

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7008317号
(P7008317)

(45)発行日 令和4年1月25日(2022.1.25)

(24)登録日 令和4年1月13日(2022.1.13)

(51)国際特許分類		F I		
B 0 1 J	19/08	(2006.01)	B 0 1 J	19/08
B 2 9 C	71/04	(2006.01)	B 2 9 C	71/04
H 0 5 H	1/24	(2006.01)	H 0 5 H	1/24

請求項の数 3 (全8頁)

<p>(21)出願番号 特願2017-168155(P2017-168155)</p> <p>(22)出願日 平成29年9月1日(2017.9.1)</p> <p>(65)公開番号 特開2019-42668(P2019-42668A)</p> <p>(43)公開日 平成31年3月22日(2019.3.22)</p> <p>審査請求日 令和2年8月18日(2020.8.18)</p> <p>特許法第30条第2項適用 平成29年3月16日に日本機械学会関東支部第23期総会・講演会(開催場所: 東京理科大学 葛飾キャンパス、演題番号: WS0108-01、タイトル:「マイクログローコロナと固体試料の相互作用に関する基礎研究」)にて発表 平成29年3月15日に日本機械学会関東支部第23期総会・講演会講演論文集(CD-ROM)(発行者:一般社団法人日本機械学会、発行日:2017年3月15日、演題番号: WS0108-01、タイトル:「マイクログローコロナと固体試料の相互作用に関する基礎研究」)にて公表</p>	<p>(73)特許権者 305027401 東京都公立大学法人 東京都新宿区西新宿二丁目3番1号</p> <p>(74)代理人 100150876 弁理士 松山 裕一郎</p> <p>(72)発明者 角田 直人 東京都八王子市南大沢1-1 首都大学 東京 南大沢キャンパス内</p> <p>(72)発明者 宮川 力 東京都八王子市南大沢1-1 首都大学 東京 南大沢キャンパス内</p> <p>審査官 壺内 信吾</p>
--	--

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 放電加工装置及び表面処理方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

中央に開口部を有する板状電極としての円盤状の電極と、
電源に連結され、先端から放電可能に形成され且つ上記板状電極における上記開口部の中心に先端が位置する棒状電極と、
上記棒状電極の上記先端の近傍に位置し、加工対象試料を微細に位置決め可能に保持する試料保持部とを具備し、
上記棒状電極に対向する位置で且つ上記試料保持部の上記棒状電極の先端側の位置に、金属電極が配置されており、該金属電極は、その上記棒状電極側の表面に誘電体層が設けられている、ことを特徴とする放電加工装置。

【請求項2】

上記棒状電極が、先端が尖った針状の電極である請求項1記載の放電加工装置。

【請求項3】

請求項1記載の放電加工装置を用いた上記加工対象試料の表面処理方法であって、
上記棒状電極に交流電圧を印加し、上記棒状電極の先端にグローコロナを形成するコロナ放電工程と、
上記金属電極と上記棒状電極との間にバリア放電を生ぜしめるバリア放電工程とを行うことを特徴とする表面処理方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【 0 0 0 1 】

本発明は、グローコロナを安定的に発生させることができ、各種試料表面の処理を自在に行うことができる放電加工装置及び表面処理方法に関する。

【背景技術】

【 0 0 0 2 】

プラズマ技術は表面改質、薄膜堆積、生体組織の殺菌・滅菌および化学分析など、様々な用途で利用されている。その中でも、減圧環境を必要とせず、安価で簡便に利用できる大気圧非平衡プラズマが近年注目されている。現在研究が盛んなプラズマジェットや誘電体バリア放電は代表的な大気圧非平衡プラズマの一つである。

このようなプラズマ技術は特に各種物体の表面処理にも活用されており、例えば特許文献1等においてコロナ放電処理により表面加工を行うことが開示されている。

10

しかしながら、直径0.1mm以下の微小領域への局所的なプラズマの照射や反応は技術的に難しく微小領域の表面処理を行うことは困難であった。

発明者らは、過去にグローコロナに関する研究を行っており、既往のプラズマジェットよりも小さく且つ安定的にコロナ放電を行うことが可能である。

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 0 3 】

【文献】特開2014-78041号公報

【発明の概要】

20

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 4 】

しかしながら、グローコロナは、それ自体は極微小かつ安定したプラズマであるが、極微小ゆえに、加工対象試料と相互作用させるための操作が難しく、表面加工に際してグローコロナを安定維持することが難しいという問題があった。

したがって、本発明の目的は、各種資料の表面を微小に加工するに際してグローコロナを安定的に発生させて、加工対象試料と相互作用をさせてもコロナ放電を安定的に行うことができ、各種資料の表面を微小に加工することが可能な放電加工装置及び表面処理方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

30

【 0 0 0 5 】

本発明者らは、前記課題を解決するべく、グローコロナを形成するための放電装置について鋭意検討した結果、放電電極として針状の電極を用いて、その周囲を覆うようにホロー電極を設けた場合に、上記目的を達成し得ることを知見した。

【 0 0 0 6 】

本発明は、前記知見に基づきなされたもので、下記の発明を提供することにより、その目的を達成したものである。

【 0 0 0 7 】

1. 中央に開口部を有する板状電極と、
電源に連結され、先端から放電可能に形成され且つ上記円形電極における上記開口部の中心に先端が位置する棒状電極と、
上記棒状電極の先端の近傍に位置し、加工対象試料を微細に位置決め可能に保持する試料保持部とを具備することを特徴とする放電加工装置。

40

2. 上記棒状電極が、先端が尖った針状の電極である1記載の放電加工装置。

3. 上記棒状電極に対向する位置で且つ上記試料保持部の上記棒状電極の先端側の位置に、金属電極が配置されており、該金属電極は、その上記棒状電極側の表面に誘電体層が設けられている、1記載の放電加工装置。

4. 3記載の放電加工装置を用いた上記加工対象試料の表面処理方法であって、上記棒状電極に交流電圧を印加し、上記棒状電極の先端にグローコロナを形成するコロナ放電工程と、

50

上記金属電極と上記棒状電極との間にバリア放電を生ぜしめるバリア放電工程とを行うことを特徴とする表面処理方法。

【発明の効果】

【0008】

本発明の放電加工装置は、各種資料の表面を微小に加工するに際してグローコロナを安定的に発生させて、加工対象試料と相互作用をさせてもコロナ放電を安定的に行うことができ、各種資料の表面を微小に加工することが可能なものである。

また、本発明の表面処理方法によれば、各種加工対象試料の表面を微小に且つ安定的に処理することができるものである。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】図1は、本発明の放電加工装置の1実施形態を模式的に示す斜視図である。

【図2】図2(a)及び(b)はホロー電極と金属電極とに流れる電流電圧波形を示すチャートである。

【図3】図3は、ホロー電極の有無での針状電極と金属電極との間に流れる電流量を測定した結果を示すチャートである。

【図4】図4(a)は、表面処理前のシリコンフィルム表面のSEM写真(図面代用写真)であり、(b)は表面処理終了後のシリコンフィルム表面のSEM写真(図面代用写真)である。

【符号の説明】

【0010】

1 放電加工装置、10 ホロー電極、12 開口部、20 針状電極、22 先端、30 試料保持部、40 金属電極

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、本発明について、その好ましい実施形態に基づき詳細に説明する。

まず、本発明の放電加工装置について説明する。

<全体構成>

本発明の放電加工装置1は、図1に示すように、

中央に開口部12を有する板状電極としての円盤状のホロー電極10と、
電源に連結され、先端22から放電可能に形成され且つホロー電極10における開口部12の中心に先端22が位置する棒状電極としての先端が尖った針状電極20と、
加工対象試料Aを針状電極20の先端22の近傍で細に位置決め可能に保持する試料保持部30とを具備する。

また、針状電極20は交流電源50に連結されており、ホロー電極10は電流計60を介してアースされている。

本発明の放電加工装置において加工可能な上記加工対象試料としては、ポリマーフィルム、バイオフィルム、ゲル材料等を挙げることができる。具体的には、上記ポリマーフィルムとしては、シリコンフィルム、ポリエチレンフィルム等を挙げることができる。これらの加工対象試料の形状や厚さは特に制限されず、上述のようなフィルム状、膜状の他種々形状に成形された成形体を用いてもよく、厚さも放電に影響のない厚さであればよい。なお本実施形態においては薄膜状のポリイミドフィルムを用いている。

また、上記近傍とは針状電極の先端から好ましくは50mm以内の距離を意味する。

以下詳細に説明する。

【0012】

<板状電極>

本実施形態において、板状電極は円盤状のホロー電極10であり、開口部12も円形である。このため全体としてドーナツ状の形状となっている。ホロー電極はステンレス等の通常電極の形成材料として用いられる電極材料を特に制限なく用いて形成することができる。このホロー電極の厚みは0.1~10mm、更には1~3mmとするのが棒状電極から

10

20

30

40

50

のコロナ放電を安定的に発生させる点で好ましい。また、開口部 1 2 の大きさは、棒状電極の太さにかかわらず、1 ~ 10 mm、更には 4 ~ 6 mm であるのが棒状電極からのコロナ放電を安定的に発生させる点で好ましい。

【 0 0 1 3 】

< 針状電極 >

針状電極 2 0 は、先端が尖った、テーパ状の先端部が形成された電極である。交流電源 5 0 に配線を介して連結されており、特に図示しない針状電極 2 0 をぶれることなく保持するための治具により固定されている。

針状電極の本体部分（先端以外の部分）の太さは特に制限されないが、0.1 ~ 10 mm、更には 0.5 ~ 2 mm とするのが好ましい。先端の長さは任意であり、特に制限されない。また、先端の端部にはその曲率半径が小さい方が好ましく、曲率半径が好ましく 2 は 0.5 ~ 10 μ m、更に好ましくは 0.5 ~ 2 μ m 程度であるのが好ましい。特に図示しないが先端部の端部にフラットな部分がある場合でも、そのエッジ周辺で電界が強くなりコロナ放電が生じるので、用いることができる。

10

針状電極 2 0 の先端 2 2 は、開口部 1 2 内に位置するように配置されているが、先端 2 2 は開口部 1 2 内に位置すればよく、先端 2 2 の端部がホロー電極 1 0 の加工対象試料側の端面と同一平面状の位置から突出しないように針状電極 2 0 の位置を設定するのが好ましい。

【 0 0 1 4 】

< 試料保持部 >

試料保持部 3 0 は、X 軸及び Y 軸に微調整が可能である、通常のマイクロステージを用いており、試料を保持する試料保持面 3 2 に後述する金属電極が配置されている。資料保持部 3 0 における試料の移動方向は図中の矢印方向だけではなく、特に図示しないが図の矢印方向に対して垂直の方向に対しても移動可能である。本実施形態においては、図 1 の矢印方向に対しての移動が重要であり、位置決めをしてコロナ放電を行いつつ図 1 の矢印方向に移動させることで針状電極 2 0 と後述する金属電極 4 0 との作用によりバリア放電を生ぜしめることが可能となる。

20

また、移動方法は用いるマイクロステージにより任意であり、手動、電動等公知の手法を特に制限なく用いることができる。

【 0 0 1 5 】

< 金属電極 >

本実施形態においては、針状電極 2 0 に対向する位置で且つ試料保持部 3 0 における試料設置面 3 2 の上（針状電極 2 0 の先端 2 2 の側の位置）に、金属電極が配置されている。本実施形態においては、試料設置面 3 2 の表面上に設けられており、更に金属電極 4 0 上には誘電体膜 4 2 が設けられている。金属電極 4 0 は電流計 6 0 を介してアースされている。

30

金属電極 4 0 は、通常プラズマ放電における電極に用いられる電極材料を特に制限なく用いて形成することができるが、本発明においてはタングステン等を用いることができる。また、誘電体膜 4 2 は、通常の誘電体膜として用いられる高誘電樹脂などからなる膜を用いて形成することができるが、本発明においてはポリイミド膜等を好ましく用いることができる。

40

金属電極の厚みなどは特に制限されないが、誘電体膜の厚さは 50 ~ 200 μ m とするのがバリア放電を良好に生ぜしめる点と耐久性の点で好ましい。

【 0 0 1 6 】

< 使用法、作用 >

次に上述の本実施形態の放電加工装置を用いた加工対象試料 A の表面処理方法を説明する。本発明の表面処理方法は、上記の放電加工装置 1 を用いて、

針状電極 2 0 に交流電圧を印加し、針状電極 2 0 の先端 2 2 にグローコロナを形成するコロナ放電工程と、

金属電極 4 0 と針状電極 2 0 との間にバリア放電を生ぜしめるバリア放電工程とを行うこ

50

とにより実施できる。

以下、各工程について説明する。

< コロナ放電工程 >

コロナ放電工程は、針状電極 20 の先端 22 をホロー電極 10 の開口部 12 内に位置させた状態で、電源より 1.0 ~ 10 kV p p、周波数好ましくは 100 Hz 又は 200 Hz (周波数は任意であるが、通常用いられる交流電流の周波数を好ましく用いることができる) の交流電流を印加することにより、行うことができる。この際、試料保持部 30 における試料設置面 32 の位置を針状電極 20 と金属電極 40 との間で放電が生じない距離 (好ましくは 10 mm 以上) 離れた状態で行い、コロナ放電が生じていることを電流計で確認し、コロナ放電が生じた状態で電圧の印加を継続する。なお、コロナ放電が生じていることは電流計における電流の波形が放電前の正弦波と異なる波形となり、グローコロナは負電圧の方が発生しやすいため、特に負側に電流が増加すること (図 2 (a) 及び (b) に示す状態) で確認できる。

10

< バリア放電工程 >

バリア放電工程は、上述のコロナ放電工程によりコロナ放電が生じた状態で直ちに試料保持部 30 における試料設置面 32 の位置を図 1 の矢印方向に移動させて、針状電極の先端 22 と試料設置面 32 に設置された試料との距離を縮める。そして、針状電極 20 と金属電極 40 との間にバリア放電が生じるまで徐々に距離を縮めていき、バリア放電が生じた状態における距離を保持する。

バリア放電の放電時間は、表面処理の所望の程度に応じて任意であり、1 秒 ~ 60 分程度と幅広く設定できる。

20

【0017】

< 他の工程 >

本発明においては、上述のコロナ放電工程とバリア放電工程の他に、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々の工程を各工程の前後に行うことができる。

< 効果 >

本実施形態の放電加工装置は、コロナ放電加工を行うに際してグローコロナを安定的に放電することが可能なものである。特に金属電極を具備する場合には、バリア放電の効果により、特に安定的にコロナ放電を制御することが可能なものである。

また、本実施形態の表面処理方法は、コロナ放電を精密に制御可能であり、表面処理を行う試料を所望の状態に、微細に処理することができる。

30

【0018】

なお本発明の放電加工装置及び表面処理方法は上述の実施形態に何ら制限されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々変更可能である。

たとえば、板状電極の形状は円盤状でなく、矩形状の板状としてもよい。

【実施例】

【0019】

以下、本発明について実施例を示してさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに何ら制限されるものではない。

【0020】

〔実施例 1〕

図 1 に示す装置を用いた。ホロー電極としては SUS 304 製で開口部の孔径 4 mm、厚さ 1 mm のものを用いた。針状電極は、開口部の中心に位置するようにセットした。また、針状電極は測定直径 0.5 mm のタングステン線を電解エッチングして先端を尖った形状としたものを用い、先端径は約 1 μm とした。

また、加工対象試料としては、シリコンフィルム (厚さ 200 μm) を用い、試料保持部としてのマイクロメーター (商品名「手動 X 軸ステージ TSD」、シグマ光機製) に設置した。その際、試料設置面に金属電極 (ステンレス板、厚さ 1 mm) を用いた。また、金属電極の表面には誘電体膜としてポリイミドフィルム、厚さ 50 μm が設けられている。この金属電極上に加工対象試料を配置した。これにより、針状電極の先端の端部と加工対象試料

40

50

との間の距離 (d) を $d = 0 \sim 10 \text{ mm}$ の範囲で変えられるようにした。針状電極には交流電圧電源 (商品名「HJOPS-4B10」、松定プレジジョン性) を接続した。ホロー電極には、発光を計測するための窓 (小孔) を設け、そこから針電極先端に形成されたグローコロナの発光スペクトルを、集光レンズおよび光ファイバーを介して、分光器 (商品名「SR 303i」、Andor製) と EMCCD 検出器 (商品名「DU970P」、Andor製) で測定した。露光時間は 0.5 s 、測定波長範囲は $200 \sim 1000 \text{ nm}$ とした。

【0021】

針状電極に 2.4 kV p-p 、周波数 100 Hz の交流電圧を印加し、針状電極の先端にグローコロナが安定して形成されたことを確認した (コロナ放電工程) 後、直ちに、シリコンフィルムを針状電極の先端の端部に $d = 10 \text{ mm} \sim 0.1 \text{ mm}$ まで徐々に近づけ、バリア放電を行った。図3より $d = 3 \text{ mm}$ まで近づけた場合にバリア放電が開始された (バリア放電工程) ことがわかる。その際の電極間距離と電流波形との関係を図2 (a) 及び (b) に示す。 $d = 4 \text{ mm}$ においては金属電極にはほとんど電流が流れていないが、 $d = 0.5 \text{ mm}$ においては金属電極にも電流が流れていることがわかる。このように電流が流れることからバリア放電が生じていることがわかる。なお、図中 X は針状電極への印加電圧 (左縦軸)、Y はホロー電極を流れる電流、Z は金属電極を流れる電流をそれぞれ示す。

また、別途ホロー電極の有無での針状電極と金属電極との間の電流についても測定した。その結果を図3に示す。図3に示す結果から明らかのように、ホロー電極がある場合は、ホロー電極へ放電する分があるため、金属電極への放電電流は相対的に小さくなることがわかる。

そして、バリア放電が開始されてから印加電圧条件は変更せずに30分間コロナ放電とバリア放電とを行い、シリコンフィルムの表面処理を終了した。

表面処理終了後のシリコンポリイミドフィルム表面をデジタル光学顕微鏡 (商品名「VHX-500」キーエンス社製) により観察した。その結果を処理前の状態と共に図4 (a) 及び (b) に示す。図4に示す結果から表面処理が良好に行われていることがわかる。

【産業上の利用可能性】

【0022】

本発明は、各種材料の表面を処理して種々機能を付与することができるので、材料の改質を行い医療機器、化成品等の分野において好適に適用可能である。

また、本発明の放電加工装置は、単に加工に用いるのみではなく、放電により生じる発光を利用しての発光分光分析を行うこともできる。すなわち、上記の本発明の表面処理方法に変えて、本発明の放電加工装置を用いること (請求項1記載の放電加工装置、むろん請求項3記載の放電加工装置でもよい) で表面処理ではなく、発光分光分析方法を行うことも可能である。

10

20

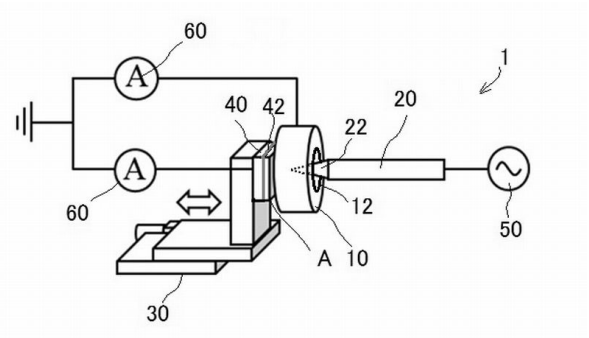
30

40

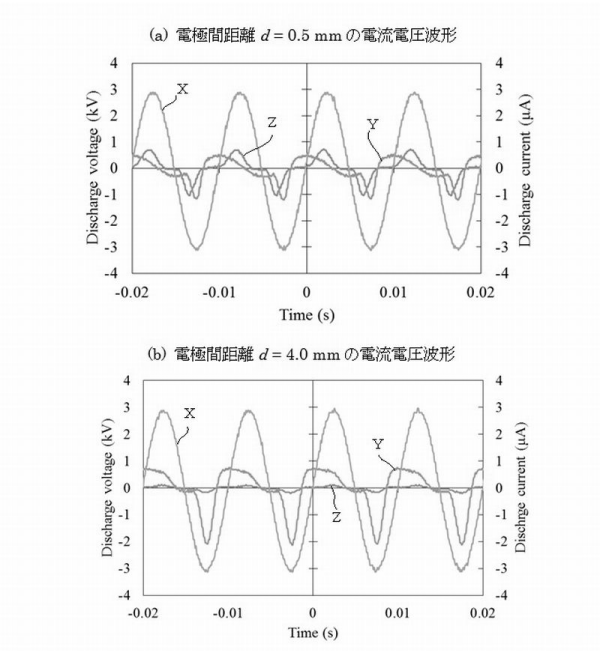
50

【図面】

【図 1】



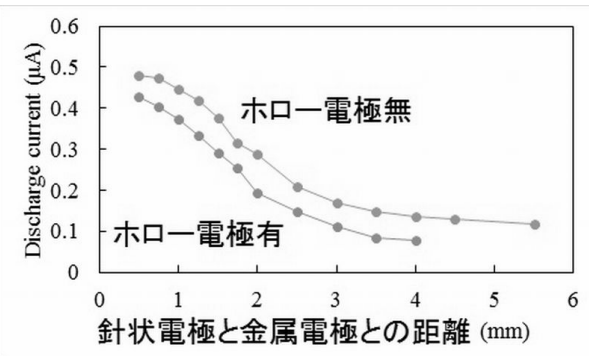
【図 2】



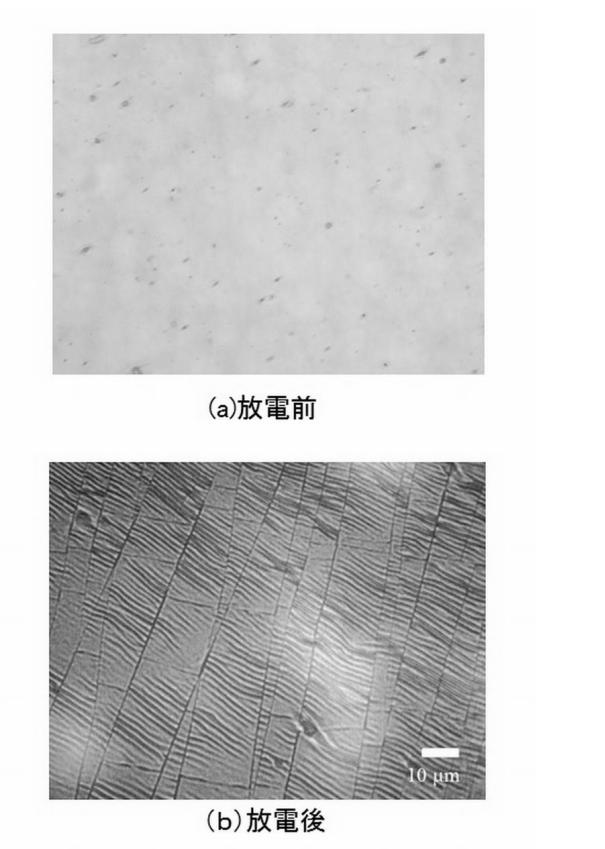
10

20

【図 3】



【図 4】



30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平10-335312(JP,A)
特開2007-305417(JP,A)
特開2009-081015(JP,A)
特開2001-284099(JP,A)
特開2015-186914(JP,A)
特開2001-314748(JP,A)
特開2013-197299(JP,A)
渡辺幹季也ほか, グローコロナを利用した固体試料表面との相互作用に関する基礎研究,
日本機械学会関東支部総会・講演会講演論文集, 2017年03月15日, Vol.23rd, ROMBUNN
O.1001, ISSN:2424-2691, 特に「2. 実験装置および実験方法」欄、Fig. 2等参照
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
B01J 10/00 - 12/02, 14/00 - 19/32
B29C 71/04
C08J 7/00 - 7/02, 7/12 - 7/18
H05H 1/00 - 1/54
B23H 1/00 - 11/00