

《様式B》

研究テーマ	「高機能ノズルによる大気圧プラズマジェット加工の微細化」		
研究責任者	所属機関名	静岡大学	
	官職又は役職	助教	
	氏名	中澤謙太	メールアドレス nakazawa.kenta@shizuoka.ac.jp
共同研究者	所属機関名		
	官職又は役職		
	氏名		

(令和5年度募集) 第36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)

Microelectromechanical Systems (MEMS) は、集積回路 (LSI) とセンサ、アクチュエータなどの機械機構を集積したマイクロデバイスであり、小型、低消費電力、大量生産可能という優位点がある。それらの優位点から、MEMS は携帯機器や医用機器、輸送機器など幅広い場面で応用されている。MEMS デバイスでは、センシングや駆動の際に機械構造物の共振振動現象をしばしば利用する。MEMS のセンサ感度や駆動効率を十分に発揮させるためには、デバイスを設計通りの共振振動数で動作させることが要求される。しかし、デバイスの共振振動数は製作誤差により設計値とは異なることがしばしばある。

大気圧プラズマジェットはマスクレスな微細加工技術に使用されることが期待されている。大気圧プラズマジェットは低圧プラズマと比較して高密度であり、プラズマをノズルサイズに局在化することができる。そのため、任意の領域を局所的に加工することができるため、マスクレスで高い加工レートのエッチングやデポジションが可能である。また、ガス温度が低い被加工材料に熱的損傷を与えることなく加工を行うことができる。さらに、真空装置を必要としないため小型で低コストの装置構成が可能である。以上から大気圧プラズマジェットを用いたエッチングは、高エッチングレート、マスクレスエッチング、安価で容易な装置構成といった優位点から、トリミング技術としての応用が可能であると考えられる。

加工分解能はノズル先端の開口直径に寄るところが大きい。微細開口を作製する方法のひとつに熱引き加工がある。ただし、利用できる材料はガラスに限られている。しかし、加工対象のシリコンなどの材料をエッチングするプラズマ活性種はノズルの材料のガラスもエッチングしてしまう。そこで本研究では、先端開口が数 μm ~10 μm 程度のガラスからできたノズルの表面をエッチング耐性を有するアルミナ薄膜を堆積することで高機能化することを試みた。表面コートしたガラスノズルは30分のプラズマ照射にも耐えることが実証できた。本研究成果は大気圧プラズマジェット微細加工において、基盤となる技術となり、産業化する際に非常に重要な知見となり得る。

2. 実施内容および成果の説明

2.1 高性能ノズルの製作

本研究において製作する機能性マイクロノズルは、大気圧プラズマジェットに含まれる活性種に耐性を有することを目標とした。製作するマイクロノズルの概要図を図 1 に示す。大気圧プラズマジェット生成に使用するマイクロノズルはマイクロピペットプラー(P-2000, Sutter Instrument Company)による熱引き加工と、マイクロフォーシ(MF-900, NARISHIGE)によってカットすることで作製した。マイクロピペットプラーは一般にマイクロインジェクションなどで使用されるガラス針（ナノピペット）を製作するために用いられ、本研究ではその装置を転用してガラスノズルを製作した。マイクロピペットプラーは、CO₂ レーザーをガラス管に照射しながら、または照射した後にガラス管の両端を引っ張ることで、ガラス管の軟化した部分の内径が減少しながら伸長する。最終的にガラス管は破断し、2 本のナノピペットとなる。そのため、ガラス管の元々の直径から徐々に細くなるノズル形状を製作することができる。また、容易にサブミクロンの先端開口直径を形成することができる。マイクロノズルが所望の形状となるようにマイクロピペットプラーのレーザー出力、レーザー照射範囲、引張速度、引張力などを調整した。なお、本研究では原子層堆積を行うため不純物が少ない石英をガラス管に用いた。

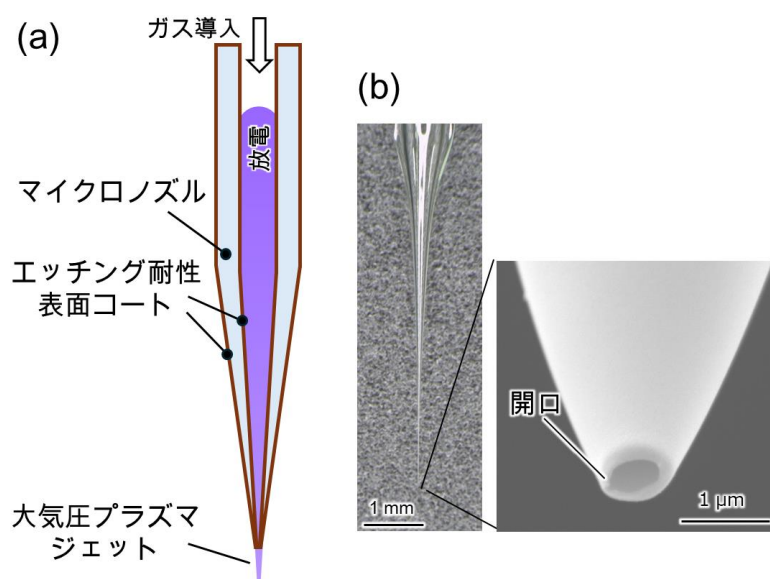


図 1 エッチング耐性を有するマイクロノズルの概要(a)熱引き加工後のマイクロノズル。

マイクロピペットプラーで加工したガラス管をマイクロフォージで切断することで、所望の開口径を得ることができる。マイクロフォージにおいても一般にマイクロインジェクションなどで使用されるガラス針（ナノピペット）を製作するために用いられる。マイクロフォージは、ナノピペットの先端を切断、湾曲させることや先端の角を丸める処理をすることができる。マイクロピペットプラーでは、サブミクロンから1ミクロン程度の先端開口直径に調整することは容易であるが、本研究で求める数十ミクロン程度の開口直径を得ることは難しい。マイクロフォージにおける切断加工では、白金線を加熱して付着させたガラス球をピペットシャシの直径が所望の開口径と一致する位置に合わせ、ナノピペットをガラス球に接触させ、ガラスが溶融したタイミングで白金線の加熱を停止する。熱膨張していた白金線は温度の低下

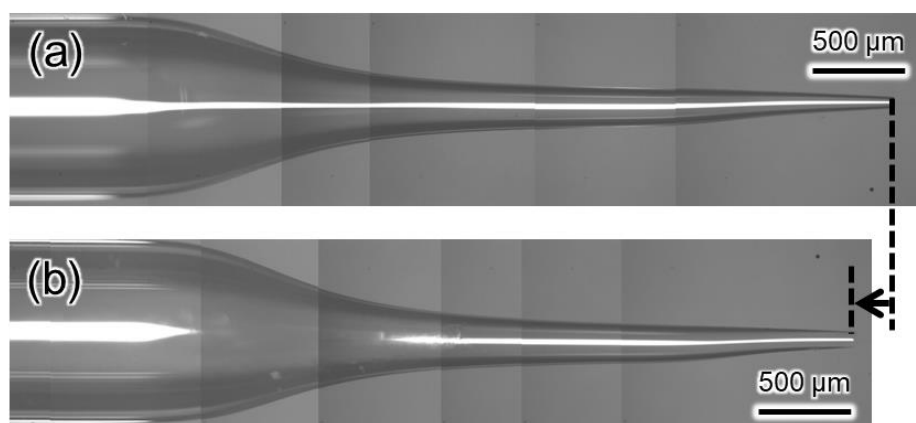


図2 アルミナ薄膜を堆積していないマイクロノズルのエッチング耐性試験.
(a)プラズマ生成前 (b)5 分間プラズマ生成後

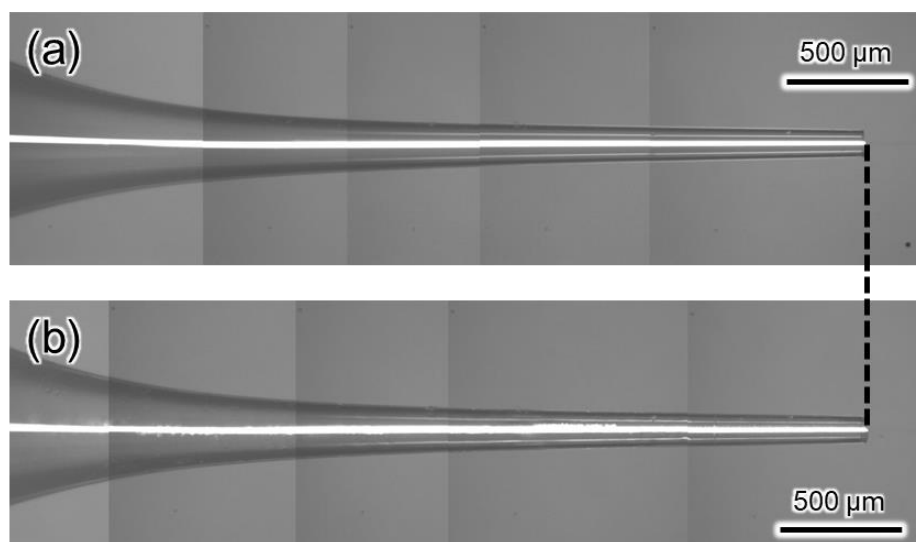


図3 アルミナ薄膜を堆積したマイクロノズルのエッチング耐性試験. (a)プラズマ生成前 (b)30 分間プラズマ生成後

により収縮する．このとき，ピペットには溶融してガラス球に付着した部分で引っ張り力が発生し，破断する．このようにしてマイクロメートルオーダーの開口径を持ったノズルを製作した．

所望の形状を得たマイクロノズルの表面にエッチング耐性の高い薄膜を堆積した．マイクロノズル内で大気圧プラズマが生成されていることから内壁，活性種の寿命の観点から外壁も保護する必要がある，マイクロノズル全体の保護を必要とする．本研究ではアルミナ薄膜を採用した．低圧プラズマにおける先行研究では，本研究でも用いる SF_6 プラズマに対して高いエッチング耐性を有することが報告されている．薄膜の堆積には様々な方式があり，大きく物理的堆積法と化学的堆積法に分類される．前者においては，真空蒸着法とスパッタリング法が代表的で薄膜の原料を蒸発させることやプラズマを原料に照射することで薄膜を堆積させる．一方，化学的堆積法では原料ガスを加熱やプラズマを用いて分解して薄膜を堆積させる．本研究では，化学的堆積法の一つである原子層堆積法を用いた．原子層堆積法は原料ガスの導入とパージ，反応ガスの導入とパージを繰返して原子層単位で堆積させる手法である．以上のような原理から，緻密な薄膜を堆積可能，高アスペクト比をもつ構造内部においても薄膜の堆積が可能といった特徴を有する．マイクロノズルのシャンク（開口直径が減少している部分）の長さが 5 mm と長く直径が小さいことからアスペクト比が高い．物理的堆積法や一般的な化学的堆積法を用いては内壁に薄膜を堆積することは難しい．

2.2 エッチング耐性実験

本研究において，熱引き加工を行う材料には外径が 1 mm，内径が 0.6 mm の石英管を用いた．石英管を熱引き加工し，原子層堆積法を用いて厚さが 80 nm のアルミナ薄膜を堆積した．大気圧プラズマジェットジェットの原料ガスとして He ガスをマイクロノズル内に導入した．また，エッチングに寄与する活性種を生成するために SF_6 ガスを導入した．大気圧プラズマは一般的に放電を開始・維持することが難しく，He や Ar などの比較的容易に放電が可能なガスを導入する必要がある．大気圧プラズマジェットを生成するために，高電圧を印加して放電した．高電圧を印加するワイヤ電極をマイクロノズル内に挿入した．対向電極はマイクロノズルの直管部分の外周にベルト電極として設置した．また，ベルト電極をグランド電極とした．高電圧電極に 10 kV_{pp} を印加することで大気圧プラズマジェットを生成した．

エッチング耐性を比較実験するために、アルミナ薄膜を堆積したマイクロノズルとアルミナ薄膜を堆積していないマイクロノズルを準備し、比較した。評価は、大気圧プラズマジェットを 5 分間生成し、その後顕微鏡で撮像することでマイクロノズル先端からシャンク部分の長さを計測した。図 2 にアルミナ薄膜を堆積していない条件でエッチング耐性試験を行ったマイクロノズルの画像を示す。5 分の照射後において、マイクロノズルの先端から 230 μm だけ短くなったことがわかる。これは、ワイヤ電極先端において電界集中が生じるためプラズマ密度が高いと考えられるが、マイクロノズル先端でも電界集中によりプラズマが強化されている。また、ノズル材料の体積も他の箇所と比較して小さい。以上の理由から、マイクロノズルの先端からエッチングされたと考えられる。図 3 にアルミナ薄膜を堆積した条件でエッチング耐性試験を行ったマイクロノズルの画像を示す。累積で 30 分間のエッチング耐性試験を行ったが、試験後においてもマイクロノズルの先端からエッチングされることは確認されなかった。したがって、本研究において目標としていた耐エッチング性を有するマイクロノズルに成功したと考えられる。本研究を応用した加工においては、単独部品要素の加工時間はおよそ 30 分以内を想定しているため、要件を満たしている。しかし、マイクロノズルの交換頻度を高くする必要もあるため、薄膜の厚さやマイクロノズルの形状などのより優れた条件を調査することが今後の課題であると考えられる。

2.3 結言

本研究では大気圧プラズマジェット微細加工において用いる、プラズマを局在化するためのマイクロノズルにエッチング耐性を付与した。石英管を熱引き加工によってマイクロノズルを成型し、その表面に原子層堆積法を用いてフッ素系のプラズマ活性種にエッチング耐性の高いアルミナ薄膜を成膜した。エッチング耐性試験を行い、アルミナ薄膜を堆積していないマイクロノズルにおいてはプラズマの累積照射時間が 5 分以内に先端から 200 μm 以上エッチングされ、微細加工には用いることができないことがわかった。一方、アルミナ薄膜を堆積したマイクロノズルにおいては、プラズマの累積照射時間が 30 分においてもノズル先端がエッチングされることは確認されなかった。本研究で開発した高機能マイクロノズルは、MEMS の構造体に用いられるシリコンやガラスに対しても大気圧プラズマジェット微細加工が応用できることを示すものであり、有用な知見が得られたと考えられる。