

令和元年6月20日現在

機関番号：32678

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2018

課題番号：15K05810

研究課題名(和文) 交互送液法を利用した大量処理適応型マイクロリアクタの開発

研究課題名(英文) Development of alternate pumping microreactors for mass processing

研究代表者

富士原 民雄 (Fujiwara, Tamio)

東京都市大学・工学部・准教授

研究者番号：60366846

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：交互送液法を利用した大量処理適応型マイクロリアクタを開発の前段階として、マイクロチャンネルの作製法を開発した。当技術は、フォトリソグラフィを応用し、一般に100ミクロン程度までの厚さの膜を形成するために用いられるSU-8について、その適用範囲を数百ミクロンまで拡大することで、その厚さ相当の深さを持つマイクロチャンネルを、高精度かつ自由度の高い形状で製作できるようにするものである。数100ミクロン相当量のSU-8を通常に形成すると厚さが一様にはならないため、膜を機械的に矯正することで、所定の厚さに均一化する手法を開発した。これにより、SU-8の厚膜を高い精度で繰り返し形成することに成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

マイクロ流体技術には、深さが数100ミクロン程度の流路がしばしば用いられる。流路寸法がそれよりも小さい場合には、フォトリソグラフィとソフトリソグラフィを応用したマイクロ流路作製法が用いられることが多いが、流路深さが100ミクロンを超える場合、それらの手法はまだ実用的ではない。また、このような寸法は、一般的な機械加工でも、難しく、現在は最も作製が難しい領域の寸法と言える。本研究で確立した手法は、これに対する十分な答えとなっており、今後様々な流路の作製が可能となり、マイクロ流体技術の発展に寄与する。

研究成果の概要(英文)：In order to adopt to alternate pumping microreactors for mass processing, a novel method to compose micro channels were developed. Enhancing the application of SU-8, which is used to form films with thickness less than 100 micrometers, the formed very thick film enables to make a channel having the depth equivalent to the film thickness with high precision and low restriction. If large amount of SU-8 is formed in a general process, the formed film thickness is not uniform, so a technique to remedy the film thickness was established. It succeeded that very thick SU-8 films with high precision were formed repeatedly.

研究分野：流体工学

キーワード：microfluidics photolithography micro fabrication micro channel

1. 研究開始当初の背景

マイクロ流体技術における基幹要素の一つであるマイクロミキサおよびマイクロリアクタは、 μ -TAS や MEMS 等で広く利用されている。これらの装置では、原理上、流路内の流れが層流であるため、乱流渦による混合効果が得られず、物質の混合は分子拡散のみによって行われるため、完全な混合に要する時間が長くなる。そのため、装置内で混合に必要な時間を担保するには、流路長を長くするか、流量を小さくするしかない。このことから、「装置の小型化」と「時間当たりの処理量」に限界があり、これらを解決することが望まれている。

これに対し、申請者は二液を交互にマイクロ流路内に注入することで、流路内に二液の層構造を形成する「交互送液法」を提案した。当手法は、形成された層構造により分子拡散距離を短縮することで、二液の混合を促進するものである。分子拡散に必要な時間は、その距離の 2 乗に比例するため、劇的な混合時間の短縮が可能となる。これまでに行った可視化実験により、その有効性を証明している。これにより、短時間での混合が可能となるため、流路長の短縮と流量の増加が達成できると考えられる。

本手法の利点を活かすには、サブミリオード深さを持ち、交互送液法に適した形状を持つ流路が必要となる。よって、本手法を利用した装置を実用化するためには、必要な流路を安価で多量に生産することが重要となる。しかし、それに適した加工方法はこれまでに得られておらず、流路の製作は少量かつ高価にならざるを得なかった。

2. 研究の目的

交互送液法を利用した大量処理適応型マイクロリアクタには、サブミリオード深さで所定の形状を持つ流路が必要であり、これを実用するには、流路を安価で多量に生産する方法が求められる。

マイクロリアクタを始め、マイクロ流体デバイスで使用される流路を作製する手段で最も一般的なものの一つとして、型を用いて樹脂を成型するソフトリソグラフィ法がある。この方法の最大の利点は、一つの型から多量のコピーを製造することができる点であり、大量生産によるコストダウンが期待できる。

ソフトリソグラフィにより流路を成型する場合、まず流路形状を反転させた型を作製する必要がある。型の作成方法として、通常の機械加工も考えられるが、寸法の小ささと精度、形状の自由度や表面の滑らかさなどの点において、限界が生じやすい。そのため、フォトリソグラフィーにより、型が作られることが多い。

フォトリソグラフィーによる型作製の典型的な手順としては、まずシリコンウェハなどの基板上にフォトレジストを所定の厚さに塗布し、フォトマスクを通して所定の形状に露光して成形する。この成形されたフォトレジストを型としてソフトリソグラフィにより流路を成型すると、その形が反転され、レジストの部分が流路となる。よって、流路の深さは最初に塗布されたレジスト膜の厚さに対応する。

現在市販されているフォトレジストを用いれば、1 ないし 10 μm のオーダの厚さを持つ膜であれば比較的容易に成形できるが、100 μm 以上のものについては、これに適したフォトレジストは市販されていない。

そこで、本研究では、フォトレジストの適用範囲を拡大し、サブミリメートルの厚さを持つレジスト膜を成形するための手法を確立することを目的とした。

3. 研究の方法

現在入手しやすいフォトレジストの内、膜厚の適用範囲が最も大きいもののひとつである SU-8 を用い、ここでは膜厚の目標値を 400 μm と設定した。SU-8 はおよそ 100 μm の厚さまでであれば、成形のための条件がメーカーより示されている。

本研究では、この SU-8 により、400 μm の厚膜を繰り返し成形できる手法を確立するため、様々な試行を行い、生じた課題を解決した。

4. 研究成果

成形される膜の厚さは、最初に基板に塗布するフォトレジストの重量に比例すると考えられたため、400 μm 相当量と考えられる SU-8 を通常の手順で成型し、その膜の厚さを測定した。その結果、膜の厚さは一様とはならず、一方向に偏ることが分かった。この偏りは、基板に塗布したフォトレジストを露光する前に行うプリベイクの過程で生じることを特定したが、その原因を特定し、これを防止することはできなかった。また、SU-8 は開封後、含まれる溶媒が徐々に気化するため、塗布重量と厚さの関係の再現性が低いことも分かった。

通常の手順では、成形後の膜厚は塗布の段階で決定されるが、厚膜の場合、塗布時にこれが制御できないことが判明したことから、プリベイクと露光の間に、機械的に膜を矯正する方法を考案した。

矯正には予め精密加工した矯正器を用いる。矯正器には所定の寸法に仕上げられた溝があり、そこにプリベイクされたレジストを置く。同時に溝には、はみ出したレジストの付着を防止する紙とレジストに直接接して力を加える鏡面板も置く。これらの装置全体をホットプレートの中で加熱しながらプレスする。プレスが終わると、溝の中に、紙、基板、鏡面板およびフォトレジスト層が収まることになるので、理論上は、溝の深さから、紙と基板と鏡面板の厚さを差し引いた分の値が膜厚になる。

実際に矯正を行ったレジスト膜の厚さの分布を測定したところ、測定された平均膜厚と理論値のずれは1%以下となった。このことから、繰り返し所定の厚さの厚膜を成形することが可能となった。また、レジスト膜内における膜厚分布のばらつきは、平均値に対して1%以下となり、十分な平滑度を達成している。以上より、当手法を用いることで、極めて高い精度で厚さ400 μm のフォトレジストを成形できることを実証した。

なお、フォトレジスト膜を矯正するためには、事前のプリベイクが重要となる。プリベイクとは、フォトレジストの含まれる溶媒を加熱により気化させ、露光前にレジストを一定程度硬化させるプロセスである。SU-8 の通常の適用範囲であれば、95℃で数分程度加熱すれば露光可能となるが、400 μm 相当量となると、単に量に応じて加熱に要する時間が長くなるのではなく、加熱により最初に溶媒が気化した表面の層がフィルム状になり、バルク内の溶媒の気化を阻害するため、長時間加熱を続けても、プリベイクが完了しないことが分かった。

バルク内に溶媒を多く含んだままのフォトレジスト膜を矯正すると、その変形過程で溶媒過多の層が押し当て用の鏡面板に粘着するため、矯正後に鏡面板を外す際に、レジスト層が破壊される。このため、矯正を成功させるには、バルク内まで十分に溶媒濃度を下げしておく必要がある。

しかし、前述のように、開封後の経年変化の影響で、溶媒濃度が一定でないこと、レジスト膜を加熱すると表面がフィルム状になること、あるいは高温で長時間の加熱を行うと、レジストが完全に硬化して使用不可となることなどから、十分にプリベイクを完了させることは困難であった。試行錯誤を繰り返した結果、加熱温度と時間の上限を明らかにするとともに、その条件でプリベイクを完了させるための様々な手法を考案した。

以上の成果により、本研究で構築したマイクロ流路作製方法は、交互送液型マイクロリクタのみならず、マイクロ流体デバイスの製作方法の一つとして、様々な応用が期待できる。

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計 1 件)

Tamio Fujiwara, Hiroshi Ohue, Haruyuki Kinoshita, Teruo Fujii
FORMATION METHOD FOR SU-8 FILM WITH UNIFORM THICKNESS OF 400 MICROMETERS,
ASME - JSME - KSME Joint Fluids Engineering Conference 2019

6 . 研究組織

(1)研究協力者

研究協力者氏名：大上 浩

ローマ字氏名：Hiroshi Ohue

研究協力者氏名：藤井 輝夫

ローマ字氏名：Teruo Fujii

研究協力者氏名：木下 晴之

ローマ字氏名：Haruyuki Kinoshita

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。