

## M-3

## 紫外線硬化樹脂を用いた静電気力顕微鏡用微細加工センサの強度増強の検討

## Study on strength improvement of micro-fabricated sensor using UV curable resin for electrostatic force microscopy

○政 秀彰<sup>1</sup>, 田中 郁也<sup>1</sup>, 伊藤 弘朗<sup>2</sup>, 芦澤 好人<sup>3</sup>, 東尾 順平<sup>4</sup>, 上原 利夫<sup>4</sup>, 中川 活二<sup>3</sup>  
Hideaki Tsukasa<sup>1</sup>, Fumiya Tanaka<sup>1</sup>, Hiroaki Ito<sup>2</sup>, Yoshito Ashizawa<sup>3</sup>, Jumpei Higashio<sup>4</sup>, Toshio Uehara<sup>4</sup>, Katsuji Nakagawa<sup>3</sup>

It is important to apply a finer sensor tip to improve the spatial resolution of the electrostatic force microscopy (EFM). The finer tip, however, can be easily broken when the tip contacts the surface under test. We tried to coat the tip with ultraviolet curable resin to improve its strength against the contact with the surface under test. The resin was cured by an ultraviolet light after dipping. The effect to achieve the higher strength was examined, and some improvement was observed.

## 1. 研究背景

現在, 低消費電力デバイス用電源として, 振動や熱などの周りの環境から採取できる微小なエネルギーを電力に変換する環境発電が期待されており, その 1 つに エレクトレットを用いた振動発電がある。<sup>[1]</sup> エレクトレットとは, 半永久的に電荷を保持する事が可能な誘電体のことである. エレクトレットを用いた振動発電のためには, その表面電位分布を評価する必要があるため, 高電圧, 高空間分解能, 非接触で測定可能な静電気力顕微鏡 (Electrostatic Force Microscopy: EFM)を用いた評価を検討している. 我々が使用している EFM は空間分解能が  $5 \mu\text{m}$  程度であり,  $\pm 1 \text{ kV}$  までの高電圧を非接触で測定することが可能である. また, エレクトレットに帯電している電荷分布を評価するには, 空間分解能を  $5 \mu\text{m}$  より更に向上する為にセンサ先端を微細加工することでセンサの先鋭化を行い, 微小な範囲での測定を可能とし, 空間分解能が向上させた<sup>[2]</sup>. しかし, センサ先端を先鋭化することで強度が低下するという問題点がある. そこで, 微細加工を行ったセンサ先端に紫外線硬化樹脂をコーティングすることによるセンサの強度増加を検討した.

## 2. 静電気力顕微鏡用微細加工センサ

集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) を用いて, 先端  $5 \mu\text{m}$  程度の EFM 用センサの先端を  $0.5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  に加工した. Figure 1 に加工のイメージ図を示す. 強度と空間分解能を両立するために段々に細くなる加工を行った。<sup>[1]</sup> しかし, Figure 1 のように作製を行ってもまだ強度不足により破損してしまう. FIB により微細加工を行ったセンサの走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy : SEM) で撮影した画像より, ほぼ設計通りに作製できていることを確認した.

## 3. 紫外線硬化樹脂の被覆方法

FIB で微細加工したセンサ先端を紫外線硬化樹脂で被覆することにより, 強度の増強を検討した. Figure 2 のように平板上のくぼみに入れた紫外線硬化樹脂に, 微細加工センサの先端を光学顕微鏡を用いて確認を行い  $100 \mu\text{m}$  程度浸漬を行った. 浸漬した微細加工センサを取り出して紫外線を照射し硬化を行った. 紫外線硬化樹脂には, 紫外線硬化型エポキシ樹脂 (テスク社製) を用いた. 被覆量の制御性の検討として粘性  $700 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  及び  $100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  の紫外線硬化樹脂を用いた. 波長  $365 \text{ nm}$ , 照度  $300 \text{ mW}/\text{cm}^2$  の紫外線を, 微細加工センサ正面から  $120 \text{ s}$  照射することで, 硬化を行った. また, 厚みを増やすことを意図して, 浸漬及び硬化を 20 回繰り返した.

## 4. 粘性条件の検討

まず, 粘性が  $100 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $700 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  の紫外線硬化樹脂の付着量の比較検討を行

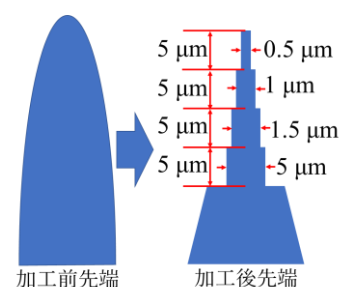


Figure 1. Processing image

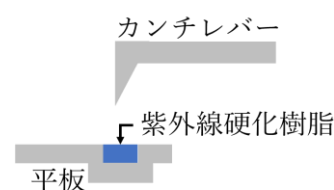
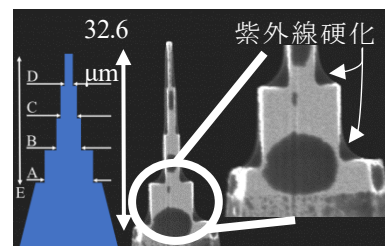


Figure 2. Dip method

Figure 3. SEM image of micro-fabricated sensor tip covered with UV curable resin with viscosity of  $700 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 

1: 日大理工・学部・電子 2: 日大理工・院(前)・電子 3: 日大理工・教員・電子 4: トレック・ジャパン株式会社

った。浸漬・硬化は 1 回とした。紫外線硬化樹脂被覆前後の微細加工センサを SEM で観察し、SEM 画像から付着量を評価した。測定位置は、段々に 4 段階に加工した根元部分の A~D (Figure 3) とした。粘性 700 mPa・s の付着画像を Figure 3 に示す。段の根本に紫外線硬化樹脂が被覆されていることが確認される。粘性 100 mPa・s、700 mPa・s の紫外線硬化樹脂被覆前後の寸法を Table 1 に示す。粘性 100 mPa・s と 700 mPa・s の紫外線硬化樹脂を被覆する前後の差分から、粘性が高い 700 mPa・s の方がより多く段々に 4 段階に加工した根元部分に付着することが確認できた。

そこで、より厚い紫外線硬化樹脂で被覆するために、粘性 700 mPa・s の紫外線硬化樹脂を 20 回浸漬及び硬化し、厚みを評価した。その時の段々に 4 段階に加工した根元部分の紫外線硬化樹脂付着量の差分を Table 2 示す。微細加工を行った 4 段階に加工した幅の広い A, B は紫外線硬化樹脂が多く付着し厚みが増加していたが、先端の幅の狭い C, D については、繰り返し紫外線硬化樹脂を被覆した効果は確認できていない。

Table 1. Comparison of adhesion amount of different viscosity

位置	100 mPa・s				700 mPa・s			
	A	B	C	D	A	B	C	D
被覆前 [μm]	7.5	2.4	1.7	0.8	7.2	2.6	1.6	0.5
被覆後 [μm]	11.1	5.7	2.3	1.6	11.4	6.4	2.6	1.6
厚み [μm]	3.6	3.3	0.6	0.8	4.2	3.8	1.0	1.1

Table 2. UV curable resin 20 times dipping hardening before and after Comparison result

位置	A	B	C	D	E
浸漬前 [μm]	8.6	2.3	1.5	0.6	32.5
浸漬後 [μm]	13.7	6.8	2.4	1.1	32.8
差分 [μm]	5.1	4.5	0.9	0.5	0.3

### 5. 紫外線硬化樹脂被覆微細加工センサの強度試験

紫外線硬化樹脂を 20 回浸漬・硬化した微細加工センサをステージ接触後 1 μm 押し込み、その前後の形状を、SEM を用いて評価した (Figure 4)。 (a) 接触前の SEM 像で、 (b) が押し込み後の SEM 像である。押し込み後の微細加工センサにおいても従来のような根元から折れ曲がる様子は確認されなかった。接触前及び押し込み後の SEM 像から算出した全長 E 及びその差分を Table 3 に記す。押し込みによる長さ E の変化分は 0.1 μm であり、先鋭化センサ先端部分がほとんど破損していないことが確認出来た。

一方、同一の浸漬及び硬化プロセスにおいても付着量が異なる場合があること、また付着量が少ない場合には、押し込みにより先鋭化センサ先端部分が折れ曲がる現象が観測されており、先端部分から根元まで定量的に再現よく紫外線硬化樹脂が付着する方法を検討する必要がある。

### 6. まとめ

紫外線硬化樹脂を浸漬及び硬化することで、微細加工された部分が被覆された。被覆回数を増加させたら A, B 部分は厚くなったが先端の C, D 部分は繰り返し効果が確認できなかった。また、今後は紫外線硬化樹脂を定量的に付着させる方法を検討していく必要がある。

### 7. 謝辞

本研究は、JST CREST JPMJCR15Q3 「高出力環境発電のための革新的エレクトレット材料の創成」の支援を受けた。探針の強度の増強に関して議論頂きました東京大学の鈴木雄二教授に感謝します。

### 8. 参考文献

- [1] 鈴木学 他: 「静電気力顕微鏡における空間分解能向上のためのセンサ先端部の先鋭化」, 平成 28 年度日本大学理工学部学術講演会論文, M-9.
- [2] 鈴木学: 「MEMS エレクトレット発電機のための静電気力顕微鏡用センサの微細加工と高空間分解能表面電位計測法の検討」, 平成 29 年度修士論文.
- [3] 鈴木雄二: 「総論: 環境発電の意義」, 環境発電ハンドブック, 篠原真毅 他 (編), pp.3-11, (株) エヌ・ティー・エス, 東京, 2012.

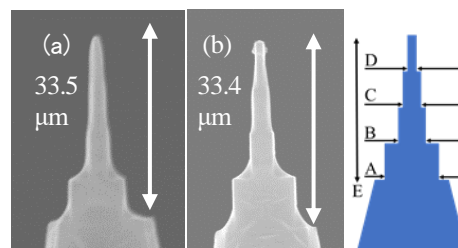


Figure 4. SEM images of sensor tip, (a) before contact with sample surface and (b) after one push to sample.

Table 3. Results of total length comparison before and after sensor contact

接触前 [μm]	押し込み後 [μm]	厚み [μm]
33.5	33.4	0.1