

## 論文の内容の要旨

題目：Needle Sharpening by Ion Sputtering

(イオンスパッタリングによる針の尖鋭化)

名前：アレクセイ レムネフ

Alexey Remnev

よりシャープな先端を作る方法は、多くの産業分野にとって重要である。先端の尖鋭化には様々な方法があるが、最も進歩した尖鋭化方法の 1 つは、イオンスパッタリングによるものである。イオンスパッタシャープニング (ISS) は、主としてトンネル特性が向上したマイクロプローブおよび電界エミッタを製造するために利用されている。一方、医療用皮下注射針や外科用針などのより大きなものの先端は、ISS 処理によって改善され、注射力の減少および医療処置による痛みの軽減をもたらすことができる。医療用針の場合には、マイクロプローブおよびエミッタの場合よりも多くのスパッタリングが必要となる。また、医療分野でよく利用されている SUS304 合金のような複雑な多元素材料への適応が必要となる。

本研究の目的は、1) 医療用針の改良のための ISS 法および装置の開発、2) 尖鋭化機構の理論的および実験的検討、3) ISS 加工針の評価である。

まず、医療用針加工のための ISS 法について説明する。ワークピースへのイオン輸送の 2 つの異なる方法を検討した。1 つの方法では、低エネルギーイオン源として大容積放電プラズマおよび負バイアスによる低エネルギーイオンの加速を用いた (いわゆるイオンプラズマシャープニング、IPS 法)。もう一つの方法では、自公転しているニードルアレイを高運動エネルギーの幅広いビームに曝すことを用いた (いわゆるイオンビームシャープニング法、IBS)。

IPS 加工は、バイアス電圧を印加されたニードル周囲のデバイシース形成およびシース内のイオン加速が主な特徴である。プロセス評価を定行的に行うために、イオン経路シミュレーションの簡易準解析アプローチを用いた。IPS 加工の場合には、イオン流は針内の非常に非線形の静電界 (プラズマ境界隙間) が原因で針表面に非常に不均一に分布していることが分かった。IPS 法の場合のスパッタエロージョンは著しく異方性であり、処理されている針の幾何学的変形をもたらすはずであると仮定された。プラズマ密度、印加されたバイアス、イオン流の分布、期待される針の形状の相互作用の傾向が得られ、実験の計画作成に用いられた。

IPS 加工と対照的に、IBS 加工法は適切な針の回転およびスキヤニングが実施されたとき、比較的簡便に試料の幾何学的変形を伴わずに、高等方性のスパッタエロージョンが得られることが示された。ニードルアレイ構成に関連したイオンシャドウイングの手法が特徴づけられた。

次に、実験セットアップを製作した。IPS 加工法の場合、必要な密度の体積プラズマを生成するために、中空陰極と熱フィラメントを有する三極管型プラズマ発生器 (PG) を利用した。このプロジェクトのために特別に設計されたスキヤニング型マルチポイント Langmuir プローブを用いて、PG のプラズマ密度の分布を測定した。プローブを PC に接続し、選択された平面内の 3 次元のプラズマ密度分布を記録した。しかし、PG プラズマ密度分布が元の形では不適切であることが判明した (半値全幅、FWHM = 250mm)。したがって、PG を最適化し、広い領域にわたる密度分布の有意な改善を得た (FWHM = 800mm)。最適化された PG により、より効果的な加工と均質な結果を得た。プラズマのパラメータは最適化後の I-V カーブに基づき決定した。研究対象となったアプリケーションの最も重要なパラメータの 1 つであるイオン飽和電流は、 $0.36 \text{ mA/cm}^2$  と測定された。

IBS 加工法の場合、セットアップは加工領域 (自公転するニードルアレイの位置) が陽極層の対象となるいくつかの閉じた電子ドリフトのイオン源 (CDIS) からなっていた。このセットアップにとって針の自公転運動の必要性が強調された。CDIS の動作パラメータの最適化が行われた。適用された電圧およびガスの流速は、発生する高運動エネルギーイオンのイオン流にとって最も重要なパラメータであることが分かった。

イオンスパッタリングによる表面形状の変化を、原子間力顕微鏡 (AFM) および走査形電子顕微鏡 (SEM) を用いて IPS と IBS の両方の加工方法について調べた。磨かれた SUS304 の表面 (平均表面粗さ  $R_a \sim 2 \text{ nm}$ ) の Ar<sup>+</sup>イオンによるスパッタリングでは、サブマイクロメートルレベル ( $R_a \sim 34 \text{ nm}$ ) で著しく表面を劣化させることが分かった。IPS および IBS 加工中のナノレベルの表面粗化を防止するために、新しい方法を導入した。この方法では、少量の化学的に活性なガス (N<sub>2</sub> および O<sub>2</sub>) のメインな Ar ガスへの制御された添加が利用された。この方法により表面の粗さを  $R_a \sim 34 \text{ nm}$  から  $R_a \sim 1.5 \text{ nm}$  まで有意に減少させることができた。表面形状の変化は、確立されているシグマントとブラッドリー・ハーパーモデルの観点から考察した。これらのモデルでは、局部表面曲率と局所イオンスパッタリング収率との間の関係は表面粗化を促進するが、拡散性のプロセスが表面平滑化を促進する。Ar<sup>+</sup>イオンによるスパッタリングの場合の表面粗化と平滑化とのバランスは、前者 (粗化) により強く影響を受け、トポグラフィが形成されるが。他方では、表面の酸化および窒化の場合、エロージョンの抑制および原子移動度の向上によってそのバランスが後者 (平滑化) の方にシフトするらしい。従来発表されたその他の可能性のあるメカ

ニズムも議論された。このスパッタリングの効果は、SUS304 以外の様々な材料や異なる方法で認められたため、スパッタリングはこの論文で論じられている用途以外の基本的性質と利用可能性を持つことが示唆された。

次に、いくつかのタイプの医療用針を ISS 法での処理を試みた。SEM 観察により、IBS 法のプロセスパラメータを適切に選択すれば、優れたマイクロバリ取りおよび針エッジの  $\sim 10\text{nm}$  半径までの尖鋭化を達成できることが示された。また、IBS 法で処理された針を共焦点レーザ顕微鏡で観察し、バリ取り、先鋭化および表面形態の変化を定量的に評価した。シミュレーションによって予測されたことと同様に、IPS 法は顕著な変形をもたらし、その変形はプロセスパラメータで制御することができた。わずかに突出している縁部および頂部に応力が集中するため、IPS 法によってできた針の非直線的な形状が皮膚切開に有用であることが示唆された。IBS/IPS 法により処理された針の表面粗さは、活性ガス添加による粗化防止の影響を受けやすいことが示された。IPS/IBS 処理後の針によるプラスチックフィルムへの刺通に必要な力を測定し、研削された針と比較して 50%以上の力の減少、電解研磨 (EP) 加工針と比較して 10%以上の力の減少を示した。

IPS および IBS 法のそれぞれのバリ取りとシャープニングメカニズムの違いを、2 つの設定でのイオンフラックスの空間的分布の視点から議論した。IBS 法で得られるエロージョンの等方性が良好であるため、表面特異性除去のために IBS 法はより効率的であると結論づけられた。一方、IPS 法はその異方性とその後のシャドーイング効果が原因で、特異性の裏表面にマイクロヒロックを形成することが判明した。したがって、この結果に基づき、特定の針タイプおよび初期条件に合わせ、適切なタイプの処理の選択を行うことができる。

この研究結果に基づき、イオンスパッタリングによる尖鋭化は、医療用針仕上げのための新規かつ有効な方法であると結論付けられた。