レーザー支援電気泳動堆積法による

マイクロ3D プリンティング法の高精度化

静岡大学 大学院 総合科学技術研究科 工学専攻 岩田太

1. はじめに

近年,微小電気機械システム(Micro Electro Mechanical Systems: MEMS)などの3次元微 小デバイスの重要性の高まりに伴い、3次元微細加工技術が研究されている.特に、金属材料 を用いた3次元微細造形法は、3次元微細構造の強度評価や、メタマテリアルへの応用が期待 される.先行研究として、レーザーによるステレオリソグラフィー¹¹や、走査型プローブ顕微 鏡(Scanning probe microscopy: SPM)の中空なプローブを使用した局所電気めっき²¹などがあ る.ステレオリソグラフィーによる金属の微細造形の問題点として、フェムト秒レーザーとい った高額な装置の利用や、造形した光硬化性樹脂を鋳型にしてメッキを施すことで金属材料を 造形するといったプロセスの複雑化が挙げられる.中空 SPM プローブを使用した局所電気め っきは、プローブが高価であることや、プローブ流路の目詰まりが生じやすい問題がある.そ こで、安価な装置構成、シンプルな作製方法の3次元微細加工技術の開発が望まれている.

我々のグループでは、レーザートラップと電気泳動堆積法を組み合わせたレーザー支援局所的 電気泳動堆積法(Laser - Assisted Electrophoretic Deposition: LAEPD)の開発に取り組んで いる.レーザートラップとは、集光したレーザー光で微粒子を捕捉する技術である.電気泳動 堆積法は溶液中に挿入された 2 つの電極間に電界を印加することで溶液中の微粒子を基板表 面に堆積させる技術である.LAEPD はこれら 2 つの技術を組み合わせ、微粒子の局所的な堆積 を行う.本手法の利点は、安価な装置構成で、金属材料の加工が可能という点である.先行研 究では、レーザースポットを移動させることで、ドットやラインなどの 2 次元堆積や、基板に 対して垂直なピラー形状、螺旋形状などの複雑な形状が作製されてきた^{3~5)}.しかしながら、 本手法は加工再現性の低さが問題となっており、本手法による 3 次元構造物の作製中に、堆積 が途切れ、目的の形状が作製できないことがしばしば生じる問題である.

本研究では、堆積中の光強度をモニタリングすることで、加工状態を制御し、本手法の加工 再現性の向上に取り組んだ.本報告では、光強度モニタリングによるピラー堆積の再開の確認 と、光強度モニタリングによる加工再現性の向上を確認した結果について報告する.本研究で は、本手法を用いて傾斜を伴う柱状形状を作製し、傾斜形状における堆積状態制御による加工 再現性の向上を確認し、本手法の 3 次元造形への適用可能性について検討した結果について 報告する.

2. 実験方法

本研究の装置構成を図1に示す.溶液セルは,酸化インジウムスズ(Indium Tin Oxide: ITO)がスパッタされたカバーガラスとスライドガラスの透明電極と,厚さ160 μ mのスペー サから構成される.このセルは粒径3 nmの金コロイド溶液(0.2 wt%)で満たされている.対 物レンズ(N.A. 1.20, 01ympus)を用いてNd:YAG レーザー(λ = 532 nm)から発振されたレ ーザー光を溶液セル内のスライドガラス基板表面に集光させると,金微粒子が焦点付近に捕 捉される. LAEPD は、この状態で、二枚の電極間に電界を印加することで、レーザートラッ プにより捕捉した微粒子のみを選択的に基板上に堆積させる手法である. さらに、堆積を行 いながら Z 軸ステージ (APA60S, CEDRAT TECHNOLOGIES) と XY 軸ステージ(MESS-TEK M2-150 la)を使用して Z 軸ステージを降下させながら XY ステージを移動させることで傾斜を伴う 3 次元形状を作製できる.

本研究では、XYZ 軸ピエゾステージを移動させながら金ナノ微粒子堆積中のビームスポット を CCD カメラで録画した光学顕微鏡像でモニターすることで、堆積状態を評価し、堆積が途切 れないように XYZ のステージ移動を制御する.すなわち、CCD 画像のレーザースポットの光強 度分布を PC においてリアルタイムで画像解析し、堆積が途切れたと判断すると、ステージの XYZ 座標を直前の座標に移動する.ビームが途切れた堆積物先端に再度集光してビームスポッ トが観察され、画像解析から堆積再開を判断すると、再度堆積を継続させる.その後も 途切 れた際にはこの動作を繰り返すことで、目的の形状を堆積させることができる.

本研究で使用する堆積状態の評価手法を図 2 に示す.本研究はエッジ検出による反射光の 形状測定と、ビームスポットの明度測定を用いて堆積状態を判断する.円形エッジ検出は、中 空円状の領域を関心領域として設定する.円の中心から放射状に伸びた複数の直線上で.エッ ジ検出を行い,各直線上で検出したエッジ間を曲線補間して円形状を推定し半径 r を求める. 本研究では、グリーンレーザーを用いるため、階調の計算に RGB の緑の値を使用する.明度測 定は、形状検出で検出された円と外周の参照領域の階調の平均値の差を評価することで行う. 本手法では、反射光や散乱光による光学顕微鏡像の揺らぎによって、モニタリングする値にノ イズが発生する.そこで、堆積中の半径と面積比を配列として記憶し、平均値を計算すること でノイズを低減している.さらに、ノイズによる堆積状態の誤認識を防ぐため、閾値を 2 つ設 定し堆積状態に応じて切り替えている.



図1 LAEPD 装置構成とステージ制御



図2 堆積状態の確認手法

3. 実験結果

3.1 光強度モニタリングによるピラー堆積制御

光強度モニタリングによる堆積状態の制御を導入しピラー堆積を行った. ピラー堆積条件と して,ステージ移動量 17 μm,レーザー強度 1.5 mW,ステージ移動速度 0.3 μm/s および, ステージ降下中のセルの電極間印加電圧を 2 V とした.堆積中の光強度の変化およびピエゾ アクチュエータへの印加電圧を図 3(a)に示す.この図より,光強度の変化によって堆積の途 切れを検出し,ステージを上昇させることでピラー堆積を再開させたことがわかる.堆積結果 の電子顕微鏡 (Scanning electron microscope: SEM)像を図 3(b)に示す.ピラーの高さがステ ージ移動量と等しいことから,本手法のビームスポットのモニタリングによってピラー高さを 目標値まで堆積できたことが確認された.



図 3 光モニタリング制御を用いた堆積 (a) 堆積中の光強度と Z 軸ピエゾ印加電圧の変化, (b) ピラー形状の SEM 像

3.2 異なる堆積条件での加工再現性の評価

本手法の有意性を評価するため、堆積条件を変更してピラー堆積を行った. 堆積条件はレー ザー強度を 1.3, 1.8 mW, ステージ降下速度を 0.3, 0.6 μm/s で変更し, 制御の有無で堆積 成功率を比較した. ピラー堆積はステージ移動量 15 μm, ステージ降下中のセルの電極間印 加電圧は2 V である. 堆積結果を図 4(a) および (b) に示す. 0N, 0FF はモニタリングの有無を 表す. 実験は比較するパラメータを変更しながら, 1 本ずつピラー堆積を行うセットを, 8 セ ット行い,加工再現性を評価した.ピラー高さが目標まで到達した場合の堆積成功率とレー ザー強度および速度の関係を図 4(c)に示す. 1.8 mW において本手法を用いることで 60 %程 度であった堆積成功率が100%に上昇していることがわかる.また, 1.3 mW においても本手 法により, 10 %程度であった堆積成功率が 80 %程度まで大きく向上していることがわかる. 次に、図5は本手法により目標の高さまで到達させるために途切れを検出し、再堆積させた回 数(再堆積回数)の平均値を示している.エラーバーは最大値と最小値を表す.レーザー強度 の増加により再堆積回数が減少していることがわかる.さらに,同じレーザー強度で比較する と、ステージ速度の増加によって再堆積回数が増加していることがわかる.レーザー強度の変 化による加工成功率や再堆積回数の変化の原因として,レーザー強度の増加による微粒子の捕 捉力の向上が加工成功率を上昇させ,再堆積回数を低下させたと考えられる.ステージ移動速 度については,ステージ降下速度の増加によって堆積物の成長速度がステージ移動速度に追い 付かず、堆積が途切れやすくなることが考えられる.こうした途切れやすい状況においても, 図 4 に示すように堆積成功率が上昇していることから本手法の有意性が確認された.



図 4 堆積における制御有無の比較
(a) 1.3mW, 0.3 μm/sのSEM像,
(b) 1.8 mW, 0.6 μm/sのSEM像,
(c)成功率とレーザー強度および速度の関係 図中のON, OFFはそれぞれモニタリング 有, 無を示す.



3.3 傾斜形状の作製

ビームスポットモニタリングによる堆積状態制御を導入し、傾斜形状の作製を行った。傾斜 形状は、基板から Z 軸のみを 3.3 μ m ほど移動させて堆積を行ったのちに、X 軸と Z 軸を同時 に移動させて傾斜の堆積を行った。堆積条件として、Z 軸ステージ移動量 8.6 μ m, X 軸ステ ージ移動量 5.7 μ m, レーザー強度 1.1 mW, ステージ降下中のセルの電極間印加電圧を 1.8 V とした. X, Z 軸の移動速度は 0.5 μ m/s であった。堆積結果の電子顕微鏡 (Scanning electron microscope: SEM)像および、堆積中のピエゾアクチュエータへの印加電圧、ビーム半径、明度 の変化を図 3 に示す. 図 6(a)の SEM 像より傾斜形状の高さがステージ移動量と等しいことか ら本手法による再堆積によって堆積が最後まで行われたことがわかる. また、根元中心から 0.7, 1.4 μ m の地点の形状の変化から、堆積の途切れと堆積再開によって傾斜形状の直径が 変化したことがわかる. 図 6(b)は、堆積中のピエゾアクチュエータへの印加電圧、図 6(c)は ビーム半径、明度の変化である. この図より形状の作製中の堆積の途切れを検出し、堆積を再 開したことがわかる.



図 6 傾斜形状の堆積結果 (a) 傾斜形状の概略図と SEM 像,(b) 堆積中の ビームスポット半径,明度の変化,(c) ピエゾ アクチュエータへの印加電圧の変化

3.4 傾斜形状の加工再現性評価

本手法の有意性を評価するため、傾斜形状の堆積条件を変化させ、加工再現性を評価した. 図7(a),(b)および(c)において、堆積条件としてZ軸ステージ移動量8.6 µmに統一し、X 軸ステージの総移動量をそれぞれ0,2.9,5.7 umに設定した.X軸の移動速度はそれぞれ0, 0.3,0.5 µm/s とした.Z軸の移動速度と電極間印加電圧はそれぞれ0.5 µm/sと1.8 Vで 統一した.図7(a)よりXステージ移動量が大きいほど根元の部分に対する傾斜が大きくなっ ていることがわかる.0 µmの形状について、若干の傾きがみられる.これは、堆積後の電界 印可を停止した時の衝撃で変形したことが考えられる.図7(b)において、ビームスポットモ ニタリングにより加工状態を制御したものは、制御なしと比較して50-67 %の堆積成功率の向 上を確認した.堆積中に途切れを検出し、再度堆積させた回数は、傾斜が大きい 5.7 µm が最 も多く17.5 回であった.傾斜が大きいほど再堆積回数が増加する原因として、X 軸のステー ジ速度が高いため、堆積の速度がステージ速度に追い付か

なかったことが考えられる.このようにステージ速度が高く堆積が困難な場合においても,堆 積が可能であり,加工再現性を向上できることから,今後はより複雑な3次元造形においても 本手法の適用が有効であると考えられる.

4. **まとめ**

LAEPD において, 堆積中のビームスポットをモニタリングによる加工状態制御の3次元造形 への適用可能性について検討した. ビームスポットモニタリングを使用した3次元造形は, CCD カメラから取得した光学顕微鏡像からレーザースポット光の分布を画像解析することで, 堆積の途切れを検出する. これにより, 堆積が途切れた際には, ステージを反転移動させ, 再 度スポットを検出したら堆積を再開する動作を繰り返す制御を行った. 堆積が困難な場合でも 途切れた地点から堆積を再開することで加工再現性の向上が確認された. 今後はより複雑な3 次元造形においても本手法を適用していく.

謝辞

本研究を遂行するにあたり、公益財団法人天野工業技術研究所から多大なご支援を頂き ました。ここに記して謝意を示します。

参考文献

- X. Wendy Gu, Julia.R. Greer, Ultra-strong architected Cu meso-lattices, Extreme Mechanics Letters 2 (2015) 7-14.
- G. Ercolano, C. van Nisselroy, T. Merle, J. Vörös, D. Momotenko, W.W. Koelmans, T. Zambelli, Additive Manufacturing of Sub-Micron to Sub-mm Metal Structures with Hollow AFM Cantilevers, Micromachines 11 (2020) 6.
- F. Iwata, M. Kaji, A. Suzuki, S. Ito, H. Nakao, Local electrophoresis deposition of nanomaterials assisted by a laser trapping technique, Nanotechnology 20 (2009) 235303..
- T. Takai, H. Nakao, F. Iwata, Three-dimensional microfabrication using local electrophoresis deposition and a laser trapping technique, Opt. Express, OE 22 (2014) 28109–28117.
- 5) T. Matsuura, T. Takai, F. Iwata, Local electrophoresis deposition assisted by laser trapping coupled with a spatial light modulator for three-dimensional microfabrication, Jpn. J. Appl. Phys. 56 (2017) 105502.