122 炭化珪素微細加工とマイクロガスタービンとに関する研究

Silicon Carbide Micromachining And Micromachined Gas Turbines

正 田中秀治（東北大・工） 正 中橋和博（東北大・工） 正 江刺正喜（東北大・工）
学 杉本真也（東北大・工） 原基揚（東北大・工） 釜土敏裕（東北大・工）

Shuji TANAKA¹, Kazuhiro NAKAHASHI², Masayoshi ESASHI¹,
Shinya SUGIMOTO¹, Motoaki HARA¹ and Toshihiro KAMATSUCHI²

¹Department of Mechatronics and Precision Engineering, Tohoku University

²Department of Aeronautics and Space Engineering, Tohoku University

01 Aoba, Aramaki-aza, Aoba-ku, Sendai, Miyagi 980-8579 Japan

In this paper, studies on silicon carbide (SiC) micromachining and micromachined gas turbines are described: (1) SiC micro-reaction-sintering combined with silicon lost mold method has been developed, and SiC micro-rotors of 5 and 10 mm in diameter were fabricated. (2) Deep reactive ion etching (deep-RIE) of sintered SiC is being studied. To date, the etching depth of over 100 μm was achieved at the speed of 0.48 $\mu\text{m}/\text{min}$. using an inductively coupled plasma RIE system with SF_6 gas. (3) Silicon micro-air turbines for rotating an integrated grid polarizer have been fabricated, and the rotational speed of about 10000 rpm was achieved. (4) A computer fluid dynamics (CFD) program is under development for numerical fluid analysis inside micro-gas turbines. The air flow inside the abovementioned micro-air turbine was 2-dimensionally calculated.

Key Words: Silicon Carbide (SiC), Power MEMS, Micro-Gas Turbine, Reaction-Sintering, Reactive Ion Etching (RIE), Micro-Air Turbine, Computer Fluid Dynamics (CFD)

1 はじめに

ほとんどの micro-electromechanical system (MEMS) は、シリコンを主材料にすることを前提として考えられている。しかし、弗酸やヒドラジンなどにさらされる腐食性環境、あるいは、1000°C を超える高温環境などの harsh environments（厳しい環境）では、シリコンを使用できないことが多い。我々は、harsh environments に適合する MEMS 材料の 1 つとして、高耐熱性・高温高強度・高硬度・高耐腐食性などの特長を有している炭化珪素 (SiC) に注目している。

Harsh environments で用いられる MEMS として、微小領域内で燃焼などの急激な化学反応を起こすことによって、大きな出力を発生する power MEMS が研究されている。たとえば、超小形人工衛星の姿勢制御に用いるマイクロスラスタが米国を中心に研究されているが [1]、これらのマイクロスラスタは燃料の燃焼によって高温になったり、ヒドラジンなどの腐食性推進剤にさらされたりする。また、ガスタービンを MEMS 技術を用いて超小形化する挑戦的な研究が Massachusetts Institute of Technology (MIT) で進められているが [2]、このマイクロガスタービンは 1300°C 程度の燃焼ガスによって 100 万 rpm 以上で超高速回転するので、高温環境における高強度を必要とする。

我々は、上述のような power MEMS の材料として炭化珪素が有望であると考えて、ロータ径 10 mm 程度のマイクロガスタービンを、焼結炭化珪素を材料にして実現することを検討している。図 1 にマイクロガスタービンの概念的な構造の一例を示す。また、表 1 にマイクロガスタービンの目標仕様を示す。同表の左側に示した仕様は、従来のガスタービンの試験結果といくつかの仮定とに基づいて、サイクル計算を行って求めた我々の目標仕様の一例であり、一方、右側に示した仕様は、文献 [2] から引用した MIT の研究開始当初の目標仕様である。この表からわかるように、マイクロガスタービンの最大の特長は出力密度が高いことである。また、2 次電池は充電に時間がかかるのに対して、マイクロガスタービンは燃料を補給するだけで即座に使えることも重要な特長である。

マイクロガスタービンを実現させる上で最も解決が困難な課題は、必要な圧縮機効率を実現するために、高温になる燃焼器・タービンと低温であるべき圧縮機とを十分に断熱すること、および、表 1 に示した回転数を達成することである。前者の課題を解決するためには、熱伝導率の小さい材料を使用すること、および、燃焼器・タービンと圧縮機とを離すことが有効である。焼結炭化珪素の熱伝導率 (80 W/m·K 程度) はセラミックスとしては大きい、単結晶シリコンのそれ (168 W/m·K) と比較すると半分以

Fig. 1: Schematic cross section of a micro-gas turbine

Table 1: Specifications of micro-gas turbines

	Tohoku Univ.	MIT
Structural material	Sintered SiC	Si
Rotor diameter	10 mm	4 mm
Pressure ratio	3 : 1	4 : 1
Air flow	2 g/s	0.15 g/s
Rotational speed	8×10^5 rpm	2.4×10^6 rpm
Combustor exit temp.	≥ 1400 K	1600 K
Fuel	H ₂	H ₂
Power output	50 W electric	16 W electric
Fuel consumption	30 g/hour	7 g/hour

下であるので、焼結炭化珪素は単結晶シリコンと比較して断熱の点でも有利である。一方、後者の課題を解決するためには、回転安定性に優れるヘリンボーン形軸受やロープ形軸受を用いることが有効であると考えている。

現在までに、炭化珪素微細構造体の反応焼結成形、焼結炭化珪素の深堀り反応性イオンエッチング (deep reactive ion etching: deep-RIE)、マイクロエアービンの試作・回転試験、および、マイクロガスタービン内の流れ解析を行うための computer fluid dynamics (CFD) プログラムの開発などに着手しているので、これらの研究について概要を報告する。

2 炭化珪素微細反応焼結法

我々は、マイクロメータオーダの加工分解能・精度を実現できるシリコンマイクロマシニングと緻密な炭化珪素を比較的低温で成形できる反応焼結とを組み合わせ、炭化珪素の微細部品を成形する「炭化珪素微細反応焼結法」を研究している [3][4]。炭化珪素微細反応焼結法は、マイクロマシニングで製作したシリコンモールドに、炭化珪素や炭素などを含む原料粉末を充填して、等方加圧しながら反応焼結させる方法である。本方法の工程の概略を図2を用

いて説明する。

1. フォトリソグラフィと deep-RIE とを用いて、シリコンモールドを作製する。
2. 炭化珪素 (α -SiC) 粉末、炭素粉末、および、バインダ (フェノール樹脂) などを含む原料粉末を、冷間等方加圧法 (cold isostatic pressing: CIP) を用いてモールドに充填する。続いて、モールド表面の余分な原料粉末を切削または研削で除去して、モールド表面を平坦化した後、複数のモールドどうしを接着剤 (フェノール樹脂 + イソプロパノール) で接合する。
3. 熱間等方加圧法 (hot isostatic pressing: HIP) を用いて、未焼結体を等方加圧しながら反応焼結させる。具体的には、窒化ボロン (BN) 粉末で包んでガラス管に真空封入したモールドを、アルゴン雰囲気中・シリコンの融点 (1414°C) 以上の温度で数百気圧の圧力によって等方的に加圧する。この工程で、溶融したモールドのシリコンが未焼結体に含まれて、原料の炭素粉末と反応する。その結果、もともと原料粉末に含まれていた炭化珪素 (α -SiC) 粉末の周囲に新たな炭化珪素 (β -SiC) が成長して、緻密な炭化珪素反応焼結体ができる。また、未焼結体の接合面にも、炭化したフェノール樹脂と溶融シリコンとが反応して新たな炭化珪素が成長するので、完全に一体化した焼結体が得られる。
4. 焼結体の周囲に残留しているシリコンをウェットエッチングで除去する。エッチング液として、フッ酸と硝酸との混合液を用いる。

本加工法には2つの特長がある。第1の特長は、フォトリソグラフィと deep-RIE とを用いることで、平面的に自由な形状で深い構造のシリコンモールドを高精度に作製できることである。第2の特長は、モールドを接着剤で積層するだけで、複雑な3次元構造を有する炭化珪素微細構造体を容易に製作できることである。容易に想像できるように、3層以上のモールドを用いる場合にも、図2に示した工程をそのまま適用して、複雑な炭化珪素微細構造体を成形できる。

我々は、実際に炭化珪素微細反応焼結成形法を用いて、炭化珪素製ガスタービン用のロータを試作した。試作したロータは、上下の面にそれぞれタービンとコンプレッサとを有する。したがって、これらのロータを焼結するために、タービン側とコンプレッサ側との2枚1組のシリコンモールドを用いた。図3の(a)に直径10mm、厚さ2mmのロータのタービン側を示す。また、同図(b)は直径5mm、厚さ0.8mmのロータの断面像であるが、これからタービン側とコンプレッサ側との接合面が消えて、一体

Fig. 2: SiC micro-reaction-sintering process

の焼結体となっていることがわかる。また、X線回折法によって焼結前後の試料の組成分析を行った結果、原料粉末中の炭素とモールドから含浸してきたシリコンとが反応して、 β -SiC が生成していることが確認できた。

3 焼結炭化珪素の deep-RIE

半導体としての炭化珪素は、広いバンドギャップ、高い熱伝導率、高い高温安定性、高いブレイクダウン電界、および、高い電子飽和速度を有しており、高温、高耐圧、高速、あるいは、高出力の半導体デバイスの材料として期待されている。そのために、従来から炭化珪素半導体デバイスの加工を前提として、単結晶、多結晶、および、アモルファスの炭化珪素の RIE が研究されてきた [5]。エッチングガスとして、 SF_6 、 CF_4 、 NF_3 、 CHF_3 、あるいは、 CBrF_3 が、多くの場合、 O_2 と混合されて用いら

Fig. 3: Photographs of the SiC micro-rotors

れる。エッチング速度は 10 nm/min . 程度から $1 \mu\text{m/min}$. 程度まで、条件・装置によってさまざまである。しかし、これらの研究は総じて薄膜を対象としたものであり、エッチング深さが $100 \mu\text{m}$ を超えるような deep-RIE は我々の知る限り報告されていない。また、マイクロガスタービンの材料として我々が検討している焼結炭化珪素を対象とした RIE も報告されていない。

そこで、高真空中で高密度のプラズマを発生できる自家製の誘導結合プラズマ RIE (inductively coupled plasma RIE: ICP-RIE) 装置を用いて、焼結炭化珪素をエッチングした。実験方法の概略を以下に述べる。まず、厚さ $800 \text{ \AA}/800 \text{ \AA}$ の Au/Cr めっきシード層をスパッタリングで付けた焼結炭化珪素小片に、厚さ $12 \mu\text{m}$ のフォトリソストマスクを付けた後、スルファミン酸ニッケル溶液を用いて厚さ $12 \mu\text{m}$ の電気ニッケルめっきマスクを作製した。次に、Au/Cr めっきシード層をウェットエッチングで除去した後、表 2 に示す条件で RIE を行った。合計 4 時間のエッチングを行ったが、1 時間ごとに試料を ICP-RIE 装置から取り出して、エッチング深さを触針式段差計で測定した。図 4 にエッチング時間とエッチング深さとの関係を示す (電気ニッケルめっきマスクの厚さは差し引いてある)。これから、ほとんど一定の速度 (約 $0.48 \mu\text{m/min}$.) でエッチングが進行していることがわかる。

図 5 に 4 時間エッチングした試料の走査形電子顕微鏡像 (scanning electron micrograph: SEM) を示す。エッチング深さは $113 \mu\text{m}$ であり、垂直に近いエッチング側壁が得られている。図 6 は、ローディング効果を調べるために、4 時間エッチングした溝について、マスク開口幅とエッチング深さとの関係を共焦点レーザ顕微鏡を用いて調べた結果である。これから、マスク開口幅が $150 \mu\text{m}$ の場合にエッチング深さが極大になっていること、および、エッチング深さのばらつきが約 10% であることがわかる。

以上に述べた実験結果から、焼結炭化珪素を RIE によって現実的なエッチング速度で深堀り加工できることが実証された。

Table 2: Conditions of ICP-RIE

Gas	SF ₆
Chamber pressure	1.5 mTorr
Antenna RF power	150 W
Stage RF power	150 W
Self bias voltage	-370 V
Stage temperature	20 °C

Fig. 4: Relation between etching time and etching depth

Fig. 5: SEM of sintered SiC feature etched for 4 hours

Fig. 6: Relation between mask opening width and etching depth

4 マイクロエアタービンの試作・回転試験 [6]

現在、2重変調方式フーリエ変換赤外分光 (Fourier transform infrared spectroscopy: FT-IR) には、光弾性偏光変調素子が用いられている。しかし、光弾性偏光変調素子は光透過率が数パーセント程度と低いこと、および、一定条件で変調できる波長範囲が限られていることが問題である。偏光子を回転させる方式の偏光変調素子は、上述の2つの問題を解決できる可能性がある。しかし、2重変調方式FT-IRに必要な2-20 kHzの偏光変調周波数を実現するためには、偏光子を6-60万rpmで高速回転させなくてはならない。そこで、我々は、グリッド偏光子が集積化されたシリコン製マイクロエアタービンを開発している。図7にその概念的な構造を示す。裏面にグリッド偏光子を有する直径5mmのロータを、空気口から導入した圧縮空気によって高速回転させて、ロータ中央部を透過する赤外線を変調させる。本研究によって得られるマイクロタービンに関する知見は、マイクロガスタービンの設計に活用できると考えている。

図7に示したように、マイクロエアタービンは4層から成る。各層をフォトリソグラフィとdeep-RIEとで作製した後、接着剤を用いて接合した。図8(a)は組み立て前の各層を示しているが、左上、右上、左下、右下の順に第1-4層が並んでいる。図8(b)は組み立て・配管後の完成したエアタービンを示している。エアタービンの外寸は20×20×2mmである。図8(c)はタービン周辺のSEMである。翼高さは300μm、軸受隙間は20μmである。ロータの裏面には、ピッチ2μmのAu/Crグリッド偏光子がイオンミリングによって作製されている。

図9にマイクロエアタービンの回転試験結果を示す。同図の横軸はタービンに供給する圧縮空気の体積流量を、縦軸はロータの回転数を示す。元圧力4.5kgf/cm²の圧縮空気を用いた場合、体積流量が11l/min.のときに約10000rpmの回転数が得られている。ただし、タービンに供給した圧縮空気とほとんど同圧・同流量の圧縮空気をロータの裏面に供給して、ロータを静圧浮上させた。この回転試験によってマイクロエアタービンの破損には至っていないので、圧縮空気の圧力を上げて流量を増やせば、さらなる高速回転を実現できると考えるが、現状の回転数を1桁上げて目標回転数を実現するためには、翼形状・軸受の設計を見直さなくてはならない。我々は、そのために次節で述べるCFDによる流れ解析を行っている。

5 CFDによるマイクロタービン内部流の計算 [7]

マイクロガスタービンは、従来のガスタービンと比較して画期的に小さいので、従来のガスタービンの設計手法に基づいて設計できない。したがって、マイクロガスタービ

Fig. 7: Schematic cross section of the micro-air turbine

Fig. 9: Relation between air flow to the turbine and rotational speed

(a)

(b)

(c)

Fig. 8: Photographs and SEM of the micro-air turbine

ンの設計には、数値流体力学手法による流動解析が不可欠である。たとえば、マイクロガスタービン内では、レイノルズ数が従来のガスタービン内のそれと比較して100分の1程度になるので、2桁ほど低いレイノルズ数が翼列性能に及ぼす影響を予測する必要がある。また、マイクロガスタービンは、従来のガスタービンと比較して相対的に可動部の隙間が大きくなるので、隙間からの漏れ流れの解析も必要となる。さらに、既に述べたように、マイクロガスタービンの開発では、高温になる燃焼器・タービンと低温であるべき圧縮機との断熱を確保することが大きな課題であるので、燃焼器・タービンから圧縮機への熱流の解析も重要である。

本研究の最終目標は、マイクロガスタービンの空気導入口からタービン出口までの全ての流れを3次元数値解析して、マイクロガスタービンの最適設計、および、性能予測に役立つ知見を得ることである。現在は、図8に示したエアタービン内の流れを計算しながら、計算手法の研究・開発を進めている段階である。具体的には、解析形状の自由度が高い非構造格子CFDプログラム[8]を基本にして、ロータの回転にともなう流路の相対運動に対応するために、オーバセット格子とスライディング格子とを用いてNavier-Stokes ソルバを拡張している。

まず、第1段階として、図8に示したマイクロエアタービンを対象にして、非構造格子を用いた2次元翼列計算を行った。格子を生成する方法として、壁面付近の境界層領域に構造格子を2分割した三角形の格子を細密に生成した後、残りの領域に(三角形の)非構造格子をAdvancing Front法で自動生成する方法を採用した。図10にノズル部のみの計算結果(等マッハ線図)を示す。レイノルズ数 Re は104で全面層流、出口マッハ数 Me は0.7と仮定した。また、境界条件として上流は内部点の外挿、下流は圧力指定の自由流出とした。計算結果から、空気供給路から離れたノズルには十分に空気が流れていない様子、および、ノズル端で流れが剥離している様子がわかる。マイクロガスタービン内の実際の流れを可視化することが困難で

Fig. 10: Mach number contours in the nozzle
($Re = 104$, $Me = 0.7$)

ある以上、数値解析によって図 10 に示したような流れの様子を把握することは、マイクロガスタービンの設計に極めて有益である。

6 おわりに

ロータ径 10 mm 程度の炭化珪素製マイクロガスタービンを製作することを想定して、次に述べる研究を行っている。

第 1 に、炭化珪素の原料粉末を、フォトリソグラフィと deep-RIE とで作製したシリコンモールドに充填した後、熱間等方加圧法 (hot isostatic pressing: HIP) によって反応焼結させる方法を開発して、この方法を用いて直径 5, 10 mm のマイクロロータを試作した。第 2 に、誘導結合プラズマ反応性イオンエッチング (inductively coupled plasma reactive ion etching: ICP-RIE) 装置を用いて、焼結炭化珪素を $0.48 \mu\text{m}/\text{min}$ の速度で $100 \mu\text{m}$ 以上の深さまでほとんど垂直にエッチングすることに成功した。第 3 に、シリコンマイクロマシニングを用いて、グリッド偏光子回転用の直径 5 mm のマイクロエアタービンを試作して回転試験を行った結果、元圧力 $4.5 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ の圧縮空気を $111/\text{min}$ 、体積流量で供給したときに、約 10000 rpm の回転数を得た。第 4 に、マイクロガスタービン内の流れ解析を行うための computer fluid dynamics (CFD) プログラムの開発に着手して、その第 1 段階として、上述のエアタービン内の 2 次元流れ解析を行った。

炭化珪素製マイクロガスタービンは、微細加工の観点からも、設計・数値解析の観点からも非常に挑戦的な研究対象である。

謝辞

本報で紹介したマイクロガスタービンの仕様は、石川島播磨重工業株式会社の磯村浩介博士が行ったサイクル計算の結果に基づいて決めた。また、炭化珪素微細部品の反応焼結に関する研究では、東北大学の李敬鋒先生に全面的な御協力を賜った。

炭化珪素微細加工とマイクロエアタービンとに関する研究は、山形県マイクロマシン研究開発事業、および、日本学術振興会未来開拓推進事業の一部として行われた。

参考文献

- [1] 総括的に述べられているものとして、H. Helvajian edit.: Aerospace Systems, The Aerospace Press AIAA Inc. (1999) pp. 657–696
- [2] たとえば、A. H. Epstein, *et al.*: Micro-Heat Engines, Gas Turbines, and Rocket Engines — The MIT Microengine Project —, 28th AIAA Fluid Dynamics Conference, 4th AIAA Shear Flow Control Conference, AIAA 97-1773 (1997)
- [3] 田中秀治, 他: 微細シリコンモールドを用いる炭化珪素反応焼結成形法の研究, 電気学会センサ・マイクロマシン準部門総合研究会, MM-99-22 (1999) pp. 1–6
- [4] S. Sugimoto, *et al.*: Silicon Carbide Micro-reaction-sintering Using A Multilayer Silicon Mold, IEEE MEMS 2000 (2000) pp. 775–780
- [5] 新しいものとして、F. A. Khan and I. Adesida: High rate etching of SiC using inductively coupled plasma reactive ion etching in SF_6 -based gas mixtures, Appl. Phys. Lett., **75**, 15 (1999) pp. 2268–2270
- [6] 田中秀治, 他: Air-turbine-driven Micro-polarization modulator for Fourier Transform Infrared Spectroscopy, 第 17 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム, 2000 年 5 月発表予定
- [7] 釜土敏裕, 他: マイクロタービン内部流の数値解析, 日本航空宇宙学会第 31 期年会講演会, 2000 年 3 月発表予定
- [8] K. Nakahashi, *et al.*: Applications of Unstructured Hybrid Grid Method to High-Reynolds Number Viscous Flows, International J. Numerical Methods in Fluids, **31** (1999) pp. 97–111