

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年5月30日現在

機関番号：12608  
 研究種目：挑戦的萌芽研究  
 研究期間：2011～2012  
 課題番号：23656099  
 研究課題名（和文） 微粒子衝突による発光とこれを利用したセンサの実現  
 研究課題名（英文） Study on the Monitoring of Light Emission in Blasting Process  
  
 研究代表者  
 戸倉 和 (Tokura Hitoshi)  
 東京工業大学・大学院理工学研究科・教授  
 研究者番号：10016628

### 研究成果の概要（和文）：

ブラスト加工時の発光現象を明らかにして、モニタリングのためのセンサを実現しようとする研究である。ブラスト発光のセンシングにはガラスが有力であることから、ガラスの成長方法について検討を加えた。反応性液体のゾルゲルガラス溶液およびポリシラザンに設置した基板材料にアルゴンイオンレーザを照射することで所望の位置にガラスピラーを作ることができ、センサ実現に大きく踏み出した。ガラスピラーに所望の元素をドーピングすることが課題である。

### 研究成果の概要（英文）：

In blasting process light emission due to the collision between workpiece and blasting media can be observed. The intensity and the spectrum of luminescence depend on the blasting conditions. To monitor the light emission will be useful to decide blasting conditions and understand the blasting state. It is necessary to build a sensor system and glass will be suitable material for a sensor. The aim of this research is to realize the monitoring of light emission. In this study, substrate materials were irradiated by argon ion laser beam in sol-gel silica liquid. Stainless steel, silicon, indium were used as substrates. As a result, needle-shaped glass pillars with high aspect ratio were obtained and the growing rate depended on the solution temperature and substrate materials. Also poly-silazane is examined instead of sol-gel silica liquid, and transparent glass film was obtained.

大きな課題であった

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,000,000	900,000	3,900,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：特殊加工・噴射加工

### 1. 研究開始当初の背景

太陽電池用ポリシリコン基板の表面加工にブラスト加工を適用し、テクスチャ形成技術として好結果を得ている。しかし、ブラスト加工では、設定条件に対し実際の噴射状態がどの程度の範囲に収まっているかを判断する適切な手段がない。噴射粒子の破碎によ

る小径化、噴射粒子数の不確かさなどが危惧され、大きな課題である。

これまでの研究を通じて噴射粒子どうしや噴射粒子とシリコン基板とが衝突する際に発光することを見いだした。この発光は照射粒子と材料の組み合わせで色や明るさが変わることを確認している。そこで、この現象

を詳細に説明することでブラスト状態のモニタリングができるのではないかと考えた。

## 2. 研究の目的

粒子を材料表面に噴射して、除去したり、変形させたり、付加したりする加工技術がある。噴射する粒子の種類や大きさや目的とする作用によって呼び方も様々である。数百 $\mu\text{m}$ 程度の大きさの硬質金属粒子やガラス粒子を吹き付けて表面清浄化や圧縮残留応力の付与を行う方法はピーニングと呼ばれる。数十 $\mu\text{m}$ 程度の粒子を衝突させて材料表面を除去するブラスト加工は、電子機器用のガラスやセラミックスの加工にも適用されている。適用例は多いと聞くが、情報があまり表に出ることはなく、そのために学術的な検討が十分には進んでいない。本提案は、発光現象を利用したブラスト状態のモニタリングを試み、さらにそのモニタリングのためのセンサを実現しようとするものである。

## 3. 研究の方法

(1) 本研究はブラスト加工のモニタリング実現に向け、ガラスを生じる反応性液体中に配置したシリコン基板等の光吸収材にアルゴンイオンレーザを照射することで、微小ガラス構造体を成形する手法を提案する。この手法では、ボトムアップ的にガラスを成形できる可能性がある。また、基板上的任意の位置にレーザを照射することで、ガラスを成形させたい場所のみに選択的にガラスを成形することも可能となる。したがって、通常の成膜プロセスとは異なり、高いアスペクト比を有する構造体の形成が期待できる。

そこで、ガラスを生じる液体として、ゾルゲルガラス溶液とポリシラザンを候補として選んだ。

### (2) ゾルゲルガラス溶液による成形

均質な金属アルコキシドの溶液を作るため、表1のようなモル比で溶液を混ぜ、これらを室温で攪拌した。これにより透明で均質な溶液ができた。また、図1にこの溶液の分光透過率の測定結果を示す。可視光に対して透明である。

図2に示す照射システムを使ってアルゴンイオンレーザを照射した。出力は20Wとし、光吸収材としてシリコン、ステンレス鋼、インジウムの3種類を用いた。

### (3) ポリシラザンによる成形

ゾルゲルガラス溶液に加え、反応性溶液としてポリシラザンを用いて成形実験を行った。このときの実験装置の概要を図3に示す。光吸収材にはシリコンを用いた。この基板上にポリシラザンをスポイトで滴下し、そこへアルゴンイオンレーザを照射した。

表1 ゾルゲルガラス溶液の組成

	Molar ratio
$\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$	1
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	1
$\text{H}_2\text{O}$	20
$\text{HCl}$	0.01

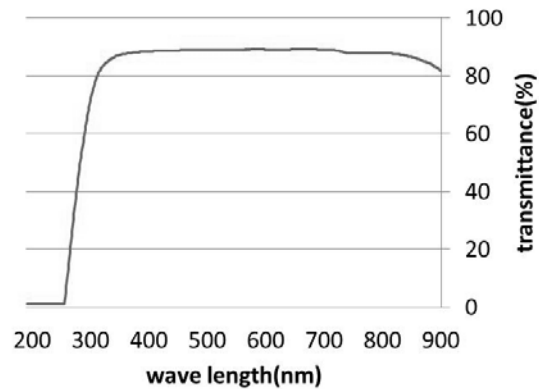


図1 ゾルゲル溶液の分光特性

図2 ゾルゲルガラス溶液への照射装置

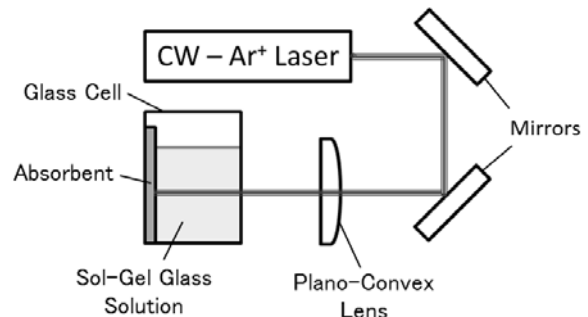


表2 ゾルゲル溶液へのレーザ照射条件

Wave length	Multiline
Power	20W
Focal length	169.7mm
Solution temp.	40°C, 60°C

出力は1Wから20Wの間で変化させた。また、集光レンズとして焦点距離170mmの平凸レンズを用いた。

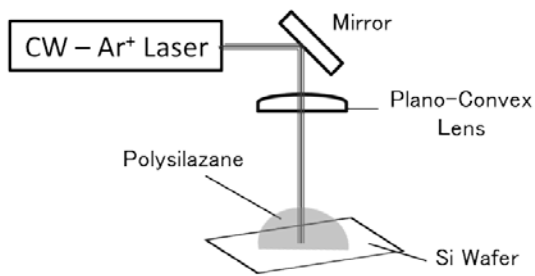


図3 ポリシラザンへのレーザー照射

#### 4. 研究成果

(1) ゼルゲルガラス溶液中に配置した3種類の基板に対し、図4, 5, 6に示すようなガラスピラーを成形できた。これらの構造体の高さはそれぞれ4mm~8mm, 直径は0.6mm程度であった。ガラスピラーはどれも歪な形をしていたが、シリコン基板上で最も歪みの小さい太さの均一なガラスが成形できた。また、平均の単位時間当たりの成長速度を測定すると、シリコン基板では0.12mm/s, ステンレス鋼基板では0.088mm/s, インジウム基板で0.027mm/sであり、シリコン基板上で最も速くガラスを成形できた。

成形したガラスピラーが歪な形であった理由として、溶液中にレーザー光を照射するとレーザー照射部付近の溶液の温度が局所的に変化するためと予想される。このとき、屈折率も局所的に変化するため、レーザー光の照射位置がわずかに変化し、歪な形になる。

また、シリコン基板上で最も速くガラスピラーが成形できた理由を以下のように考えている。基板にレーザー光が吸収される際、熱伝導により照射部の熱が基板内に拡散するが、基板が厚いほど拡散していく熱量も大きい。そのため基板が厚いほど、照射部が反応開始温度に到達するまでに、照射部周辺で生じる温度上昇も大きい。基板が厚いほど、反応開始時に高温になっている面積も大きく、結果として太いガラスピラーが成形される。基板の厚さは、シリコンが0.5mm, ステンレスが3mm, インジウムが0.7mm程度であり、シリコン基板が最も薄い。そのため、シリコン基板上では最も細いガラスピラーが成形された。

(2) ガラス成形体の構造を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察すると、図7に示すように多孔質である。このことが、成形体を白色にさせて、透明度を低くしていると理解できる。

(3) ガラス成形体の成長状態を横方向から観察した。図8に示すように、溶液の温度が低い場合成長速度は小さい。図9はステンレス鋼を基板として、レーザー照射を繰り返したも

ので、歪ではあるが、3mm以上の長さのガラスピラーが得られている。

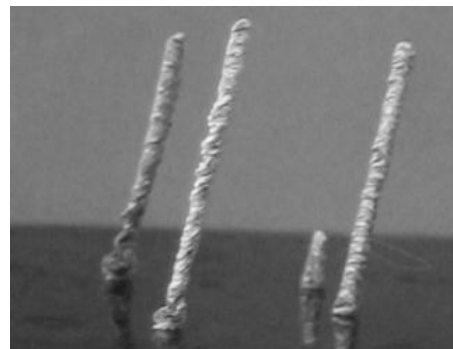


図4 シリコン基板上の成形体



図5 ステンレス鋼基板上の成形体

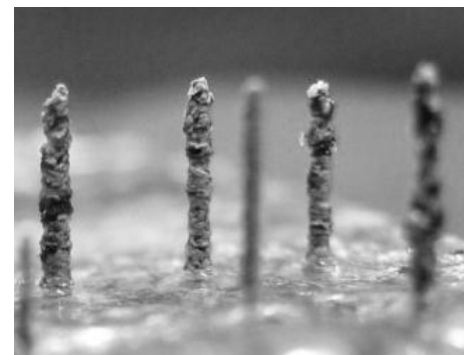


図6 インジウム基板上の成形体

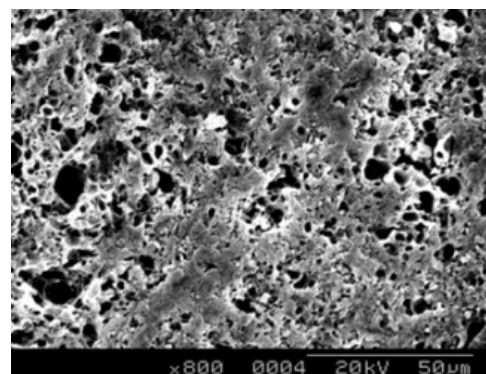


図7 ガラス成形体の構造

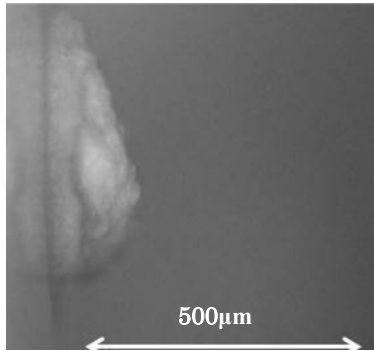


図8 ステンレス基板上的長い成形体



図9 ステンレス基板上的長い成形体

(4) この円柱状の成形体の成分を確かめるため、ラマン分光分析を行った。図10にその結果を示す。800 $\text{cm}^{-1}$ 、485 $\text{cm}^{-1}$ 、440 $\text{cm}^{-1}$ 付近にピークが認められ、シリカガラスの存在を示す。レーザー照射されると基板が高温になり、溶液中の $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ の加水分解反応が進んで $\text{SiO}_2$ が生成された結果である。

ガラス成形体中に基板材料の構成元素が存在するか否かをE PMAで調査した。その結果、ステンレス鋼基板、インジウム基板の場合ともに存在が認められなかった。

石英ガラスの生成は明らかになったので、ドーピング方法が今後の課題となる。

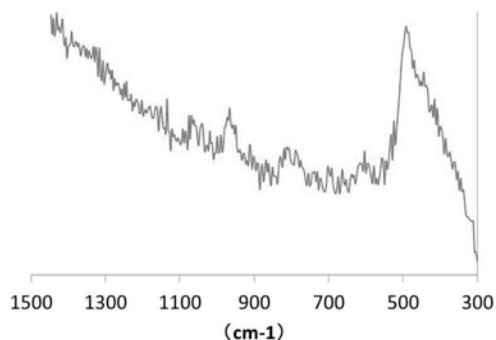


図10 成形体のラマン分光分析結果

(5) 成形体の緻密化を促し、透明な成形体を得るために、反応溶液としてポリシラザンを使用して成形実験を行った。ポリシラザンは、大気中の水分と反応してシリカガラスに転化する。

出力を15Wとし、レンズとシリコン基板との距離を158mmとしてレーザー光をデフォーカスし13分間照射した場合、図11のような

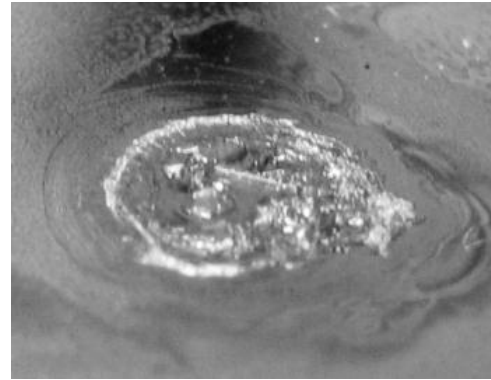


図11 得られた透明な成形体

膜状のガラスを成形できた。このときのフルエンスは66.6 $\text{kW}/\text{cm}^2$ で、得られたガラスの厚さは163 $\mu\text{m}$ 、直径は5.6mmであった。

#### (6) まとめ

本研究では、反応性液体中に配置した光吸収材となる基板へレーザー照射を行い、以下のような結果を得た。

①シリコン、ステンレス鋼、インジウムの3種類の基板に対して、ゾルゲルガラス溶液中でレーザー照射を行ったところ、高さ4mm~8mm、直径0.6mm程度の高アスペクト比のガラスピラーが成形できた。

②シリコン基板を用いた場合では、ステンレス鋼基板やインジウム基板の場合より、太さの均一なガラスピラーを成形できた。

③ゾルゲルガラス溶液を用いた場合では、多孔質で脆いガラスとなり、白色で透明度が低かった。

④反応性液体としてポリシラザンを用いた場合には膜状の透明なガラスを成形できた。

#### 5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計2件)

- (1)小原潤哉, 青野祐子, 平田敦, 戸倉和: 反応性液体へのレーザー照射による微小ガラス構造体の成形, 2013年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (2013.3.14, 東京)
- (2)齋藤尚登, 青野祐子, 戸倉和, ゾルゲルガラス溶液へのレーザー照射によるガラスの成長, 2011年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (2011.9.22 金沢)

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

戸倉和 (Tokura Hitoshi)

東京工業大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号: 10016628