

Y. Yaxiaer

フェムト秒レーザーを用いた超薄板ガラスの ナノスケール加工とその応用

Yalikun Yaxiaer (ヤリクン ヤシャイラ) *

キーワード：フェムト秒レーザー，超薄板ガラス，微細加工，センサー

1. まえがき

ガラス材料は、透明性、優れた耐熱性、高強度、化学的耐性といった特性を備え、半導体をはじめとする幅広い産業で使用されている。特に、高耐熱性・高純度・高絶縁性・高耐圧性が求められる製造プロセス・デバイスでは、不可欠な素材となっている。

その中でも、厚さが数マイクロメートルから数十マイクロメートルの極めて薄い板ガラス（「薄板ガラス」）は、さまざまな分野で優れた特性を発揮する。例えば、ディスプレイやタッチカバーにおいては高い耐久性と軽量性を実現し、指紋センサーでは高い誘電率により感度が向上する。さらに、カメラモジュールカバーでは高い光透過率によって画像品質が向上し、IC パッケージでは高帯域での低誘電損失が可能となる。また、薄膜バッテリーでは化学的安定性と高温耐性を備え、より信頼性の高い電池技術が実現される。



図1. 超薄板ガラスは通常ガラスの特性を有する上に、応用可能な領域はさらに広い。

これらの特性から、薄板ガラスは次世代技術開発において不可欠な素材とされ、近年では折りたたみスマートフォンのディスプレイカバーやガラスインターポーザ[1, 2]などに採用されるなど、その実用性がさらに拡大している。

さらに、厚み 50 μm 以下の薄板ガラスの需要と市場の可能性が注目されており、旭硝子、日本電気硝子、GLAShem などの主要ガラスメーカーを含む数十社が、この分野の生産技術および生産能力の向上に力を注いでいる。その結果、市場には厚さ 4 μm の超薄板ガラスも登場しており、このレベルに達すると、ガラスはフィルム状となり、自在に曲げることが可能となる。

このように超薄板ガラスは優れた強度、電気特性、耐久性を兼ね備えており、柔軟性と設計の自由度が高いデバイスの開発を可能にする。例えば、金属膜や NV ダイアモンドなどを超薄板ガラスにドーピングし、フレキシブルセンサー、や量子センサーなど、多様なセンサー・デバイスが開発された。

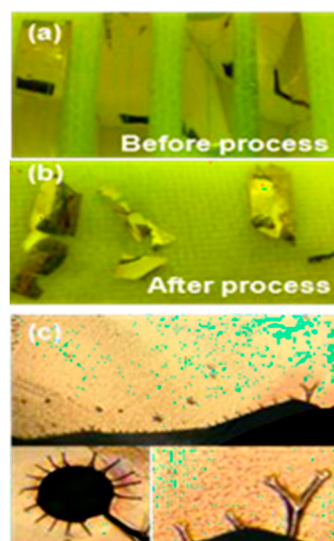


図2. 超薄板ガラスの加工における破損の原因。

(a) MEMS 技術を使用して、Cr および Au で二重成膜した超薄板ガラスの写真。ここでは破損は確認されていない。(b) ドライおよびウェットエッチング工程において破壊された超薄板ガラスの写真。(c) エッチング前のガラス表面の顕微鏡写真。微小なクラックが確認でき、これが破損の原因となることわかる。

しかし、従来のガラス加工技術には課題があり、前処理やハンドリング、洗浄など多くの工程を伴うため、加工中

* 奈良先端科学技術大学院大学 物質創成科学領域 准教授

に破損や不要なひび割れが発生しやすい。このため、柔軟で薄いガラスの加工には適さないという問題がある。

MEMS 加工の豊富な実績を持つ筆者らは、従来の MEMS 技術を用いて厚さ 10 μm の薄板ガラスの加工を試みたが、図 2 に示すように、試料はどうしても割れてしまう。その原因を顕微鏡観察で調べたところ、MEMS 加工によって薄板ガラスに微細なクラックが生じ、それが構造上の弱点となることが明らかになった。このクラックを起点に破断が発生し、柔軟性以前に元の形状すら維持できなくなる。その結果、歩留まりが低く、マイクロメートル精度での自由な加工が困難となるという課題があった。超薄板ガラスの応用を広げるためには、クラックの発生を防ぎ、高密度な微細構造の加工を可能にする新たな技術の開発が求められる。

そこで、本研究では、これまでの申請者の加工経験を活かし、空気中で超薄板ガラスをナノメートルレベルで精密に加工できるよう、従来の加工システムを改良する。さらに、開発した加工手法を活用し、超薄板ガラスの特性を最大限に引き出せる多様な応用技術の開発を進めるとともに、フェムト秒レーザーを用いることで加工手法の高度化を図る。

2. 実験方法

2.1 超薄板ガラス試料の準備

超薄板ガラスは、薄くなるほどたわみややすくなり、正確な加工が一層困難になる。そのため、より厳しい条件下での加工システムの有用性を評価するには、市販の薄板ガラスよりもさらに薄く、かつ表面の平坦性に優れた超薄板ガラスの作製が必要となる。

従来の超薄板ガラスの製造には、フロート法やオーバーフロー法など、高温でガラスを熔融・引き延ばす手法が用いられてきた。しかし、ガラスを熔融すると、液状ガラスの表面張力（粘性）の影響でシート状を維持することが難しくなり、薄さには限界があった。一般的に、ガラスを薄くする方法として研磨が用いられるが、厚み 10 μm 以下の超薄板ガラスを研磨するのは容易ではない。

そこで、本研究では、ガラスの軟化点（塑性変形が可能な温度）よりも低い温度でガラスを延伸し、薄膜化する新たな手法を開発した（図 3）。この手法では、市販の厚み 30 μm 、幅 30 mm のガラス板の両端をカーボン製の治具（ジグ）に吊り下げ、反対側のホルダーに耐熱金属製の重りを取り付け、張力を調整することでガラスの厚みを制御する。さらに、この状態で真空炉に入れて加熱することでガラスを延伸し、超薄板ガラスを得る。重り（3, 5, 7, 8 g）を変更することで、希望の厚み（10, 4.8, 3.1, 0.9 μm ）を持つ薄板ガラスを作製でき、表面粗さ 1.7 nm 以下の優れた平坦性を有する超薄板ガラスの作製が可能となった。最終的に、市販品を大きく上回る薄さ（900 nm $\sim$ ）の超薄板ガラスを実現することができた（図 3）[3, 4]。

2.2 超薄板ガラスの加工装置の概要

本研究では、再生増幅型高強度フェムト秒レーザーを用いて、超薄板ガラスの微細加工を行った。これにより、高価な機器の使用、長時間の加工、危険な化学薬品を伴う複雑な工程を簡素化し、半導体デバイス分野でよく使用される切断や貫通、またはガラス表面にある機能性金属膜の切断操作を効率的に実現した。

具体的に、まず、図 4(a)に示しているように、薄板ガラスの両端に常にテンション（張力）がかかるよう、2つのピンチローラーで引っ張る構造を持つジグを設計・作製した。これにより、幅 4 $\sim$ 15 mm の薄板ガラスをしっかりと固定し、平坦性を確保することが可能となった。

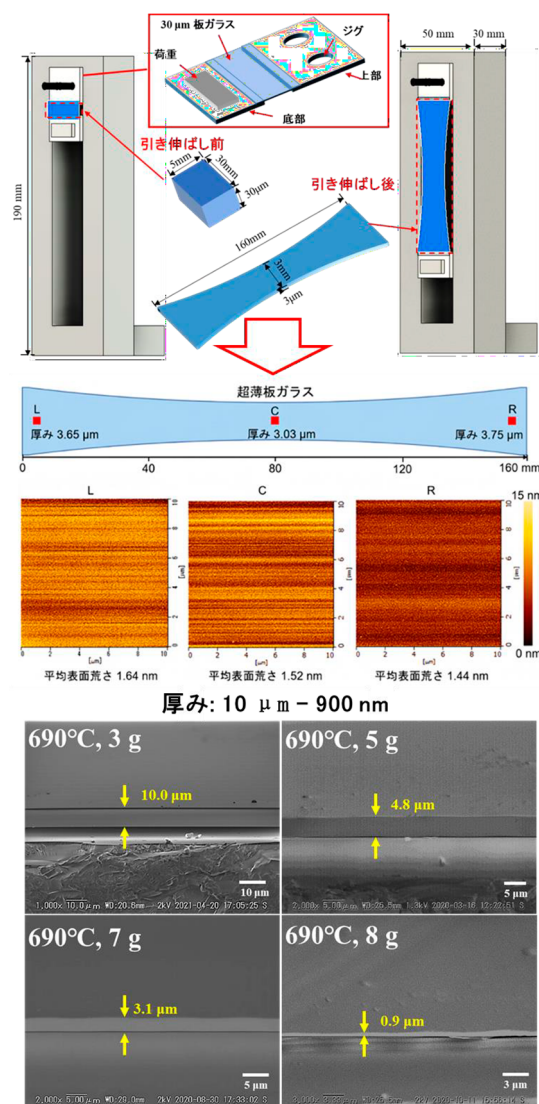
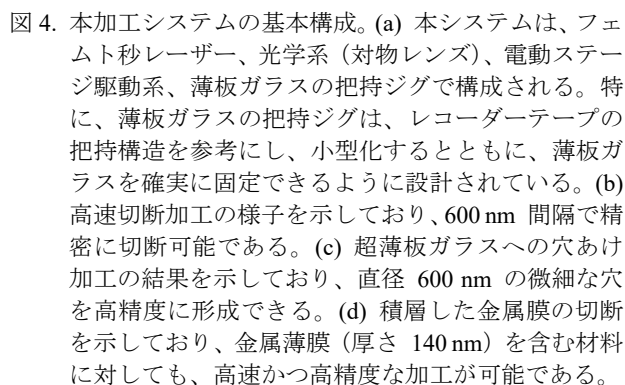


図 3. 超薄板ガラスの製造と特性。比較的容易に入手できる薄板ガラスの両端を、カーボン製のジグ（治具）に吊り下げて固定する。この状態で真空炉に入れ、加熱することでガラスが延伸され、表面の粗さが 2nm 以下の優れた平面特性を持つ超薄板ガラスが得られる。

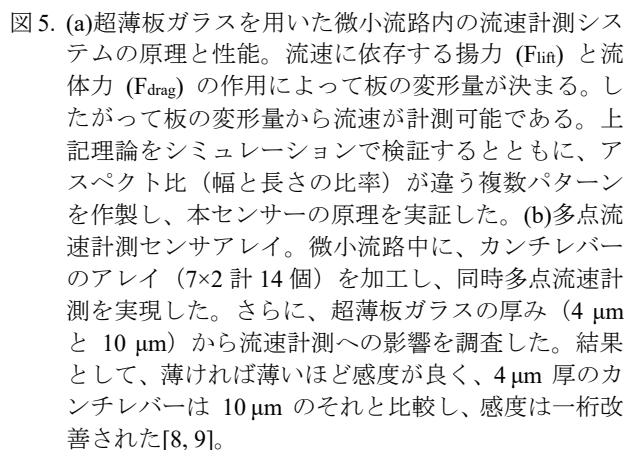
結果として、本手法により、超薄板ガラスの切断加工を 10 mm/s、切断幅 600 nm～[8]、穴あけ加工を 100 個/s～（穴径 600 nm～）[12]、さらに 140 nm 厚の金属膜の切断加工を 10 mm/s、切断幅 600 nm～[17]で実現できることが明らかとなった。なお、加工条件はレーザーパルスエネルギー、対物レンズの NA、描画速度によって調整可能である。

3. 本加工手法の応用例

超薄板ガラスは、通常のガラスが有する特性に加え、曲げることができるため、広範な領域での応用が期待されることは前述の通りである。特に、微小な MEMS センサー分野においては、基板材料の厚みや材質、安定性、表面状態の均一性がセンサー性能に大きく影響を与える。



ガラス孔の形成方法としては、サンドブラストや超音波ドリルを用いた機械的加工、RIE プラズマなどを用いたエッチング、各種レーザーや放電を用いる方法などが提案されている。形成されるガラス孔のサイズや形状は、それぞれの手法によって異なるが、超薄板ガラスに適用可能な方法はフェムト秒レーザー加工手法に限られる。



例えば、流路内の流速計測は、様々な分野で広く活用されている。特に、マイクロ流体デバイス分野においては、流速の精密制御が重要であり、高精度な流速測定技術が求められる。しかし、微小流路内の複雑な流れを従来のセンサーで高精度に測定することは困難である。そのため、一般的には基準となる粒子を導入し、PIV（粒子画像流速測定）手法を用いて計測が行われる。

本研究では、開発した超薄板ガラスの加工技術と微小空間でのレーザー計測技術を組み合わせることにより、微小流路内における高精度な多点非接触同時流速計測センサーを世界に先駆けて実現した（図 5）。

図 5 に示すように、流体がフラットな板を通過する際、上下の流速差によって圧力差が生じ、板を変形させる揚力（ F_{lift} ）と、流れ方向の変形を抑制しようとする流体力（ F_{drag} ）が作用する。板の変形量はこれらの力のバランスによって決まり、その変形量を計測することで流速を推定することが可能となる。

筆者らは、フェムト秒レーザー加工技術を用いて、超薄板ガラス（厚さ $4\text{ }\mu\text{m}$ および $10\text{ }\mu\text{m}$ ）上にアスペクト比（幅と長さの比）1:5、1:4、1:1.5 の複数種類のカンチレバー型センサーを作製し、微小流路内でその特性（検出感度と流速の相関）を検証した（図 5(a)）。さらに、超薄板ガラスの厚みがセンサーの変形量および感度に与える影響、耐薬性評価、多点計測など、多岐にわたる特性評価を行った（図 5(b)）。

その結果、 $4\text{ }\mu\text{m}$ 厚の超薄板ガラスカンチレバーセンサーを用いた場合、センシティビティは $0.409\text{ V/m}^{-1}\cdot\text{s}$ となり、従来のカンチレバーセンサーと比較して高い感度を実現した（2022 年時点）。さらに、本手法を応用し、気体の流速計測にも成功しており、本加工技術を活用したセンサーのさらなる応用展開が期待される。

3.2 超薄板ガラスを用いた高感度カンチレバーセンサーの実現

従来、カンチレバー型センサーの代表例として AFM（原子間力顕微鏡）が広く使用されている。しかし、AFM カンチレバーはその加工プロセスが複雑であり、計測システムも高価で不透明であるため、生命科学分野での利用にはいくつかの制約があった。一方で、超薄板ガラスは既存の半導体加工技術と高い親和性を持ち、さらに優れた透明性を提供する。この特性を活かしたセンサーは、計測領域の観察を妨げることなく、測定対象の応答や挙動をリアルタイムで観察することが可能であるため、超薄板ガラスを用いたセンサーの需要は今後さらに高まると考えられる。

本研究では、まず超薄板ガラスに 140 nm 厚の Cr-Au ひずみゲージ薄膜を積層し、半導体プロセスを利用して楕形のひずみゲージ薄膜素子を形成した。次に、フェムト秒レーザー加工技術を用いて、指定サイズに微細加工を行った。この結果、計測対象と接触した際に、薄板ガラスの微小な変形や歪みを、ひずみゲージの抵抗値の変化として検出

ることができるカンチレバーセンサーを開発した（図 6(a), (b)）。このセンサーは $15\text{ }\mu\text{N}/\mu\text{m}$ (k_{previous}) の感度を持ち、受精卵の物性の経時変化を測定することができた（図 6(c)）[10]。

さらに、FEM（有限要素法）による力学解析ソフトウェアを活用し、カンチレバー形状の最適化を行った。その結果、感度は約 800 倍向上し、 $0.19\text{ }\mu\text{N}/\mu\text{m}$ (k_{new}) の高感度を実現した。これにより、一細胞レベルでの細胞骨格による物性変化などの測定も可能となり、AFM に匹敵する感度を持つカンチレバー型センサーの開発に成功した（図 6(d)）[11]。

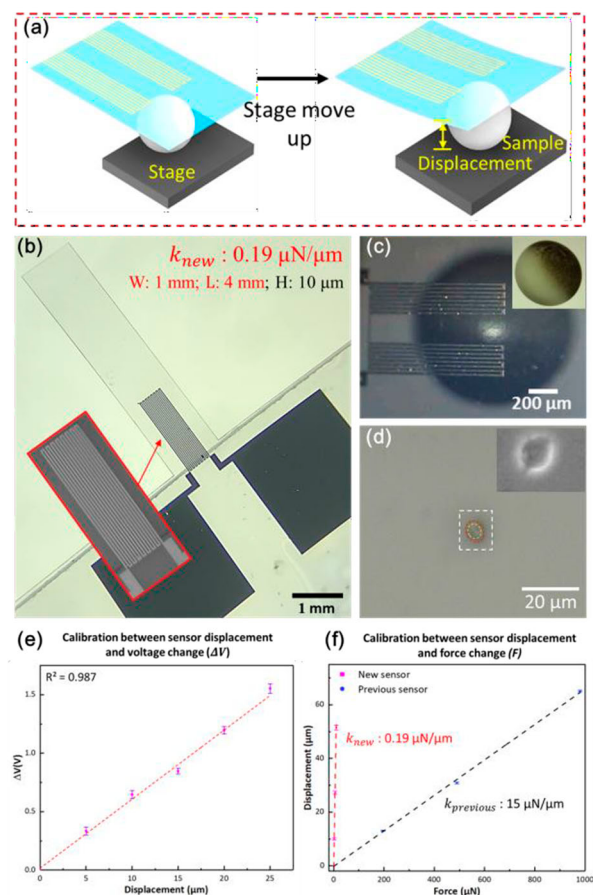


図 6. 超薄板ガラスを用いた高感度カンチレバーセンサー。(a) 計測原理。計測対象に接触し、薄板ガラスの微弱な変形をひずみゲージで検出する。(b) フェムト秒レーザー加工および半導体加工技術により形成した、ひずみゲージ集積型カンチレバーセンサーの写真。(c) 直径約 $800\text{ }\mu\text{m}$ のカエルの受精卵。(d) 直径 $10\text{ }\mu\text{m}$ の細胞。(e) センサーの線形特性を調査した結果。(f) 形状最適化前後の感度の違いを示したグラフ。

3.3 超薄板ガラスのフェムト秒レーザー加工を用いた他の応用開拓

超薄板ガラスとその加工手法の確立で、様々な応用が実現可能になった、例えば、超薄板ガラスの任意場所にフェムト秒レーザーを集光して貫通穴を作成することで、基板

上で神経回路を誘導する神経軸索制御・誘導デバイス[12, 13]を実現した。また、ガラス表面ナノスケール加工による血液やリンパ液を循環するがん細胞(circulating tumor cells)の分取デバイス[14, 15]、高感度圧力センサー[16]、ナノギャップデバイス、やガラス表面の金属電極にナノギャップを作製し、ナノスケール試料の計測が可能なデバイス[17]を開発し、本手法の有用性を証明した。

4. まとめと今後の予定

本研究では、超薄板ガラスをナノレベルで自由自在に加工できるフェムト秒レーザー加工技術の基盤を確立し、センサーをはじめとする数十種類の応用へと展開した。今後は、本研究で開発したフェムト秒レーザー加工技術と半導体センサー技術を融合し、超薄板ガラス製センサーのさらなる高感度化・汎用化を図るとともに、計測対象の多様化を進める。具体的には、

●細胞・生体組織・病理サンプル計測への応用拡大

細胞の剛性評価にとどまらず、力学的特性の経時変化や細胞間相互作用の解析に応用する。また、受精卵の発生過程やがん細胞のメカニカル特性の測定にも適用し、再生医療やがん研究への貢献を目指す。

●MEMS センサーとマイクロ流体デバイスの統合

多点流速計測技術をさらに発展させ、マイクロ流体デバイス内でのリアルタイム流体制御に活用する。特に、微小空間内の気体流速計測にも応用し、マイクロエンジニアリングや環境モニタリング分野での利用を検討する。

●次世代フレキシブルセンサー技術の開発

超薄板ガラスの透明性と柔軟性を活かし、光学センサーとのハイブリッド化による高感度イメージングセンサーを開発する。さらに、超薄板ガラスの特性を最大限に活かし、従来の有機柔軟材料を超えるウェアラブルデバイスや生体装着型センサーへの応用を目指す。

本研究で開発した技術は、生命科学、医療、マイクロエンジニアリングの分野において新たな測定手法を提供し、次世代の高精度センシング技術の発展に大きく貢献すると期待される。

謝 辞

本研究は、2018 年度公益財団法人天田財団の研究助成を受けて行ったものであり、同助成会に心より感謝を申し上げます。また、同研究にご協力いただきました信越化学工業株式会社、松浪硝子工業、日本電気ガラス、国立研究開発法人理化学研究所集積バイオデバイスチームの皆様重ねてお礼申し上げます。

参考文献

- 1) 佐藤陽一郎: ガラスインターポーザの研究開発動向, 表面技術, Vol. 66, No.2, 2015
- 2) Tao Tang, Yapeng Yuan, **Yaxiaer Yalikul**, Yoichiroh Hosokawa, Ming Li, Yo Tanaka: Glass based micro total

analysis systems: Materials, fabrication methods, and applications, Sensors and Actuators B: Chemical, 339,129859 (2021)

- 3) Yapeng Yuan, **Yaxiaer Yalikul**, Satoshi Amaya, Yusufu Aishan, Yigang Shen, Yo Tanaka: Fabrication of ultra-thin glass sheet by weight-controlled load-assisted precise thermal stretching, Sensors and Actuators A: Physical, 321, 112604 (2021)
- 4) 田中陽, **ヤリクン ヤシャイラ**, 天谷諭, エン ヤーボン, ユスフ アイサン, シン キゴウ: “ガラスシートの製造方法、ガラスシート、デバイス、及びガラスシートの製造装置”, 2020 年 10 月 30 日出願, 特願 2020-182007, 2021 年 9 月 22 日 PCT 出願, PCT/JP2021/34876
- 5) Yusufu Aishan, **Yaxiaer Yalikul**, Satoshi Amaya, Yigang Shen, Yo Tanaka: Thin glass micro-dome structure based microlens fabricated by accurate thermal expansion of microcavities, Applied Physics Letters, 115, 263501 (2019)
- 6) Yusufu Aishan, **Yaxiaer Yalikul**, Yo Tanaka: Pneumatically actuated thin glass microlens for on-chip multi-magnification observations, Actuators, 9(3), 73 (2020)
- 7) Yusufu Aishan, **Yaxiaer Yalikul**, Shun-ichi Funano, Yigang Shen, Yo Tanaka: Accurate rotation of ultra-thin glass chamber for single cell multidirectional observation, Applied Physics Express 13, 026502 (2020)
- 8) Yansheng Hao, Yo Tanaka, Yoichiroh Hosokawa, Ming Li, **Yaxiaer Yalikul**: A gas flow velocity sensor fabricated with femtosecond laser using 4 μm ultra-thin glass sheet, Applied Physics Express, 15, 036502 (2022)
- 9) Yansheng Hao, Chaoyang Fang, Yapeng Yuan, Kazunori Okano, Ryohei Yasukuni, Shaokoon Cheng, Yo Tanaka, Yoichiroh Hosokawa, Yang Yang, Ming Li, **Yaxiaer Yalikul**: Multi-position measurable flow velocity sensor for microfluidic applications with small invasiveness, IEEE Sensors Journal, 9 Dec. 2022
- 10) Yapeng Yuan, Doudou Ma, Xun Liu, Tao Tang, Ming Li, Yang Yang, **Yaxiaer Yalikul**, Yo Tanaka: 10 μm thick ultrathin glass sheet to realize a highly sensitive cantilever for precise cell stiffness measurement, Lab on a Chip 23 (16), 3651-3661
- 11) Yapeng Yuan, Chaoyang Lyu, Nobutoshi Ota, Ming Li, Cheng Lei, Yoichiroh Hosokawa, Yo Tanaka, Yang Yang, **Yaxiaer Yalikul**: Shape-modified ultrathin glass sheet cantilever for precise single cell stiffness measurement, ACS Measurement Science Au,3(12),2024
- 12) Dian Anggraini, Kazunori Okano, Yo Tanaka, **Yaxiaer Yalikul**, Yoichiroh Hosokawa: In situ guided neurite outgrowth by femtosecond laser processing in a microfluidic device, 2021 IEEE 34th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems

- (MEMS), 20510448
- 13) Dian Anggraini, Tianlong Zhang, Xun Liu, Kazunori Okano, Yo Tanaka, Naoyuki Inagaki, Ming Li, Yoichiroh Hosokawa, Sohei Yamada, **Yaxiaer Yalikun**, Guided axon outgrowth of neurons by molecular gradients generated from femtosecond laser-fabricated micro-holes, *Talanta* 267, 125200 (2024)
 - 14) Tianlong Zhang, Yigang Shen, Ryota Kiya, Dian Anggraini, Tao Tang, Hanaka Uno, Kazunori Okano, Yo Tanaka, Yoichiroh Hosokawa, Ming Li, **Yaxiaer Yalikun**: Focusing of particles in a microchannel with laser engraved groove arrays, *Biosensors*, 11(8), 263 (2021)
 - 15) Tianlong Zhang, Misuzu Namoto, Kazunori Okano, Eri Akita, Norihiro Teranishi, Tao Tang, Dian Anggraini, Yansheng Hao, Yo Tanaka, David Inglis, **Yaxiaer Yalikun**, Ming Li, Yoichiroh Hosokawa; Hydrodynamic particle focusing enhanced by femtosecond laser deep grooving at low reynolds numbers, *Scientific Reports*, 11, 1652 (2021)
 - 16) Yapeng Yuan, **Yaxiaer Yalikun**, Yigang Shen, Yo Tanaka: Fabrication of Ultra-thin glass sheet for on-chip glass pressure sensor, 21st International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, TRANSDUCERS 2024
 - 17) Xun Liu, Tao Tang, Po-Wei Yi, Yapeng Yuan, Cheng Lei, Ming Li, Yo Tanaka, Yoichiroh Hosokawa, **Yaxiaer Yalikun**: Identification of Single Yeast Budding Using Impedance Cytometry with a Narrow Electrode Span, *Sensors*, MDPI, 20 Oct. 2022