

# インプロセス計測のための光 MEMS 粘性センサーの開発 -焦点位置制御型センサーシステムの設計・製作および評価-

## Development of Optical MEMS Viscosity Sensor for In-process Measurement - Design, Fabrication and Evaluation of Sensor System with Focus Position Control Mechanism -

80717080 長町隆介 (Ryusuke Nagamachi)

Supervisor: 長坂雄次 (Yuji Nagasaka)

### 1 結 論

各種産業分野においてインプロセス粘性計測への需要が高まっている。電子デバイス製造における有機薄膜等の成膜工程では、粘性率変化が膜質・膜厚や均一性に大きな影響を与え、製品の最終的な歩留まりを左右する。インプロセスで粘性率のリアルタイムモニタリングが可能になれば、プロセス制御により、品質および生産効率の劇的な向上が望める。しかし、回転式、細管式等の従来計測法はバッチ計測が前提であり、成膜過程における粘性変化をインプロセスで計測することは原理的に不可能である。振動式に関しても試料との接触を要するほか、溶剤蒸発や攪拌機等による外乱振動の影響により、再現性や精度に欠け、導入が困難である。そこで本研究では、インプロセスでリアルタイム計測が可能な光 MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) 粘性センサーの開発を目的としている。本センサーは光学的手法により非接触リアルタイム粘性計測が可能である。また、従来法と比べ遥かに小型であり、製造ラインへの設置が容易であるほか、アレイ化による多点同時測定より、試料面内マッピングも実現可能となる。本研究では、インプロセス計測時に無視できない試料蒸発や外乱振動による影響を大幅に低減するため、焦点位置制御型センサーシステムを設計し、微細加工技術を用いたデバイス製作を行った後、インプロセス計測への適用可能性について実験的検討を行った。

### 2 光 MEMS 粘性センサーの構成および測定原理

光 MEMS 粘性センサーを Fig.1 に示す。本センサーは指先に乗るほど小型なチップデバイスである。2 本の加熱光用ファイバー (Photonic Crystal Fiber : PCF) および 3 本の観察光用ファイバー (Collimate Lensed Fiber : CLF) を保持するための構構造とバネ構造を MEMS 技術により高精度で製作した。装置図及び測定原理図を Fig.2, Fig.3 にそれぞれ示した。2 本の PCF から同時に射出されるパルスレーザーを試料液面で 2 光束干渉させると、瞬時に正弦波状の温度分布が形成され、この温度分布に伴う体積膨張により液面には微細な表面波が誘起される。CLF 1 から観察用レーザーを誘起した表面波に入射させると、表面波が動的回折格子の役目を果たし、回折光が生じる。この 1 次回折光強度変化を CLF 2 により検出することで高速な表面波の振幅挙動を観察し、粘性率と表面張力の測定を行う。

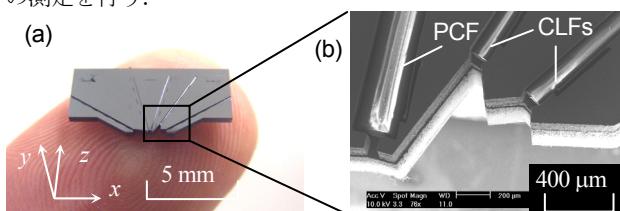


Fig.1 (a) Picture of optical MEMS viscosity sensor. (b) SEM image of microstructured device.

### 3 焦点位置制御型センサーシステムの構築

光 MEMS 粘性センサーによる測定では、Fig.3 に示したように、原理上全てのファイバー中心軸の延長線が試料表面の 1 点で交わる必要があり、液面 - センサー間距離を適切かつ一定に調節することが重要となる。インプロセス計測では、周辺機器から伝わる振動や試料蒸発などの外乱により液面高さが不安定となるため、測定が困難になる。そこで、光 MEMS 粘性センサーによるインプロセス計測を可能にするため、観察光の正反射光強度を利用した焦点位置制御機構を構築した。Fig.3 に示す様に、観察用レーザー出射用 CLF 1 と対向して CLF 3 を設置し、正反射光を検出する。液面上における  $z$  軸方向の点像分布関数はガウス分布であり、検出される正反射光強度が最大の時、焦点位置が液面にあるといえる。この特徴を利用して、検出される正反射光強度が最大となるようにピエゾ素子および PID 制御装置を用いて液面 - センサー間距離を制御し、焦点位置を液面に合わせる。

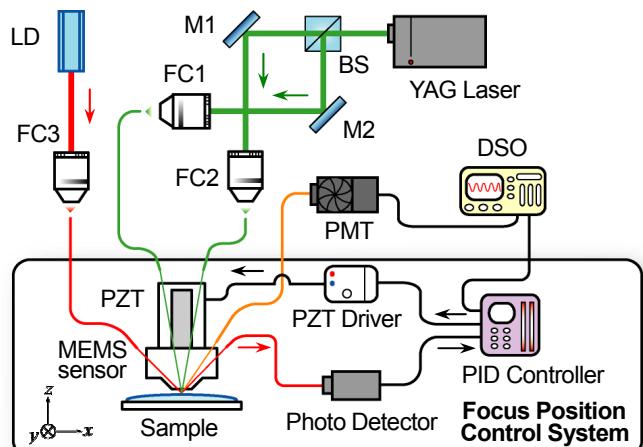


Fig.2 Experimental apparatus

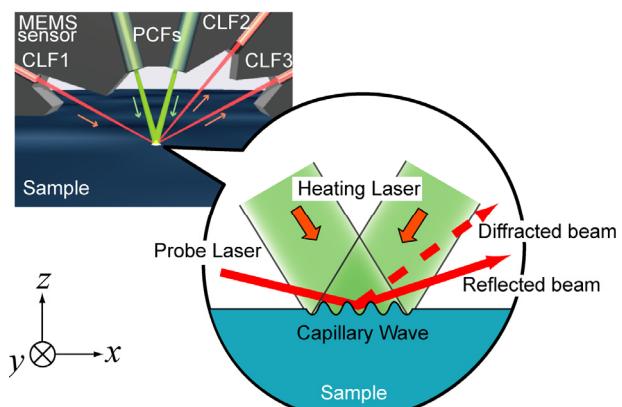


Fig.3 Principle of Optical MEMS Viscosity Sensor

## 4 焦点位置制御システム妥当性の検討

### 4-1 強制振動下における測定

焦点位置制御システムの妥当性を確認するため、微量の顔料を添加した水に振幅  $8 \mu\text{m}$ 、周波数  $25 \text{ Hz}$  の振動を加えて測定を行った。測定の安定性を評価するため、256回の測定を平均した信号波形を Fig.4 に示す。制御しない場合は、正反射光強度が安定せず、広くばらついていることが確認できる (Fig.4 (a) 左)。これは、外乱振動により焦点位置が試料表面に保たれていないことを意味する。その結果、信号検出回数が減る、あるいは信号光強度が著しく低下するなどの影響を受け S/N が悪化した (Fig.4 (b) 左)。一方、制御した場合は正反射光強度が最大値付近で安定して検出できていることが確認できる (Fig.4 (a) 右)。つまり、液面振動にセンサーが追従することで焦点位置が液面に保持されているといえる。強い信号光を安定して検出することが可能となり、S/N が 4.8 倍向上した (Fig.4 (b) 右)。以上から、インプロセス計測において不確かさの要因となる外乱振動の影響を大幅に低減できることが確認できた。

### 4-2 撥発性試料の測定

成膜過程では有機溶媒を用いることが多い、リアルタイム計測を行うには試料蒸発による液面低下に追従する必要がある。揮発性の高いアセトンに染料として微量の硝酸銅を添加した試料を用いて、試料蒸発への適用性について検討を行った。測定結果を Fig.5 に示す。信号波形は、約 2 分間に渡り検出した 256 回の信号を平均している。蒸発による液面低下速度は  $1 \mu\text{m}/\text{s}$  と非常に速く (Fig.5 (b))、本センサーの焦点深度が  $17.3 \mu\text{m}$  であることから、制御しなかった場合、18 秒程度で信号検出が不可能となる。しかし、焦点位置制御システムにより、高速な液面低下に追従して焦点位置を合わせることで、揮発性試料に対しても継続的なリアルタイム計測が可能であることが確認できた。

## 5 インプロセス計測に向けた液膜の測定

インプロセス計測への適用に向けて、液膜乾燥過程を模擬した粘性変化のリアルタイム計測を行った。試料には、粘性率の濃度依存性が顕著であるスクロース水溶液を選定した。スライドガラス上に  $100 \mu\text{l}$  滴下し、蒸発により固化するまでを連続的に測定した。試料は 36 分に渡り蒸発し、その間に信号波形は 2 つのピークをもつ波形から、1 つのピークをもつ波形を経て、最終的に過減衰を示す波形へと変化した。2 つのピークをもつ波形から 1 つのピークをもつ波形までの変化を検出した結果を Fig.6 に示す。本測定法理論より、第 2 ピークの振幅変化は粘性率変化を、第 1、第 2 ピーク間の時間差は密度や表面張力の変化を示している。Fig.6 (b) より、 $1.2 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  から  $11 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  までのダイナミックな粘性変化を連続的に捉えていることが確認できた。本結果は、液面低下に追従し、かつ高速非接触測定が可能な光 MEMS 粘性センサーであるからこそ、はじめて捉えられた現象であるといえる。以上から、光 MEMS 粘性センサーにより、従来法では困難であった、成膜過程におけるインプロセスでのリアルタイム粘性計測への適用可能性を示せたといえる。

## 6 結 言

- ◆ 観察光の正反射光を用いた焦点位置制御システムを設計し、微細加工技術を用いた光 MEMS 粘性センサーの製作および焦点位置制御型センサーシステムの構築を行った。
- ◆ インプロセス計測において問題となる試料蒸発および外乱振動による影響を焦点位置制御型センサーシステムにより大幅に低減できることを実験的に確認した。
- ◆ 光 MEMS 粘性センサーを用いて、従来法では困難であった液膜乾燥過程におけるダイナミックな粘性変化をリアルタイムで計測することに成功した。光 MEMS 粘性センサーのインプロセス計測適用可能性を示した。

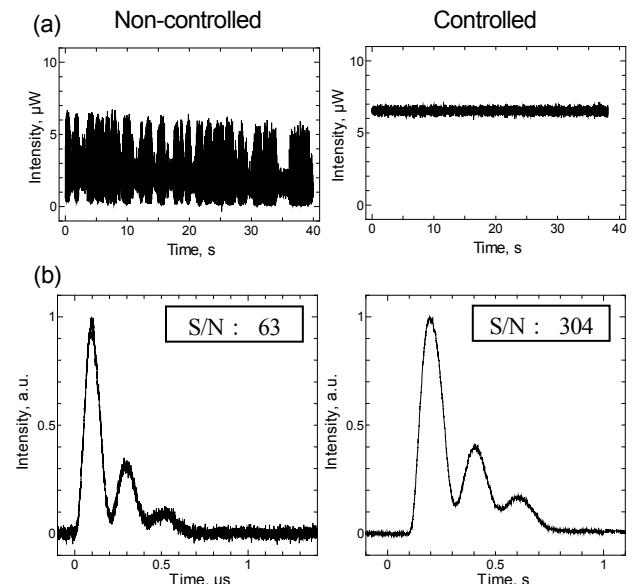


Fig.4 Comparison of detected signal between controlled and non-controlled under forced vibration. (a) Intensity of reflected beam. (b) Detected signal of diffracted beam.

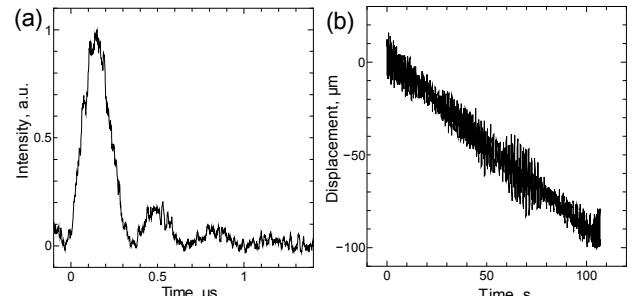


Fig.5 Measurement result for volatile liquid. (a) Detected signal of acetone with dye. (b) Drawdown caused by evaporation

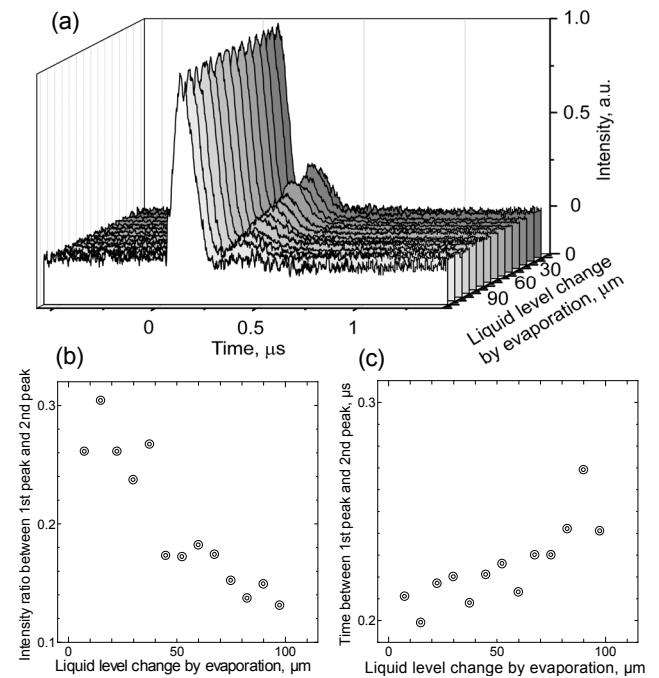


Fig.6 (a) Measurement result for viscosity change in drying process of liquid film. (sucrose aq. (17 wt%).) (b) Intensity ratio between 1<sup>st</sup> peak and 2<sup>nd</sup> peak. (c) Time between 1<sup>st</sup> peak and 2<sup>nd</sup> peak.