アルミナ微粒子噴射による表面形状変化*

武 藤 慎 司** 戸 倉 和***

Geometric Change of the Substrate Surface by Al_2O_3 Particle Jet

Shinji MUTO and Hitoshi TOKURA

This paper describes geometric change of the substrate surface when Al_2O_3 particles of $0.5\ \mu\text{m}$ diameter, which is larger than ions and smaller than the particles used in blasting and so on, were jetted on the copper, steels and glass. As Al_2O_3 particles were jetted at a jet angle of 0° , vertically on the surface, Al_2O_3 particles were deposited on the substrate surface except glass substrate. As jet angle increased, ripple spacing perpendicular to the jet direction with spacing about $2\text{--}15\ \mu\text{m}$ was generated on each material and that spacing grows larger with the increase in the jet angle. The ripple spacing varies in the material and harder material shows the tendency to become smaller in the spacing. The ripple spacing grows rapidly larger with the increase in the jet angle. At a jet angle of 80° , the trace which appears in the removed surface along the jet direction becomes remarkable. That was applicable to polishing of the fine pipe.

Key words: Al_2O_3 particles, particle jet, deposition, surface removal, ripple spacing, polishing

1. は じ め に

粒子を材料に衝突させて表面の除去や膜の形成を行う方法があり、粒子には電子、イオン、クラスタイオン、セラミックス粒や金属粒が用いられている。

電子ビームは電子の高い運動エネルギーを熱に変えることにより局所的な加熱に使われたり、電磁レンズで容易に絞れるため描画用マスクのレジストを露光するのに使われる。イオンビームは電子に比べてはるかに質量の大きい粒子流であり、対象物表面の原子をたたき出すスパッタリングがよく知られている。この方法では除去に目的がある場合と、弾き飛ばした原子を堆積させて膜を作る場合がある。さらに加速電圧を大きくして数十 kV から数百 kV 程度で加速したイオンを対象物にもぐり込ませるイオン注入もある。クラスタイオンビームは主に膜形成に使われている。数十 μm 以上の粒子はサンドブラストのように表面改質や表面除去に用いられている。このように粒子を衝突させての研究は数多くなされているが、数百 nm から数 μm の微粒子を材料に高速に衝突させたものは報告が少ない。

数 μm の微粒子を高速化する方法として、微粒子を帯電させて静電的に加速する方法¹⁾²⁾や、火薬爆圧や圧縮したガスを利用する方法がある³⁾。このうち圧縮ガスを利用する方法は、音速の大きいガスを使用することにより容易に高い速度が得られる⁴⁾。ヘリウムガス中の音速度は標準状態で 970m/s であり、空気中の音速度が標準状態で 331.45m/s であるのに対し非常に高速で、また不活性であることから、微粒子を加速するガスとして適している。そして、ヘリウムガス噴射によって得られる微粒子速度は粒径 $1\ \mu\text{m}$ 程度のもので約 600m/s に達するとの報告がある⁵⁾。

三島らは、平均粒径 $1\sim7\ \mu\text{m}$ の SiC 微粒子を高圧空気 で数

十 m/s から 200m/s の速度で噴射して微細加工を行う微粒子噴射加工装置を開発している⁶⁾⁷⁾。これは、感光性レジストマスク、メタルマスクを使ってセラミックス、ガラスなどの微細加工を大気中でしかも高速度で実現するものである。また、林、賀集らは、ガスデポジション法と呼ばれる方法を提案している⁸⁾⁹⁾。これは、ガス中蒸発法で生成した金属またはセラミックスの超微粒子 ($0.1\ \mu\text{m}$ 以下) を、気流に乗せて対象物に吹き付け、超微粒子の圧粉体 (厚膜) を形成するものである。

本論文は微粒子噴射によって細管を研磨することを念頭に置き、粒径 $0.5\ \mu\text{m}$ 程度のアルミナ微粒子をヘリウムガスと共に基板表面に噴射し、基板材料、噴射条件が基板の表面形状に与える影響を検討するものである。

2. 実験装置および方法

使用した微粒子噴射装置の概略図を図 1 に、噴射条件を表 1 に示す。装置は、ガス微粒子混合チャンバ、微粒子噴射チャンバ、噴射ノズル、排気系から構成されている。ヘリウムガスをガス微粒子混合チャンバ下部より導入し、混合チャンバ内で攪拌羽根によりガス中に浮遊させた微粒子を真空排気された噴射チャンバ内にノズルを通して噴射し、基板表面に衝突させる。

減圧下で噴射を行うことで、雰囲気が噴流に及ぼす粘性の影響を少なくできる。微粒子を加速するガスとしてヘリウムを使用し、ノズル部の圧力を 200kPa とした。排気系には排気速度約 200L/min のロータリーポンプを使用し、微粒子噴射時の噴射チャンバ内圧力を 20kPa とした。

図 2 に示すように、使用したノズルは少ない流量で高速の噴流が得られるように噴孔径 0.5mm の細ノズルとし、材質を耐摩耗性に優れる超硬合金とした。噴射チャンバに取り付けた窓から噴流を観察したところ、噴流は約 14° の角度で広がっていた。基板とノズルの距離は $0\sim40\text{mm}$ の範囲で調節できる。また基板ホルダを傾けることで、微粒子の衝突角度を変えることができる。噴射方向の軸と基板の法線とのなす角を噴射角度

* 原稿受付 平成 11 年 2 月 25 日

** 学生会員 東京工業大学大学院 (東京都目黒区大岡山 2-12-1)

*** 正 会 員 東京工業大学工学部

Fig. 1 Illustration of the particle jet apparatus

Table 1 Experimental conditions	
Particle material	Al_2O_3
Particle diameter	$0.5 \mu\text{m}$
Substrate material	Cu, S45C, SKD11(HRC62), Silica glass
Distance between nozzle and substrate	10, 20mm
Jet angle (θ)	$0-80^\circ$
Helium gas pressure	200kPa
Chamber pressure	20kPa
Time	1, 10, 30s

Fig. 2 Shape and dimension of the nozzle

θ とした。微粒子には平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ のアルミナを使用した。図3に微粒子のSEM写真を示す。基板材料には銅、機械構造用炭素鋼 (S45C)、合金工具鋼 (SKD11 (HRC62))、ガラスを用いた。ガラスを除いて、基板表面は#1200の研磨紙で研磨したものを前加工面とした。この時の表面粗さは $0.8 \mu\text{mRa}$ であった。

3. 噴射実験結果および考察

3.1 噴射角度 $\theta = 0^\circ$ での噴射

基板とノズルの距離を 20mm としてアルミナ微粒子を銅、S45C、ガラス基板に $\theta = 0^\circ$ で噴射し、1秒、10秒と時間を追って観察した。銅、S45C 基板の場合について 45° 傾けて SEM 観察した結果を図4に示す。

銅、S45C 両基板共に微粒子が堆積していることがわかる。噴射時間1秒のときには既に微粒子一つ一つが観察できなくなっていることから、アルミナの堆積は短時間で形成されるものと考えられる。しかし、ガラス基板には微粒子の付着は観察されず、表面は除去され、クラックの認められない面であった。

3.2 噴射角度を変えての噴射

焼入れ焼戻しをした SKD11 (HRC62) を基板とし、基板とノズルの距離を 10mm として $\theta = 0^\circ, 20^\circ, 40^\circ, 60^\circ, 80^\circ$

Fig. 3 SEM photograph of Al_2O_3 particles

Fig. 4 Al_2O_3 particles collision at a jet angle of 0° on a Cu and an S45C substrates

と角度を変えて 30 秒間噴射した。このときの噴射部の形状を噴射方向に沿って 4mm の長さで測定した結果を図5に示す。

前述の通り $\theta = 0^\circ$ では堆積が認められる。 $\theta = 20^\circ$ では微粒子は付着せず、基板は除去されている。そして、噴射角度が大きくなるにつれて除去量が大きくなっている。このときの噴射角度と除去量の関係を図6に示す。

除去量は次のようにして求めた。噴射部の形状を楕円形とみなして楕円形の長径と短径を計測し、長径と短径の比を求める。そして、深さ方向に $0.5 \mu\text{m}$ 間隔で図5のグラフから長径を求め、噴射部の長径と短径の比から短径を求めて楕円形の面積を計算し、それらの面積を積分して得られた体積を除去量とした。

一般にイオンスパッタリングではイオン入射角度が大きくなるにつれて除去量がいったん増加し、さらに入射角度を大きくすると減少する。本研究で使用したアルミナ微粒子はスパッタリングで使われるイオンより大きな粒子ではあるが、除去量に関しては同様の傾向を示している。

$\theta = 60^\circ, 80^\circ$ の場合の SEM 観察結果を図7に示す。図の矢印は噴射方向を示す。 $\theta = 60^\circ$ のとき、噴射方向と交差する方向にしま模様が現れている。また、 $\theta = 80^\circ$ のときは、噴射方向に沿ってアルミナ微粒子により表面が薄く削られたように観察される。この結果は噴射角度 θ が大きい範囲では研磨に適用できることを示している。

斜めから噴射したとき、微粒子は基板表面に付着せず、除去のみが生じた。そこで、表面の様子を観察するため、S45C 基板と SKD11 基板に基板とノズルの距離を 10mm として、 $\theta = 60^\circ$ で 30 秒間噴射し、光学顕微鏡で観察した。その結果を図

Fig. 5 Cross-sectional profiles of SKD11 substrate collided by Al_2O_3 particles

Fig. 6 Dependence of the removed volume on the jet angle

8 に示す。噴射方向は図の矢印の通りである。これより、両基板共に噴射方向と交差する方向にしま模様が観察されるが、しま模様の間隔は両者で大きく異なる。

微粒子噴射で観察されるしま模様は基板材料によってその間隔が異なることから、基板とノズルの距離を 10mm として基板表面に噴射角度を変えて 30 秒間噴射し、しま模様を詳しく観察した。噴射部の中心のしまの間隔と噴射角度の関係を図 9 に示す。しまの間隔は多少ばらつきがあるので、5 本分のしまの間隔を 10 か所計測し、平均して求めた 1 本のしまをしまの間隔とした。

さらにノズルと基板の距離を 5, 10, 15mm と変えて、 $\theta = 45^\circ$ で 30 秒間噴射したときのしまの間隔を観察した結果、しまの間隔は変わらないが、距離が大きくなるにつれてしまの山と谷の差が小さくなり、しまが確認しにくくなった。このようなしま模様が形成されるメカニズムの解明は今後の課題である。

以上のことから、噴射角度を変えることで、周期的しま模様を形成することと、表面を滑らかに削り取る研磨への適用の可能性が示された。

Fig. 7 Surface structure generated on an SKD11 substrate by Al_2O_3 particles collision (→: jet direction)

Fig. 8 Al_2O_3 particles collision at a jet angle of 60° on an S45C and an SKD11 substrates (→: jet direction)

Fig. 9 Dependence of the ripple spacing on the jet angle

Table 2 Polishing conditions	
Particle material	Al ₂ O ₃
Particle diameter	0.5, 10 μm
Substrate material	Cu, S45C
He gas pressure	200kPa
Time	30s, 1min, 2min

Fig. 10 Schematic diagram of workpiece

Fig. 11 Optical micrographs of inner wall

Fig. 12 Schematic diagram of workpiece position

4. 細穴の内面研磨への適用

研磨条件を表 2 に示す。微粒子には平均粒径 0.5 μm と 10 μm のアルミナを使用した。研磨実験には図 10 に示す形状寸法で、直径 1mm、長さ 10mm の穴をあけた試料を用いた。この穴は、直径 0.9mm の下穴をあけた後、1.0mm のリーマで仕上げたものである。材質は S45C、銅とした。ドリル加工のみの穴、リーマ加工した穴、それぞれについて、内面の光学顕微鏡写真を図 11 に示す。

まず、図 12(a)のように前章の噴射実験のノズル位置に試料を取り付けて、30 秒、1 分、2 分間噴射した。このときの出口部分の穴内面の光学顕微鏡写真を図 13 に、表面粗さ測定結果を図 14 に示す。粒径 0.5 μm の場合、時間の経過と共にリーマ加工によってできた条痕は消え、表面粗さも小さくなっている。一方、粒径 10 μm の方は研磨量が粒径 0.5 μm に比べて大きく、30 秒間以上噴射しても表面粗さは変わらない。

粒径 0.5 μm の微粒子を 2 分間噴射した銅試料の入口部分から 2.5mm にわたって観察した光学顕微鏡写真を図 15 に示す。前章で観察されたように噴射方向と交差する方向にしま模様が観察でき、入口から遠くなるに従いしまの間隔は大きくなって、やがてしま模様は消えている。このことから、入口付近では微粒子の流れはランダムな要素が大きく、穴内面に微粒子の衝突

Fig. 13 Inner wall of an S45C workpiece polished by 0.5 μm and 10 μm Al₂O₃ particles

Fig. 14 Relation between polishing time and surface roughness

する角度が浅くないためにしま模様が形成されると考えられる。そして、入口から遠くなるに従い、微粒子の流れは壁面に沿うようになり、穴内面を薄く削るものと考えられる。

そこで、入口から出口まで一様に研磨するために図 12(b)のように 1mm のノズルの先に試料を取り付けて噴射した。銅試料に粒径 0.5 μm の微粒子を 2 分間噴射し、入口部分から 2.5mm にわたって観察した光学顕微鏡写真を図 16 に示す。これより、しま模様が観察されることなく入口から研磨されていることが観察される。

Fig. 15 Inner wall of Cu workpiece polished by $0.5\ \mu\text{m}$ Al_2O_3 particles in the way which is shown in Fig. 12(a)

Fig. 16 Inner wall of Cu workpiece polished by $0.5\ \mu\text{m}$ Al_2O_3 particles in the way which is shown in Fig. 12(b)

5. ま と め

減圧された容器内にアルミナ微粒子を噴射角度を変えて噴射し、以下のことがわかった。

- (1) アルミナ微粒子を噴射角度 $\theta = 0^\circ$ で噴射したとき、ガラス以外の基板では微粒子が堆積する。
- (2) 基板に噴射角度 $\theta = 20^\circ$ 以上で噴射したとき、微粒子は堆積せず、表面が除去される。
- (3) 噴射角度 $\theta = 40 \sim 60^\circ$ 程度の範囲で噴射したとき、基板表面に噴射方向と交差する方向にしま模様が形成され、 $\theta = 80^\circ$ のとき、噴射方向に沿って基板表面を薄く削ることができる。
- (4) 微粒子を細穴に噴射することで、穴内面を研磨することができる。

参 考 文 献

- 1) 井出 徹, 森 勇藏, 井川直哉: 粉末粒子の静電加速による特殊加工法の研究 (第 4 報) ——微粒子ビームによるシリコンの加工, 精密工学会誌, **56**, 10 (1990) 1871.
- 2) 井出 徹, 森 勇藏, 井川直哉: 粉末粒子の静電加速による特殊加工法の研究 (第 5 報) ——タングステン微粒子の高速衝撃付着とその界面特性, 精密工学会誌, **57**, 6 (1991) 999.
- 3) R. Kinslow: High-velocity Impact Phenomena, Academic Press, New York, (1970).
- 4) C. Hayashi: Ultra Fine Particles and Coatings, J. Vac. Soc. Jpn., **40**, 9 (1997) 709.
- 5) D. T. Shaw: Recent Developments in Aerosol Science, Wiley, New York, (1976).
- 6) 三島彰生, 松本茂雄, 村松成治, 福谷亮人, 高原 茂, 吉川 隆: 微粒子噴射加工装置の開発, 1991 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (1991) 57.
- 7) 三島彰生, 吉川 隆, 土屋 隆, 村松成治, 福谷亮人: 微粒子噴射による微細加工 (第 2 報), 1992 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1992) 935.
- 8) S. Kashu, E. Fuchita, T. Manabe and C. Hayashi: Deposition of Ultra Fine Particles Using a Gas Jet, Jpn. J. Appl. Phys., **23**, 12 (1984) L910.
- 9) C. Hayashi, S. Kashu, M. Oda and F. Naruse: The Use of Nanoparticles as Coatings, Mat. Sci. Eng., **A163**, 2, (1993) 157.

編 集 後 記

編集委員を務めて1年半が過ぎました。任期は2年間ですので、本誌が皆様のお手元に届くころには、残りの任期はわずかになっています。初めの1年は見習い期間のようなもので、編集会議に出席するだけで全く戦力にはならず、他の委員の皆様にはずいぶんと迷惑をおかけしたと思っております。金沢からの通いというハンディーもありました。2年目に入り、編集委員会の仕事が理解でき始め、少しは皆様のお手伝いができるようになってきました。まず、手始めに、先月の11月号に掲載された「インタビュー」を担当しました。金沢から東京の立川まで出かけてゆき、1時間ほどのインタビューをさせていただきました。内容が豊富なためテープから原稿を起こすのに相当な時間を費やしましたが、何とか無事に終えることができました。

そして、今月号では、最近注目されている「音」の特集を担当させていただきました。加工が専門の私には音の研究者を探し出すことは大変なことでしたが、幸いこれまでに加工騒音の研究に少し手

を染めたことがありましたので、そのときに作った人脈を頼りに計画を練りました。また、委員長を始め編集委員の皆様には有益な意見をいただき援護射撃していただきました。音と人間は深い関係にあり、その付き合いはたいへん長いです。しかも近年、環境に対する関心がこれまでに高まってきています。音を有効に利用したり騒音を排除して快適な環境を実現しようとするとき、人が音から受ける様々な心理的影響を科学的に解明することが不可欠です。一方、音はその物理的特性を活かして、様々な計測に利用されています。微妙な音の変化に注目すれば、音源に関する情報を正確にくみ取ることができます。また、一見不可思議な、音の利用も試みられています。この特集がきっかけとなり、音を再認識していただくことになれば幸いです。この場をお借りして、執筆を引き受けていただきました先生方に厚く御礼申し上げます。

2年もありながら、インタビュー1回、特集1回しか担当できなかったことをお詫びするとともに、お世話になった編集委員長の樋口先生をはじめ編集委員の皆様、および学会本部の職員の方々にお礼を申し上げます。
(上田隆司)