

令和 5 年 6 月 19 日現在

機関番号：15401

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K20911

研究課題名（和文）集積化MEMS技術を応用した極微小大気圧熱プラズマジェット生成技術の研究

研究課題名（英文）Atmospheric pressure thermal plasma jet generation by MEMS integration

研究代表者

東 清一郎（Higashi, Seiichiro）

広島大学・先進理工系科学研究科（先）・教授

研究者番号：30363047

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 5,000,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では集積化MEMS（Micro Electro Mechanical Systems）技術を応用してマイクロメートルサイズの大気圧熱プラズマジェット（Thermal Plasma Jet：TPJ）発生技術に関する基礎研究をおこなった。SiO₂ハードマスクとテトラメチルアンモニウムヒドロキシド（TMAH）、イソプロピルアルコール（IPA）を用いて、陰極として高さ135μmの理想的な凸型ピラミッド構造、陽極として188μmの良好凹型ピラミッド形状の作製に成功した。極微細構造を用いたプラズマ発生技術の基礎的な作製技術の知見を得ることができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では大気圧熱プラズマ発生にMEMS技術を応用するという従来にない発想に基づき実験をおこなった。これまでMEMSは加速度センサや振動発電といった機械的機能の発現に着目されていたが、本研究では極微細プラズマの発生にも応用可能であることを示した。このような異種技術の融合により新たな研究領域を開拓することは学術的意義と同時に、従来実現できなかった新たな応用分野の開拓や産業上の応用への発展の可能性を有することから、社会的意義を有するものと考えられる。

研究成果の概要（英文）： In this study, we focus on the formation of micrometer-scale atmospheric pressure thermal plasma jet (TPJ) on the basis of Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) technique, and development of integration technology for multiple nozzle TPJ. 500-nm-thick SiO₂ layer was formed on silicon (100) wafer by pyrogenic oxidation as the hard mask and wet etching was performed to form cone-shaped structure for cathode and inverse-cone structure for anode. SiO₂ hard mask and TMAH etching under various mask shape, size, and etching conditions, a 135-um-high smooth cone shape was successfully formed using 15% TMAH and 20% IPA for 285 min. On the other hand, inverse-cone shape with 188 um depth was formed by applying 20% TMAH etching for 240 min. W film was deposited on cone shape cathode and heated by flowing DC current to observe radiation from the W cathode. We have successfully developed the basic techniques for TPJ generation by miniaturized electrodes based on MEMS technology.

研究分野：半導体工学

キーワード：大気圧プラズマ MEMS

1. 研究開始当初の背景

大気圧プラズマはその特徴である高エネルギー密度を活かして、超高速製膜や高速エッチング、超急速熱処理などのプロセス技術において際立った優位性を発揮している。一方で大面積処理に適用すると装置サイズや投入電力が巨大化することが課題である。大気圧下でのデバイ長は $1\ \mu\text{m}$ より遥かに小さいことから数 μm 程度の微小大気圧プラズマを生成することは原理的に可能である。エネルギー密度を維持しつつスケールダウンすれば局所プラズマによる近接処理が可能になり、飛躍的に高効率なエネルギー移送により大面積化の課題を解決できると考えられる。例えば本研究代表者らが作製してきた超急速熱処理向け大気圧熱プラズマジェット (TPJ) のサンプル上でのパワー密度は $\sim 100\ \text{kW}/\text{cm}^2$ に達する。単純計算としては $1\ \text{kW}$ の電力を $1\ \text{mm}^2$ に投入している。TPJ を $10\ \mu\text{m}$ にスケールダウンできれば必要な電力は $1/10000$ の $0.1\ \text{W}$ となる。これに伴って冷却水が不要となり、この電力であれば放電をトランジスタで制御できる。 $10\ \mu\text{m}$ の TPJ 発生装置を製作するには MEMS 技術が適している。すなわち、半導体加工技術を用いてマイクロメートルサイズ TPJ 発生装置を製作すると同時に駆動回路を集積化することが可能となる。このような発想から、集積化 MEMS 技術を応用すれば従来の機械加工や電気配線では実現できない微小大気圧 TPJ 発生が可能となり、マルチノズル化への展開も容易で将来的な実用的展開に期待ができる。

2. 研究の目的

本研究では集積化 MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) 技術を応用してマイクロメートルサイズの大気圧熱プラズマジェット (Thermal Plasma Jet : TPJ) 発生技術に関する基礎研究とともに、これを集積化したマルチノズル TPJ 生成の基盤技術確立を目的とする。

3. 研究の方法

シリコン (100) ウエハを洗浄後、パイロジェニック酸化により $500\ \text{nm}$ の酸化膜を形成し、フォトリソグラフィと HF エッチングにより SiO_2 をパターン化したものをハードマスクとして下部のシリコンウエハエッチングすることにより、凸型ピラミッド構造 (陰極) および凹型ピラミッド構造 (陽極) の形成に取り組んだ。

4. 研究成果

本研究では、プラズマジェット発生に必要となる、凸型ピラミッド形状の陰極の形成、凹型ピラミッド形状の陽極の形成技術を確立することに重点を置き、それぞれの形状を MEMS で用いられる異方性エッチングにより形成することを試みた。

陰極形成に関して、まず TMAH 濃度 (5~25%) に着目し、エッチング形状の調査をおこなった。濃度が低い場合は (100) 面にテクスチャー (マイクロピラミッド構造) が数多く見られ、ピラミッド側壁においては段差が生じスムーズな表面が得られなかった。一方、TMAH 濃度が高い場合は (100)

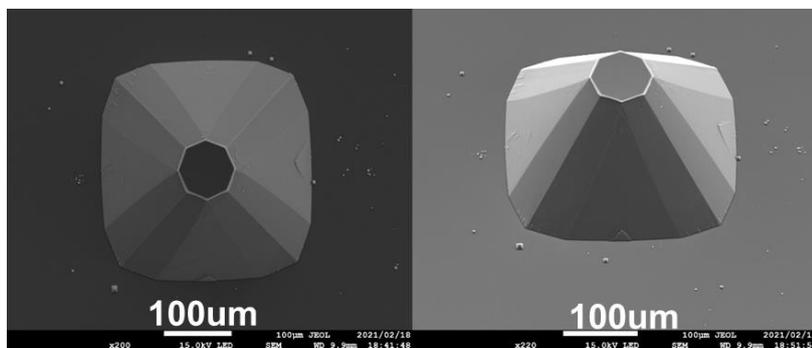


図1. TMAH を用いたシリコンの異方性エッチングにより形成した陰極 (凸型ピラミッド形状) の電子顕微鏡像. (左) 上面および (右) 斜め 40° から観察した像.

面にテクスチャーが見られず、ピラミッド側面の段差や形状崩れもほとんど見られなかった。また、TMAH 濃度が高いほど (100)面のマイクロピラミッドの数が少なくなることが明らかになった。一方、TMAH 濃度が高い場合、理想的な(111)側壁に加えて、稜線部から(221)面のエッチングが進展し、良好なピラミッド形状から次第に六角形の凸形状へと変化することが分かった。この問題を回避するために、イソプロピルアルコール (IPA) 添加を導入し、スムーズな側壁面および良好なピラミッド形状の両立を図った。様々なハードマスク形状およびウエットエッチング条件を試行した結果、150 μm 角の SiO_2 パターンで TMAH15%溶液に 20%IPA を添加して 285 分間エッチングを行うことで、スムーズな側壁をもつ良好なピラミッド形状を作製することに成功した (図 1)。

陽極形成に関して、TMAH 濃度 (5~25%) の検討に加え、イソプロピルアルコール (IPA) 添加を導入しスムーズな側壁面および良好なピラミッド形状の両立を図った結果、150 μm 角の開口部を空けた SiO_2 ハードマスクを用いて 240 分間エッチングを行うことで良好な形状の作製に成功した (図 2)。

この陽極構造に Cu メッキをするためにまず下地膜となる Ti、そしてその上に Cu 膜をスパッタリングにて形成した。その後無電解メッキをおこなうことで 500nm の Cu コーティングを形成できることが確認できた。

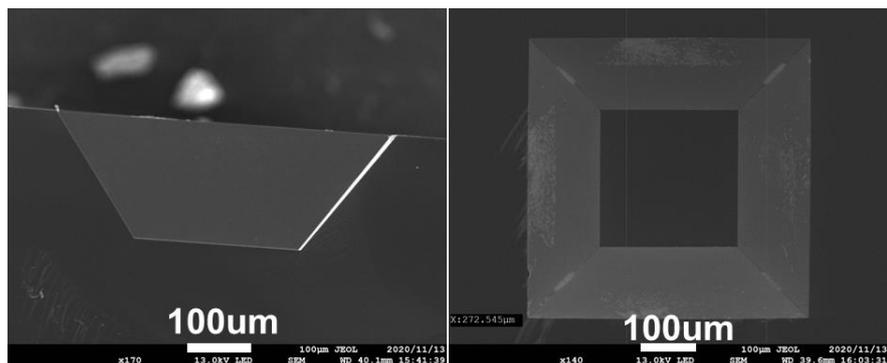


図 2. TMAH を用いたシリコンの異方性エッチングにより形成した陽極 (凹型ピラミッド形状) の電子顕微鏡像. (左) 断面および (右) 上面から観察した像.

次に、凸型ピラミ

ッド構造を用いた陰極加熱実験に取り組んだ。シリコンウエハを洗浄後、パイロジェニック酸化により 500nm の酸化膜を形成し、続いてフォトリソグラフィと W スパッタを 60 分間行い、アセトン洗浄によるリフトオフを行い陰極構造を作製した (図 3)。その後、DC 電源を用いて陰極を通電加熱しその時の様子をデジタルマイクロスコープで観察した。陰極 W の両端をモリブデン板でクランプ固定し、通電を可能にした。通電時、DC 電源は定電流モードに設定し、0 A から 0.05A ずつ上げてその時の電流電圧を記録し観察した。電流 0.60A、電圧 17.30V の電力投入時にピラミッド構造が赤熱し始め、通電加熱による温度上昇を確認することができた (図 4)。

研究期間を通じての実績として、シリコン (100) ウエハの異方性エッチングを利用したピラミッド状の突起および溝構造 (それぞれ陰極および陽極の基本構造) 形成に焦点を当て、微小構造作製に取り組んだ。 SiO_2 ハードマスクとテトラメチルアンモニウムヒドロキシド (TMAH) を用いて様々なハードマスク形状およびウエットエッチング条件を試行した結果、150 μm 角の SiO_2 パターンで TMAH15%溶液に 20%IPA を添加して 285 分間エッチングを行うことで、スムーズな側壁をもつ高さ 135 μm の理想的な凸型ピラミッド構造を作製することに成功した。一

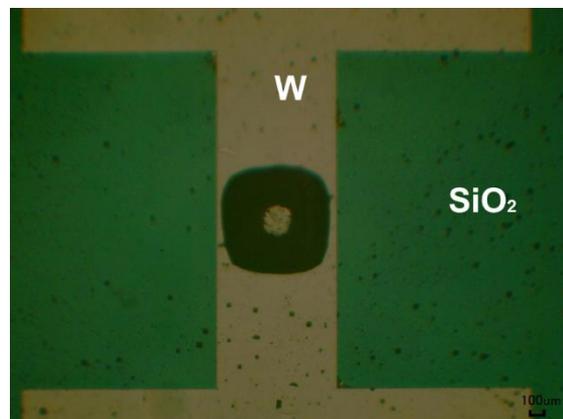


図 3. 異方性エッチングにより形成した構造に電極材料であるタンゲステン薄膜を形成した陰極の光学顕微鏡像.

方、陰極構造の凹型ピラミッド構造についても、 $150\mu\text{m}$ 角の開口部を空けた SiO_2 ハードマスクを用いて TMAH20% 溶液で 240 分間エッチングを行うことで深さ $188\mu\text{m}$ の良好な形状の作製に成功した。MEMS 技術を利用して作製した電極構造表面に W 薄膜を堆積し、これを通電加熱することで温度上昇させることができ、極微細構造を用いたプラズマ発生技術の基礎的な作製技術の知見を得ることができた。



図4. 通電によりピラミッド形状の陰極を加熱した際の光学顕微鏡像.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 山下 隆祐、花房 宏明、東 清一郎
2. 発表標題 微小プラズマジェット発生技術及びその集積化に関する研究
3. 学会等名 薄膜材料デバイス研究会 第17回研究集会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------