

2MHz 自励発振器によるプラズマ処理技術に関する研究 (第2報)

木島 一広・長沼 孝多・河西 伸一・清水 章良
杉田 良雄*1・長谷川 均*1・関谷 英治*1・中込 章公*1

Study on Plasma Treatment with Self-Oscillating 2MHz Generator (2nd Report)

Kazuhiro KIJIMA, Kota NAGANUMA, Shin'ichi KASAI, Akio SHIMIZU,
Yoshio SUGITA*1, Hitoshi HASEGAWA*1, Eiji SEKIYA*1 and Akimasa NAKAGOMI*1

要 約

2MHz 自励発振器を使用した高周波プラズマ処理装置を作製し、装置の活用について各分野への適合について研究を行った。前報では、装置から放射される電界強度を測定し、150k~30MHz において、電波法の規制値以下になっていることを確認した。また、この高周波プラズマ処理装置を用いて、各種プラスチックシートに対して酸素プラズマによる表面処理を行ったところ、13.56MHz の場合と同程度のぬれ性の向上を確認した。本報では、同装置の活用としてプラズマを用いた滅菌効果について実験を行った結果、プラズマとバイアス電圧の印加により大腸菌に対する滅菌効果が認められ本装置の新たな分野での活用の可能性が示された。

1. 緒 言

プラズマ技術は、半導体製造産業において、エッチングや PVD・CVD などの薄膜製造工程などに幅広く使われている。一般に高周波放電によってプラズマを発生させる際、プラズマを負荷として見た場合のインピーダンスは、抵抗成分の他にリアクタンス成分も含む。そのため、高周波電源とプラズマ負荷との間の反射波を防ぐため、インピーダンス整合を行う必要がある。通常用いられている高周波プラズマ装置では、電源周波数(13.56MHz)は固定であるため、インピーダンス整合をとるためには、可変コンデンサとコイルによって適切なリアクタンスを形成することのできるインピーダンス整合器(マッチングボックス)を用いることが一般的である。この方法では、機械的な同調作業を伴うため、整合に要する時間が数秒オーダーが必要となる。また、高出力のものではコイルやコンデンサも大型化してしまうため、装置自身の大型化や高コスト化が問題となる¹⁾。

一方 2MHz 自励発振器はプラズマ負荷を含めた全体の系の状態で発振条件が決定するため、インピーダンス整合が容易であり、マッチングボックスが不要となる。負荷変動に強いことから、誘導結合高周波加熱には以前から用いられている^{2), 3)} が、プラズマ表面処理に応用

した例は少ない⁴⁾。

そこで、2MHz 自励発振器によるプラズマ表面処理の適用事例として、医療分野での活用が期待できる滅菌への可能性を探った。

2. 2MHz 自励発振プラズマ発生装置

本研究では、ワイエス電子工業(株)で開発した小型自励発振電源を用いたプラズマ発生装置を用いた。従来の自励発振電源はおもに真空管を使用しており、発振器の小型化は難しかった。しかし、今回使用している自

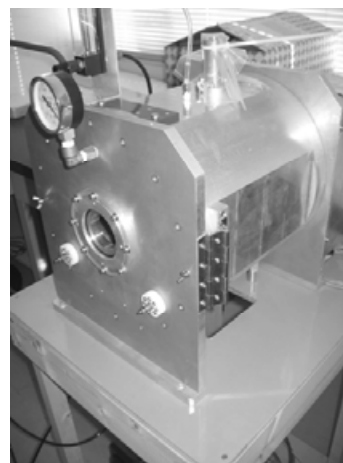


図1 高周波プラズマ発生装置の外観

*1 ワイエス電子工業株式会社

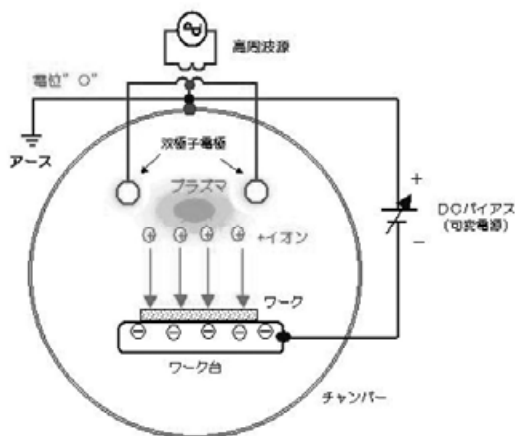


図2 チェンバ内部の概略図

励発振電源は、MOS 形電界効果トランジスタを用いて 2MHz 帯の発振を可能としており、小型化されているのが特徴である。装置の外観を図1に、チェンバ内部の概略図を図2にそれぞれ示す。

3. プラズマ滅菌処理

3-1 滅菌試験

本装置において、プラズマ発生による滅菌効果を確認する試料として、大腸菌 (*Escherichia coli* JCM1649) を指標として既報⁵⁾ に準じ作製した。すなわち、大腸菌を SCD 培地にて 35°C で 2 回培養後、培養液 0.01ml を SCD 寒天培地に塗抹してコロニーを得た。このコロニーを、任意の量の滅菌水に懸濁し、乾熱滅菌したカバーガラス (18×18×0.15mm) に約 10⁶CFU となるように塗布し、乾燥した。乾燥後のカバーガラスを、滅菌パウチ (商品名: Tyvek, PET 0.06mm と PE 不織布 0.15mm でそれぞれの側面が構成されている包装材料) の不織布側に菌液を塗抹した面を向け、密封した。

試料は、滅菌パウチの不織布側を上方にして図3のようにワーク台に設置し、表1に示した各種条件で処理した。また、比較として、15 分の紫外線照射処理 (図4、恒温恒湿槽内に 15W の紫外線ランプを設置) および

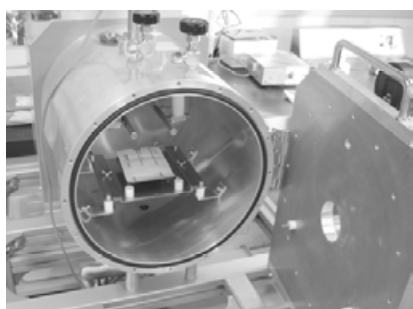


図3 滅菌パウチ設置の様子

表1. 滅菌効果の比較

装置 条件	プラズマ処理装置					紫外線 照射		オート クレーブ [*]
	印加なし		印加あり(300V)			5	15	
時間(分)	5	15	5	15	60	5	15	15
効果	×	×	×	○	○	×	×	○

○ ; 効果あり × ; 効果なし



図4 恒温恒湿槽を改造した紫外線照射装置

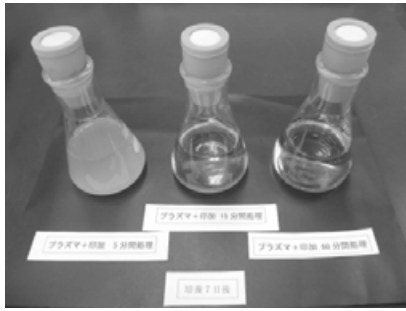


図5 オートクレーブ

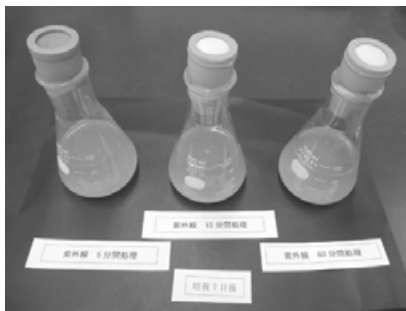
121°C、15 分のオートクレーブ処理 (図5、ヤマト科学株, SQ510) を実施した。

処理後の無菌判定は、日本薬局方に準拠して行った。すなわち、処理したカバーガラスを Tyvek 包材から無菌的に取り出し、100ml の SCD 培地に入れて 35°C で 7 日間培養後、培地の濁度を見て無菌状態を判定した。

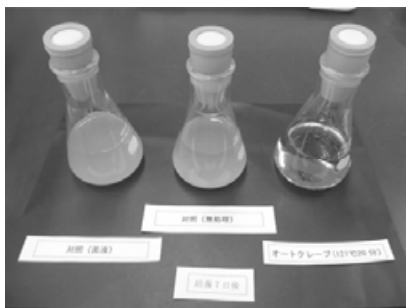
各処理条件の滅菌効果を表1に示した。本装置においては、プラズマ発生と DC 電圧を 15 分以上印加することで大腸菌に対する滅菌効果が認められた。また、オートクレーブ処理では滅菌効果が確認できたが、紫外線照射処理では効果が見られなかった。



(左;プラズマ+印加 5 分, 中央;プラズマ+印加 15 分, 右;プラズマ+印加 60 分)



(左;紫外線 5 分, 中央;紫外線 15 分, 右;紫外線 60 分)



(左;菌液, 中央;無処理, 右;オートクレーブ 121℃20 分)

図 6 培養の結果

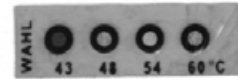
3-2 プラズマ発生時のチェンバ内部温度

印加を行ったプラズマ処理により、チェンバ内の温度上昇が予想されたため、温度計測を実施した。温度計測は、温度により色の変化が生じるサーモテープをガラス板に貼り、チャンバ内を約 200Pa に減圧し、プラズマを 15 分発生させた状態と、同条件でバイアス電圧を 300V 印加したときの状態で実施した。その結果を図 7 に示した。チャンバ内の温度は、プラズマのみでは 43~48℃ (図 7a), バイアス電圧 300V 印加では 71~76℃ (図 7b) であった。

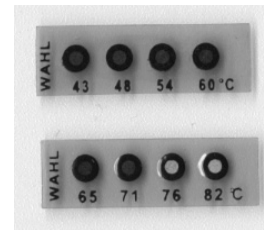
プラズマに起因する滅菌要因には、イオン、電子、ラジカル、UV などが考えられており、このいずれか、あるいはそれら複数の相乗効果で菌が死滅する⁶⁾と考えられている。また一般に、一定の加熱を行うことでも菌は

死滅するが、その温度は菌種や加熱条件により異なり、今回指標とした大腸菌は、耐熱性の指標である D 値 (ある条件において、微生物の数を 10 分の 1 とする時間) は、60℃, 食塩水中で 0.27 分⁷⁾とされている。

以上のことから、3-1 で見られた大腸菌に対する滅菌効果は、プラズマに起因する各種の要因によると考えられるが、中でも温度上昇が大きな要因として推察される。詳細な滅菌要因については、今後の検討課題である。



(a) プラズマのみ



(b) バイアス電圧300V印加

図 7 温度計測結果

4. 結 言

本研究で使用した、2MHz 自励発振器を用いたプラズマ発生装置は、前報で報告した様に、電波法に適したシステムであり、小型かつ簡単な操作によりプラズマを発生させることが可能である。このことから幅広い分野での利活用が可能と思われる。

前報では、プラスチック表面処理への適用について実験結果より可能性を報告した。

本報では、医療分野を見据え、本装置で滅菌処理の可能性について実験を行い、プラズマとバイアス電圧を組み合わせることにより大腸菌に対する滅菌が可能であることが分かった。

今後は、滅菌効果の詳細について研究を進めると共に、他分野への適用についても検討を進めたい。

参考文献

- 1) 阿部 治他：山梨県工業技術センター研究報告, No. 24, p.110-112 (2010)
- 2) 八代 浩二, 鈴木 大介, 他：山梨県工業技術センター研究報告, No.21, p.10-14 (2007)
- 3) 八代 浩二, 鈴木 大介, 他：山梨県工業技術センター研究報告, No.23, p.6-9 (2009)
- 4) Yuu IRIYAMA et al. : Plasma Treatment and Plasma

Polymerization by Self-Oscillating 2-MHz Generator , J
Photopolym, Sci Technol, Vol.20, No.2 , p.209-213 (2007)

- 5) 辻 政雄・木村 英生・秋津 哲也・福島 金平
・小駒 益弘：環境循環型プラズマ滅菌処理装置の
開発に関する研究，山梨県工業技術センター研究報
告，No.18, p.13-23 (2004)
- 6) 新谷 英晴，作道 章一：現在までに判明したプ
ラズマ滅菌の研究の問題点とプラズマ滅菌のメカ
ニズムの解明，防菌防黴，38(7), p19-26 (2010)
- 7) 高野 光男，横山 理雄：食品の殺菌，幸書房，
p40 (1998)