

平成 30 年 6 月 25 日現在

機関番号：13801

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14131

研究課題名(和文)複数開口ナノピペットプローブを用いた液中環境での3次元微細立体造形法の開発

研究課題名(英文)Development of three dimensional fine fabrication in liquid using multi-aperture nanopipette probe

研究代表者

岩田 太(Iwata, Futoshi)

静岡大学・電子工学研究所・教授

研究者番号：30262794

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文): 本研究は液中環境で動作可能な走査型イオン伝導顕微鏡のナノピペットプローブ(先端にサブミクロン以下の微細開口を有するキャピラリーガラス管)を用いてナノスケールの微粒子や材料を3次元的に基板上に堆積させる新奇な微細立体造形法を開発することである。複数開口を有するナノピペットを用いることで、イオン電流検出によるピペット先端と基板間の位置決め・距離制御を行いながら、ピペットに充填したコロイド状ナノ微粒子の電気泳動堆積による立体造形を実現した。液中環境での動作により、ピペット先端開口での乾燥や詰まりがない再現性の高い加工を可能にした。

研究成果の概要(英文): In this research, nanoscale particles are three-dimensionally formed on a substrate by using a nanopipette probe (a capillary glass tube having a fine aperture of submicron or less at the tip) of a scanning ion conductance microscope (SICM). The SICM can be operated in a liquid environment to develop a novel micro stereolithography method for depositing on the surface. By using the nanopipette with multiple apertures, stereolithography by electrophoretic deposition of colloidal nanoparticles filled in the pipette was realized while controlling the positioning and distance between the pipette tip and the substrate by ion current detection. By operating in the liquid environment, it was possible to perform highly reproducible processing without drying or clogging at the tip apertures of the pipette.

研究分野：精密工学

キーワード：走査型イオン伝導顕微鏡 ナノピペット ナノ加工 電気泳動堆積 ナノ微粒子

1. 研究開始当初の背景

近年、微小電気機械システム (Micro Electro Mechanical System : MEMS) のような微細デバイスへの応用のために3次元微細構造物の作製に関心が高まっている。微細加工技術としてフォトリソグラフィや集束イオンビーム (Focused Ion Beam : FIB) が広く用いられている。しかしながら、フォトリソグラフィは加工プロセスが複雑なことや FIB は真空環境を要するため装置が高価である。したがって、シンプルで安価な微細加工技術の開発が望まれている。

我々はこれまでに微細な開口を有するキャピラリーガラス管 (ナノピペット) に金ナノ微粒子のコロイド溶液を充填させ、電気泳動堆積法を用いて導電性基板表面に吐出堆積を行う手法を開発してきた。本手法によりシンプルで安価な3次元立体造形を可能にした。しかしながら、ナノピペット先端部において乾燥によるナノ微粒子の目詰まりが生じることがあり、高い加工再現性を得ることが困難であった。

2. 研究の目的

本研究では局所的電気泳動堆積法を液中環境で行うことで加工再現性を向上させる手法の開発を目的とした。液中環境でナノピペットを用いて基板上へ微細堆積するためには液中環境におけるナノピペット先端の位置決め制御手法が必要である。さらに基板上に金ナノ微粒子を吐出堆積させる必要がある。これらを実現するために、本研究では複数開口を有するナノピペット (シータ管ナノピペット) を用いて、液中環境で動作可能な走査型イオン伝導頭微鏡 (Scanning Ion Conductance Microscope : SICM) によりピペット先端の高精度な位置決め制御を行った。また、このように位置決めされたピペットを用いて基板上へ電気泳動堆積を行う手法の開発を行った。

3. 研究の方法

(1) 走査型イオン伝導頭微鏡 (SICM)

走査型プローブ頭微鏡 (Scanning Probe Microscope : SPM) の一種である SICM は、プローブとして開口径がナノスケールのナノピペットを用いる。図 1(a) に SICM の原理図を示す。ナノピペット内部に挿入された電極とバス溶液中の電極に電圧を印加することにより、ピペット開口部にイオン電流が流れる。イオン電流はピペット先端が基板表面に近づくにつれ、開口を塞ぐために図 1(b) のように減衰する。このイオン電流をピペット先端 - 基板表面間距離の検出信号として用いることで、基板表面近傍へナノピペット先端を高精度に位置決めおよび非接触で構造物を観察することが可能である。

(2) シータ管ナノピペットを用いた堆積法

本研究ではシータ管ナノピペットを用いて、

導電性を有する酸化インジウムスズ (Indium Tin Oxide : ITO) がコートされた基板にナノピペット先端の位置決めと微細堆積加工を行う。図 2(a) に本手法の概略図、(b) にシータ管の走査型電子顕微鏡像 (Scanning Electron Microscope : SEM) を示す。シータ管ナノピペットは複数開口を有するキャピラリーガラス管 (BT150-10, Sutter Instrument) をピペットプラー (P-2000, Sutter Instrument) により熱引きすることで作製した。シータ管ナノピペットの 1 つの流路にはリン酸緩衝生理食塩水 (Phosphate buffered Saline : PBS) を充填し、SICM によりピペット先端の位置決めを行う。また、もう一方の流路には金コロイド溶液を充填する。ナノピペット内部に挿入されている電極と導電性基板間に電圧を印加することで、コロイド溶液中で負に帯電した金微粒子を基板上に吐出堆積することが可能である。

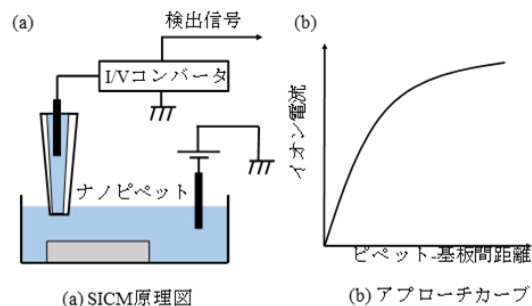


図 1 SICM の測定原理

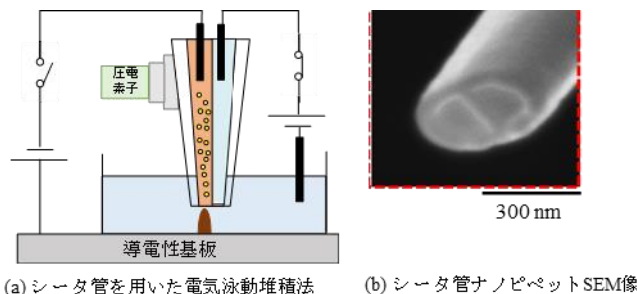


図 2 本手法の概略図

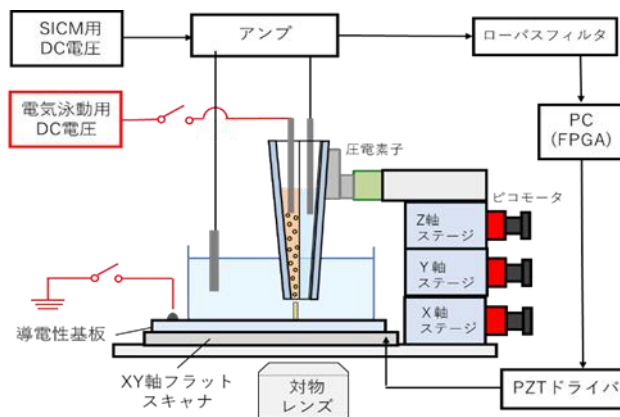


図 3 装置構成

(3) 装置構成

本研究で使用した装置構成を図 3 に示す。本研究での装置構成はピペット先端を基板表面近傍に高精度な位置決めを行う SICM 機構とナノピペットによる電気泳動堆積法を行う機構を含んだ構成となっている。SICM による位置決めおよび観察を行う際、xyz 軸粗動機構に位置決めステージ (B23-40A, 駿河精機) を使用し、圧電モータ (Picomotor Model New Focus) により駆動させる。シータ管の片方の流路に挿入された電極とバス溶液中の電極間に印加された電圧により、検出信号がアンプを介して出力される。この出力信号は FPGA ボードに入力される。ピペット先端の基板表面への位置決めは FPGA ボードで取得した出力信号が PC において設定した閾値まで到達すると停止する。

電気泳動堆積法を行うためには SICM によりナノピペット先端を高精度に位置決め後、もう一方の流路に挿入された電極と導電性基板間に直流電圧を印加することで電気泳動によりナノ微粒子が吐出し基板に堆積する。ナノピペットの位置決めと微細加工時の Z 軸の微動機構は変位拡大機能を有するとして圧電素子を用いている。

4. 研究成果

(1) SICM を用いた 3 次元立体構造物の作製

開発した本装置を用いて 3 次元立体構造物であるピラー状構造物の作製を行った。図 4(a) に堆積後の光学顕微鏡像を示す。また図 4(b) に (a) の青枠に対応したピラーの SEM 像を示す。図 4 に示すように本手法を用いることにより 3 次元立体構造物の作製が可能であることがわかる。また、本手法においてピラーの直径がサブマイクロスケールでの堆積加工を実現できていることが分かる。

本手法の加工再現性を確かめるために 4 本のピラー配列の作製を行った。図 5(a) に 4 本のピラー配列の光学顕微鏡像を示す。また、図 5(b) にその部分に対応したピラー配列の SEM 像を示す。このように本手法を用いることで、同一条件下で同等の形状を有するピラー配列の作製を行えていることから加工再現性が確認でき、本手法の有効性を示している。

(2) 作製速度の変化によるピラー直径の評価

本手法を用いて、ピラーの作製速度を変化させた場合に関するピラー直径の評価を行った。図 6 にピラー作製速度とピラー直径の関係を示す。堆積条件は SICM によるアプローチ閾値 1.5%、電気泳動用印加電圧 1.5 V と固定し、作製速度 385, 500, 710, 980 nm/s と変化させた。図 6 より作製速度が 385 nm/s と遅いほどピラー直径が大きくなっていることがわかる。

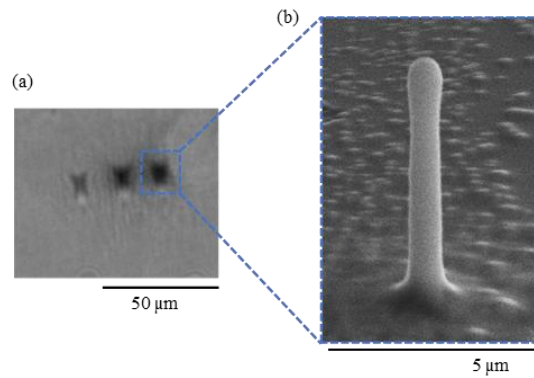


図 4 マイクロピラーの作製結果
(a) 光学顕微鏡像 (b) ピラーの SEM 像

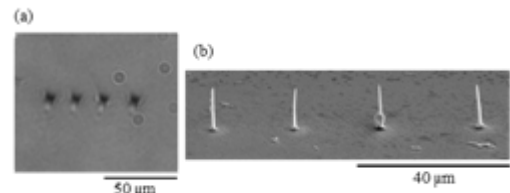


図 5 ピラー配列作製
(a) 光学顕微鏡像 (b) ピラー配列の SEM 像

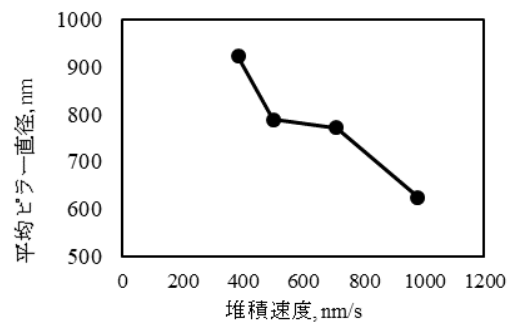


図 6 作製速度の変化によるピラー直径評価

これは速度が遅いため吐出される微粒子の量が多いため、多くの微粒子が基板に拡散してしまったことが原因として考えられる。これに対して、作製速度が 980 nm/s と速い場合に関してはピラー直径が微細化されている。これは吐出される微粒子の量が少ないため、基板への微粒子の拡散が低減されたためと考えられる。

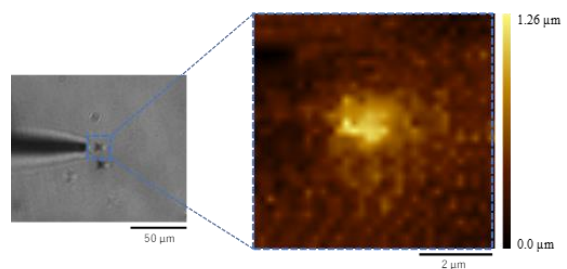


図 7 ドット形状の SICM 像

(3) 作製された構造物の SICM 観察

SICM は液中環境下でピペット先端と基板表面間距離の位置決めだけではなく、試料の凹凸形状の観察が可能な手法である。そこで、低く堆積したドット形状に関する SICM 観察を行った。図 7(a)に堆積終了後の SICM 像、(b)に 3D 像を示す。堆積条件は電気泳動の印加電圧-4.0 V, 堆積時間は 10 秒と設定した。図 7 からわかるように実際に作製された構造物について SICM を用いて観察可能であった。このように、堆積された直後の構造物を同一環境下で観察することで、加工したその場で堆積加工状態を評価できることは実験効率上において大変有効である。

(4) 結言

シータ管ナノピペットを用いた SICM による局所的電気泳動堆積法の開発として直径がサブマイクロメートルのピラー状構造物の作製を高い再現性で行うことを可能にした。ここで、ピラー作製速度が 385 nm/s と遅い場合は吐出される微粒子の量が多いために拡散してしまいピラー直径が大きくなってしまった。一方ピラー直径が 980 nm/s と速い場合に関しては、吐出される微粒子の量を制限することができたため拡散を低減することができ、ピラー直径が小さくなった。また、作製直後の構造物の SICM 観察を行うことで同一環境での堆積、観察を可能にし、SICM を用いる有効性を確認できた。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① **F. Iwata**, and **J. Metoki** “Local electrophoretic deposition using a nanopipette for micropillar fabrication”, *Japanese Journal of Applied Physics*, 査読有, 55 (2017) 126701.1-7
DOI: 10.7567/JJAP.56.126701

[学会発表] (計 5 件)

- ① **M. Yoshioka**, and **F. Iwata**, “Three-dimensional nanofabrication based on electrophoretic deposition using a scanning ion conductance microscope”, *The 25th International Colloquium on Scanning Probe Microscopy*, (2017)
- ② **M. Yoshioka**, **F. Iwata** “Local electrophoresis deposition using a scanning ion conductance microscope with a theta nanopipette”, *The 7th International conference of Asia Society of Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2017)*, (2017).
- ③ 吉岡 正義, **岩田 太**, “複数開口プローブを用いた走査型イオン伝導顕微鏡による局所的電気泳動堆積法の開発と微細立体造形”, 第 17 回日本表面科学会中部支

部学術講演会, (2017)

- ④ 吉岡 正義, **岩田 太**, “シータ管ナノピペットを用いた走査型イオン伝導顕微鏡による液中環境での電気泳動堆積法の開発”, 2017 年精密工学会秋季学術講演会, (2017)
 - ⑤ 吉岡 正義, **岩田 太**, “シータ管ナノピペットを有する走査型イオン伝導顕微鏡を用いた局所的電気泳動堆積による立体造形法の開発”, 第 78 回応用物理学会秋季学術講演会, (2017)
- [図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

○取得状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
取得年月日：
国内外の別：

[その他]
ホームページ等

6. 研究組織

- (1) 研究代表者
岩田 太 (IWATA, Futoshi)
静岡大学・電子工学研究所・教授
研究者番号：30262794
- (2) 研究分担者
- (3) 連携研究者
中尾 秀信 (NAKAO, Hidenobu)
国立研究開発法人物質・材料研究機構・主任研究員
研究者番号：80421395