や利用者に対する支援、装置の整備を実施してきた。特に、未来産業技術研究所からOFCに移管されたことにより施設面での種々の問題や課題が生じたが、試行錯誤により問題や課題を解決し、より良い研究環境のために整備を実施してきた。施設整備から装置整備まで多面的に研究支援を実施した。更に、その共用施設や共用整備のために知識・技術を広げるべく様々なことに取り組んできた。他機関との情報交換や展示会等での情報収集、文献調査等により知識を広げ、自ら実験して装置に関するデータを取得し提供することで技術を深めてきた。それらの成果は研究会や学会での発表につながり、さらにそこでの知識や技能取得に繋がり好循環となった。これらの取り組みで得た知識技能は実際に様々な研究室の研究支援につながっている。研究論文の共著者となり、研究のパートナーとしての役割を担ってきた。本論文の第4章で述べてきた研究支援例はその一部であり、機械系やバイオ系等の分野を問わず研究支援を実施してきた。科学研究費助成事業の奨励研究にも積極的に取り組み、技術開拓も実施してきた。これまでに3件採択され、2件は計画的に実施し研究完了させることができた。1件は今年度採択され、現在進行中の課題である。

本論文で述べた通り、環境整備により共用施設の円滑な利用につながった。また、マイクロプロセス技術による研究支援により、研究にコミットし効率的な研究成果の創出につながった。研究支援で利用者の研究構想の実現可能性を高めることができ、その結果は論文や学会での共著発表として実績を積み上げてきた。よって、本論文の目的を達成することができたと考えられる。

6.2 展望

マイクロプロセス技術は、磁気光学効果評価用デバイス作製やエッチングの挙動解明などの基礎研究への利用や、フォトニック結晶の作製やアクチュエータなどの新たな価値を創造する研究に利用され、分野を問わず年々需要が高まり、これからも重要な役割を果たしていくと考えられる。しかしながら、其々の研究構想に対応できるだけの知識・技術がなければ研究を支援することは困難である。そこで、筆者は今後マイクロプロセス系の高度技術専門人財(TC)として、マイクロプロセス技術においての研究の中心的な役割を果たし、知識、経験、技術をもとに高度技術系専門職人財を養成するとともに、組織運営に携わっていく必要がある。

研究者が必要とするデバイスを作製する過程において、メカノマイクロプロセス室の装置仕様や既存技術の限界等の兼ね合いで研究者の希望するプロセスを踏めないことは多々ある。しかし、マイクロプロセス技術は目的のデバイスを作製するためのアプローチ方法が多種多様にある。研究目標を達成するために様々な技術を組み合わせた研究支援を実施し、時には新規技術開発による研究支援も実施する必要がある。だからこそ、そのプロセスを提案できるだけの知識・技術力をもつことは重要である。これまでの筆者の取り組みや実績、TC カレッジを通して学んだことは研究者の最終目標を達成するための土台になる。そしてこれからも自己研鑽に励み、知識技術を積み重ねていくことが研究支援につながる。施設の運営という研究のインフラストラクチャーだけでなく、個々の研究活動に伴走できる TC となることが筆者の目標である。

そして TC として人財養成や組織運営も重要な責務であり、担っていきたい。マイクロプロセス技術は、多くの技術から成り立っているため、一つの研究構想に対して必要な技術が多い。一人で多くの技術を抱えることは困難であり、属人化リスクでもあると考えている。だからこそチームとして研究構想の実現を支えられるよう人財養成が重要であり TC の責務であると考えている。さらに、TC として人財養成していく上で、他大学との技術交流の活性化を重視していきたい。例えば、遠隔分析 DX 系 TC コースで実施している遠隔共同利用等を積極的に活用したいと考えている。既に長岡技術科学大学の XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)装置を用いた遠隔分析の実績がある[6-1]。現地の技術職員と対話しながら分析を進めることで、技術交流でき知見を広げる機会となった。本学だけではプロセスの遂行が困難な場合でも遠隔共同利用によりそれぞれの得意分野を活かし研究構想の実現に繋げていきたい。

筆者が従事している共用施設において、設備を提供するのではなく技術を提供していくことが、共用設備利用の効果の最大化になると考えている。技術は設備に付加価値を与え、その設備の効果的な利用につながる。共用設備を利用するメリットが、研究者所有の設備を利用するメリットを上回るよう、TC として取り組んでいきたい。マイクロプロセス技術はまだまだ発展する余地がある技術であるからこそ面白い。その技術で科学技術・学術の振興に寄与していきたい。

参考文献

[6-1] M. Sato, M. Tohnishi and A. Matsutani “Microfabrication of Si by KOH Etchant Using Etching Masks Amorphized by Ion Beam Extracted From Electron Cyclotron Plasma”, Sens. Mater. 36 (2024) 1319

謝辞

本論文をまとめるにあたり、ご指導いただきました主査の進士忠彦教授，副査の西迫貴志准教授，松谷晃宏部門長に深く感謝申し上げます。

多年にわたりメカノマイクロプロセス室運営にお力添えをいただきました初澤毅教授，西沢望助教に感謝申し上げます。

メカノマイクロプロセス室の運営にご協力いただいた研究室の教職員の皆様，また本論文で取り上げた研究でお世話になりました本学，金俊完准教授，宗片比呂夫教授，松下祥子准教授，鈴木康一教授，京都大学長田哲也教授に感謝申し上げます。

金属材料共用推進組織でのご助言，ご協力を頂きました曽根正人教授，Tso Fu Mark Chang 准教授，栗岡智行助教に感謝申し上げます。

日々の業務において多大なご協力，ご助言を頂きました。松谷晃宏部門長，遠西美重 技術職員，藤本美穂 技術職員には厚く御礼申し上げます。

これまで，マイクロプロセス部門の運営やメカノマイクロプロセス室での業務においてご指導，ご協力頂きました庄司大 技術職員，西岡國生 旧技術職員，星野弥生 旧技術支援員に深く感謝いたします。

金属加工についてご協力いただきましたコアファシリティセンター設計製作部門の皆様に感謝申し上げます。

分析評価技術についてご助言，ご協力いただいております長岡技術科学大学の近藤みづき様，上野悠一様に感謝申し上げます。

これまでのメカノマイクロプロセス室の運営や業務にあたりご理解とご支援いただきましたコアファシリティセンター長，コアファシリティセンター副センター長，リサーチインフラ・マネジメント機構研究基盤戦略室の皆様に深く感謝申し上げます。

最後に，本研究支援の遂行にあたり様々にご協力いただきました東京科学大学コアファシリティセンター職員の皆様に感謝申し上げます。

成果発表一覧

学術論文への貢献(本文中で取り上げた論文の再掲を含む)13 報

M. Sato, M. Tohnishi and A. Matsutani “Microfabrication of Si by KOH Etchant Using Etching Masks Amorphized by Ion Beam Extracted From Electron Cyclotron Plasma”, Sens. Mater. **36** (2024) 1319

M. Tohnishi, **M. Sato**, A. Matsutani, T. Ubukata and S. Matsushita “Surface Treatment of Polyimide using Solid-source H₂O Plasma for Fabrication of Ge Electrode”, Sens. Mater. **35** (2023)1023

R. Tsukui, M. Kino, K. Yamamoto, **M. Sato**, M. Tohnishi, A. Matsutani and M. Kurita. “Laboratory demonstration of the birefringent point-diffraction interferometer wavefront sensor”, OPT Continuum **2** (2023) 382

M. Sato, M. Tohnishi and A. Matsutani “Microfabrication of Si by KOH Etchant Using Etching Mask Amorphized by Ar Ion Beam”, Sens. Mater. **34** (2022) 37

T. Takeshima, A. Matsutani, **M. Sato**, K. Hasebe, T. Isobe, A. Nakajima and S. Matsushita, “In-situ Temperature Measurement of Local Photo-thermal Conversion”, Chem. Lett. **49** (2020) 469

A. Matsutani, **M. Sato**, K. Hasebe and A. Takada, “Microfabrication of Con-cave Micromirror for Microbial Cell Trapping Using Köhler Illumination by XeF₂ Vapor Etching”, Sens. Mater. **31**(2019) 1325

T. Ezaki, A. Matsutani, K. Nishioka, D. Shoji, **M. Sato**, T. Okamoto, T. Isobe, A. Nakajima and S. Matsushita, “Surface potential on gold nanodisc arrays fabricated on silicon under light irradiation”, Surf. Sci. **672** (2018) 62

T. Takahashi, A. Matsutani, D. Shoji, K. Nishioka, **M. Sato**, T. Okamoto, T. Ezaki, T. Isobe, A. Nakajima and S. Matsushita, “Optical performance of Au hemispheric sub-microstructure on polystyrene quadramer”, Colloid. Surf. A. **513**(2017) 51

A. Matsutani, K. Nishioka, **M. Sato**, “Energy dispersive X-ray spectroscopy analysis of Si sidewall surface etched by deep-reactive ion etching”, Jpn. J. Appl. Phys. **55** (2016) 06GH05

S. Matsushita, A. Matsutani, Y. Morii, D. Kobayashi, K. Nishioka, D. Shoji, **M. Sato**, T. Tatsuma, T. Sannomiya, T. Isobe and A. Nakajima, “Calculation and Fabrication of Two-dimensional Complete

Photonic Bandgap Structures composed of Rutile TiO₂ Single Crystals in Air/Liquid”, J. Mater. Sci. **51** (2015) 1066

T. Takahashi, A. Matsutani, D. Shoji, K. Nishioka, **M. Sato**, T. Isobe, A. Nakajima and S. Matsushita “Microfabrication for a polystyrene quadrupole by template-assisted self-assembly”, Colloid. Surf. A, **484** (2015) 75

A. Matsutani, K. Nishioka, M. Sato, D. Shoji, D. Kobayashi, T. Isobe, A. Nakajima, T. Tatsuma and S. Matsushita “Angled etching of (001) rutile Nb-TiO₂ substrate using SF₆-based capacitively coupled plasma reactive ion etching”, Jpn. J. Appl. Phys. **53** (2014) 06JF02

(謝辞) K. Nishibayashi, H. Yoneda, K. Kuga, Y. Iwasaki and H. Munekata, “Enhancement of magneto-optical effect via the evanescent wave and its figure of merit”, Jpn. J. Appl. Phys. **55** (2016) 07MF03

学会発表等への貢献

佐藤美那, 遠西美重, 松谷晃宏 “イオンビーム照射によりアモルファス化した Si 表面の XRR 測定” 第 71 回応用物理学会春季学術講演会, 23p-P05-34(2024)

K. Shishikura, H. Nabae, A. Matsutani, M. Sato and K. Suzumori “Tetherless IPMC Actuator Integrated with Thin Magnesium Battery Formed by Sputtering” The 2024 16th IEEE/SICE International Symposium on System Integration, WedAT1.6 (2024)

佐藤美那, 遠西美重, 松谷晃宏 “Ar⁺ビーム照射により作製した KOH エッチング用 Si マスクの XPS 解析” 第 70 回応用物理学会春季学術講演会, 17p-PA02-6 (2023)

遠西 美重, 佐藤美那, 松下祥子, 松谷晃宏 “ポリイミドシート上へスパッタ成膜した Cr/Ge 電極の固体ソース H₂O プラズマを用いた前処理による低抵抗化” 第 69 回応用物理学会春季学術講演会, 22a-P01-9 (2022)

佐藤美那, 遠西美重, 松谷晃宏 “Ar⁺ビーム照射による Si アモルファスマスクを利用した KOH エッチングによる単一細胞分離プレートとマイクロ流路の作製” 第 69 回応用物理学会春季学術講演会, 22a-P01-8(2022)

佐藤美那, 遠西美重, 松谷晃宏 “エッチングマスクとして Ar⁺イオンビームを照射した 微細マスクパターンを用いた KOH エッチングによる Si の微細加工” 第 82 回応用物理学会秋季学術講演会, 21a-P03-7 (2021)

遠西 美重, 佐藤美那, 松下祥子, 松谷晃宏 “固体ソース H₂O プラズマを用いて表面処理したポリイミドテープ上の Cr/Cu 電極の折り曲げ耐久性” 第 82 回応用物理学会秋季学術講演会, 21a-P03-5 (2021)

佐藤美那, 松谷晃宏, 津久井遼, 木野勝, 山本広大, 栗田光樹夫, 長田 哲也 “ドライエッチングにより作製したメンブレン構造の NbO 薄膜の顕微分光透過率測定と EDX 分析” 第 68 回応用物理学会春季学術講演会, 16a-P04-5(2021)

松谷晃宏, 佐藤美那, 遠西美重, 藤本 美穂, 平野 明子, 西沢望, 進士忠彦, 初澤毅 “東京工業大学におけるクリーンルーム統合共用化による 組織的研究支援の推進” 研究・イノベーション学会第 34 回年次学術大会 1G09 (2019)

松谷晃宏, 佐藤美那, 長谷部浩一, 高田綾子 “Si マイクロ凹面鏡とケーラー照明光による酵母細胞の捕獲” 第 66 回応用物理学会春季学術講演会, 11p-PA2-10(2019)

竹島利彦, 松谷晃宏, 佐藤美那, 長谷部浩一, 磯部敏宏, 中島章, 松下祥子 “局所光熱変換部の in-situ 温度測定の試み” 第 66 回応用物理学会春季学術講演会, 9a-W621-11 (2019)

長谷部浩一, 佐藤美那, 松谷晃宏, 竹島利彦, 磯部敏宏, 中島章, 松下祥子 “カソード加熱型 RIE 装置により窒素プラズマ処理した Ti 薄膜およびバルク TiO₂ の透過率測定” 第 66 回応用物理学会春季学術講演会, 11p-PA2-9(2019)

A. Matsutani, M. Sato, K. Hasebe and A. Takada “Microfabrication of Si-based Concave Micromirror Array for Microbial Cell Trapping by XeF₂ Vapor Etching,” 31st International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 16P-11-43(2018)

松谷晃宏, 佐藤美那, 長谷部浩一, 高田綾子 “XeF₂ 気相エッチングにより製作した 微生物細胞捕獲用 Si マイクロ凹面鏡の集光実験” 第 79 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-PA2-6(2018)

三田真衣, 松谷晃宏, 西岡國生, 佐藤美那, 磯部敏宏, 中島章, 松下祥子 “c” 第 65 回応用物理学会春季学術講演会, 9a-W621-11 (2018)

松谷晃宏, 西岡國生, 佐藤美那 “XeF₂ 気相エッチングによる Si マイクロ凹面鏡構造の製作”, 第 65 回応用物理学会春季学術講演会, 17p-P2-10(2018)

江崎智太郎, 松谷晃宏, 西岡國生, 庄司大, 佐藤美那, 岡本隆之, 磯部敏宏, 中島章, 松下祥子 “Si 上に形成した金ナノ円盤が示す表面電位差の光照射依存” 第 63 回応用物理学会春季学術講演会, 21p-P1-4 (2017)

T. Ezaki, A. Matsutani, K. Nishioka, D. Shoji, M. Sato, T. Okamoto, T. Isobe, A. Nakajima and S. Matsushita “Kelvin probe force microscopic images on gold nanodisks with and without light irradiation” The 2016 MRS Fall Meeting & Exhibit (2016)

江崎智太郎, 松谷晃宏, 西岡國生, 庄司大, 佐藤美那, 岡本隆之, 磯部敏宏, 中島章, 松下祥子 “Si/SiO₂ 上金ナノ円盤の表面電位の光照射依存およびその構造依存性” 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会, 15p-B12-13 (2016)

西岡國生, 佐藤美那, 松谷晃宏 “Deep-RIE により形成されたトレンチ側面の化学組成に関するプラズマ発光分光分析からの考察,” 第 63 回応用物理学会春季学術講演会, 21a-P3-11(2016)

A. Matsutani, M. Sato, K. Nishioka, D. Shoji “EDX analysis of Si sidewall surface etched by deep-RIE process” 28th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 12P-7-42(2015)

佐藤美那, 西岡國生, 庄司大, 松谷晃宏 “Deep-RIE により深掘りエッチングされた Si エッチング側面の EDX 分析” 第 62 回応用物理学会春季学術講演会, 12p-P2-5 (2015)

高橋毅, 松谷晃宏, 庄司大, 西岡國生, 佐藤美那, 磯部敏宏, 中島章, 松下祥子 “トップダウン・ボトムアップ統合アプローチによるポリスチレン四重極子の作製” 応用物理学会春季学術講演会, 11p-D13-6 (2015)

岩崎大和, 西林一彦, 松谷晃宏, 佐藤美那, 久我淳, 宗片比呂夫 “導波路とエバネッセント結合した GdFe 薄膜の磁気光学応答” 第 62 回応用物理学会春季学術講演会, p. 04-033(2015)

佐藤美那, 松谷晃宏, 曾根正人 “多層膜構造を用いた EDX 分析における Cu 中の X 線発生領域の測定” 第 61 回応用物理学会春季学術講演会, 19p-PA2-4(2014)

小林大斗, 松谷晃宏, 西岡國生, 庄司大, 佐藤美那, 磯部敏宏, 中島章, 立間徹, 松下祥子 “傾斜ドライエッチングを用いた酸化チタンフォトリソ結晶の作製と評価” 第 61 回応用物理学会春季学術講演会, 19p-PA2-6(2014)

機器・分析技術研究会，総合技術研究会等で発表

佐藤美那 “Si の KOH エッチング用マスクとしての FIB 照射の利用～エッチング時間によるマスク耐性及び三次元構造の作製～” 総合技術研究会 2021 東北大学(2021)

佐藤美那 “一つのステンシルマスクを用いて多サイズパターン作製を行うプロキシミティスパッタ成膜法の開発”，2017 年度機器・分析技術研究会 in 長岡，P-27 (2017)

佐藤美那 “圧力差を利用したキャップ固定による可搬式真空一貫プロセスの検討”，平成 26 年度北海道大学総合技術研究会，P01-04B(2014)

佐藤美那 “EDX における Cu 試料中の電子侵入深さ推定のための多層膜構造の成膜”，微細加工に関する技術サロン会 (2013)

佐藤美那 “EDX による Cu 分析のための多層膜を用いた電子侵入深さの測定 ”，平成 25 年度機器・分析技術研究会，P-17(2013)

佐藤美那 “四重極型質量分析計を用いたチャンバー内の残留ガス分析”，平成 24 年度愛媛大学総合技術研究会，P018 (2013)

佐藤美那 “MEMS デバイス作製のための薄膜形成技術ーチャンバー内の残留ガス分析ー”，微細加工に関する技術サロン会，(2012)

佐藤美那 “スパッタ装置を用いた成膜中におけるプラズマの発光分光分析” 第 18 回分子科学研究所技術研究会，PA-04 (2012)

本学技術発表会での発表

佐藤美那, 遠西 美重, 松谷 晃宏 “Ar⁺ビーム照射により作製したアルカリエッチング用 Si マスクの XPS 解析”, 令和 5 年度オープンファシリティセンター技術発表会, 3 (2024 年 2 月 28 日, 東京工業大学)

佐藤美那 “FIB 照射と KOH 液を用いた Si エッチングによる構造体の作製”, 平成 29 年度東京工業大学技術部技術発表会, (2018 年 3 月 7 日, 東京工業大学)

佐藤美那 “一つのステンシルマスクによる多サイズパターンのプロキシミティスパッタ成膜法の検討”, 平成 26 年度東京工業大学技術部 技術発表会, (2016 年 3 月 8 日, 東京工業大学)

佐藤美那 “Deep-RIE プロセスにより深掘りエッチングした Si エッチング側面の EDX 分析”, 平成 26 年度東京工業大学技術部 技術発表会, ポスター発表 10 (2015 年 3 月 10 日, 東京工業大学)

佐藤美那 “EDX による Cu 分析のための多層膜を用いた X 線発生領域の測定”, 平成 25 年度東京工業大学技術部 技術発表会, 3 (2014 年 3 月 4 日, 東京工業大学)

佐藤美那 “四重極型質量分析計を用いたスパッタチャンバー内の残留ガス分析”, 平成 24 年度東京工業大学技術部技術発表会, 8 (2013 年 3 月東京工業大学)

佐藤美那 “スパッタ装置を用いた SiO₂ 成膜中におけるプラズマの発光分光分析” 2011 年度東京工業大学技術部 技術発表会, 4 (2012 年 3 月東京工業大学)

テクニカルレポートによる技術情報提供の貢献

2011 年度

No.50 RF スパッタ装置の到達真空度と成膜条件と膜厚の関係

No.53 スパッタ装置のチャンバーベーキングによる到達真空度の向上及び SiO₂ 膜厚の屈折率と到達真空度の関係

No.56 SiO₂ 成膜のスパッタ条件と膜厚の関係及び屈折率の面内分布／金属材料の成膜レート

No.59 スパッタ装置を用いた SiO₂ の成膜中におけるプラズマの発光分光分析

No.62 真空蒸着装置における Al 薄膜の膜厚の面内分布／蒸着時間及び蒸着源の質量と膜厚の関係

No.65 サンユースパッタ装置のコールドトラップによるチャンバ内の変化

2012 年度

No.68 スパッタ装置における真空引きによるチャンバ内の残留ガスの変化

No.74 EDX による元素分析ー加速電圧と原子数比の関係ー

No.77 スパッタリング装置における Ar プラズマ及び O₂ プラズマを利用した SiO₂ 薄膜の作成

No.80 Kr および O₂ スパッタリングにおけるプラズマの発光分光分析と SiO₂ 薄膜の成膜レートと屈折率

No. 83 スパッタ法による Cu, Cr, Ti, Al 成膜中のプラズマの発光分光分析

2013 年度

No. 86 EDX による Cu 分析のための多層膜を用いた電子の侵入深さの測定

No. 89 サンユースパッタ装置における SiO₂ 薄膜の屈折率及び膜厚の面内分布およびターゲット材料の使用状況による成膜への影響

No. 92 RF マグネトロンスパッタ装置における粒状材料を用いた成膜

No. 95 簡易蒸着装置における Al 薄膜の膜厚分布の蒸着源と基板間距離依存性

No. 98 集束イオンビーム装置を用いた加工における加工深さと表面粗さ

2014 年度

No. 101 FIB 装置を用いた加工におけるアパーチャ径と最小加工線幅の関係

No. 104 サンユースパッタ装置を用いた ITO 薄膜の作製および EDX による組成比の評価

No. 107 FIB 装置を用いた Si, Ti, Al, Cr, Cu のエッチングレートと加工係数の補正

No. 110 Cr の反応性スパッタリングにより成膜した酸化クロム薄膜の評価

No. 113 FIB 装置を用いた斜め加工におけるエッチング深さ

2015 年度

- No. 116 圧力差を利用したキャップ固定による試料の作製から分析まで可搬式真空一貫プロセスの有用性についての評価
- No. 119 逆スパッタリングによるレジスト OFPR-800LB 及び Cu 基板のエッチング深さの評価
- No. 122 Ti の反応性スパッタリングにより成膜した酸化チタン薄膜の評価
- No. 125 サンユースパッタ装置におけるスパッタリング条件と基板表面温度の関係
- No. 128 アネルバスパッタ装置における成膜条件と基板表面温度の関係およびサンユースパッタ装置における成膜材料による基板表面温度の関係
- No. 131 サンユースパッタ装置における成膜時の密着性評価

2016 年度

- No. 134 一つのステンシルマスクによる多サイズパターンのプロキシミティスパッタ成膜法について

2017 年度

- No. 154 Al の反応性スパッタリングによる酸化アルミニウム薄膜の作製
- No. 157 スパッタ装置により作製したクロム薄膜のシート抵抗の測定～基板と膜厚による抵抗値への影響～
- No. 160 EDX 分析における絶縁体の Au コートによる半定量分析への影響
- No. 163 フィルムマスクを用いたブランクマスクへの転写について

2018 年度

- No. 167 FIB 装置による Ga^+ 照射を用いた Si の KOH 液エッチングマスクとしての利用
- No. 170 スパッタ装置におけるメンテナンス前後の膜への影響
- No. 173 Au 蒸着のための Ti 密着層と Cr 密着層の抵抗値への影響
- No. 176 Ti スパッタリングにおける窒素導入による反応性スパッタリング
- No. 179 FIB 装置による W デポ膜の作製
- No. 182 スパッタ成膜における到達真空度と基板洗浄後の加熱処理の有無による表面形状への影響

2020 年度

- No. 204 FIB 装置による Ga^+ 照射を用いた Si の KOH 液エッチングマスクとして利用
—長時間エッチングによるマスク耐性及び三次元構造の作製（第二報）—
- No. 205 アネルバスパッタ装置における基板ホルダーの回転を利用した大面積基板への成膜

2021 年度

No. 211 反応性スパッタリングによる Nb_xO_y の成膜—成膜レートおよび屈折率, 透過率, 発光分光分析の評価—

No. 217 スパッタ装置(サンヨー製 SVC-RF700II) を用いて Ar^+ を照射した Si 表面の KOH エッチング耐性

No. 224 ECR イオンシャワー装置(エリオニクス製 EIS-200ER) を用いて Ar^+ を照射した Si 基板表面の KOH エッチング耐性 -第一報 Si(100), Si(110)基板を用いた実験および結晶方位シミュレーション -

No. 225 ECR イオンシャワー装置(エリオニクス製 EIS-200ER) を用いて Ar^+ を照射した Si 基板表面の KOH エッチング耐性 - 第二報 イオンシャワー条件および SRIM による固体中のイオン飛程距離計算 -

No. 230 10 nm オーダーの SiO_2 薄膜における Dektak, エリプソメータ, SPM による膜厚の測定と EDX 分析による定量分析結果の比較

No. 231 市販のレジンクラフト用 UV-LED ライトを光源として用いたフォトレジスト AZ5214E パターンの作製

2022 年度

No. 237 ターゲット材料としてサファイア基板を用いたスパッタリング成膜

No. 242 ターゲット材料としてサファイア基板を用いたスパッタリング成膜 -ボイド低減方法および SEM 観察中の変形現象について-

No. 243 SiO_2 薄膜の研磨に関する実験

No. 247 ECR イオンシャワー装置(エリオニクス製 EIS-200ER) を用いて Ar^+ を照射した Si 基板表面の KOH エッチング耐性 - 第三報 KOH 温度依存性およびイオン照射前後の表面 XPS 分析 -

No. 253 ECR イオンシャワー装置を用いた Ti, Al 成膜

2023 年度

No. 257 ECR イオンシャワー装置を用いてイオン照射した Si 基板表面の KOH エッチング耐性 -第四報 N_2 ガスおよび O_2 ガス依存性-

No. 258 市販のレジンを液を用いたマイクロ流路の作製

No. 263 スパッタリング成膜装置により作製した SiO および SiN 膜の KOH エッチングマスクとしての利用

No. 264 BHF を用いたガラスのウェットエッチング -スパッタ成膜で作製した SiO_2 薄膜, 合成石英, スライドガラスの比較-

No. 266 スピンコーター用試料台の研磨による吸着力改善について (共著)

No. 268 ECR イオンシャワー装置を用いて種々のイオン照射した Si 基板表面の KOH エッ

チング耐性 -第五報 Ar, Kr, Xe, O₂ 及び N₂ ガスイオン照射時の KOH 溶液温度・濃度依存性

-

No. 273 SiO₂ コーティングした Al 板と Si 基板のテスター接触荷重と抵抗値の関係

No.277 FlexSEM1000II での観察時における諸特性 -試料電流値および電子線照射範囲, 簡易リソグラフィ-

科学研究費採択課題への貢献

研究課題/領域番号：24H02574

研究題目：汎用 SEM とステンシルマスクを用いた近接転写による簡易電子線リソグラフィ法の開発
研究種目：奨励研究

研究代表者：佐藤美那

研究期間(年度)：令和 6 年度 (進行中)

研究課題/領域番号：15H00361

研究題目：一つのステンシルマスクによる多サイズパターンのプロキシミティスパッタ成膜法の開発

研究種目：奨励研究

研究代表者：佐藤美那

研究期間(年度)：平成 27 年度

研究課題/領域番号：26917015

研究題目：圧力差を利用したキャップ固定による試料の作製から分析までの可搬式真空一貫プロセス

研究種目：奨励研究

研究代表者：佐藤美那

研究期間(年度)：平成 26 年度