

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 29 年 6 月 12 日現在

機関番号：16201

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2016

課題番号：26600064

研究課題名（和文）微小流路と電極対の高密度集積によるアレイ型多機能放電ジェットデバイスの実現

研究課題名（英文）Multifunctional Discharging Jet Array Device Realized by Integration of Micromachined Fluidic Channels and Electrodes

研究代表者

高尾 英邦（Takao, Hidekuni）

香川大学・工学部・教授

研究者番号：40314091

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,000,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、複数の微小流路にガスや液体を流して放電を独立制御し、複数種類のガスプラズマや液体の噴流（ジェット）を微小空間で同時かつ任意の組み合わせで生成可能なアレイ型多機能放電ジェットデバイスの実現を目指した基礎研究を推進した。高密度・多種類の放電ジェットを独立制御することで、ジェットアレイ全体の形状、相対位置、構成ガスの分布や照射の時系列関係を自在に変化させることが可能である。当該期間においては、本技術の実現可能性と有効性の検証を目指し、微小流路構造、ならびに放電電極アレイの製作技術からデバイス実装手段の検討、噴流発生原理の検討と検証までを行った。

研究成果の概要（英文）：In this study, a multifunctional discharging jet array device and its related technologies have been realized by integration of micromachined fluidic channels and electrodes. The basic technologies and bases of concept have been established in this project successfully. In addition, control technique of the individual discharging jet is newly developed since the jet array can control its overall shape and relative position, and gas components flexibly. In the research period, various test devices have been fabricated to validate the effectiveness of the new device. Packaging of jet array device was explored and finally established to evaluate the essential performances.

研究分野：マイクロデバイス工学

キーワード：微小ジェット マイクロデバイス 放電プラズマ

### 1. 研究開始当初の背景

近年、消化器科医療、外科医療分野においては手術治療の低侵襲化が一層求められており、切除箇所 최소화や周囲の迅速な局所止血など、より微小な領域への治療が可能な技術の開発が進められている。国内の大学等で、細胞レベル(数  $\mu\text{m}$ ~)の微小切開が可能な超小型放電ナイフや、血管組織を傷つけにくい放電型水噴流メスなどの「微小放電」によるジェットを利用する新規医療ツールが開発されている。また、近年では「He プラズマジェット」を火傷や悪性腫瘍等に照射することで活性酸素濃度が向上し、早期治癒化や癌細胞を死滅させる効果等が大きな注目を浴びている。その一方で、微小ジェットを用いた治療を精密かつ安全に実施するには、ジェット先端の精密な形状制御や放電エネルギーの安定かつ連続的な制御機能が必要であり、ジェットが微小化するほど、それらは一層困難になる。従来ツールは、全て単一放電ジェットの生成機能しか有しておらず、一層の小型化には、全く新しい技術的手法が必要となる。

### 2. 研究の目的

本研究では、複数の微小流路にガスや液体を流して放電を独立制御し、複数種類のガスプラズマや液体の噴流(ジェット)を微小空間で同時かつ任意の組み合わせで生成可能な「アレイ型多機能放電ジェットデバイス」を提案し、実現する。高密度・多種類の放電ジェットを独立制御することで、ジェットアレイ全体の形状、相対位置、構成ガスの分布や照射の時系列関係を自在に変化させることができる。各種新応用の検証実験が可能なデバイス実現を本研究の最終目標とする。

### 3. 研究の方法

本研究は3年間の計画である。初年度は高密度な微小流路内放電機構の実現に必要な狭ピッチの流路間における電気絶縁構造の開発、ならびに、水のジェット流を効果的に発生する水中放電特性の安定化と反射流路の形成技術を確認し、大気圧非平衡プラズマのプラズマ(ガス)温度制御や微細な水のジェット生成条件を安定的に確立することを目指す。2年目以降においては、確立されたジェット生成構造を微細構造としてチップ上に集積化する技術の研究を行い、「アレイ型多機能放電ジェットデバイス」を実現する。様々なガス種の混合、流量制御技術をデバイスに統合し、ジェットアレイの形状や複数種ガスをを用いたプラズマジェット生成、液相、気相ジェットの同時生成技術など、本提案の核となる技術の実証と評価・検証を行うことを最終目標とする。以下は具体的な研究項目である。

- ・狭ピッチ流路における電気絶縁構造開発
- ・放電の安定化と反射流路の形成
- ・各種ガス混合と流量制御用バルブ技術

- ・複数材料のプラズマジェットの同時生成
- ・本技術の応用検討

### 4. 研究成果

本研究では、複数の微小流路にガスや液体を流して放電を独立制御し、複数種類のガスプラズマや液体の噴流(ジェット)を微小空間で同時かつ任意の組み合わせで生成可能なアレイ型多機能放電ジェットデバイスの実現を目指した基礎研究を推進した。高密度・多種類の放電ジェットを独立制御することで、ジェットアレイ全体の形状、相対位置、構成ガスの分布や照射の時系列関係を自在に変化させることが可能である。図1は本研究のデバイス構成の概略である。当該期間においては、本技術の実現可能性と有効性の検証を目指し、微小流路構造、ならびに放電電極アレイの製作技術からデバイス実装手段の検討、噴流発生原理の検討と検証までを行った。

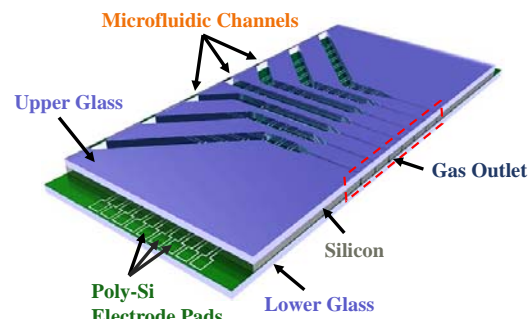


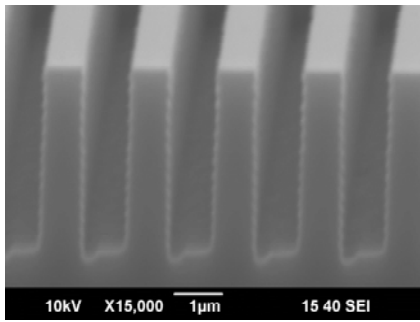
図1 アレイ型多機能放電ジェットの概略

#### (1) 狭ピッチ流路における電気絶縁構造開発

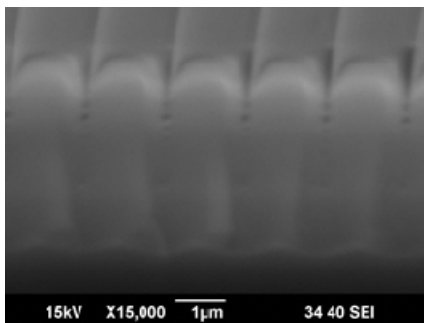
狭ピッチの高密度流路を持つデバイスの形成にあたる際の問題点は、放電を発生させるために電極・基板間の絶縁を確保することである。本デバイスにおいては、電極とシリコン基板との間に絶縁膜である酸化膜を形成することで絶縁を確保している。一般的に酸化膜の電界強度は  $7\sim 10\text{MV/cm}$  とされているが、通常の酸化プロセスでは酸化膜は  $1\mu\text{m}$  程度しか堆積できない。そのため、電界強度は  $700\sim 1000\text{V}/\mu\text{m}$  となるが、本学で行ったウェット酸化により形成した酸化膜の電界強度は約  $100\text{V}/\mu\text{m}$  であった。狭ピッチ流路内でプラズマを発生させるためには、電極に  $200\sim 500\text{V}$  の電圧を印加させる。ウェット酸化により酸化膜を形成した場合は、 $5\mu\text{m}$  以上堆積させる必要がある。

しかし、通常のウェット酸化では  $5\mu\text{m}$  もの酸化膜を形成することは困難であるため、3次元微細構造を形成し、その壁面参加によって十分厚い絶縁酸化膜を形成することを試みた。図2(a)は、壁面酸化による厚い酸化膜を形成する前にシリコン表面の微細加工を施した様子のSEM像である。ピッチ約  $1.8\mu\text{m}$  で深さ約  $5\mu\text{m}$  の垂直溝構造を形成した。本加工はBOSCHプロセスによるDeepRIE工程を用いており、壁面の凹凸(スキヤロップ)を最小化するプロセスレシピを追求して、 $0.2\mu\text{m}$

以下の凹凸を実現した。これにより、壁面酸化による均一な酸化膜構造を形成することが可能になる。



(a) 酸化前の表面微細構造



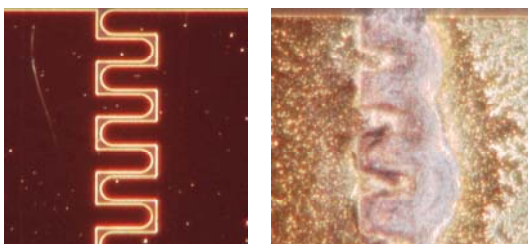
(b) 壁面酸化後

図2 壁面酸化による厚い酸化膜の形成

図2(b)は、(a)の構造に対して酸化を施した後の断面構造である。表面の微細なシリコンは全て酸化され、結果としてその構造の深さ方向が全て酸化膜となっている。このことから、十分な絶縁耐压を持つだけの厚い酸化膜構造を形成することが可能になった。

### (2) 放電の安定化と反射流路の形成

本研究が目指すデバイスの問題点は二つある。一つは電極の損傷が激しく、プラズマ放電が長時間安定して生成できないことである。図3に放電により損傷が生じる前後の放電電極表面の写真を示す。原因として、本デバイスは電極に薄膜のAu/Crを使用しているため、放電に対する耐性が低く、放電により発生した熱により電極が消耗してしまうためである。そのため、強度に優れるシリコンとガラスの陽極接合を用いた電極構造へと移行することにより、これらの問題の解決を図った。



(a) 放電前

(b) 放電後

図3 放電によるAu/Cr電極の消耗

図4は、シリコンを材料として高密度流路内部に形成した放電電極アレイの写真である。電極材料を従来のAu/Cr薄膜から厚膜のシリコンに変更した。これにより、放電で生じる熱やスパッタリング現象に対する物理的な強度が大きく向上し、電極寿命を大幅に向上させることに成功した。ここでの流路のピッチは320µmであり、従来の2.54mmピッチと比較して、十分な高密度化が実現されているといえる。

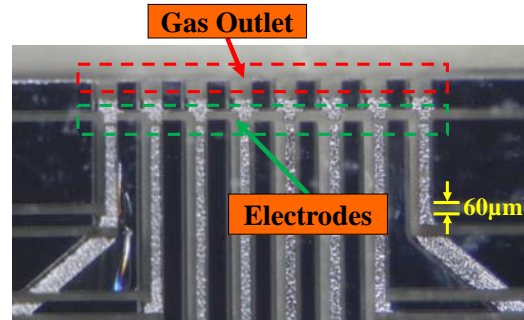


図4 シリコンを材料とする高密度放電電極アレイの形成部分

### (3) 各種ガス混合と流量制御用バルブ技術

ジェット生成構造を集積化にあたり、本研究の特徴である複数種類のガスや液体の供給を自在に行うための混合、流量制御技術も合わせてデバイス内で融合する必要がある。これまでの実験により、微小流路内におけるガス放電条件は流路内圧力(流量)に強く依存する事が判明しており、適切な放電条件へと制御可能な各種ガスと液体の混合ならびに流量制御機能を実現する。

これまでMEMS分野において、精密な流量制御性を有した多くのマイクロバルブが実現されてきた。しかし、本研究で必要な1MPa以上の高い耐压を有し、かつ広いレンジで流量の精密な制御性を兼備したMEMSマイクロバルブは未だ実現されていない。そこで本研究では、高い耐压性と制御性を目指した組立式構造のマイクロバルブを製作した。

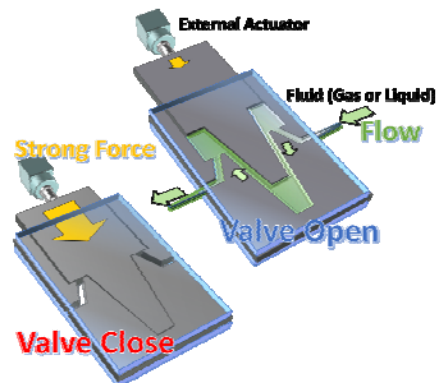


図5 高耐压と精密な流量制御を両立するMEMSマイクロバルブの構造

図5は、本研究で必要な高耐压と精密な流量制御を両立するMEMSマイクロバルブの概

略である。MEMS アクチュエータは発生力が弱く、高い圧力の流体を制御する十分な駆動力を得ることが難しい。そこで本研究ではバルブの駆動を外部アクチュエータ構造に委ね、バルブの加工精度は MEMS 技術で保証するという独自に発想した組み立て式構造をとることで課題の解決を試みた。

図 6 は完成した組み立て式マイクロバルブである。はめ込み精度数ミクロンで 2 つの構造体を組み合わせ、高い精度のバルブ構造を完成することができた。また、スライド弁の端部に外部駆動アクチュエータに接続することで、放電に用いるガス・液体の高い圧力に抗してスライド弁を強力に駆動することができる。

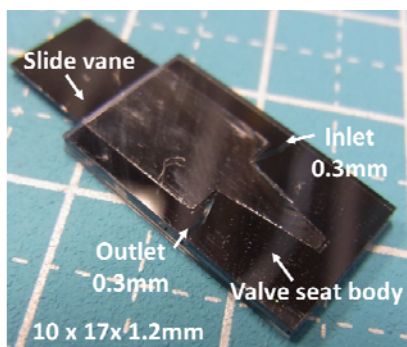


図 6 完成した組み立て式マイクロバルブ

図 7 は本バルブの流量特性評価結果の一例である。アクチュエータの駆動により、連続的な流量制御が可能となっている。スライド弁が直接本体と拘束されていないため、大変位駆動による精密な流量制御が可能となり、10ml/min の空気送気においては on/off 比 85.3 の高い制御性を示した。また、バルブ本体は、ガラス/シリコン/ガラスの三層構造で、界面は陽極接合によって強固に接合されており、高い耐圧強度が確保できた。本研究では、スライド弁を外部アクチュエータによって駆動させることにより、プラズマ放電に用いる流体制御に求められる 1MPa 以上の高い耐圧性を示すことが確認された。

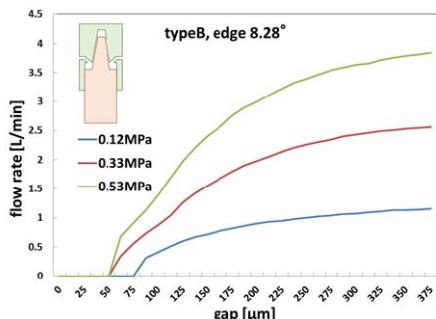


図 7 マイクロバルブの流量制御特性

#### (4) 複数材料のプラズマジェット同時生成

形成した微小流路と電極アレイを用いて、様々なガスソースに対する低温大気圧プラズマジェットの生成を試みた。図 8 は複数ガ

ス供給を行う実験系であり、各流路における微小電極への供給電力を独立に制御している。

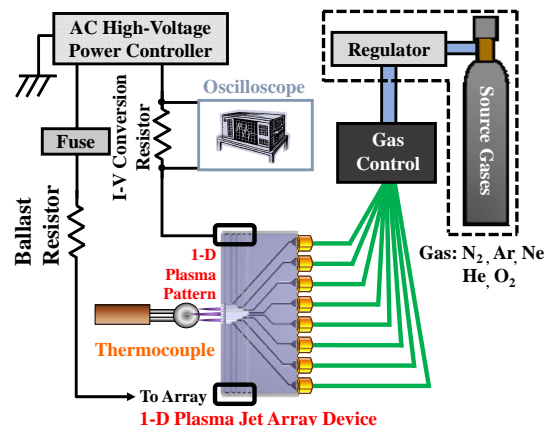
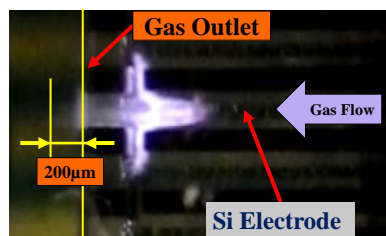
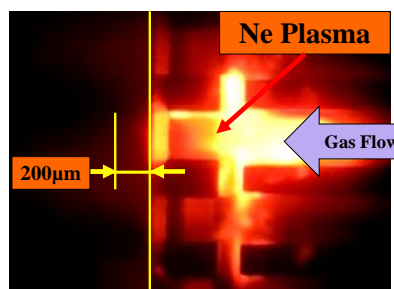


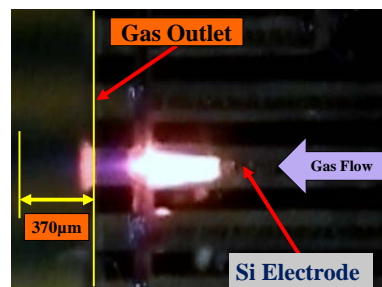
図 8 デバイス放電特性の評価系



(a) Ar ガス



(b) Ne ガス



(c) He ガス

図 9 単一チャンネルのプラズマジェット生成

図 9 は単一チャンネルにおいてプラズマジェットを生成した際の流路部拡大写真である。(a)~(c)はそれぞれ Ar, Ne, He をガスソースに用いており、特徴的な発色で低温大気圧プラズマが生成されている。次に、微小間隔流路における複数のプラズマジェット生成の評価を行った。用いたガス種は He と Ar で

あり、隣り合う微小流路にそれぞれ供給して独立に放電を制御した。

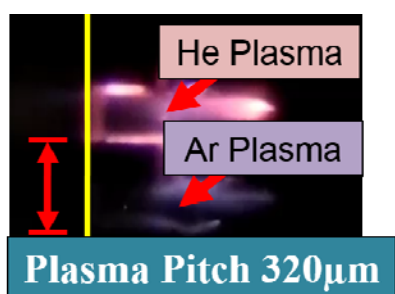


図 10 複数種のプラズマジェット同時生成

図 10 は複数種のプラズマジェットを同時に生成することに成功した写真である。間隔 320 ミクロンで He プラズマと Ar プラズマを制御しながら独立に生成することに初めて成功した。また、狭ピッチ流路間の電気絶縁も実証されたといえる。

#### (5) 本技術の応用検討

最後に、本デバイスの応用について効果を検討した。ここでは工業的な表面処理加工への応用を鑑みて、感光性フォトレジストへのプラズマ照射実験を行った。

図 11 は、S1805 フォトレジスト表面に対して、本デバイスで同時に生成した 2 本のプラズマジェットを照射した後の表面である。ここでソースガスは 10% の酸素を混合した Ar ガスとなっている。本デバイス流路は 350 ミクロンのピッチであることから、その間隔に合致する 2 点の加工痕が存在している。また、一つの加工痕の直径は約 250 ミクロンであり、生成されたプラズマジェットの有効径と考えることができる。Ar に酸素を混合したことで、有機膜表面が微細加工されているが、この加工速度はプラズマへの供給電力、ガス比等で幅広く制御できることを実証することができた。ガス種を変更することで様々なプラズマを同時に生成できることから、様々な加工にも対応できるといえる。狭ピッチであることと、複数種のプラズマを独立に制御して生成可能である特徴を活かすことで、将来的に様々なプラズマ照射の応用へと展開が期待される。

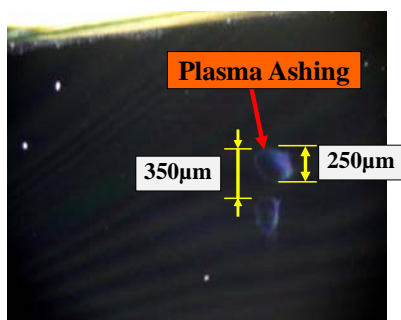


図 11 Ar プラズマジェットアレイによるレジスト膜除去 (2 分間の照射)

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

① Y. Maeda, K. Maeda, H. Kobara, H. Mori, H. Takao, Integrated pressure and temperature sensor with high immunity against external disturbance for flexible endoscope operation, Japanese Journal of Applied Physics, 56-4S, pp. 04CF09-1~6, 2017. 査読有

[学会発表] (計 9 件)

① H. Takao, S. Takemasa, K. Terao, F. Shimokawa, 1MPa Resistant MEMS Slide Valve Driven by an External Actuator for High Power Fluidic Applications, The 19th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers '17) (国際学会, Accepted), 2017 年 06 月 18 日~22 日 Kaohsiung, (Taiwan)

② Y. Maeda, K. Maeda, H. Kobara, H. Mori, H. Takao, Fabrication and Packaging of an Integrated Pressure and Temperature Sensor with High Immunity Against External Disturbance Under Flexible Endoscopic Operation, 2016 International Conference on Solid State Devices and Materials (国際学会), 2016 年 09 月 26 日~29 日, 茨城県・つくば市

③ T. Nakagawa, Y. Maeda, K. Maeda, K. Watatani, H. Kobara, H. Mori, H. Takao, Embedded Sensor Packaging on Endoscopy Hood for Real Time Monitoring During Natural Orifice Transluminal Endoscopic Surgery, Asia-Pacific Conference of Transducers and Micro-Nano Technology 2016 (国際学会), 2016 年 06 月 26 日~29 日, 石川県・金沢市

④ 武政智史; 相田泰志; 高尾英邦, 制御性と耐圧性を高めた組立式 MEMS マイクロバルブの製作, 平成 28 年電気学会全国大会, 2016 年 03 月 16 日~18 日, 宮城県・仙台市

⑤ 井原拓也; 寺尾京平; 下川房男; 高尾英邦, 高温微細加工を目指したマイクロフレームアレイデバイス, 平成 28 年電気学会全国大会, 2016 年 03 月 16 日~18 日, 宮城県・仙台市

⑥ T. Ihara; H. Yamasaki; K. Terao; T. Suzuki; F. Shimokawa; H. Takao, Generation of Low-Temperature Atmospheric Pressure Plasma-Jet Patternable

Array at a 320micron Pitch Channel Array,  
The 18th International Conference on  
Solid-State Sensors, Actuators and  
Microsystems (IEEE Transducers2015) (国  
際学会), 2015年06月21日~25日, Alaska,  
(USA)

⑦ 高尾英邦, マイクロフレームジェットデ  
バスの実現を目指した消炎距離の測定, 第31  
回「センサ・マイクロマシンと応用システム」  
シンポジウム, 2014年10月20日~10月22  
日, くにびきメッセ, 島根県・松江市

⑧ 武政智史; 山崎秀貴; 寺尾京平; 鈴木孝  
明; 下川房男; 高尾英邦, シリコン微細加工  
技術を用いた 320um ピッチの流路を有する  
大気圧プラズマジェットアレイの製作と評  
価, 第31回「センサ・マイクロマシンと応  
用システム」シンポジウム, 2014年10月20  
日~22日, くにびきメッセ, 島根県・松江市

⑨ H. Takao, Integrated MEMS Technology  
for Construction of Diverse Functional  
Devices” Short Course B, International  
Conference on Solid State Device and  
Materials(SSDM2014) (招待講演), 2014  
年09月08日~11日, 茨城県・つくば市

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

高尾 英邦 (TAKAO HIDEKUNI)

香川大学・工学部・教授

研究者番号: 40314091