

細胞などを生きたまま観察可能にする 電子線取り出し窓

広島県立総合技術研究所
西部工業技術センター 加工技術研究部
部長 縄稚 典生

共同研究者：広島国際大学

令和2年10月20日

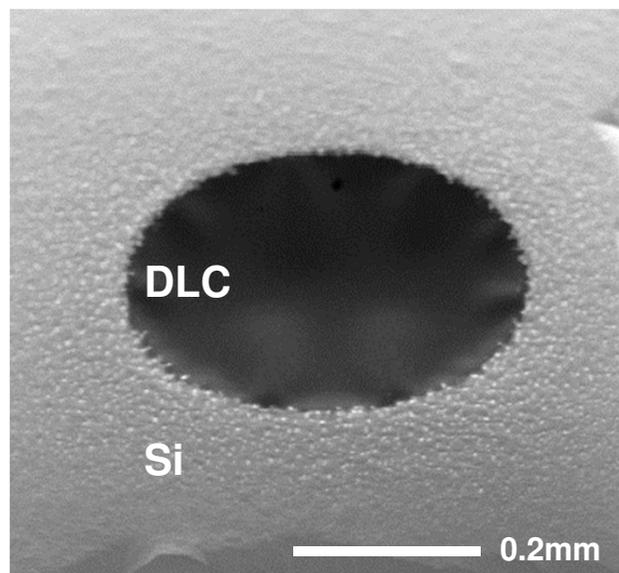
目次

1. 技術の概要
2. 従来技術と新技術
3. 想定される用途
4. 実用化に向けた課題
5. 企業への期待

1. 技術の概要

1. 技術の概要

ダイヤモンドライクカーボン（DLC）による
電子線取り出し窓の作製



□ ポイント

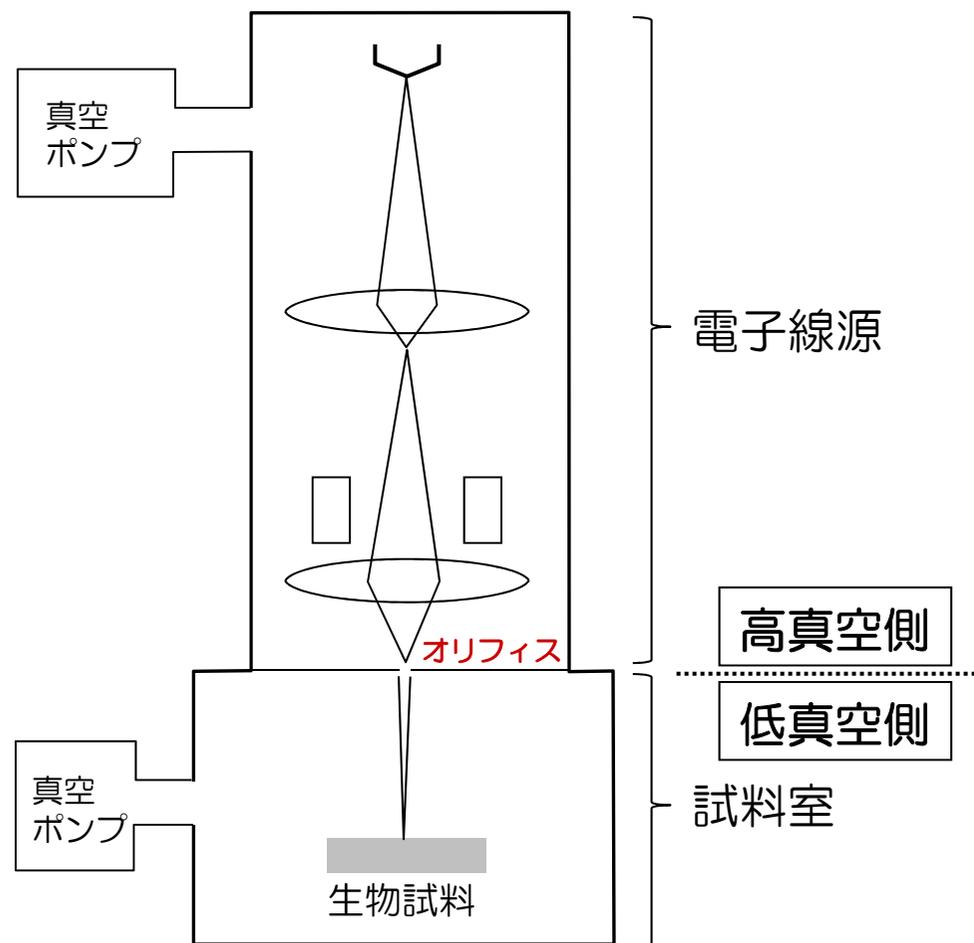
- 大気圧差に耐え、かつ電子を透過する窓
- 低い加速電圧で電子線を取り出すことが可能

2. 従来技術と新技術

2. 従来技術と新技術 従来技術の説明 1

□ 背景

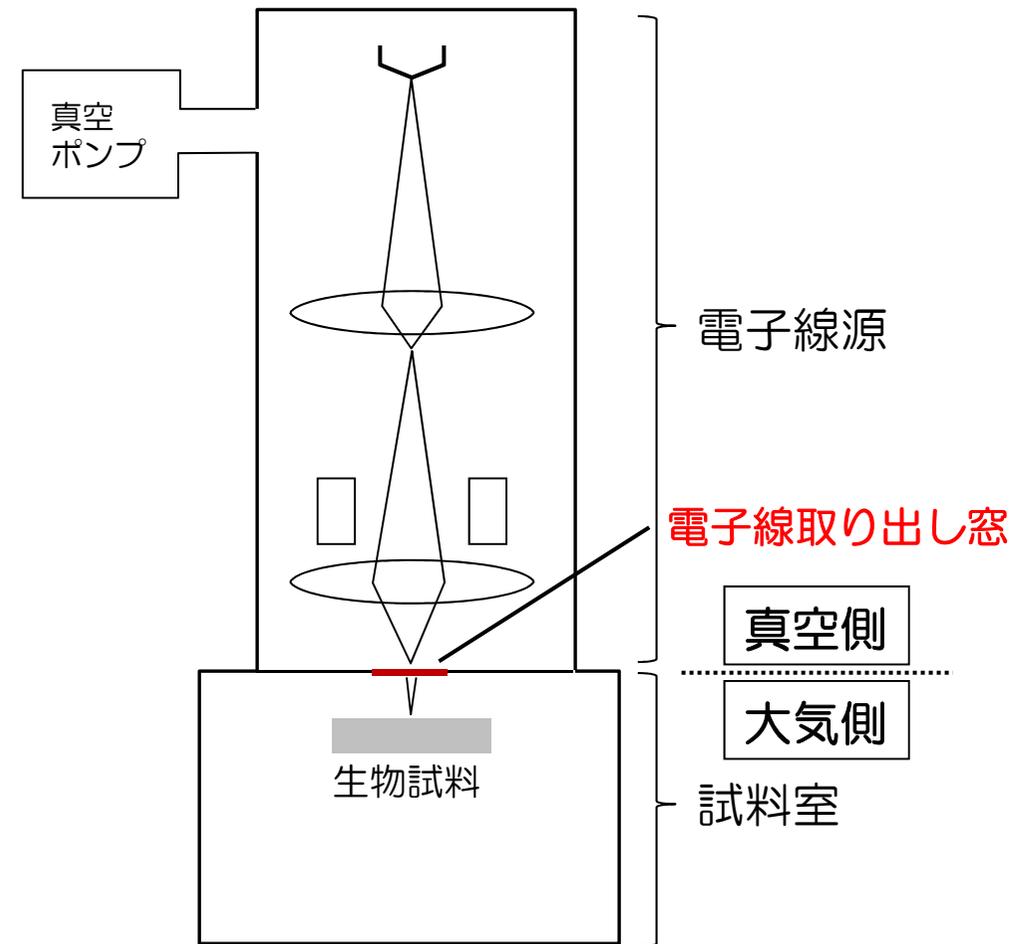
- 電子顕微鏡で細胞などの生物試料を観察する場合、通常、環境制御型走査電子顕微鏡(E-SEM)が用いられる
- E-SEMは、オリフィスを設けてあり、大気圧下での観察は実現できていない



2. 従来技術と新技術 従来技術の説明2

□ 背景

- 電子線源（真空側）と生物試料（大気側）を分離する窓をもつ構造（電子線取り出し窓）が提案されている
- 窓材には、チタン箔のほか、近年、シリコン（Si）や窒化シリコン（SiN）膜などが開発される



2. 従来技術と新技術 課題（従来技術）と目的（新技術）

□ 課題

◎大気中観察 △低加速電圧 △高解像度

□ 目的

- 従来之窗材と比べ、電子透過性の優れた電子線取り出し窓の開発



炭素を主成分とする
ダイヤモンドライクカーボン（DLC）を窓材に適用

2. 従来技術と新技術

ダイヤモンドライクカーボン（DLC）とは

炭素を主成分とするアモルファス（非晶質）な炭素膜

□ 特長

- 高硬度、低摩擦係数、高耐摩耗性、高ガスバリア性など

□ 用途

- 切削工具、磁気ディスク、ペットボトルの内壁など

□ DLCを適用した理由

□ 軽元素

→ 電子が透過しやすい

□ 作製プロセス

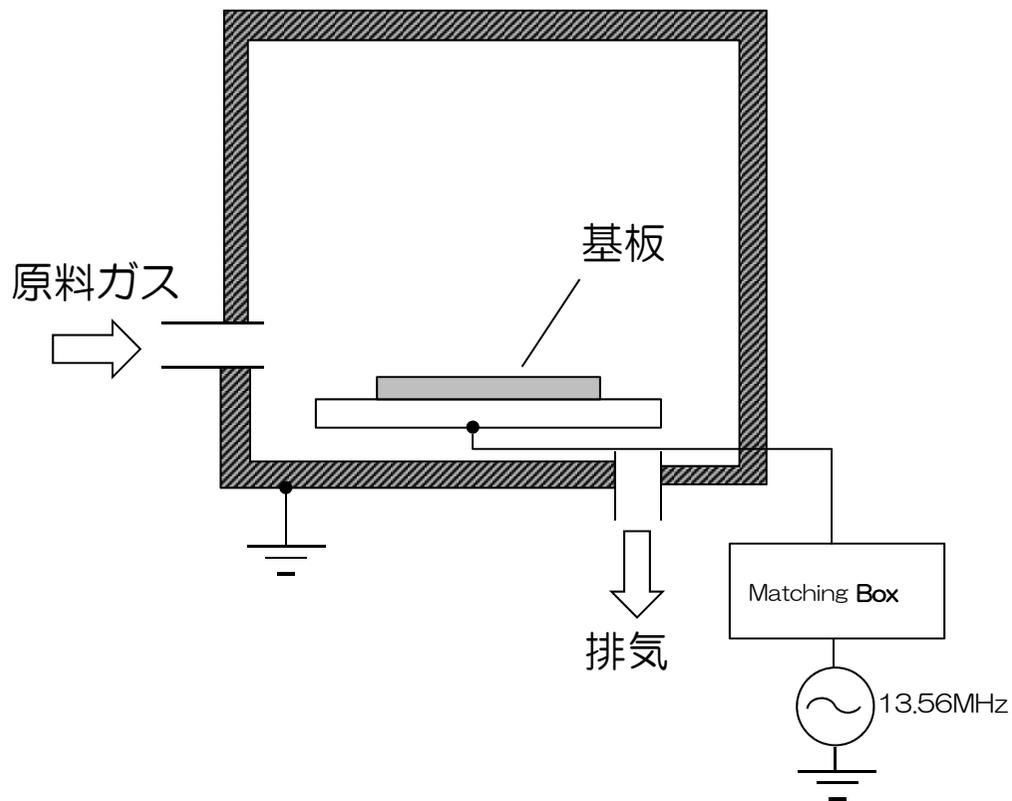
→ MEMS技術※が活用できる

※ 半導体製造技術を応用した微細加工技術

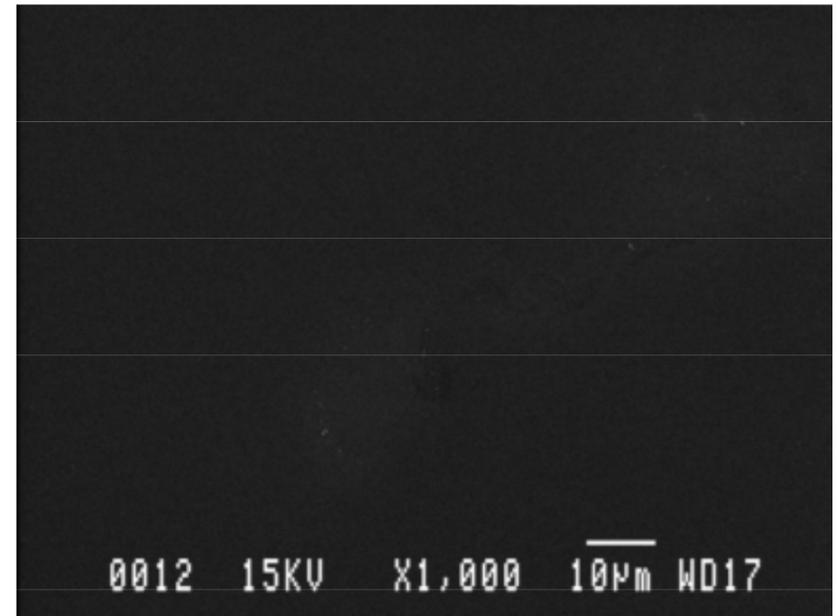
2. 従来技術と新技術 新技術の説明 1

□ DLC成膜装置

□ 装置の概略図



□ DLCの形態（表面）

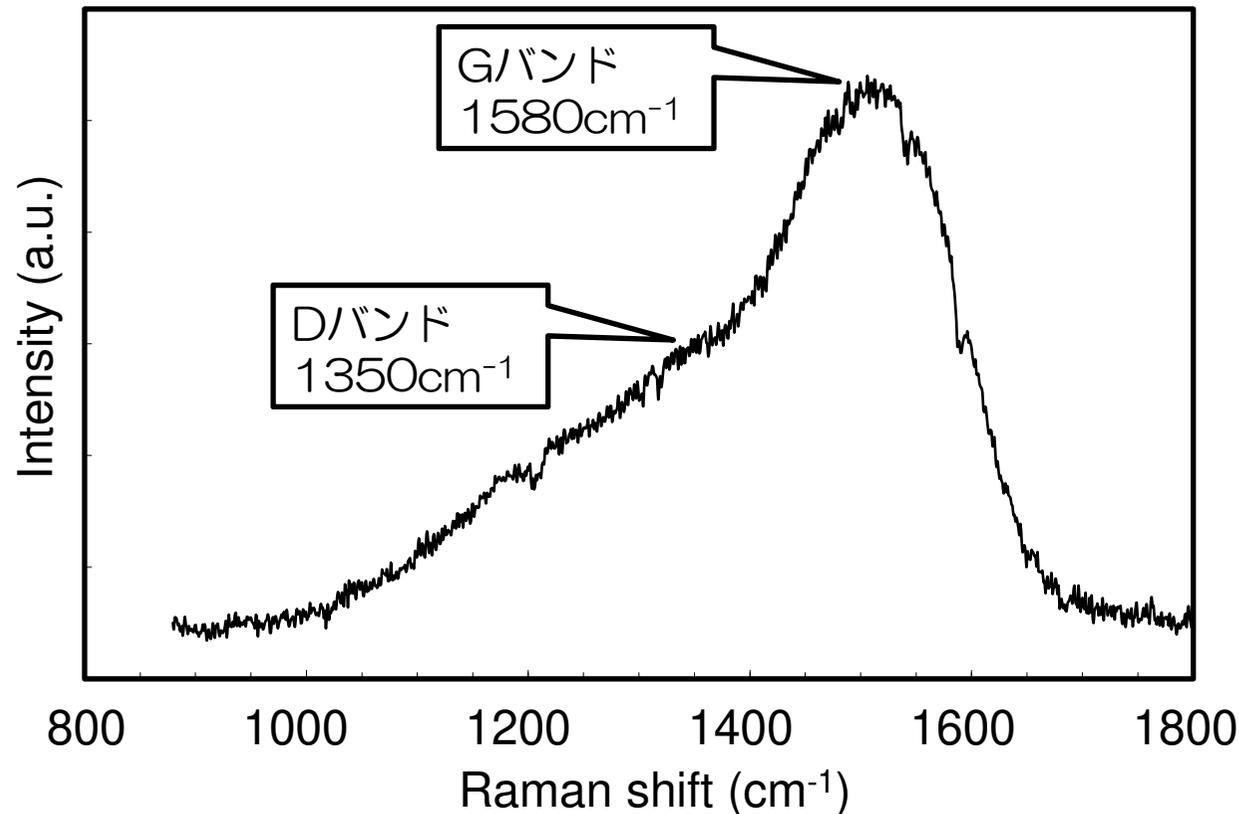


- 黒色、平滑性の高い膜が形成

2. 従来技術と新技術 新技術の説明2

□ DLCの構造

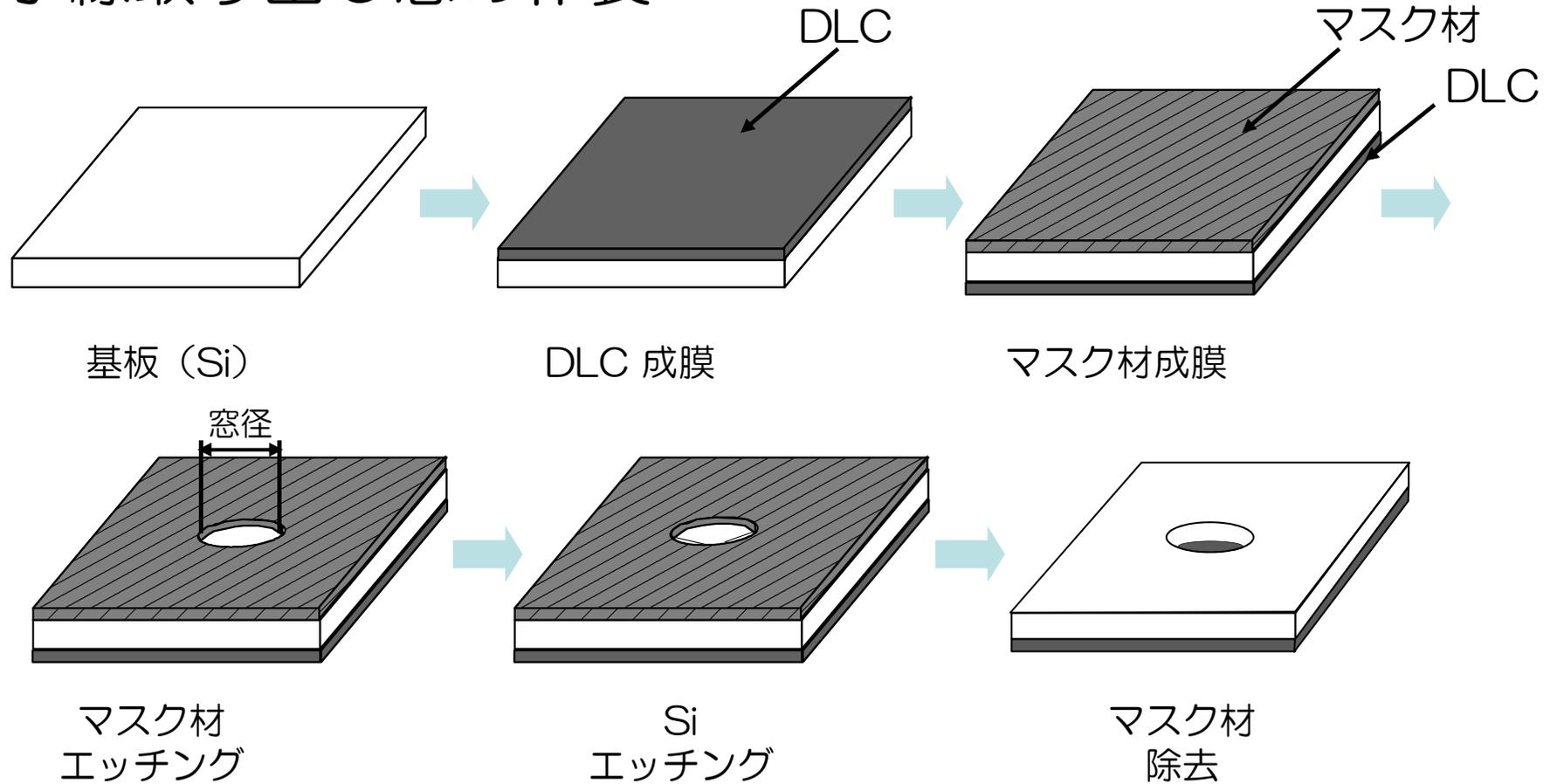
□ ラマン分光法



- 1580cm⁻¹付近にブロードなピークと1350cm⁻¹付近にわずかなショルダのあるDLC特有のスペクトルが見られた → DLCであることを確認

2. 従来技術と新技術 新技術の説明3

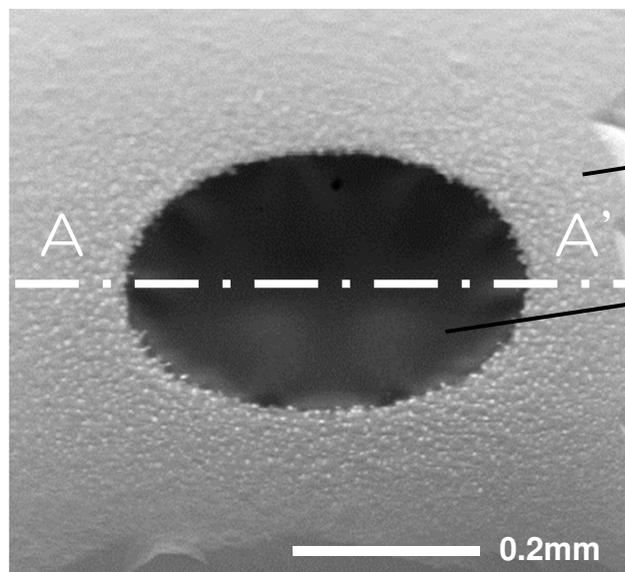
□ 電子線取り出し窓の作製



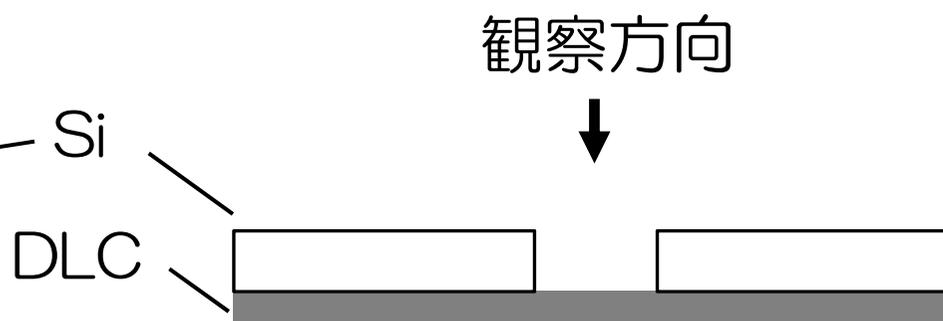
2. 従来技術と新技術 新技術の説明4

□ 電子線取り出し窓（外観）

□ 電子顕微鏡画像

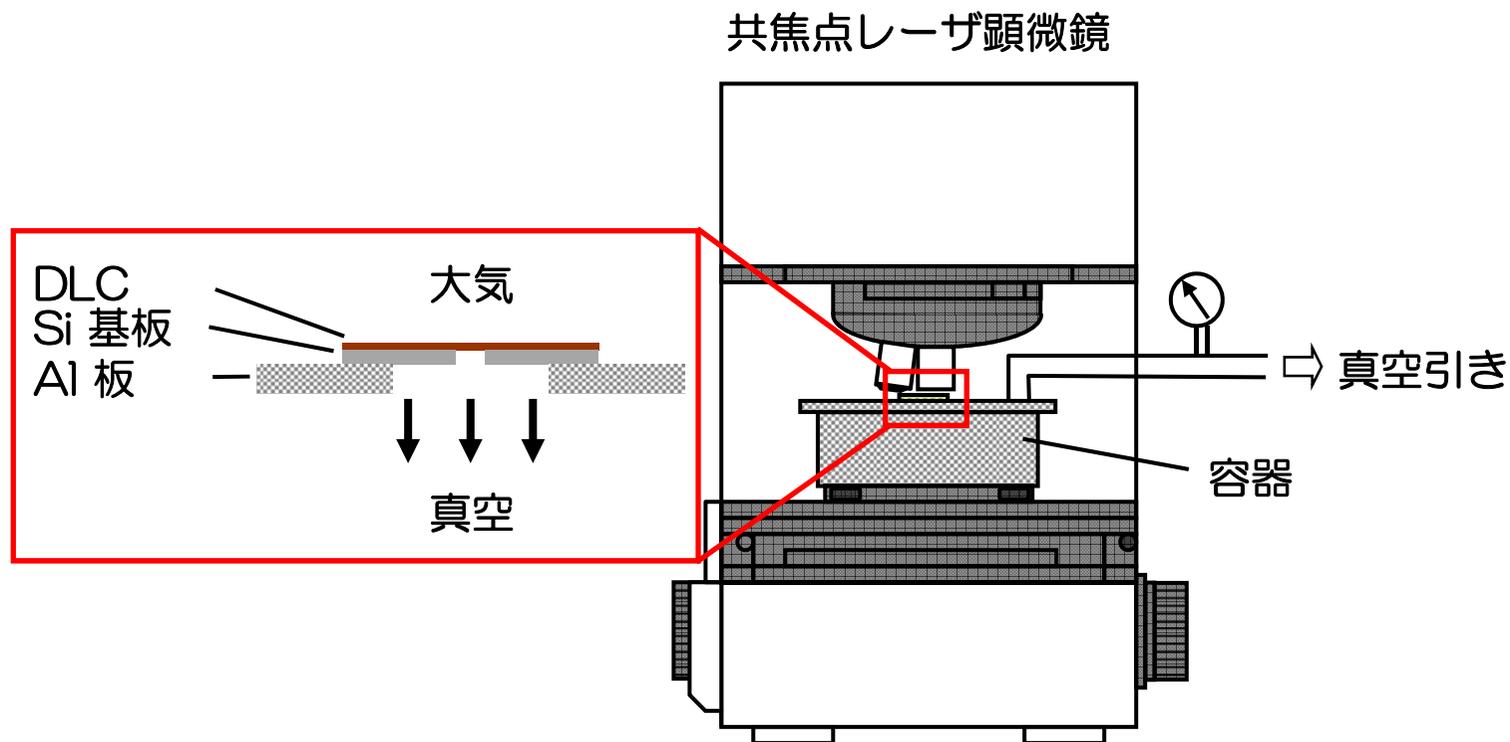


□ 模式図（A-A' 断面）



2. 従来技術と新技術 新技術の説明5

□ 電子線取り出し窓（強度）

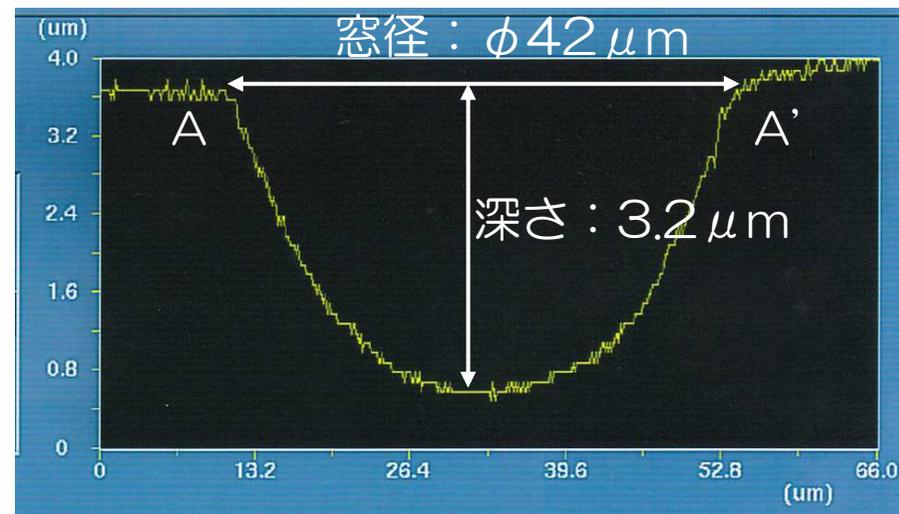
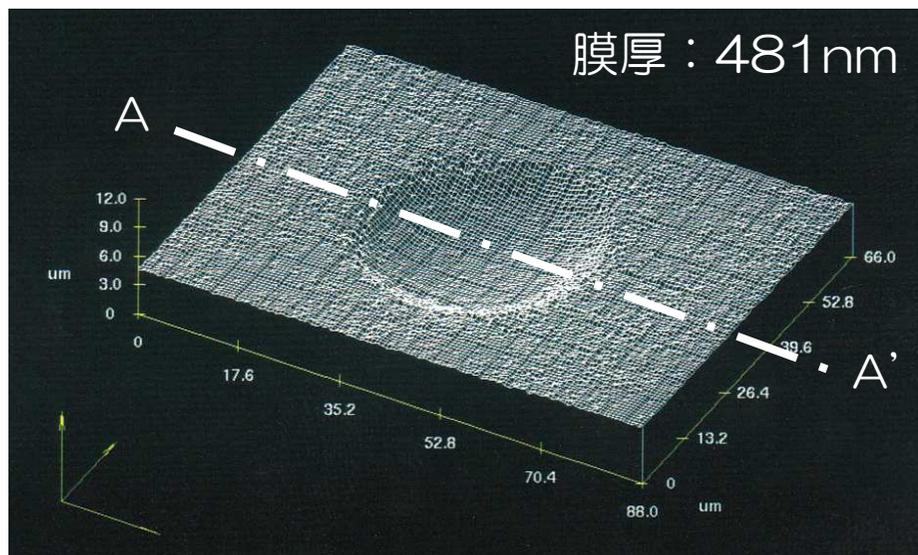


- ・ 作製した窓材を容器に接合し、真空ポンプにより容器内を減圧
- ・ 共焦点レーザー顕微鏡を用いて、DLCの形状変化を観察

2. 従来技術と新技術 新技術の説明6

□ 電子線取り出し窓（強度）

□ レーザ顕微鏡画像



※ 縦軸と横軸の間隔は異なる

- ・ 作製した窓材（DLC）は、**大気圧に耐えることを確認**

2. 従来技術と新技術 新技術の説明7

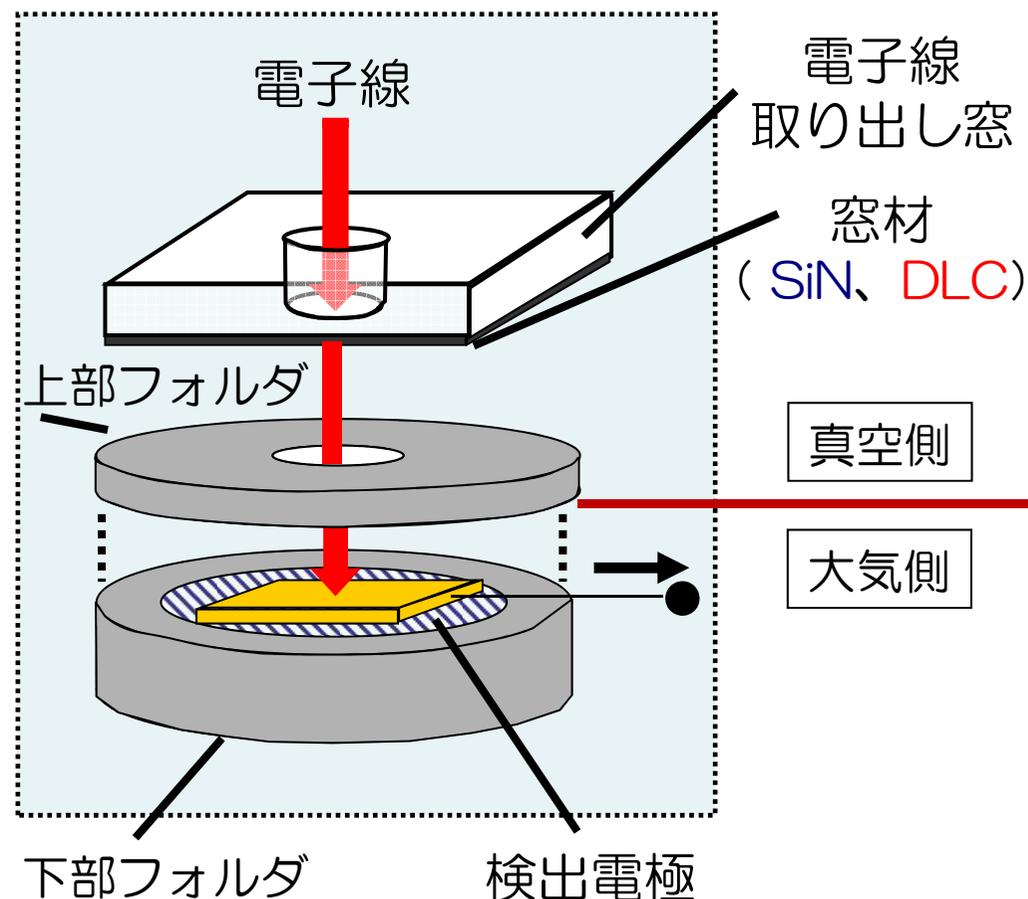
□ 従来技術と新技術の比較

① 電子透過率

□ 加速電圧：0~15kV

□ 窓 材：従来技術 (SiN)
新技術 (DLC)

□ 膜 厚：200nm

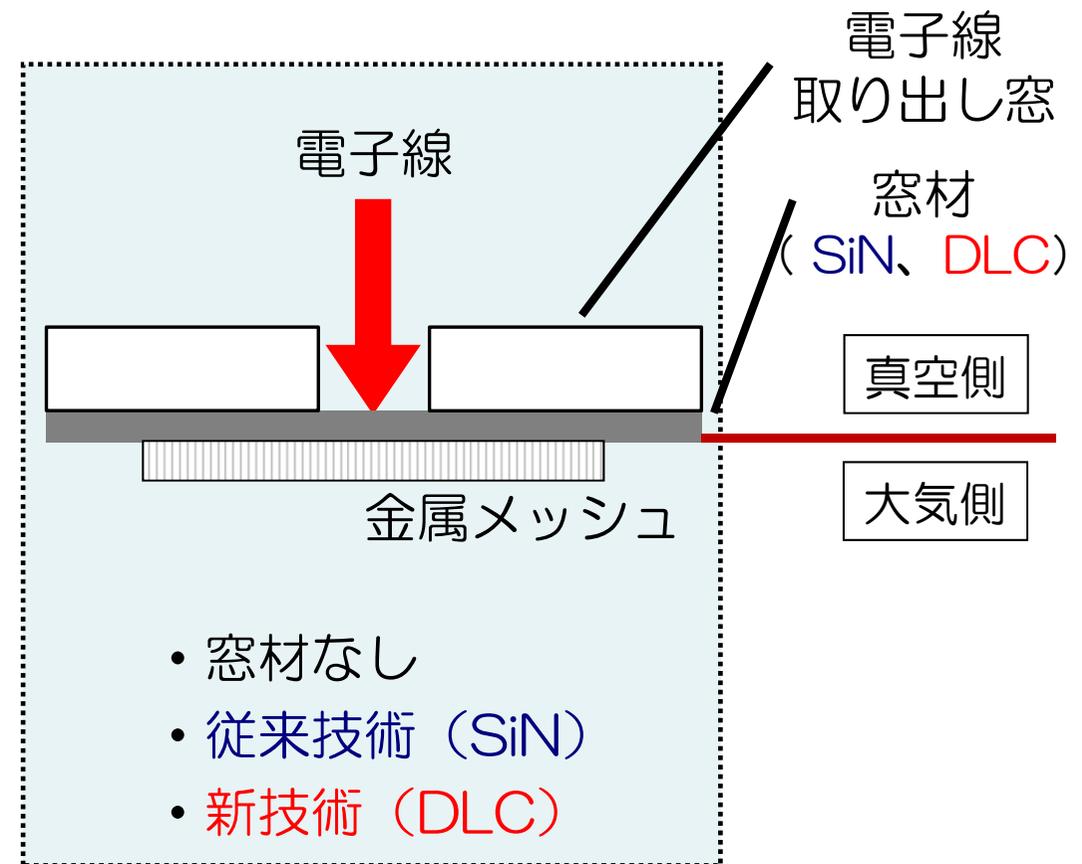


2. 従来技術と新技術 新技術の説明8

□ 従来技術と新技術の比較

② 電子顕微鏡観察

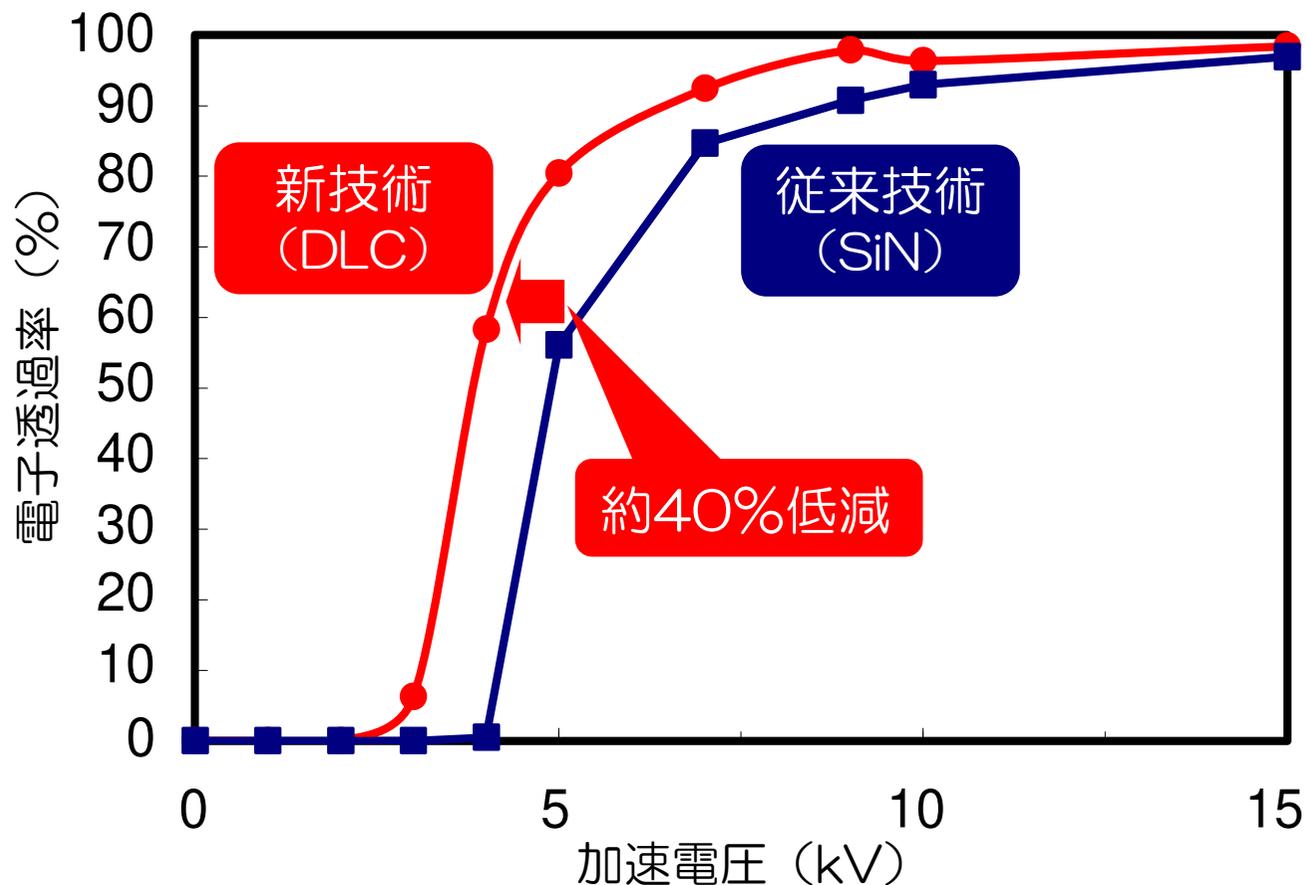
- 観察試料：金属メッシュ
- 加速電圧：30kV
- 窓材：なし
 - 従来技術 (SiN)
 - 新技術 (DLC)
- 膜厚：200nm



2. 従来技術と新技術 新技術の説明9

□ 評価結果

① 電子透過率

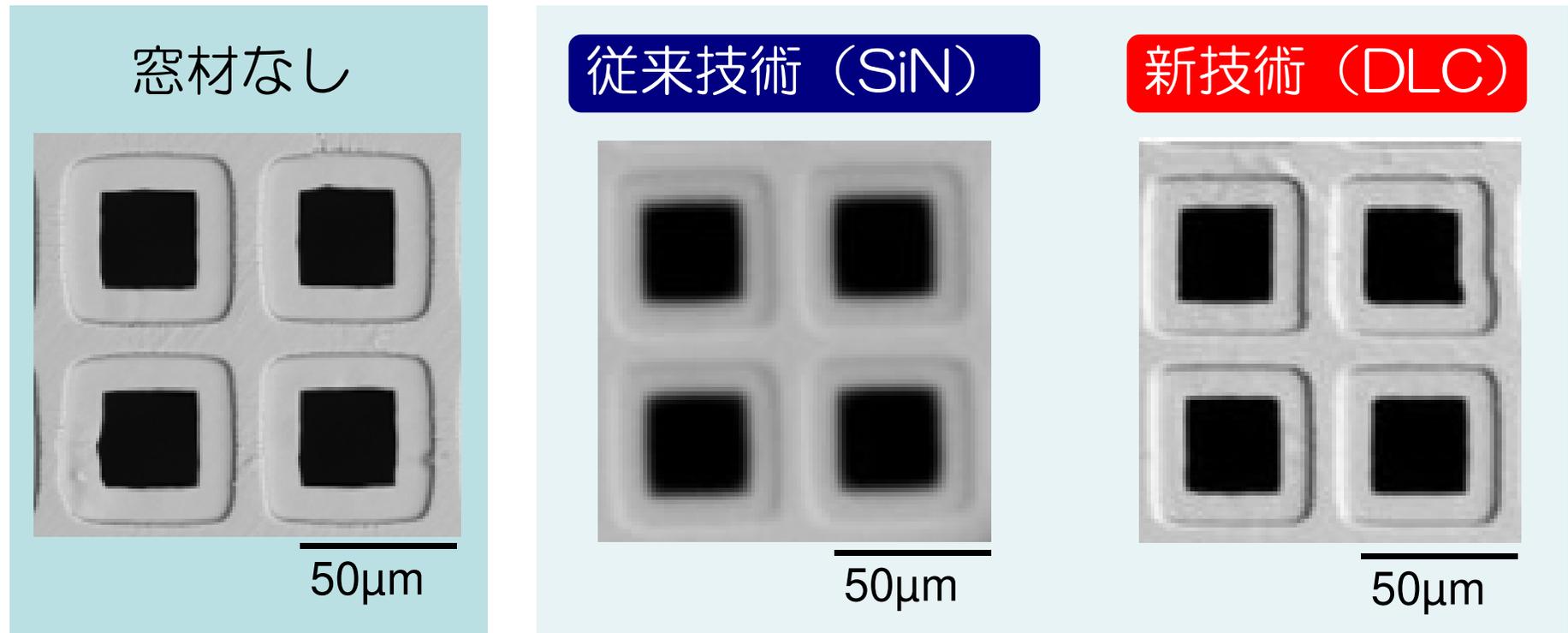


- ・ 電子線取り出しに必要な加速電圧を約40%低減

2. 従来技術と新技術 新技術の説明10

□ 評価結果

②電子顕微鏡観察

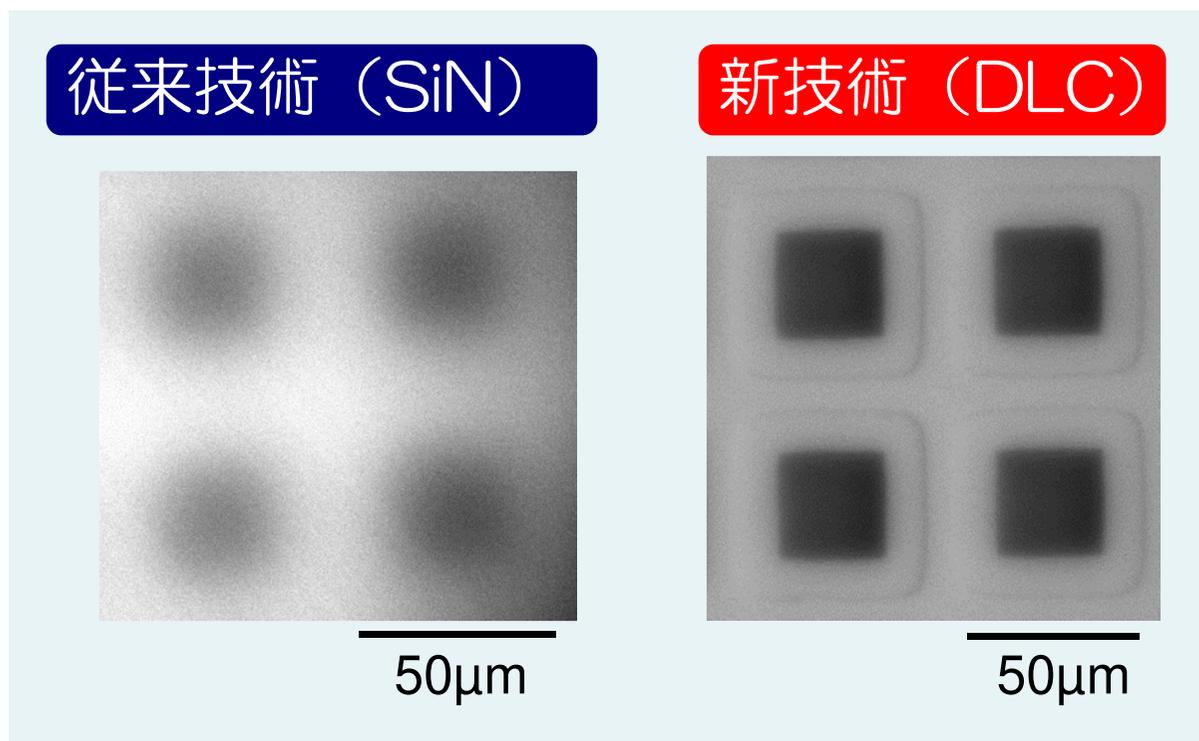
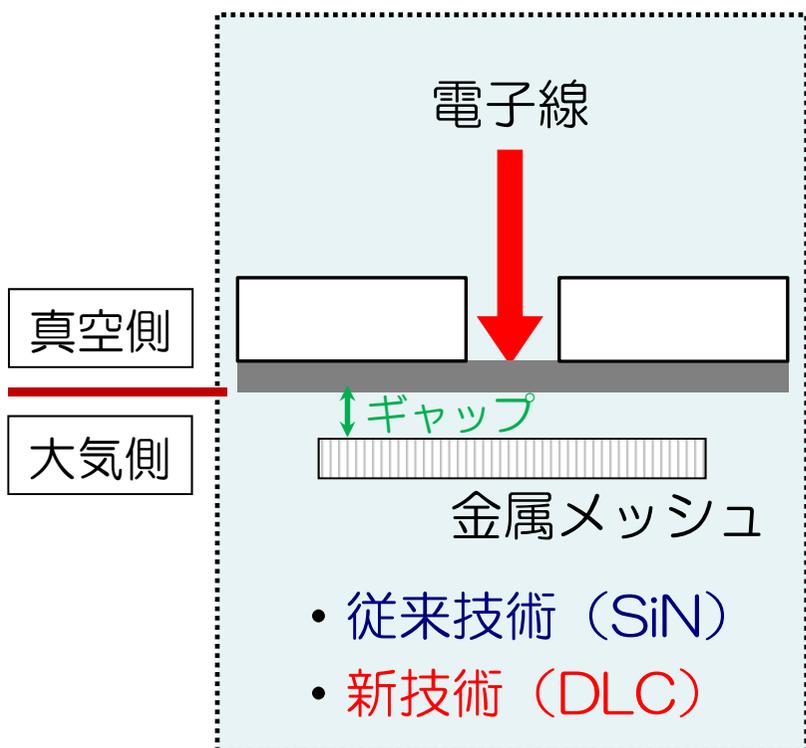


- ・ 同じ加速電圧、膜厚において、画像を比べると、**新技術 (DLC)** の方が画像が鮮明 → 電子線が透過しやすい

2. 従来技術と新技術 新技術の説明11

□ 評価結果

②電子顕微鏡観察（ギャップ100 μm ）

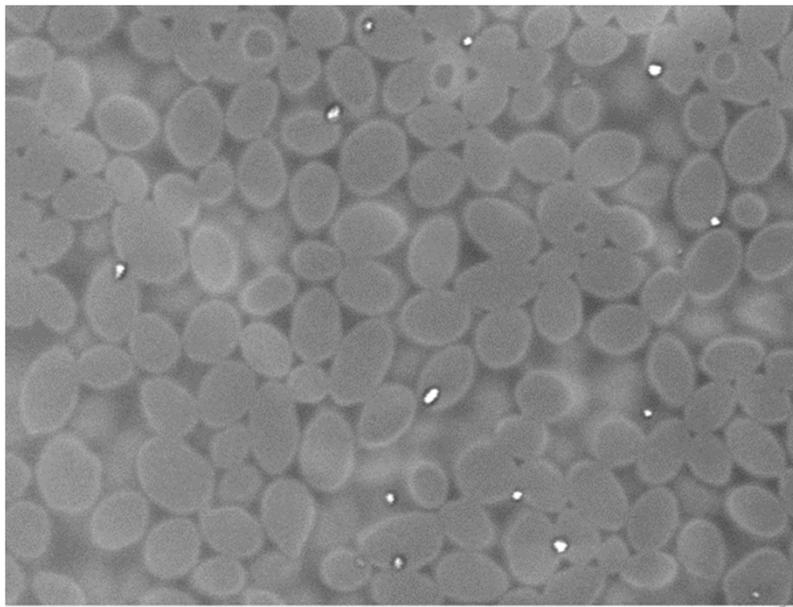


- 鮮明な画像を得るためには、ギャップ（大気層）のない観察手法を確立することが重要

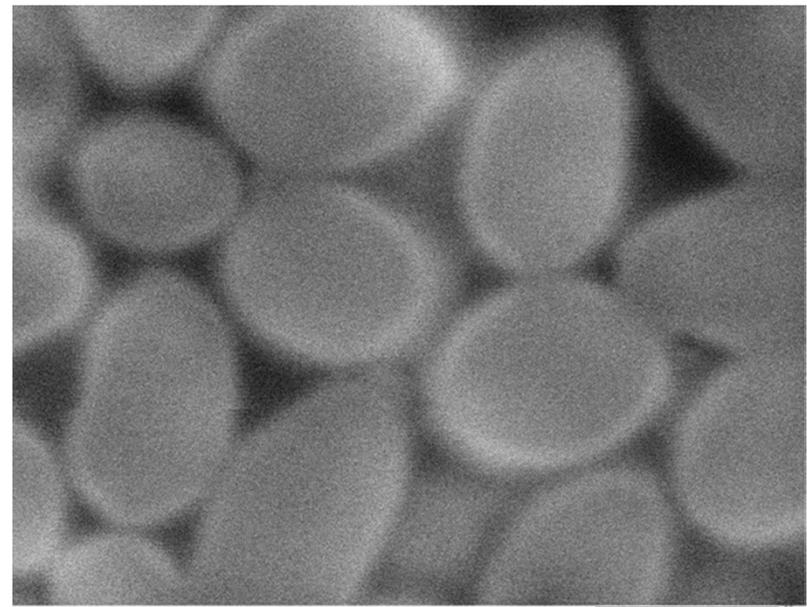
2. 従来技術と新技術 新技術の説明12

③大気圧下での酵母菌観察

- 観察試料：酵母菌（サイズ約 $3\mu\text{m}$ ）
- 加速電圧：5kV
- 窓材：新技術（DLC）膜厚200nm



×3000 10 μm

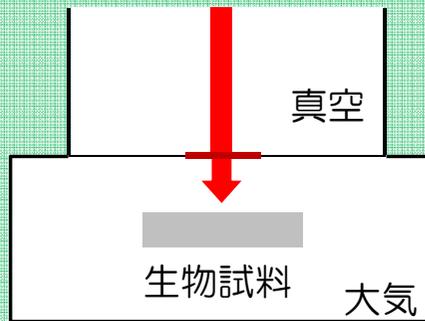


×10000 3 μm

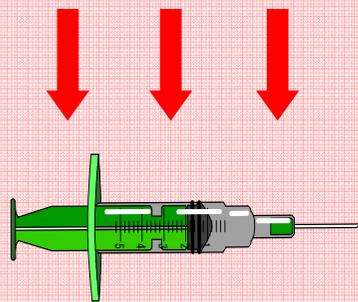
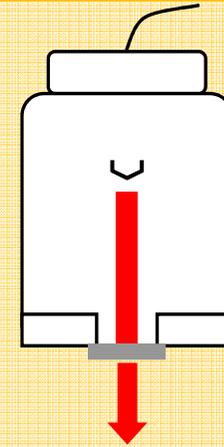
3. 想定される用途

3. 想定される用途

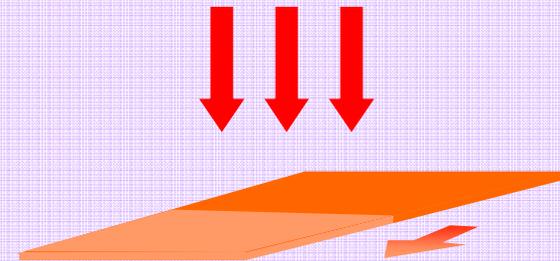
生物試料の観察(大気圧)



電子銃の小型化



医療機器への滅菌

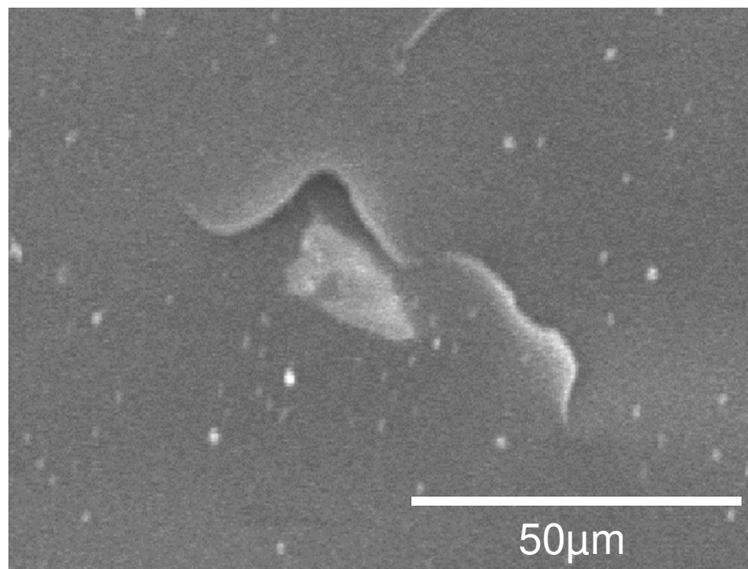


樹脂の硬化

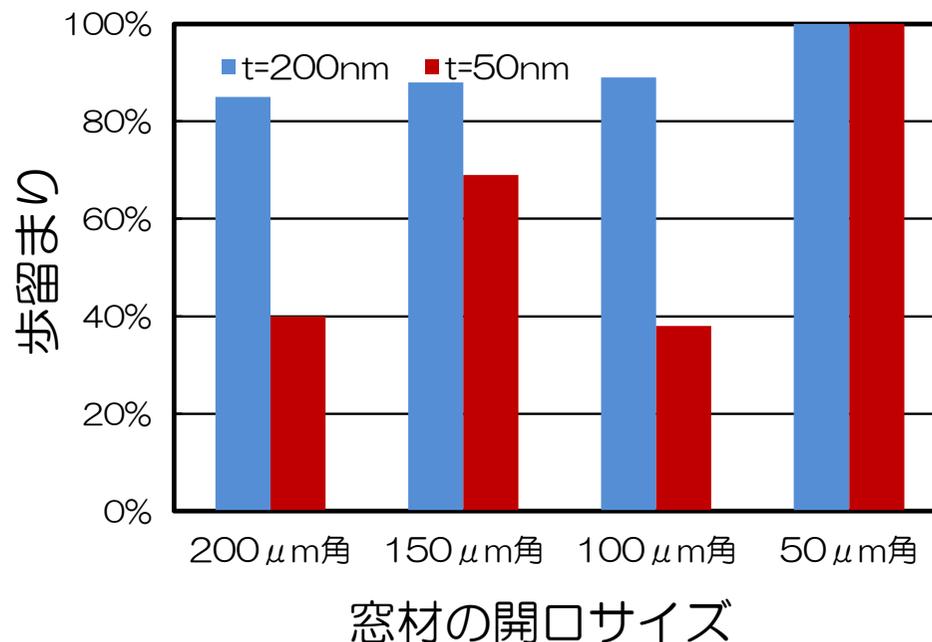
4. 実用化に向けた課題

4. 実用化に向けた課題

- 新技術（DLC）は、残留応力が大きいいため、Si除去の際、残留応力が開放され破損しやすい



DLC破損の様子



- 開口サイズ50 μmであれば歩留まりは高い
- 今後、成膜条件（原料ガス、成膜法など）の最適化を行い、応力緩和を図っていく

5. 企業への期待

5. 企業への期待

- 新技術（DLC）に電子線を長時間照射（耐久性試験）できる設備を保有している企業との共同研究を希望
- 新たな観察手法を検討していくにあたり、観察容器の考案、試作などを取り組める企業との共同研究を希望

本技術に関する知的財産権

- 発明の名称 : 電子透過膜及びその製造方法
- 出願番号 : 特願2008-223054
- 特許番号 : 特許第5339584号
- 出願人 : 広島県、学校法人常翔学園
- 発明者 : 縄稚典生、山本晃、本多正英
筒本隆博、菅博、上月具拳

本技術に関連する現在の取り組み

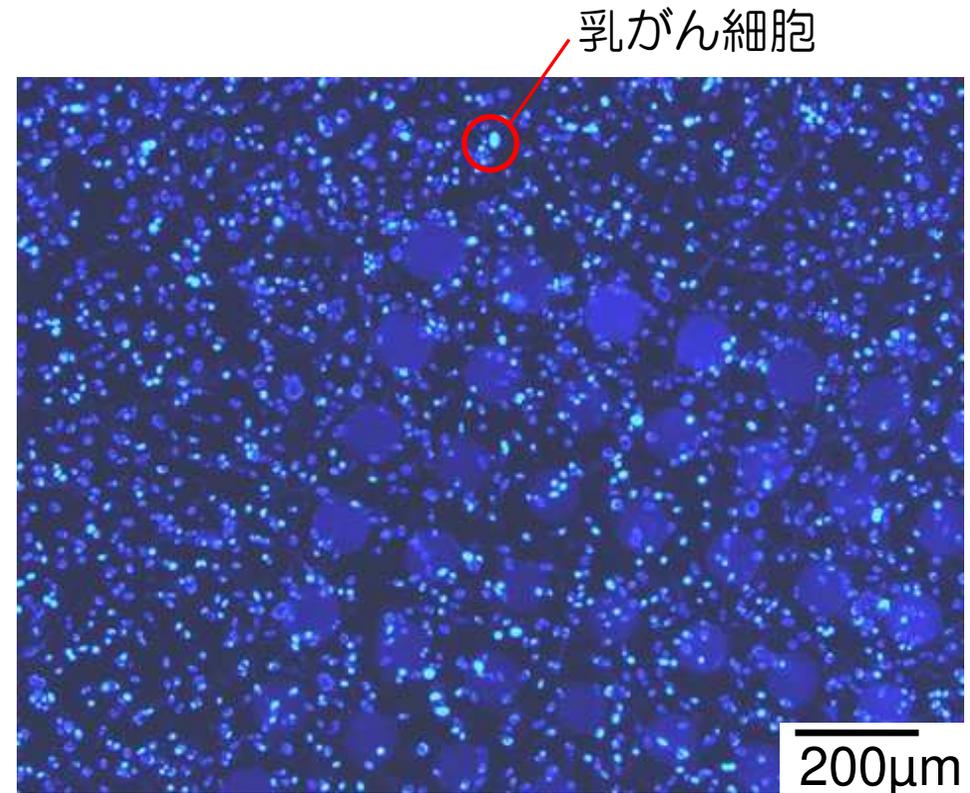
□ 研究内容

- DLC上で細胞（乳がん細胞）培養を実施

□ 結果

- 乳がん細胞がDLC上で増殖することが確認された

→ DLCの生体適合性の高さが示された
培養容器として、シャーレの代わりにDLCを利用し、そのまま観察へ



実施機関：広島国際大学、静岡大学、広島大学

お問い合わせ先

○ 最初の相談について

広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター
技術支援部

TEL 0823-74-1151

FAX 0823-74-1131

e-mail wkcgijutsu@pref.hiroshima.lg.jp

○ 契約に関することについて

広島県立総合技術研究所 企画部

TEL 082-223-1200

FAX 082-248-7055

e-mail sgkkikaku@pref.hiroshima.lg.jp