

平成 23 年度 International Traing Program  
オランダ Twente 大学 MESA+研究所派遣報告

広島大学大学院 先端物質科学研究科 半導体集積科学専攻

岡部 修吾

独立行政法人日本学術振興会が実施する若手研究者 International Training Program (ITP) 長期派遣に参加し、オランダの Twente 大学 MESA+ 研究所にてマイクロ分析チップ向け低コスト素材に関する研究を行った。滞在期間は平成 24 年 1 月 8 日から平成 24 年 3 月 16 日までの 2 ヶ月間で、van den Berg 教授の BIOS Lab on Chip グループでお世話になった。以下に今回の派遣報告をまとめる。

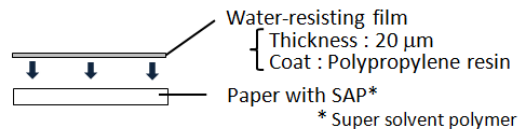
1. Twente 大学での生活

今回の派遣では大学敷地内にある学生寮を用意して頂いた。学生寮には一つの建物に 4~7 人の学生が住んでいる。私の生活した寮ではキッチン、トイレ、洗濯機、シャワーが共同であった。特に決まったルールや門限等は無いため、建物ごとに生活スタイルは違っているようだった。大学構内にはスーパー、理髪店、ジムなどの施設もあり生活には困らない。大学内を走るバスはバス停も本数も比較的多いため、便利である。寮から MESA+ 研究所までは歩いて 15 分くらいであった。多くの学生は自転車で通学しており、自転車道の道幅は広く、段差のない石畳でしっかりと舗装されていた。研究所内では、教員や学生の多くが 9 時に来て、昼食と 2 度のコーヒータ임을挟んで 18 時までには帰るという生活をしていた。その限られた時間の中でも効率よく結果が出せるのは、多くの技術職員による手助けや、短いながらも頻繁に行うディスカッションによって方向性を逐次確認するためであると聞いた。私自身も週に 1 回程度、研究の進捗と結果についてディスカッションする機会があった。

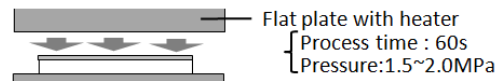
2. 研究の背景と目的

報告者は、広島大学において、Si 型を用いたホットエンボス加工によって、薄い樹脂フィルムがコートされた紙基材上に各微細構造を構築する加工方法について検討してきた (図 1 参照)。しかしながら、この分析チップが臨床現場で実用化されるためには、更なる加工精度の向上が不可欠である。一方で、紙のような低コスト素材に対して微細構造を構築する技術やノウハウは未だ前例が少ないのが現状である。そこで、本プログラムにおいては、紙に限らず低コスト素材に対する加工技術の調査及び評価を行う事で、今後の使い捨て分析チップの研究に応用したいと考えた。

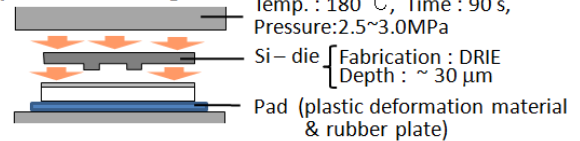
(1) Manufacturing functional paper



(2) Flattening paper surface



(3) Hot embossing



(4) Bonding with cover film

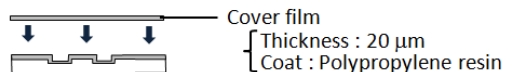


図 1: 紙のチップ作成プロセス

3. 研究経過

本プログラムでは、低コスト素材であるポリスチレンに対する PDMS 型を用いたホットエンボ

ス加工技術に関して調査を行うこととした。ポリスチレンは、安価、剛性、化学的安定性、成形加工が容易といった特性を有している。また、ホットエンボス加工において PDMS 型を鋳型として利用する利点は、PDMS の特性である弾力性と低表面エネルギーにより、成形後の離型が容易である点と、ナノスケール構造を容易に複製できる点が挙げられる。しかしながら、軟らかい素材であることから、高アスペクト比やマイクロピラーのような微小な断面積を有する構造の場合、離型時に機械的損傷が生じる可能性がある。また、成形時の過剰な圧力は型の構造の変形を招き、成形結果に影響を及ぼすため加圧条件の設定には留意する必要がある。

本プログラムでは、スーパーバイザーとして Adithya Sridhar 氏にお世話になった。

1 週目は諸手続き、研究室・実験室の紹介、安全講習、研究に関するディスカッションを行った。

2 週目は、PDMS 型の作製のための基本的な手順を学び、何度か試作を行って基本操作を習得した。PDMS 型は用意して頂いた Si ウエハ上に SU-8 レジストを用いて作製された母型から作製した。PDMS の主剤と硬化剤は 10:1 の割合で混合し、これを 60 °C 4 時間にて硬化させた。併せて、PDMS 同士の酸素プラズマを利用したボンディングプロセスについても指導を受けた。

3~4 週目は、ポリスチレンに対する PDMS 型を用いたホットエンボス加工について指導を受けた。試作を行ったのは細胞培養を目的とした微細なウェル構造（直径: 100  $\mu\text{m}$ 、深さ: 180 $\mu\text{m}$ ）である。材料としてはポリスチレン製の器を使用した。加工には器型ポリスチレン専用のホットエンボス加工装置（図 2 参照）を使用した。装置に接続した半田ごてによって装置表面の銅板が設定した温度まで加熱される。したがって、ポリスチレンは銅版の接している部分のみ加熱される。圧力はネジの締め付けによって調節できる。加工プロセスを以下に記す。まず、PDMS 型とポリスチレンを銅板上に設置し、加熱及び加圧を開始する。加熱停止後、加圧状態のまま室温冷却する。最後に、装置から取り出し、ポリスチレンから PDMS 型を慎重に剥がす。上記加工プロセスにおいて、加熱温度（160~180 °C）、加熱・冷却時間（5~15 分）、

圧力（ネジ稼働域）の条件を変えて試作を行った。ここで、ポリスチレンのガラス転移温度  $T_g$  は 107 °C、融点  $T_m$  は 230 °C である。結果として、加熱温度や時間が不十分であると深さや平坦性が不良となった。また、圧力が強すぎると PDMS 型の構造が変形し、精確な構造を得られなかった（図 ○ 参照）。今回調査した条件範囲内で最も良好な構造が得られたのは加熱温度 180 °C、加熱時間 15 分、冷却時間 15 分、圧力（ ）であった（図 ○ 参照）。

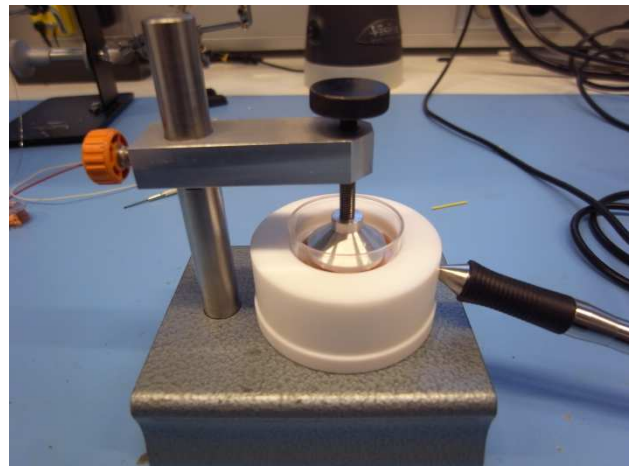


図 2：器型ポリスチレン用ホットエンボス装置

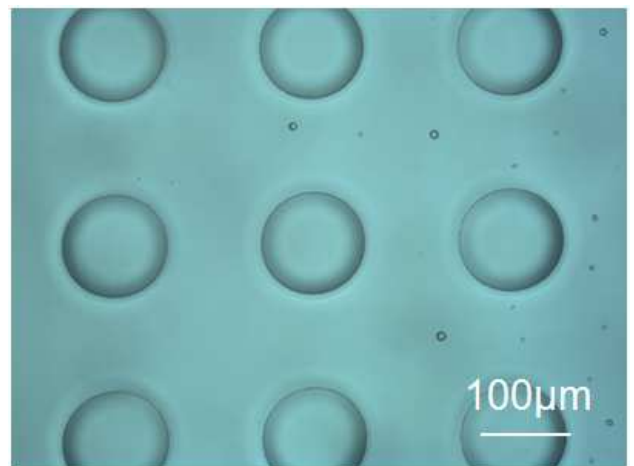


図 3：作成したウェル構造（180°C、15 分）

5~8 週目は、ポリスチレンに対するホットエンボス加工における、Si 型を用いた場合と PDMS 型を用いた場合の成形性の違いについて調査を行った。報告者の広島大学での調査によると、流路角の丸みの大きさによっては、マイクロ流路内の液体流動の抵抗となることが調査の結果わかって

いた。そこで、それぞれの型で成形した流路角部の加工精度に着目し、評価を行うこととした。

樹脂素材としては、チップ状の鋳型による成形にも対応できるように、縦 25 mm×横 75 mm×厚さ 1 mm のポリスチレン板を用意した。ポリスチレン板向けホットエンボス加工手法の概略図を図 4 に示す。加熱には 180 °C まで加熱可能なホットプレートを用い、加圧には 1 kg の重りを用いることとした。鋳型としては、日本より持参した Si 製の成形テスト用チップ（流路幅 100μm×深さ 30μm×長さ 15mm）及び同様の構造を有する PDMS 型を作製し、使用した。

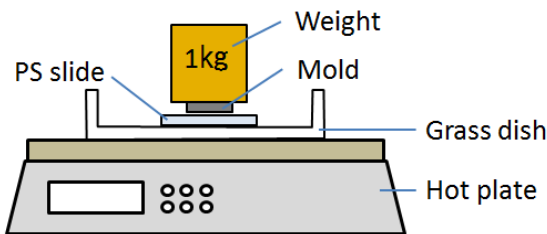


図 4：ポリスチレン板用ホットエンボス

まず、予備実験として、それぞれの鋳型を用いて加熱温度 (110~170 °C)、加熱時間 (30~90 分) の条件を変えてポリスチレン板にホットエンボス加工を行った。試作を行ってみると、140°C 以下ではポリスチレン樹脂の軟化及び流動が不十分であり、良好な形状を得られなかった。一方で、160°C 以上では Si 型が上手く離型できず破損するという問題が発生した。したがって、今回は加熱温度 150 °C、加熱時間 30~90 分、冷却時間 90 分の条件範囲で、各条件を 3 回ずつ成形し、顕微鏡で観察して加工精度を評価した。加工精度としては、鋳型の流路幅  $W_1$ 、成形後の流路の上部流路幅  $W_2$  を測定し、この値から算出される  $F$  を加工精度として評価することとした (図 5 参照)。ここで、今回は 100 μm の流路幅の鋳型について調査を行ったので、 $W_1=100 \mu m$  である。加工精度  $F$  は以下のように定義する。

$$F = \frac{|W_2 - W_1|}{W_1} \times 100 \quad [\%]$$

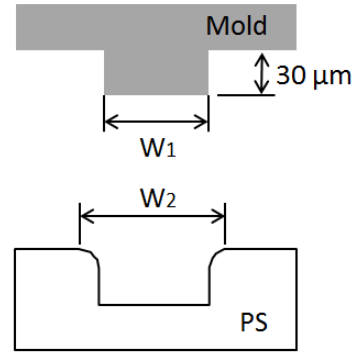


図 5： $W_1$  と  $W_2$  の定義

結果を表 1 及び図 6 に示す。Fs は Si 型による加工精度、Fp は PDMS 型による加工精度を示す。調査範囲条件内において、Si 型と PDMS 型では共に加熱時間 90 分が最も加工精度が良好となり、加工精度にも大きな違いは無かった。しかしながら、そこに至るまでの樹脂の成長挙動に大きな違いが見られた。

表 1：転写率

**150 degree, 1 kg pressure**

Embossing time [s]	Fs [%]	Fp [%]
30	84.3	16.0
60	21.4	12.4
90	8.8	7.2

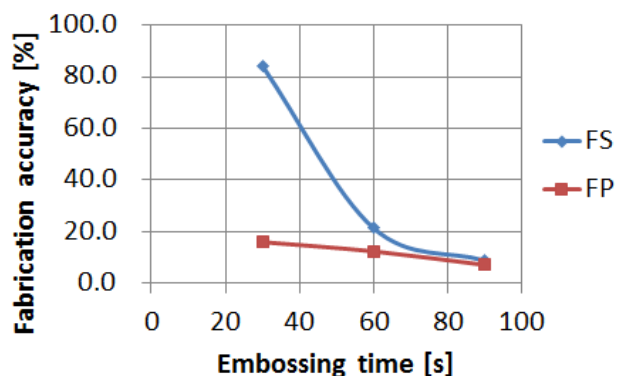


図 6：加工時間と加工精度の関係

この結果について考察を行った。J.M.Li らは、図 7 のように、プラスチック樹脂材料のホットエンボス法における樹脂の流動挙動を、顕微鏡を用いて直接観察した結果として報告している[1]。このような成形過程が今回の成形においても生じているとすれば、今回の結果から PDMS 型を用いた場合、Si 型よりも早く (b) や (c) の段階に進んだと考えられる。これは PDMS 型の弾力性によって、Si 型よりも早い段階から (b) のように樹脂全体に均一な圧力を加えることができたことが起因していると考えられた。各型を使用した際の圧力の加わり方を圧力測定シート（富士フィルム社製、プレスケール）にて測定した（図 8 参照）。測定の結果、PDMS 型では、Si 型と比べて、ポリスチレンに流路部分以外にも均一に圧力を加えることが出来ていることが分かった。これより、PS が溶けた際に、(a) の段階で外側に逃げようとする樹脂を内側に留めることができたのではないかと考えられる。

本派遣プログラムを通じ、抵抗素材に対する微細構造作成技術に関していくつかの新しい知見を得ることが出来た。また、Twente 大学でのマイクロ分析デバイスに対する独特の理論・解析アプローチ手法に触れ、学ぶことが出来き、非常に刺激的な日々を送ることが出来た。学生のうちにこのような貴重な体験が出来たことを幸せに思う。最後に、このような機会を与えてくださった ITP 派遣プログラム関係者の皆様、Twente 大学 MESA+ 研究所 BIOS グループの皆様にご心より感謝の意を表す。

参考文献

[1] J.M.Li, C.Liu, J.Peng : Effect of hot embossing process parameters on polymer flow and microchannel accuracy produced without vacuum Journal of Materials Processing Technology, 207 (2008.10) 163.

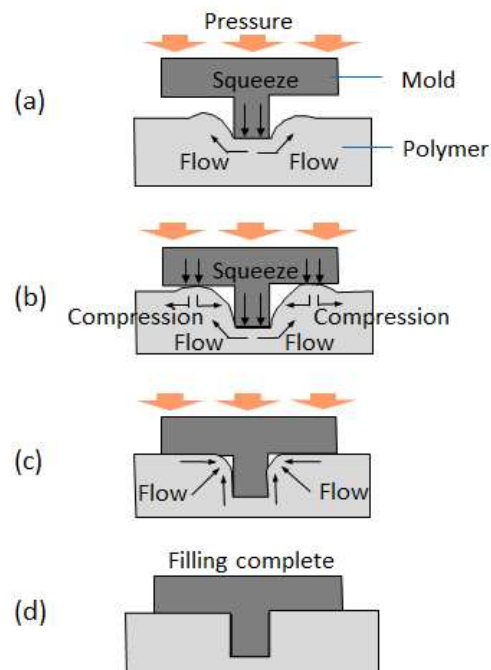


図 7：ホットエンボスにおける樹脂の流動

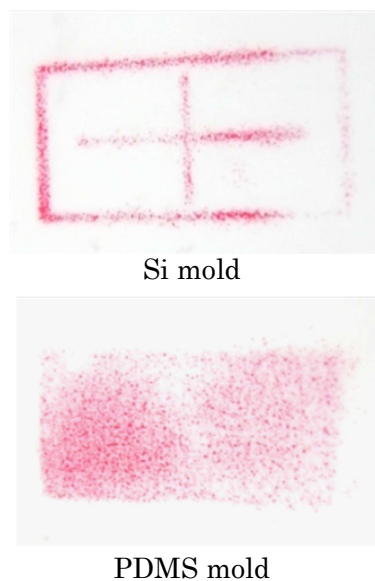


図 8：圧力測定結果

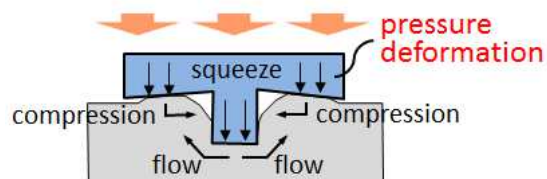


図 9：PDMS 型による樹脂流動の制御