

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 17 日現在

機関番号：11501
研究種目：挑戦的萌芽研究
研究期間：2013～2014
課題番号：25630081
研究課題名(和文)集積化プラズマを用いた光波制御機能の開拓

研究課題名(英文)Microplasma-based light control

研究代表者

西山 宏昭(Nishiyama, Hiroaki)

山形大学・理工学研究科・准教授

研究者番号：80403153

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：表面ナノ構造を利用した光波制御手法は、高密度な光エネルギー生成に有用であり、本研究では、プラズマを新しい可変的光波制御手法を検討した。プラズマは、表面改質などの加工プロセスとして用いられることが多いが、電圧印加によって生成から消失までの劇的な特性変化を誘起出来るといったユニークな特性を持つ。2 mA以下の電流と400 V程度の電圧を微細電極に印加したとき、Arプラズマの生成が観察された。プラズマを生成前後で、Auナノ構造の光学特性が変調された。

研究成果の概要(英文)：Nanostructured photonic devices are useful for generation of high-density light energy. In this study, we studied a tunable light control using micro-scale plasma. Although plasma is widely used in fabrication process such as etching and surface treatment, plasma can be generated and vanished only by applied voltage unlike other optical materials. Such drastic changes of the characteristics have potential for highly functional optical materials. Argon plasma can be formed when voltage of 400 V was applied to hollow cathode type microelectrodes with current of 2 mA. Optical properties of Au nanostructures were modulated before and after microplasma excitation.

研究分野：光工学

キーワード：プラズマ 微小電極 光制御

1. 研究開始当初の背景

フォトニック結晶やプラズモン共鳴素子を始めとする光集積素子の可変性は高機能システムの構築に必須である。光制御原理は、位相整合に基づく光エネルギーの局在化や分散であり、母材屈折率の実効的な変調がその制御原理の根幹をなす。しかしながら、母材となる光学材料の屈折率変化量は、材料特性から僅かであり、素子として大きな光学特性のチューニングは容易ではない。SiO₂系ガラスは、導波路などの光学材料として多用されるが、強力な紫外波長レーザーパルスを照射しても生じる屈折率差は10⁻⁵オーダーであり、可逆的でもない。液晶配向による屈折率変化も利用されるが、母材としての屈折率がそもそも高く、また応答速度も高くはない。MEMS 機構による素子構造の変形と、それに伴う実効的な屈折率変調機構も報告されているが、その機械的安定性は必ずしも高くなく、構造レイアウトから特性上の制限も多い。一方、この四半世紀のプラズマを用いた材料プロセス技術の進展はめざましく、その応用も各種機能薄膜の形成やエッチング、表面改質など多岐にわたっており、今後も産業の基盤技術の一つとして更なる発展が望まれている。特に、近年、マイクロスケールでのプラズマプロセスが大きな関心を集めている。これは、従来の半導体プロセスで志向されてきた大型電極により生成される均一性の高い大面積プラズマとは異なり、1 μm³ ~ 1 mm³ 程度の空間内に局在する高密度プラズマを用いたプロセスであり、近年、世界各地で基礎から応用にわたる広範囲な研究が進められつつある。超高臨界液体 CO₂ 条件下でのマイクロプラズマ生成によるナノカーボン材料の合成や、半導体プロセスを用いて Si 基板中にホローカソード構造を有する微小な電極アレイが報告されている。

2. 研究の目的

ここで、我々は、プラズマにユニークな特性に着目した。プラズマは、固体、液体、気体に続く第 4 の状態であり、電圧印加によって、生成から消失までを制御することが出来る。従来、プラズマは、エッチングや成膜などのプロセス技術として用いられることが主流であるが、我々は、プラズマを可変光学材料として捉え、その光学特性を明らかにするとともに集積素子へと内装することを目的とした。上述のように、近年ではマイクロスケールの極小プラズマの研究が多く報告されているが、パッセン則から、大気圧下では電極間距離を数 μm ~ 数十 μm 程度まで近接することが可能であり、周期配列や光導波路など他の光素子とのチップ内融合が期待できる。

3. 研究の方法

微細電極として、500 μm 厚の Si (100)

ウェハー (ρ~0.01~ 0.02 Ωcm) を用いた。絶縁層としての SiO₂ 薄膜は高周波スパッタ法により、Si ウェハー上に堆積させた。開口径 20 μm の Cu メッシュを陽極として用いた。リソグラフィプロセスでは、化学増幅型ポジレジスト PMER P-CA1000PM を用い、Cr マスク越しの紫外ランプ露光、または、フェムト秒ファイバーレーザーによる直接描画によってパターンを形成した。レーザーの発振波長、パルス幅、繰返し周波数は、それぞれ 780 nm, 128 fs, 100 MHz である。SiO₂ 薄膜は Ar プラズマによってエッチングを行った。Si の異方性エッチングには、30 wt% KOH 水溶液を 70 °C に加熱して行った。

4. 研究成果

(1) Si 電極上でのプラズマ生成

図 1 に、Si 上に作製したホローカソード型微細電極の作製プロセスを模式的に示す。まず、Si 基板の上に成膜した膜厚 5 μm 程度の SiO₂ 薄膜上にレジストの円形開口パターンを作製した。その開口パターンをマスクとして SiO₂ のエッチングを行い、その後レジストを除去した。続いて、得られた SiO₂ パターンをマスクとして Si の異方性エッチングを行い、逆ピラミッド型の Si 構造の形成を行った。本電極では、この逆ピラミッド Si がホローカソードとして機能する。また、ここで、使用する開口マスクを円形にすることで、レジストパターンと Si 基板の結晶方位との位置合わせを不要とした。最後に、作製した電極を Cu プレートの上に設置し、また、電極の上にアノードとして Cu メッシュを固定した。図 2 は、電極の電子顕微鏡像である。逆ピラミッドの 4 面は、Si(111)面であり、平滑な表面が得られていることが確認できる。Si の異方性エッチングは、結晶方位に沿って進展するため、SiO₂ 円形開口の周囲数 μm の領域ではルーフ構造が形成される。

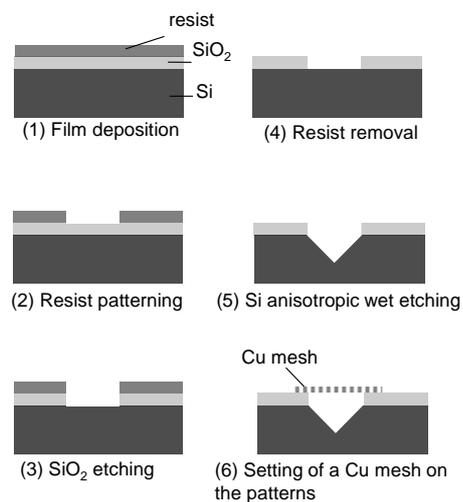


図 1 マイクロ電極の作製プロセス。

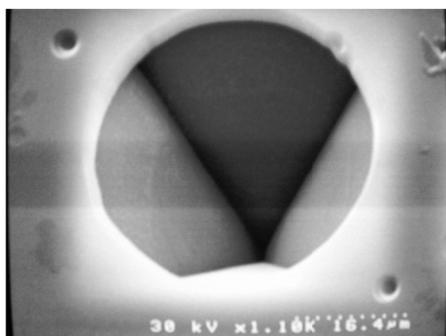


図2 マイクロ電極の電子顕微鏡像。

微細電極にパルス電圧を印加し、大気圧下で放電特性の評価を行った。電極の陰極側に、電流値の制御のために外部抵抗を配置した。電極間電圧をオシロスコープで測定しながら、放電波形が得られるまで電圧を10 V ずつ増加させた。再現性を得るために、各実験条件において5回ずつパルス電圧を印加し、その全てにおいて放電波形が検出された結果を記録した。また、電圧降下が起こった電圧を絶縁破壊電圧とし、降下した電圧を放電電圧とした。図3に単一電極での放電時の電極の光学顕微鏡像を示す。電極内に薄青色のプラズマの生成が確認された。印加パルス幅(0.05 ms, 0.10 ms, 0.20 ms, 0.50 ms)での放電電圧と電流値の関係を調べた。放電は2 mA 以下、400 V 程度で起きており、また、グラフの傾きがほぼ一定であることが分かる。これらの結果は、本放電がグロー放電であることを強く示唆しており、実際、電流を増加させて550 V の電源電圧を印加した際には、アーク放電への移行によると思われる Cu メッシュアノードの溶融が顕著に観察された。

(2) 光学特性評価

表面プラズモン共鳴は、光閉じ込め特性が強く、周辺媒体の屈折率の影響を強く受ける。本研究では、可視から近赤外波長照射によって、表面プラズモン共鳴が生じる Au 周期構造を設計作製した。この直上に Ar ガスを流し、プラズマ化による光学特性変化を測定した。基板表面は、周期は300 nm から500 nm までの Au 周期構造が形成されている。プラズモン共鳴素子は、溝構造の深さが浅くとも高いQ 値が得られ、測定システムの機械的強度を高める上で都合が良い。観測を容易にするため、透明導電膜を用いた平行平板電極構造を用いた。波長633 nm, 850 nm のプローブ光を入射し、そのゼロ次反射率の測定を行った。放電前には、入射角度10度付近でプラズモン波が生じたが、放電によって電離状態にすると、僅かではあるがピーク角度がシフトした。現状、金属膜の熱的安定性から結果にばらつきがあるが、今後この共鳴状態

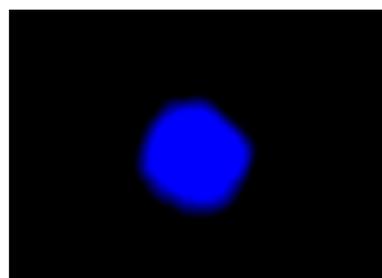


図3 放電時の電極の光学顕微鏡像。

の変化に与える電離と熱の影響を詳細に検討する必要がある。また、放電時の高電圧印加によって、薄膜電極が容易に損傷を受けるため、マイクロ電極構造の耐性向上法を検討している。

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7件)

西山宏昭 “高機能マイクロナノデバイスのためのフェムト秒レーザプロセッシング”, 精密工学会誌, 2015年8月号(印刷中)(査読有)。

H. Nishiyama, Y. Ohzeki, ”Femtosecond laser materials processing using metallic nanocavities”, レーザ加工学会論文集, 第1巻(2015)82-85。(査読有)

<http://www.jlps.gr.jp/lecture/information/index.html>

D.X. Wei, Y. Koizumi, H. Nishiyama, A. Yamanaka, M. Yoshino, S. Miyamoto, K. Yoshimi, A. Chiba, “Nanoplastic deformation on Ti-39 at.% Al single crystals for manipulation of every single lamella”, Acta Materialia, 76(2014)331-341。(査読有)

DOI: 10.1016/j.actamat.2014.05.031

H. Nishiyama, Y. Abe, T. Ichimura, Y. Ohzeki, Y. Saito, “Tunable plasmonic filters using laser-polymerized 3D micro-springs”, Proc. JSME/ASME International conference on materials and processing, 1 (2014) art. no. icmp5034-1-3。(査読有)。

H. Nishiyama, T. Iba, Y. Hirata, “Carbon nanotube growth on a pointed bulk electrode using femtosecond laser nonlinear lithography”, Applied Physics A, Vol. 113 (2013) 341-346。(査読有)

DOI: 10.1007/s00339-013-7588-4

H. Nishiyama, S. Okamoto, ”Laser induced nanoparticle precipitation on plasmonic metal structures for highly sensitive detection”, レーザ加工学会論文集, 第79巻(2013)89-93(査読有)

<http://www.jlps.gr.jp/lecture/information/index.html>

西山宏昭, 柴田千尋, “ダイアフラム構造による可変プラズモニクグレーティングの作製”, 第30回センサマイクロマシンと応用システムシンポジウム論文集, 1 (2013) art. no. 5PM-PSS-1-4. (査読有)

〔学会発表〕(計7件)

齋藤泰登, 西山宏昭, “プラズモニク素子内包アルギン酸ゲルによるグルコースセンシング”, 第62回春季応用物理学学会学術講演会, 2015/03/13, 東海大学(神奈川県, 平塚市).

西山宏昭, 大関透典, “プラズモン援用フェムト秒レーザナノ還元の前波依存性制御”, 第62回春季応用物理学学会学術講演会, 2015/03/11, 東海大学(平塚市, 神奈川県).

西山宏昭, “金属ナノ共振器を用いたレーザプロセッシングと高感度光センシングへの応用”(依頼講演), 第82回レーザ加工学会, 2015/01/14, 産総研臨海副都心センター(東京都江東区).

H. Nishiyama, Y. Ohzeki, “Femtosecond laser fabrication of hybrid plasmonic nanostructures”, 27th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 2014/11/7, Hilton Fukuoka Sea Hawk (Fukuoka, Japan).

H. Nishiyama, Y. Abe, T. Ichimura, Y. Ohzeki, Y. Saito, “Tunable plasmonic structures on multi-photon polymerized 3D micro-springs”, 27th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 2014/11/7, Hilton Fukuoka Sea Hawk (Fukuoka, Japan).

西山宏昭, 大関透典, “フェムト秒レーザで作製した複合プラズモニク構造と高感度センシング”, 第6回マイクロナノ工学シンポ, 2014/10/21, くにびきメッセ(松江市, 島根県).

西山宏昭, 阿部祐真, 市村琢朗, 大関透典, 齋藤泰登, “3Dスプリングを用いた可変プラズモニク構造とその光学特性”, 第75回秋季応用物理学学会学術講演会, 2014/09/18, 北海道大学(札幌市, 北海道).

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:

出願年月日:
国内外の別:

取得状況(計0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
取得年月日:
国内外の別:

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

西山 宏昭 (NISHIYAMA, Hiroaki)
山形大学・大学院理工学研究科・准教授
研究者番号: 80403153

(2) 研究分担者

なし ()

研究者番号:

(3) 連携研究者

なし ()

研究者番号: