

マイクロ加工技術に関する研究

— μ -TAS (マイクロタス) への適用 —

山田 博之・藤原 和徳・勝又 信行・吉田 善一*¹・寺田 信幸*²・吉岡 正人*³・平 晋一郎*³

Study on Micro Fabrication Technology

— Application for μ -TAS (Micro Total Analysis System) —

Hiroyuki YAMADA, Kazunori FUJIHARA, Nobuyuki KATSUMATA, Yoshikazu YOSHIDA*¹,
Nobuyuki TERADA*², Masato YOSHIOKA*³ and Shin'ichirou HIRA*³

要 約

ポリイミドやフッ素樹脂の材料に着目し、樹脂材料に対し非熱でアブレーション加工が可能な紫外線レーザを用いて、レーザ加工による微細溝加工を中心としたマイクロ加工技術の検討を行った。次に、マイクロ加工技術を用いた μ -TAS (Micro Total Analysis System) への応用の第1段階として、微細流路をもつマイクロ分析チップを作製した。試作したマイクロ分析チップにインクや水を送液する実験を行い、マイクロ流体の基本的な特性を確認した。

1. 緒 言

現在、半導体関連産業やIT関連産業、精密機器製造産業をはじめとして様々な分野において、各種材料を対象にしたマイクロ加工へ取り組んでいる企業や研究機関が増加してきている。

また、流体試料の注入、混合、攪拌、分離、抽出を行う機構部品や、流路、溜池などの流体分析に必要な要素を小型・集積化した μ -TAS (Micro Total Analysis System) というマイクロ流体デバイスが注目されている¹⁾。 μ -TASはカードサイズで作製できるため、測定試料が微量で済むだけでなく、試薬や廃液の量も低減でき、分析時間の短縮も期待できる。

本研究で考えている μ -TASの流路は、数 μ m～数百 μ mの大きさである。その作製方法には、半導体製造プロセスを応用し、シリコンや石英ガラスに微細溝を形成する方法、熱転写や成形で樹脂やシリコンゴムに溝を形成する方法、レーザで樹脂に直接加工する方法などが報告されている²⁾³⁾。半導体製造プロセスを用いた方法では、加工工程が複雑で、マスクを用いるため流路形状の変更が容易ではなく、材料も高価である。熱転写や成形を用いた方法では、高精度・高微細の加工が困難であり、材料の種類も限定される。

そこで著者等は、樹脂材料に対し非熱でアブレーション加工が可能な紫外線レーザに着目し、レーザ加工による微細溝加工をはじめとするマイクロ加工技術の検討を行った。

次に、マイクロ加工技術を用いた μ -TASへの応用の第1段階として、微細流路をもつマイクロ分析チップの作製を試みた。本研究では、マイクロ分析チップの作製方法として、共同研究者の吉田が提案している樹脂ラミネート法⁴⁾に着目した。この作製方法は、マイクロ機構部品や電極を予め組み込んだ基板の上に、ラミネート接着によって樹脂部分を形成し、この樹脂部に流路や反応用溜池などを作製する方法である。これにより、使用済み μ -TASは汚染された流路等のある樹脂部分のみを洗浄・除去し、各種部品が組み込まれた基板部は再利用ができるため低価格化、洗浄・交換の簡素化、衛生的であるなどの効果が期待できる⁵⁾。

さらに、試作したマイクロ分析チップにインクや水を送液する実験を行ったので報告する。

2. 実験方法

2-1 材料の検討

マイクロ分析チップの作製において、ラミネート接着による樹脂フィルムの積層方法では、図1に示す流路の断面図のように、ラミネートの際に熱と圧力により流路が潰れてしまう可能性がある。そこでこれを防止するための素材として熱硬化性樹脂で強度も高いポリイミドに注目した。

一方、送液時に流路壁面が汚れ、微細流路が詰まってし

*1 東洋大学 工学部

*2 山梨大学 医学部

*3 山梨大学 工学部

まうことが予想される。そこで耐薬品性や撥水性が高いフッ素樹脂に注目した。

加工実験およびマイクロ分析チップの試作に用いた材料の種類と厚さを表1に示す。なお、EFEP はダイキン工業株式会社が開発した「ネオフロン EFEP」である。

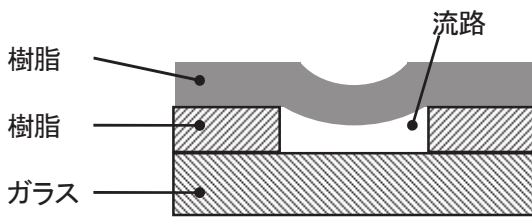


図1 ラミネート法による流路断面図

表1 材料の種類と厚さ

材 料	厚 さ	
ポリイミド+接着用樹脂	25[μm]+20[μm] (総厚: 45[μm])	
フッ素樹脂	P F A	100 [μm]
	F E P	100 [μm]
	E F E P	100 [μm]
カバーガラス (MATSUNAMI 製)	230 [μm]	

2-2 レーザ加工実験方法

樹脂材料に対し非熱でアブレーション加工が可能な紫外レーザーとして、エキシマレーザーを用いた。本実験では Exitech 社製のエキシマレーザー加工機 P S 2 0 0 0 (発振機: LAMBDA PHYSIK 社製 LPX200i) を用いた。ポリイミドへの加工では取り扱いや加工性が高い K r F エキシマレーザーにより加工実験を行い、フッ素樹脂への加工では樹脂を構成する分子の C - F 結合すなわち炭素とフッ素の結合を切断するために十分なエネルギーをもつ波長 193nm の A r F エキシマレーザーにより加工実験を行った。それぞれ

表2 ポリイミドの加工条件

加工装置	Exitech 社製エキシマレーザー加工機 PS2000 LAMBDA PHYSIK 社製発振機 LPX200i
レーザー波長	248 [nm]
縮小光学系倍率	10倍レンズ系
発振周波数	20, 100 [Hz]

表3 フッ素樹脂の加工条件

加工装置	Exitech 社製エキシマレーザー加工機 PS2000 LAMBDA PHYSIK 社製発振機 LPX200i
レーザー波長	193 [nm]
縮小光学系倍率	30倍レンズ系
発振周波数	20, 60 [Hz]
マスク寸法	□ 3 [mm] , ϕ 3.0, 1.8 [mm]

の実験条件を表2, 3に示す。加工面の評価には、レーザー顕微鏡による形状・寸法測定結果とビデオマイクロスコープや電子顕微鏡による表面観察結果を用いた。

2-3 マイクロ分析チップ作製プロセス

送液実験用の微細流路をもつマイクロ分析チップの試作を行った。はじめにカバーガラスに樹脂フィルムをラミネート接着し、レーザー加工により樹脂部分に微細溝や微小穴を形成する。次に樹脂フィルムをラミネート接着することによりそれらを覆う。最後にガラスなどの透明部品側に送液用の小径チューブを接着する。

2-4 送液実験方法

試作した送液実験用のマイクロ分析チップに、シリンジを取り付け手動やシリンジポンプなどにより液体試料を流し、光学顕微鏡により流路内の流れ状態の観察を行った。試料は、色によって流れの状態を判断するためにインクを用いて送液実験を行った。

3. 実験結果および考察

3-1 ポリイミドのマイクロ加工

エキシマレーザー加工によりポリイミドフィルムに微細穴や微細溝などのマイクロ加工を行い、加工条件について検討した。

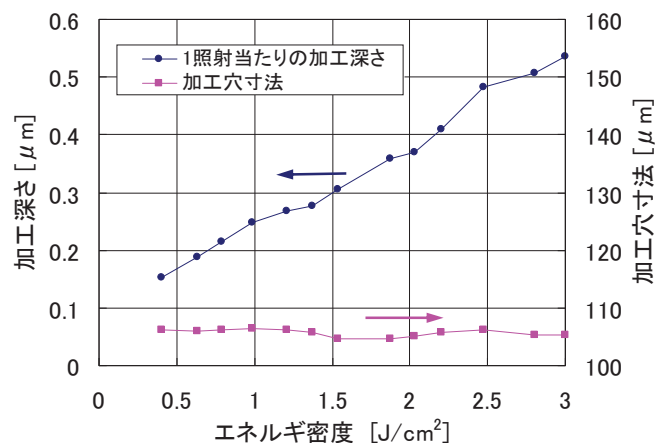


図2 エネルギー密度と加工深さ及び加工穴寸法

はじめに、エキシマレーザーのエネルギー密度すなわちフルエンスを決定することを目的として 0.1×0.1[mm]の角穴を加工した。この時のレーザー1パルス照射当たりのエネルギー密度と加工深さ及び加工穴寸法との関係を調べた結果を図2に示す。エネルギー密度が増加すると除去加工量も増加するが、加工穴の寸法には影響が少ないことから、エネルギー密度が大きくなれば加工効率が良くなることわ

かる．本研究では図1に示す流路断面のように樹脂部分のみを加工して微細溝を形成することを目的としている．そこで，基板であるカバーガラスに対するエネルギー密度と加工深さとの関係を調べた結果，エネルギー密度が約1 [J/cm²]以上ではカバーガラスも加工されてしまった．したがって，エネルギー密度は1 [J/cm²]以下が望ましいことがわかった．

次に，レーザー照射パルス数と加工深さとの関係を調べた結果を図3に示す．同一材料では加工深さと照射パルス数はほぼ比例関係にあり，アスペクト比が1前後の形状では加工深さの制御が比較的容易な材料であることがわかる．また，レーザーの照射パルス数と加工穴の寸法との関係を調べた結果を図4に示す．レーザーを照射した側の穴寸法への影響は少ない．しかし，照射パルス数が増加すると加工深さも増加する反面，加工穴底面の寸法は小さくなっていくことから，加工穴の側面がテーパになることがわかる．エネルギー密度が大きいほど側面のテーパは減少する傾向があり，エネルギー密度が1 [J/cm²]前後ではおよそ7.8°であった．

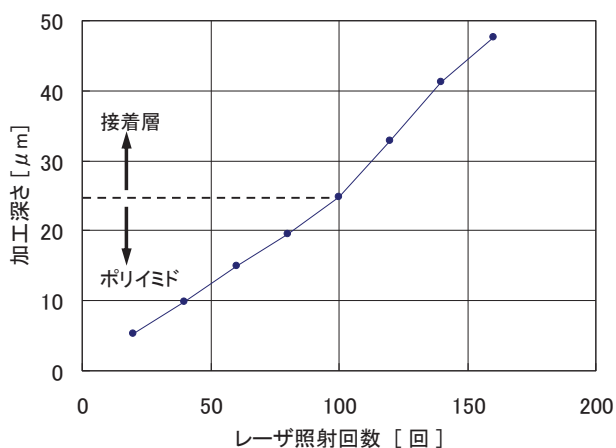


図3 レーザー照射パルス数と加工深さ

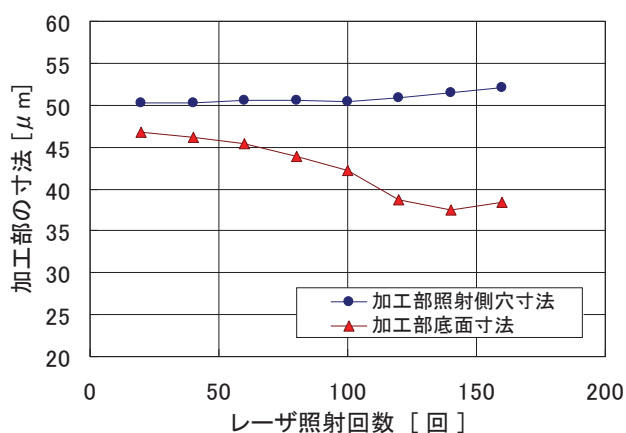


図4 レーザー照射パルス数と加工穴寸法

これらの加工条件をもとに，三又構造の微細溝を加工したサンプルのビデオマイクロスコープによる観察写真とレーザー顕微鏡による測定結果を図5，図6に示す．比較的良好な加工形状と加工面粗さの微細流路が得られた．

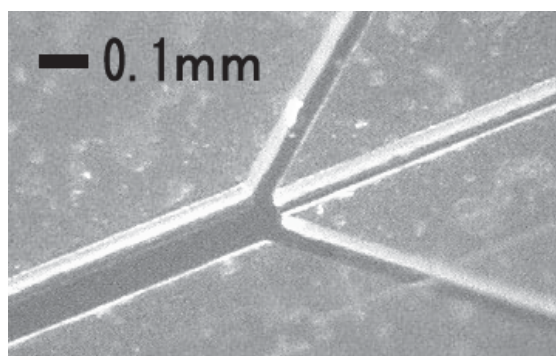


図5 ポリイミドの微細溝加工例

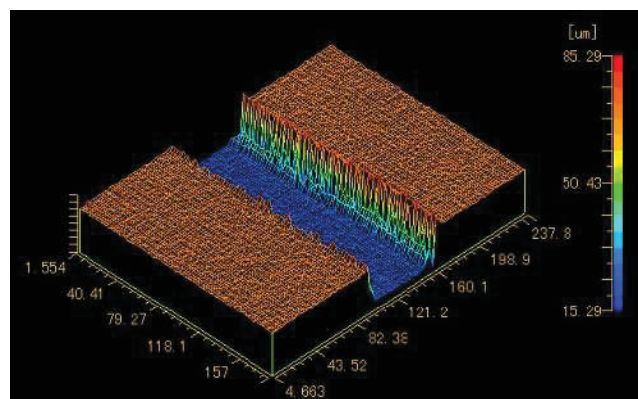


図6 微細溝のレーザー顕微鏡測定結果

3-2 フッ素樹脂のマイクロ加工

エキシマレーザーによりフッ素樹脂フィルムに微細穴や微細溝などのマイクロ加工を行い，加工条件の検討を行った．

はじめに，表3に示す加工条件でPFA，FEP，EFEPの3種類の材料に穴加工を行い材料の違いによる加工性への影響を調べた．ビデオマイクロスコープによる観察写真を図7に示す．この結果，他の樹脂材料に比べて何れのフッ素樹脂もレーザー加工では除去されにくく，大きなエネルギー密度が必要であることがわかった．特にPFAやFEPでは完全なアブレーション加工ができずに加工層のような状態で穴内部や周辺に堆積してしまう．一方EFEPも多少同様な傾向を示すが，比較的除去量も大きく加工部のエッジもシャープに加工できることがわかった．

次に，EFEPについてレーザーのエネルギー密度が12.1 [J/cm²]で0.1×0.1 [mm]の角穴を加工した時のレーザー照射パルス数と加工深さとの関係を調べた結果を図8に示す．加工屑の残留の影響はあるが，アスペクト比が1前後の形状では照射パルス数と加工深さとは，ほぼ比例関係であることがわかった．

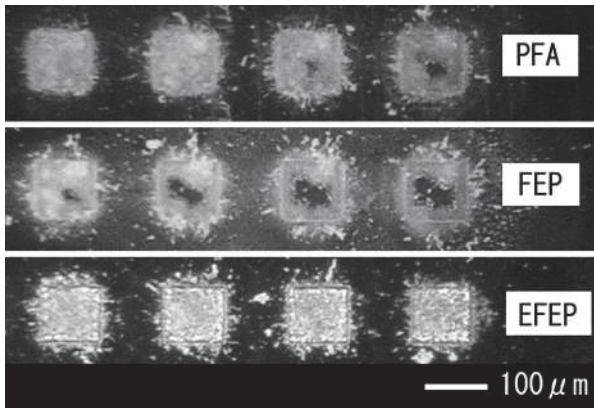


図7 材料別の加工穴観察写真

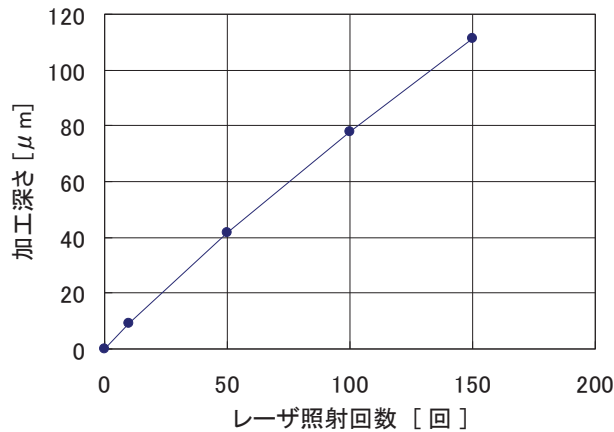


図8 レーザ照射パルス数と加工深さ

3-3 三又流路における流体特性の検討

三又構造の微細流路をもつマイクロ分析チップを試作した。試作したマイクロ分析チップの外観写真を図9に示す。流路形状は3本の流路が合流する構造とした。作製した三又流路にインクを流した時の光学顕微鏡写真を図10に示す。三又流路部で赤、青、黄色のインクを流した。流れが完全に層流状態で混ざり合わないことがわかる。中央の青インクは10mm下流でも同じ幅で流れていた。また、三又流路のそれぞれの水圧を変化させることにより、それぞれの流れ幅を変化させることができた。図11は中央の青色インクの流れを一定とし、両側流路の水圧を増加させて、中央の流れ幅を絞った時の光学顕微鏡写真である。



図9 マイクロ分析チップ外観

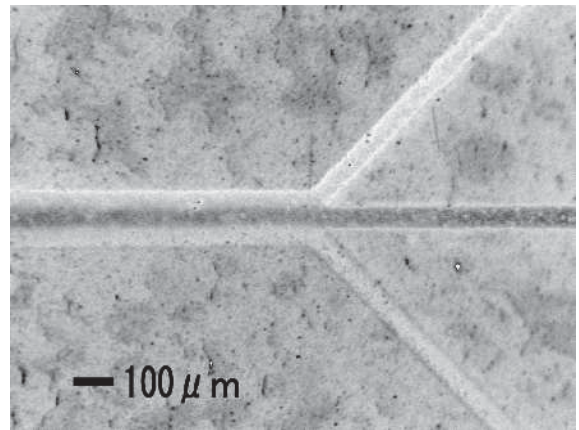


図10 三又流路のインク送液実験結果

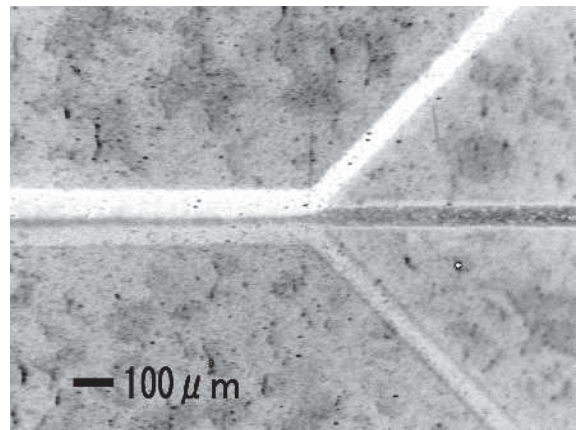


図11 水圧変化時のインク送液実験結果

3-5 フッ素樹脂による流路形成

フッ素樹脂を加工した場合、加工屑の残留や加工底面の面粗さが問題となるため、本研究ではフィルム上に貫通の微細溝を加工し、両面からフッ素樹脂フィルムをラミネート接着してそれらを覆うことによりマイクロ分析チップを試作することとした。そこで、溜池構造をもつ微細溝を加工したサンプルのビデオ顕微鏡による観察写真を図12に示す。比較的良好な加工形状と加工面粗さを有する微細溝が得られた。これをもとに溜池構造の微細流路をもつマイクロ分析チップを試作することができた。

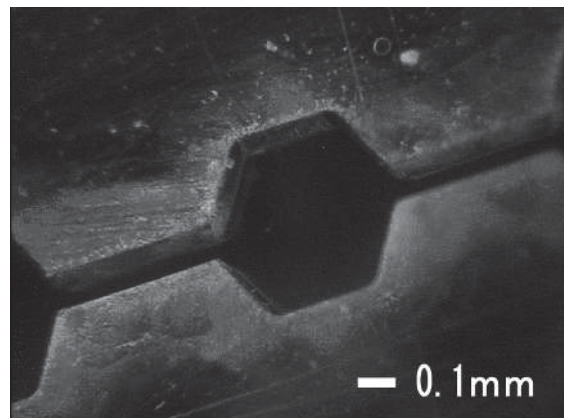


図12 フッ素樹脂への微細溝加工例

4. 結 言

溝加工を中心にマイクロ加工技術の検討を行い、さらにマイクロ加工技術を用いた μ -TASへの応用として、微細流路をもつマイクロ分析チップを試作し、試料を送液する実験を行った結果を以下に示す。

- (1) KrF エキシマレーザを用いてカバーガラス上のポリイミドフィルムに微細溝を形成するための加工条件を検討し、比較的良好な加工形状と加工面が得られた。
- (2) ArF エキシマレーザを用いてフッ素樹脂フィルムに微細溝を加工する加工条件を検討し、貫通した微細溝形状では比較的良好な加工形状と加工面が得られた。
- (3) 三又流路の送液実験では、流れが完全に層流状態で混ざり合わず、流路の水圧を変えることにより流れ幅を変化させることができた。
- (4) フッ素樹脂フィルムをラミネート接着することによりマイクロ分析チップを試作した。

参考文献

- 1) 平尾一之編：基礎から学ぶナノテクノロジー，pp197-222，東京化学同人(2003)
- 2) 江刺正喜 監修：マイクロマシン，産業技術サービスセンター，pp462-501 (2002)
- 3) 日本経済新聞社・日経産業消費研究所編，日経先端技術，Vol42，pp13-16 (2003)
- 4) Y.Yoshida：“3-D Micro Channels in Laminated Resins by UV Laser Ablation”，Proc. SPIE，Vol.5063，pp.189-192 (2003)
- 5) 吉田善一：電気学会，マイクロマシン・センサシステム研究会講演集，(2004)