

(様式第5号)

LIGA 微細加工で製作された Ni 製マイクロフィラメントが示す特異的物性の発現機構とフェルミ準位近傍の電子密度状態、マイクロ構造との相関(Ⅱ)

Correlation between the characteristic material properties and the electronic density of band-states & localized microstructure for Ni ions of the micro-filaments made by the LIGA micromachining(II)

日高昌則^{1,4}、野上大史²、竹下俊弘²、岩崎渉³、常葉信生⁴、河崎将市⁴、秋山博臣⁵、藤井弘也⁶
M.Hidaka, H.Nogami, T.Takeshita, W.Iwasaki, N.Tokiwa, S.Kawasaki, H.Akiyama, H.Fujii

1;九州大学大学院工学研究院 機械工学部門 2;九州大学大学院工学研究院 システム生命科学府
3; 産業技術総合研究所 生産計測技術研究センター九州大学工学部機械航空学科 4;田口電機工業
技術課、5; 宮崎大学教育文化学部、6; 大分大学教育福祉科学部

1:Department of Mechanical Engineering, Graduate School of Engineering, Kyushu University 2;Graduate School of System life Sciences, Kyushu University, 3; Measurement Solution Research Center, National Institute of Advance Industrial Science and Technology 4;Technical Section, Taguchi Plating Industry, Co. Ltd 5;Faculty of Education and Culture Graduate School of Education, Miyazaki University 6;The Faculty of Education and Welfare Science Graduate School of Education, Oita University

1. 概要

LIGA 微細加工により製作されたNi製蛇行線マイクロフィラメントの内部抵抗は、“光”、“熱”および“指圧”の外部作用に敏感に感応することが明らかになった。これらの協同的な感応は、これらの外部作用に誘起される共通の物性特性が関与していることが推測される。この特異的な物性発現機構を研究するために、マイクロフィラメントから放出されるNi-K吸収端近傍の蛍光XAS(XANES、EXAFS)を測定した。特に、これらの外部作用と XANES (pre-edge,main,intermediate) との相関により、Ni製マイクロフィラメントを構成しているマイクログレインのフェルミ準位近傍の電子密度状態、Niイオン周辺の局所構造特性を調べた。

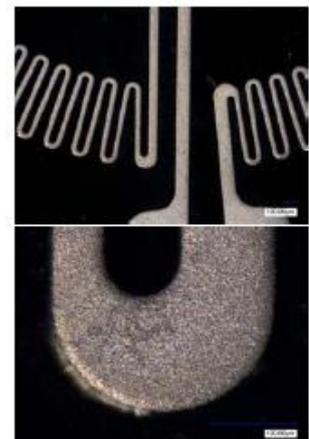
(English)

We found that the inner resistance of Ni-meandered micro-filaments made by a LIGA micro-machining is more sensitive to applied actions of light, heat and/or force. To study a mechanism for these functional properties, the fluorescence XAS including XANES and EXAFS were measured near the Ni-K edge of the micro-filaments. Especially, the electronic density of states very close to the Fermi level of Ni and the local structures around Ni ions were investigated by the correlation between the applied actions and the XANES in the pre-edge, main and intermediate regions.

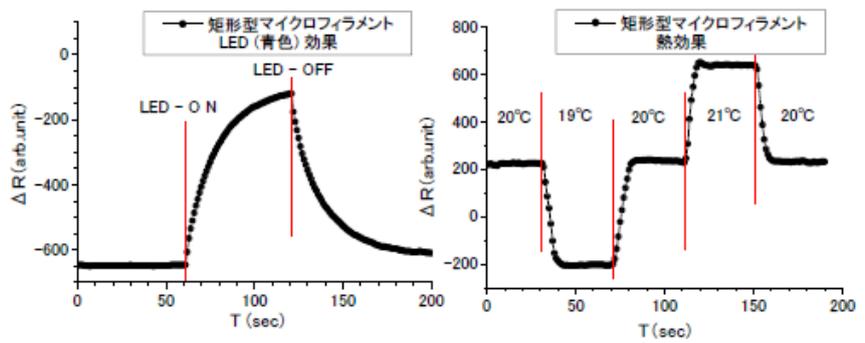
2. 背景と目的

現在、シンクロtron光からの高輝度X線(SL-LIGA) および高出力紫外線(UV-LIGA)を使用して、LIGA 微細加工による各種マイクロパーツ製作の技術開発研究を行っている。本実験で使用するマイクロフィラメントは指圧センサー、すべり検出センサー、すべり変位検出センサーなどの素子用に開発されたものである。右上図は、2重の円環蛇行線構造をもつNi製マイクロフィラメントのマイクロスコップ撮像を示す。右下図はこの拡大撮像である。この円環型マイクロフィラメントは外形:直径 8mm、厚さ;約 18 μ m、線幅;約 30 μ m、内部抵抗値;約 20 Ω である。本研究では、4重、6重の矩形蛇行線構造をもつマイクロフィラメントも使用する。右図のこれらのNi製マイクロフィラメントは約 1-2 μ m のNiマイクログレイン粒子集合体から形成されている。

現在、各種のセンサーに応用するマイクロフィラメントのマイクロ構造の技術開発を行っている。本技術開発研究では、試作センサー基板ホルダーシ

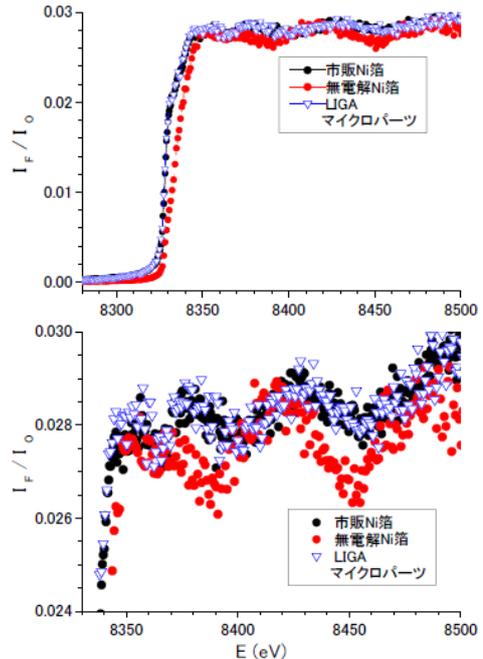


ートに、円環型および矩形型マイクロフィラメントを搭載したマイクロフィラメント素子を使用して実験を行っている。右図には、LED青色光を利用した光感応実験と、ペルチエ式放熱板を利用した熱感応実験での計測結果が示されている。LED青色光は熱効果を抑制するために利用した。



いずれのグラフも、縦座標(I_F/I_0)はマイクロフィラメント内部抵抗値の変化量 ΔR (arb.unit.)、横座標は計測時間(sec)を表示している。指圧効果の ΔR 計測実験検証も行ったが、マイクロフィラメントが示す内部抵抗値の変化量 ΔR が外部作用(光、熱、指圧)に対して敏感な感応を示すことが明らかになった。

このNi製マイクロフィラメント素子が保有する特異的な物性・素材特性の発現機構を解明するために、昨年度の実験では、Ni-K吸収端近傍のXAS(XANES、EXAFS)分光を測定して、フェルミ準位近傍の電子密度状態(DOS)およびNiイオン周辺の局所構造特性と物性発現機構との相関を調べた。しかし、Ni製マイクロフィラメント素子から放出されるNi-K吸収端近傍のXAS測定データは、各エネルギー値において極めてカウント数のバラツキが大きかった。右上図の計測データは、市販のNi箔、無電解めっきのNi箔、LIGAにより製作されたNi製マイクロパーツによるNi-K XASを表す。無電解Ni箔は製作工程により主に非晶質Niを形成する。しかし、LIGA-Ni製マイクロパーツは市販のNi箔とほぼ同一のXASを示す。これは、LIGA-Ni製マイクロパーツの約 $1\text{-}2\mu\text{m}$ のNiマイクログレイン粒子群が理想的な結晶構造を保持していることが確認される。右下図は上図のエネルギー領域; $8330\text{eV}\text{-}8500\text{eV}$ における計測データの拡大図であるが、各エネルギー値での計測(I_F/I_0)カウント数に大きなバラツキが観測された。この要因は、前回使用したエネルギー分散型半導体X線検出器の受X線窓(約 $7\text{mm}\times 7\text{mm}$)が小さいことが推測された。従って、本実験では、Ni製マイクロフィラメント素子から放出される蛍光X線を効率的に検出するために、広い受X線窓(直径; 約 100mm)をもつ2次元X線検出器・ライトル検出器を使用した。



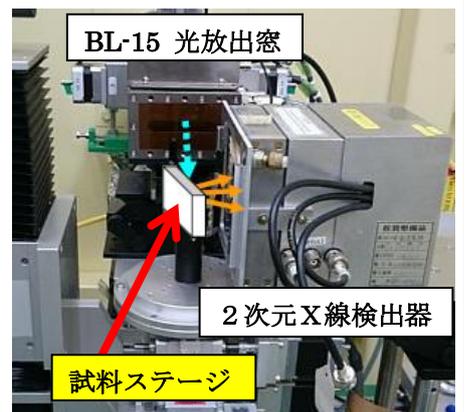
3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

[試料]

実験に使用したLIGA-Ni製マイクロフィラメント(円環型、矩形型の多重蛇行線構造)は田口電機工業で製作された。これらのNi製マイクロフィラメントを各種センサーに用いる試作センサー基板ホルダー上に搭載して、マイクロフィラメント素子を作製した。なお、これらのマイクロフィラメントの持つ特異的な素材・物性研究は田口電機工業と九州大学工学研究院・機械工学部門 澤田研究室との共同研究である。

[実験方法]

Ni製マイクロフィラメントの電気的特性と外部作用との特異的な感応相関性を調べるために、右図の様な実験装置系をBL-15ビームライン実験ハッチ内に仮設して、マイクロフィラメント素子表層部から放出されるNi-K吸収端近傍の蛍光XASを測定した。光励起、熱励起、指圧実験には、それぞれの専用の簡易試料ステージを製作した。特に、外部作用(光、熱、指圧)の印加下でのマイクロフィラメント内部抵抗値の変化量 ΔR と蛍光XASとの計測を同期化できる装置系で実験を行った。実験では、測定エネルギー領域はNi-K吸収端(8330eV)近傍の約 $-150\text{eV}\sim +150\text{eV}$ で、試料への入射X線光子(I_0)と試料表層部からの蛍光X線光子(I_F)の計測は同期化された。ただし、前述した様に、前回の実験装置系の大幅な改良として、蛍光XAS計測には広面積の受X線窓をもつ2次元X線検出



器・ライトル検出器を使用した。

[解析方法]

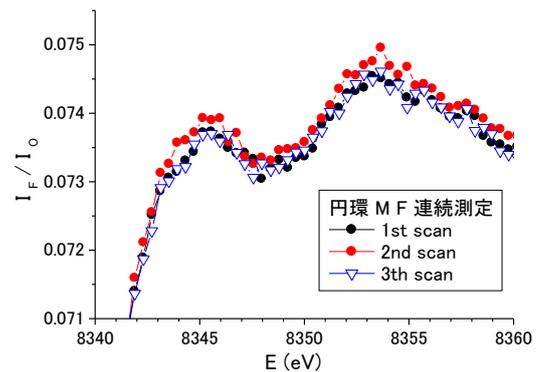
前回の実験で測定したNi製マイクロフィラメント表層部から放出された蛍光XAS (XANES、EXAFS)は、全エネルギー測定値において計測カウント数の大きなバラツキがあった。従って、この計測スペクトルはスムージングによるデータ解析が必要であった。しかし、本実験では、その解析法は不必要であった。

4. 実験結果と考察

[実験方法]

本研究で使用したNi製マイクロフィラメント素子の内部抵抗値の変化量 ΔR と外部作用(光、熱、指圧)との相関を明らかにするために、前図の様な実験配置で無外部作用($F=0$)、光励起、熱励起下での蛍光XASを測定した。通常は、佐賀LSのシンクロtron光は加速器の蓄積リングに電子塊(バンチ)を入射後、リング内でモニターされる蓄積電流は逐次減衰する。従って、①測定系として、試料への入射X線光子(I_0)と試料表層部からの蛍光X線光子(I_F)の計測の同期化およびその計測値の規格化解析が重要となる。また、②個々の計測中における試料の電子的、構造的な安定性の評価も重要となる。

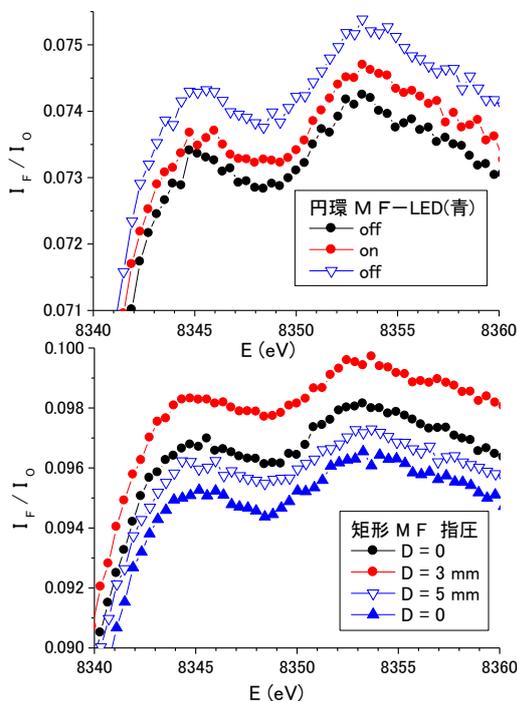
本実験の第一段階として、九州シンクロtron光研究センター(佐賀LS)のBL-15ビームの光特性およびNi製マイクロフィラメント素子の電氣的、構造的な安定性を検証するために、外部作用の無い状態($F=0$)で2重円環型マイクロフィラメント素子(円環MF)のNi-K吸収端近傍における蛍光XASの連続測定を行った。測定した全エネルギー領域においては約10分間の計測時間であるので、この検証実験は計測開始から20分間隔ごとに蛍光XASを3回連続計測を行った。これらの測定結果が右図に示されている。この図により、前実験よりも、各エネルギー値におけるカウント数は高精度に計測できていることが明らかである。従って、本実験の前提条件である①、②はクリアされた。



左上図には、右上図で使用した円環MFに小型LEDの青色光を照射した実験結果が示されている。しかし、実験では、円環MFの光応答は認められるが、この光外部作用は非可逆過程であることが明らかになった。

左下図には、6重の矩形蛇行線構造をもつマイクロフィラメント素子(矩形MF)に、市販の直進式マイクロゴニオヘッドで指圧外部作用を印加した実験結果が示されている。図表示の“D”はマイクロゴニオヘッドの移動距離を表しているが、 $D=5\text{mm}$ で約0.6Nの指圧に相当している。この実験でも、指圧外部作用は非可逆過程であることが明らかになった。

一般に、XASスペクトルでのmain-XANES領域は、X線吸収端 E_0 ($=0\text{ eV}$)から約30 eVである。従って、本実験で使用しているNi製マイクロフィラメントの E_0 は約8330 eVであるので、このXANES領域は $E_0 \sim 8360\text{ eV}$ に相当する。このmain-XANESは E_F ($\sim E_0$)近傍の伝導帯最低部の電子密度状態の情報を与える。従って、左上下図は、本研究で製作したLIGA-Ni製マイクロフィラメントの E_0 近傍の電子密度状態が外部作用(光、熱、指圧)に対して非可逆過程であることを示唆する。



5. 今後の課題

この報告書で上述した様に、LIGA-Ni製マイクロフィラメントの内部抵抗値の変化量 ΔR は現有の自作したひずみ感応装置で高感度に計測できるが、外部作用(光励起、熱励起、指圧)とNi-K吸収端の E_0 近傍における電子密度状態の非可逆過程との相関は、今後の研究課題である。特に、この様な内部抵抗値の変化量 ΔR の非平衡履歴現象は、マイクロフィラメントを形成しているNiマイクログレイン粒子集合体のナノ・マイクロスケールの局所構造的、電子的特性が関与していることが推測される。従って、LIGA微細加工

によるNi製マイクロフィラメントの製作条件も技術開発研究が望まれる。また、マイクロフィラメント作製に他の遷移金属を使用することも検討中である。

これらの技術開発研究と併行して、現在、これまで使用したひずみ感応装置の大幅な改造を行っている。もし追加実験の機会があれば、この新しい感応装置系と本実験で極めて有効であった今回のX線光学系とを使用して、指圧外部作用とLIGA-Ni製マイクロフィラメントのE₀近傍の電子密度状態との相関を調べたい。特に、新しい改造ひずみ感応装置系では、指圧外部作用としてマイクロゴニオヘッドの直進距離の計測ではなく、市販のフォースゲージを組み込んでいる。従って、静的、動的な指圧外部作用を定量的に同時計測できるシステムになる。また、今回の実験で明らかになった各種センサーに用いる試作センサー基板ホルダーの改造も実施したい。更に、LIGA-Ni製マイクロフィラメントは磁気特性を持つので、新たな外部作用として磁気効果も検討している。

6. 参考文献 該当なし

7. 論文発表

シンクロトン光・高輝度X線を利用する深刻X線リソグラフィによる LIGA 微細精密めっき加工の技術開発
日高昌則、常葉 信生、河崎 将市、田口英信、九州シンクロトン光研究センター、2009-2010 年報(35-38)

8. キーワード

多重蛇行線マイクロフィラメント、LIGA 微細加工、電子密度状態 (DOS)

9. 研究成果公開について

短期産学連携コースのため、該当なし。