

課題番号 : F-17-TT-0003  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : シリカ膜のドライエッチング及び表面構造観察  
Program Title (English) : Dry etching of silica films and observations of their surface structures.  
利用者名(日本語) : 山田有理  
Username (English) : Y. Yamada  
所属名(日本語) : 株式会社豊田中央研究所  
Affiliation (English) : Toyota Central Research & Development Labs., Inc.  
キーワード/Keyword : 膜加工・エッチング、表面処理、形態観察、

## 1. 概要(Summary)

メソポーラス有機シリカ膜<sup>[1,2]</sup>の吸着材、触媒担体などへの応用を検討している。形成される細孔を有効に活用するためには、最表面に露出する細孔の割合を増加させる必要がある。我々は  $\text{CF}_4$  ガスを用いる RIE (Reactive Ion Etching) が有機シリカ最表面層の選択除去に有効であることを見出し、細孔径 20 nm の有機シリカ膜に対する最適なエッチング条件を確立した。そこで今回は、細孔径 40 nm の有機シリカ膜に対して RIE を行い、エッチングパラメーターが表面形状に与える影響を検討した。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

Reactive Ion Etching 装置(非 Bosch プロセス)、走査型プローブ顕微鏡

### 【実験方法】

スピんキャストにより Si 基板上に細孔径 40 nm のメソポーラス有機シリカ膜(膜厚 160 nm)を成膜した。ドライエッチング装置に膜をセットし、 $\text{CF}_4$  ガス(60 sccm)を導入し、RF パワー: 15 W、圧力: 10 Pa、印加時間: 10~30 s の条件でエッチングを行った。処理した膜の表面を走査型プローブ顕微鏡(AFM)で観察し、ドライエッチングの効果を把握した。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Figure 1 に、エッチング時間を変えて処理した膜の AFM 像を示す。未処理の膜(a)では、浅い窪み状及び閉塞した細孔が多く見られ、表面開口率は低かった。細孔径 20 nm の有機シリカで効果が見られた 15 s の RIE 処理を施した膜では、細孔のサイズが若干拡張するものの、未処理の膜に比べてほとんど変化は認められなかった(b)。RIE を 30 s 行った場合、最表面層が削られることで、深さ約 20 nm のオープンポアが形成されることがわかった。今回の検討で細孔径 20 nm の有機シリカ膜の場合より

も、RIE 処理時間を長くすることで、細孔径 40 nm の膜においても、表面開口率を大きく増加できることを見出した。

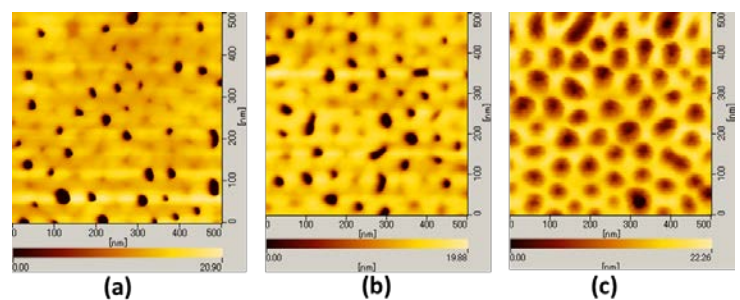


Fig. 1 AFM height images for (a) as-cast film, and RIE treated films for (b) 15 s, and (c) 30s.

## 4. その他・特記事項(Others)

### ・参考文献

- [1] Y. Goto et al., *Chem. Mater.* **20**, (2008) 4495.
- [2] M. Ikai et al., *J. Mater. Chem. A* **2**, (2014) 11857.

本実験に際し、専任支援員の梶原 建様、梶浦 敬三様、奥村俊雄様に多大なご協力を頂きましたことを感謝いたします。

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

- [1] 後藤康友、溝下倫大、山田有理、前川佳史、天野純子、稲垣伸二、第33回ゼオライト研究発表会、平成29年12月1日
- [2] Y. Goto et al., *Micropor. Mesopor. Mat.* **268**, (2018) 125.

## 6. 関連特許(Patent)

- [1] 後藤康友 他, “レーザー脱離イオン化質量分析法及びレーザー脱離イオン化質量分析用の有機シリカ多孔膜基板”, 特開 2018-185200, 平成 30 年 11 月 22 日.