

《様式B》

研究テーマ	「三次元フォトリソグラフィによる金型のロータス加工とエアコン熱交換器フィンの防霜機能」		
研究責任者	所属機関名	豊田工業大学	
	官職又は役職	教授	
	氏名	佐々木実	メールアドレス <code>mnr-sasaki@toyota-ti.ac.jp</code>
共同研究者	所属機関名	オークマ株式会社・技術本部	
	官職又は役職	主務	
	氏名	曾我部 英介	
共同研究者	所属機関名	株式会社アイゼロ・商品開発本部	
	官職又は役職	主査	
	氏名	斉藤 誠法	

(平成 30 年度募集) 第 31 回 助成研究 完了報告書

上記様式記載後

1. 実施内容および成果ならびに今後予想される効果の概要 (1, 000 字程度)

金型材 (典型的な材料が本研究で利用した SKD11) は難加工材である。これに微細なテクスチャを形成すべく、切削などの機械加工によってマイクロ加工を施せば、その硬度のために工具が摩耗し易く加工精度は得られない。仮に柔らかな焼入れ前に加工しても、後の焼き入れ処理が結晶粒を変形させて細かな形状が変わるため、やはり精密な加工は得られない。リソグラフィを基盤とするならば、薬液を使うウェットエッチングよりもドライエッチングが微細で深い (アスペクト比の高い) 加工に有利である。本研究ではフォトリソグラフィを活用し、ハスの葉を参考にデザインした $6\mu\text{m}$ 幅の穴がピッチ $12\mu\text{m}$ で並んだ 2 次元アレイをパターンニングし、レジスト膜をマスクとするドライエッチングによって微細な凹凸アレイを創った。自然のハスの葉を観察したところ、凹凸はサイズ $6\text{-}7\mu\text{m}$ で、その面密度は約 20 万个/cm²、突起のアスペクト比は約 1 であった。レジストパターンにテフロン膜を堆積して撥水度合を観た予備実験により、一辺 $6\mu\text{m}$ が良いと判断した。平面デザインは、凹凸密度を約 70 万个/cm² と自然界よりも 3 倍以上高くできた。金型加工は、Ar イオン照射による物理エッチングで行った。鋼を化学反応させても、昇華性の物質にならないからである。装置としてはイオンミリングや、誘導結合型プラズマエッチング装置を利用した。現状の製作物はアスペクト比 0.55 に留まるが、1 を超

えることもできる方法を見出した。すなわち、一度のドライエッチングではレジストマスク材がダメージを受けて、目標深さまで加工できなくても、再度レジストを成膜して良質なパターンニングをすることが、研究責任者らが持つレジスト膜の貼付け技術により可能である。基材の凹形状が深くなっても、繰り返しレジストマスクを用意できる。微細凹凸アレイ付き金型を使って、熱交換器フィン材と同じであるアルミ材に形状を転写し、表面に疎水性膜をコートすること無く、表面を撥水性に変化できた。

自動車用の熱交換器を生産するコムコ株式会社（本社：豊田市）の技術者と打ち合わせし、生産技術として整合することを確認した。フィンロールと呼ばれるフィン材を約 4mm に折り返す金型表面に微細凹凸を形成できれば工程が増えず最良であるが、フィン母材に予め微細凹凸を転写して既存設備に導入する方式でも良い。

これまで、国内学会 1 件、国際学会 2 件の発表を行った。現在、雑誌論文への投稿を進めている。特許性のある知見もあるが、プロセス内容であるため、むしろノウハウとして留めることにした。

2. 実施内容および成果の説明（A 4 で、5 ページ以内）

(1) はじめに

バイオミメティクスの観点から、ロータス効果に着目した。熱交換器フィン表面に、蓮の葉を模した 10 μ m 程度の凹凸を形成することで、撥水性をより強く発現させることを目指す。加えて、高い生産性を満たす製作技術であるために、微細な凹凸をまず金型材料に創り、フィン材に形状をプレス転写する方針とした。

微細凹凸テクスチャを金型に刻む方法はいくつか考えられるが、機械加工やレーザー加工の一点加工を繰り返す方法をとるならば、構造のピッチが 10 μ m では、わずか 10mm 角の領域であっても 100 万個のパターンを用意する必要に迫られるため加工時間が現実的でなくなる。フォトリソグラフィによる微細パターン転写と、全面一括で進むエッチング加工で実現することを試みる。フィン材は mm サイズのジグザグ波形によって熱交換の表面積を高めている部品と言えるが、より小さな機能性の形状を組み入れる、マルチスケール制御の部品を創る試みと言える。ここでは平板状の金型を扱うこととしたが、金型材を更に加工することや、ロールなどの曲面にも展開可能である。

(2) 撥水性と微細凹凸形状

表面の撥水性は化学的因子と表面の凹凸因子の2つによって発現する。化学的因子は基本特性を決め、凹凸因子はこの特性を強調する。水滴が簡単に流れ落ちて自浄作用を生む超撥水特性は、凹凸因子を組み合わせないと得られない。超撥水機能を持つハス科植物の葉の構造を調べると、図1(a)のように微細凹凸は6-7 μm 程度である。その横と縦方向の寸法は同程度、アスペクト比で1程度である。この凹凸が水滴との接触領域において、空気が入り込みやすくして撥水性を高める。ハスの葉は、凹凸構造と表面のワックス成分の組み合わせで超撥水性の機能を発揮している。ワックス層は、成膜技術における条件の調整で求められる膜が得られると考えられる。従って、未解決の技術課題は μm レベルの凹凸を如何に製作するか、となるため、これに本研究は取り組む。

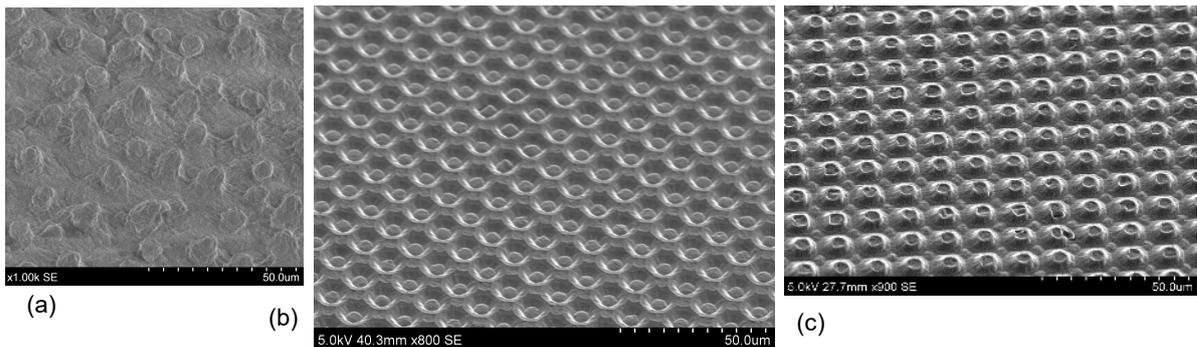


図1：(a)ハスの葉の構造、(b)加工した金型表面、(c)アルミ板に転写された微細構造。倍率を同じにして比較し易くした。

(3) 設計

微細凹凸パターンの設計は、1辺6 μm の正方形、ピッチ12 μm の2次元アレイとした。得られた凹金型を用い、アルミ材をプレスしてエンボス加工すると凹凸が逆転し、ハスの葉に似た凸形状が得られる。なお、上記寸法において、微細レジストパターンに直接テフロン系材料を成膜した予備実験で、安定して超撥水特性（接触角は約158°）を示すことを確認した。

(4) 微細凹凸付き金型の製作

微細凹凸パターン付き金型の製作と、アルミ材への転写は次の流れとなる。①金型材は標準的な工具鋼SKD11とした。サイズは40×20×5 mm^3 とした。焼入れを1025℃で25分、焼戻しを250℃で2時間行った。研磨により表面粗さを0.04 μmRa 程度にした。②得られた鏡面にポジ型フォトリソグレイド（AZ1500, 38cp, 2000rpm）を塗布し、③ガラスマスクを通してi線300 mJ/cm^2 （露光はg線を含む）で露光した。

- ④現像により、正方形内部に穴が空いたパターンを得た。⑤Ar ガスを用いたイオンミリング加工で SKD11 をエッチングした。条件は加速 500V, 減速 200V, 電流 122mA/φ4", 入射角 0° とした。金型材料もレジスト材料もスパッタ除去される。
- ⑥製作した金型を用いてプレス加工をアルミ材（合金番号 FS003）に行った。

図 1(b)に製作した SKD11 金型の電子顕微鏡写真を示す。目視では淡い虹色を呈する。穴の形状は単純な凹みではなく、最も深い部分がリングを形成している。穴の横方向サイズは $9.0\mu\text{m}$ に広がり、深さは $1.3\mu\text{m}$ であった。イオンミリングは、表面に垂直面に入射するよりも斜め入射するとスパッタリング効果が上がるため、傾斜が付いたエッチング面で更にエッチングが促進されたと説明できる。レジスト膜の元厚は $2.86\pm 0.10\mu\text{m}$ であった。SKD11 のイオンミリングに対して選択比は 0.45 程度であるが（膜にダメージが蓄積して弱くなっていくので、後半ほど膜減りが速く、膜厚で議論し難い）、最後までレジストが残っていなかったと考えられる。特に、パターンが細い部分が速く浸食された。

(5) プレス加工と転写形状

プレス加工により、金型表面の微細パターンをアルミ材に転写した。アルミ材はサイズ $10\times 10\text{mm}^2$ で表面粗さ $0.007\mu\text{mRa}$ である。アルミ板への平均応力 407MPa

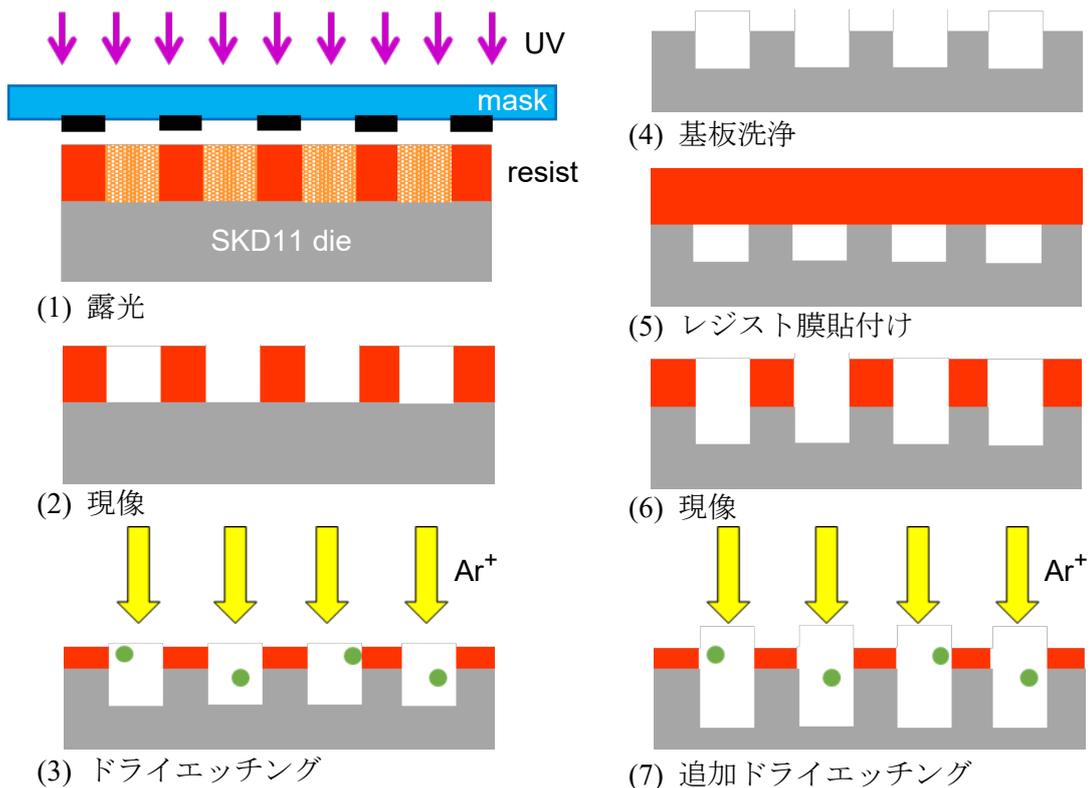


図 2：追加エッチングを行う金型加工。

を1分間かけた。なお、3%Si含有Alの0.2%降伏応力は540°Cで40MPaの報告がある。離型剤は付けなかった。形状転写後のアルミ板は目視では淡い虹色を呈した。図1(c)は形状転写されたアルミ表面である。凸部形状の幅は約10 μm である。この頂上周辺部は若干盛り上がっている。金型窪みの奥までアルミが押し込まれて塑性変形し、底部形状が転写されている。凸部中心の平坦部から底部までの深さは約1.8 μm であった。金型の穴深さが1.3 μm であったことを考えると、アルミ材は穴の底まで入り込んだ後に、穴から取り外される際に引き伸ばされたと考えられる。アルミ板に疎水膜を付けずに1.0 μL の水滴を滴下すると、母材平面で接触角88.2°、微細凹凸形状付き板で103.8°となり、撥水性に変化した。

(6) 高アスペクト比

図2に金型のアスペクト比を高める改良プロセスを示す。まず、(4)で示した試作よりもレジスト膜を6.6 μm に厚膜化するが、金型材よりもレジスト膜は数倍エッチングされ易いため、深さ6 μm の穴を実現するには未だ不足する。そこで、エッチングによりマスク材のレジスト膜が消失する前に、一端レジスト膜を取り除き、新しいレジスト膜を付けてパターニングし直す方法を導入した。最初の加工穴に位置合わせして、パターニングできる。これによりエッチングを計2回行った金型を図3に示す。穴の深さは5.3 μm 、アスペクト比は0.55に達した。凹凸のある基材に新しいレジスト膜を付けることは、研究者らのシートを利用した貼付けにより可能で、繰り返せばアスペクト比1以上にできる。なお、穴側面の表面荒れは、平行にコリメーションされた垂直入射イオンを利用したためと考えられる。ステージ角度を切り替えて斜め入射を増やしたり、入射角分布が広いエッチング装置を利用したりすれば平滑になる。別研究テーマでは、金型のより平滑な仕上がりを得ている。

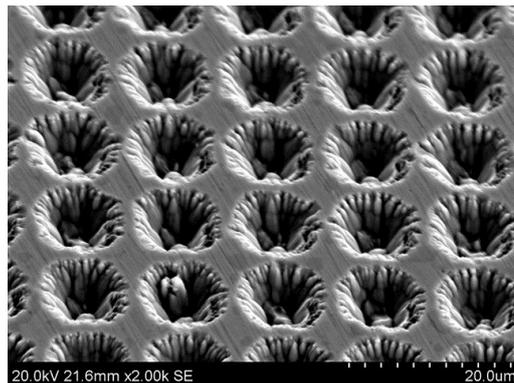


図3：エッチングを2回行った微細凹凸付き金型。

(7) 関連研究

上記は、アスペクト比 1 以上の微細凹凸を得ることを主テーマとしたため、基材は平板として扱えるものであった。曲面への微細パターン転写の研究も進めた。図 4 は、ドーム部材にパターン転写した様子である。図 4(a)ドーム底の円は $\phi 67\text{mm}$ である。変形の基本特性を調べるため、図 4(b)に示す方眼紙状のパターンを転写した。ピッチ 4mm 幅 100 μm の太線、ピッチ 0.4mm 幅 10 μm の細線が明瞭に得られた。現在は曲面を持つ金型に転写する技術を高めている。

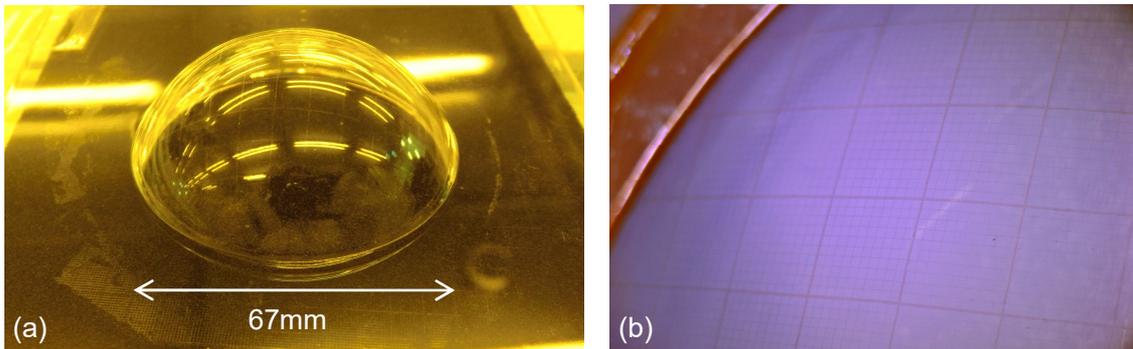


図 4 : (a)パターン転写したドーム部材の全体図、(b)曲面に得た方眼紙パターン。

学会発表

1. Seiya Fujita, Minoru Sasaki, Microtextured die for forming super water-repellent structure, 12th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials / 13th International Conference on Plasma-Nano Technology and Science, 10P3-42 (2020.3.10).
2. 藤田聖也, 佐々木実 “マイクロテクスチャ付き金型を利用した熱交換器フィン材への超撥水構造形成”, 令和 2 年度 E 部門総合研究会 MSS-20-039, 2020.7.7.
3. Seiya Fujita, Minoru Sasaki, Additional pattern etching of microtextured die for higher aspect ratio, 13th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials / 14th International Conference on Plasma-Nano Technology and Science (2021.3.8).

ご支援頂きまして、大変ありがとうございました。