

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 9 月 15 日現在

機関番号：13801

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630024

研究課題名(和文) ナノピペットを用いた電気泳動堆積による3次元微細立体造形法の開発

研究課題名(英文) Three dimensional fabrication with a nanopipette using electrophoresis deposition

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) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、ナノピペットを用いてナノ材料を微細に堆積する技術を開発することを目的とした。この手法では、コロイド溶液を充填したナノピペットを用いて、大気中で任意の位置に堆積加工を行うものである。また、ナノ材料を堆積させながら、ピペットを垂直方向に動かすことで、立体造形も可能にした。この堆積加工において再現性の高い立体造形法を実現させるために電気泳動堆積法において堆積中の電流を制御することで、堆積量を制御可能な微細立体造形を開発した。これにより堆積中にピペット内に流れる電流値を制御することでくびれを減少させ、ピラーの途切れを抑えた再現性の高い立体造形を実現した。

研究成果の概要(英文)：We have developed a novel and simple technique of three-dimension structure fabrication using a nanopipette filled with a metal colloidal solution. As for fabrication of the pillar, the pipette edge is contacted on the substrate, and then it was moved upward while keeping deposition of the metal colloidal solution. The diameter of the pillar is dependent on the aperture size of the pipette. To improve the reproducibility of the formation, the amount of deposition of the Au colloidal solution was controlled by feedback loop that maintains the pre-defined constant current under electrophoresis deposition. This technique would be expected as a fabrication method for micro and nanometer-scale devices.

研究分野：工学

キーワード：微細加工 ナノピペット 電気泳動 ナノ微粒子

### 1. 研究開始当初の背景

半導体微細加工プロセスの発展とともにリソグラフィーによる2次元での微細加工技術は研究開発レベルではほぼ確立されてきている。今後の微細加工技術は2次元から3次元への多次元化が重要であり、マイクロからナノメートルサイズの高精度かつ任意の材料で製造可能な3次元微細立体造形技術の開発が望まれている。3次元微細立体造形技術はMEMSや電子デバイスといった理工学分野をはじめ、3次元細胞システムの構築といった医学分野など様々な領域において大変重要な課題として積極的に開発されている。しかしながら現在の3次元微細立体造形において用いられているリソグラフィー技術は蒸着やエッチングなど多くの複雑なプロセスや高価な設備が必要である。また集光イオンビーム(FIB)での微細立体造形技術は真空環境を必要とし、やはり装置コストは大変高価である。よって特殊な環境を必要とせず、シンプルで低コストかつ高精度な3次元微細立体造形法の開発が望まれている。

### 2. 研究の目的

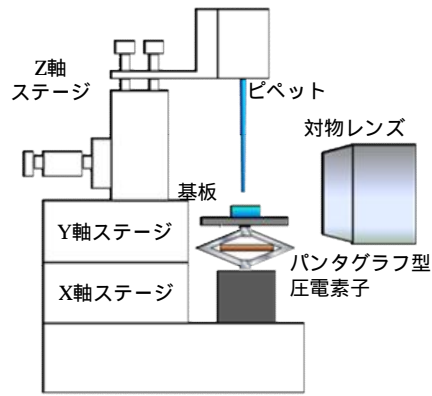
本研究では、ナノピペットを用いてナノ材料を微細に堆積する技術を開発することを目的とした。この手法では、コロイド溶液を充填したナノピペットを用いて、大気中で任意の位置に堆積加工を行うものである。また、ナノ材料を堆積させながら、ピペットを垂直方向に動かすことで、立体造形も可能にした。この堆積加工において再現性の高い立体造形法を実現させるために電気泳動堆積法において堆積中の電流を制御することで、堆積量を制御可能な微細立体造形を開発した。

### 3. 研究の方法

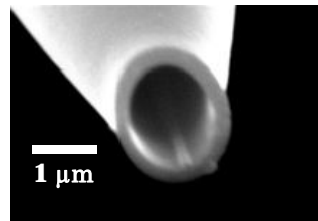
#### (1) ナノ微粒子堆積装置

図1(a)にピラー作製を行うための実験装置概略図を示す。ピペットは中空のガラス管(外径1.0mm、内径0.6mm)をマイクロピペットプラー(SUTTER, P-2000)により熱引きし、先鋭化して作製した。図1(b)にピペット先端部の走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)画像を示す。

本研究では、電気泳動堆積法を行うために、基板表面が導電性である Indium Tin Oxide: ITO をスパッタコートしたスライドガラスを基板として用いた。堆積中のピペット先端と基板間のメニスカスの形成を容易にするために、基板は超音波洗浄およびUV照射することで濡れ性を高めたものを使用した。ピペット先端の位置決めにおいて水平方向の移動はXY軸ステージを用い、垂直方向の移動には小型圧電モータ(New Focus Picomotor 8353)により駆動するZ軸ステージを用いた。また、ITO基板を固定するステージはパンタグラフ型圧電素子(ストローク: 150  $\mu\text{m}$ )を用いてナノメートル精度で微動可能にした。



(a) 実験装置概略図



(b) ナノピペット先端

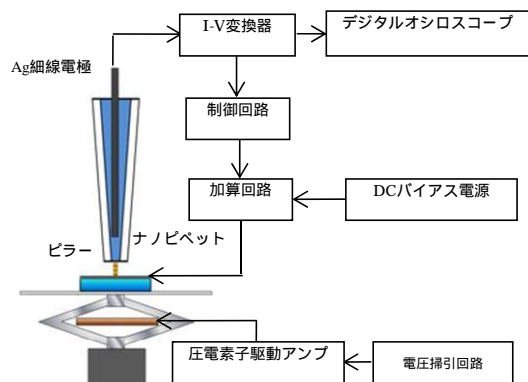


図2 電流制御装置概略図

パンタグラフ型圧電素子はファンクションジェネレータの信号を圧電素子駆動アンプで増幅して印加することで駆動した。立体造形物作製の様子を観察するために対物レンズ(倍率50倍、作動距離20.5mm)を有する光学顕微鏡を使用した。電気泳動における電流値の測定と制御を行うための装置構成を図2に示す。I-V変換器を通してオシロスコープに接続することで、ピペット内部に流れる電流値をモニタした。また、この電流値を制御しながら堆積加工するために、I-V変換器の出力信号は制御回路と加算回路により、電流値に応じて電気泳動の印加電圧を変化させている。すなわち、I-V変換器後の電圧値が常に一定になるようフィードバックすることでピペットと基板表面間に流れる電流値を常に一定に制御する。また、制御装

置と加算回路の間のスイッチを用いることでピペット先端が基板表面と接触した以降の任意のタイミングで制御を開始できる。

#### (2) 電気泳動堆積における電流値制御

本手法によりナノ微粒子を堆積させる手順について説明する。まず、ピペット内に堆積させる Au ナノコロイド溶液を充填する。次に電気泳動を行うための Ag 細線電極をピペット内に挿入し、導電性の ITO 基板側との間に DC 電圧を印加する。その後、ピペット先端を光学顕微鏡で観察しながら基板表面に近づけ、微動調整としてパンタグラフ型圧電素子を用いて基板側をゆっくりと移動させ、ピペット先端を基板に接触させる。その後、適切な引き上げ速度でピペットを基板表面から引き離すことでピラーの作製を行う。本研究では、まず開口径  $1.5 \mu\text{m}$  のピペットでピラーを堆積したときに流れる電流値を検出し、ピラー表面にくびれや途切れが生じにくい電流値を求めた。その後、その電流値で制御しながら堆積加工を行った。

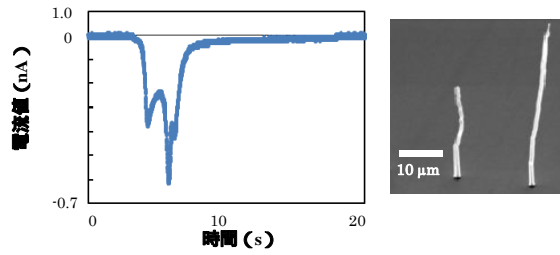
### 4. 研究成果

#### 実験結果と考察

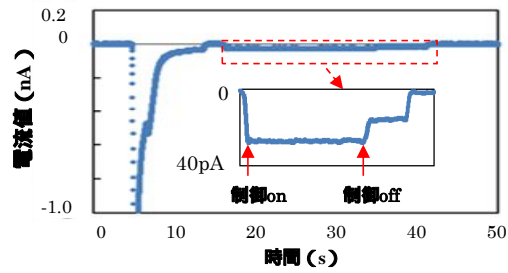
##### (1) 電流制御なしでの堆積

本手法を用いた堆積量制御を行うにあたり、適切な制御電流値を求めするため、まず制御しない状態、すなわち印加電圧を一定にした堆積中において、電流測定を行った。ピペット内に流れる電流値を図 3(a)に示す。電流値としては、接触後に  $0.7 \text{ nA}$  程度の電流が流れ、時間の経過とともに徐々に小さくなる。接触後は液体が表面と吸着した際の電流パスが大きいですが、堆積されるピラーによる抵抗値の増加、あるいはピペット先端付近におけるコロイド溶液の微粒子濃度の低下に伴う抵抗値の増加により電流値が徐々に低下するものと思われる。

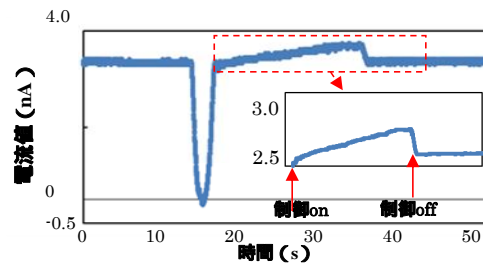
電流値を制御しない状態で堆積させたピラーの SEM 画像を図 3(b)に示す。SEM 画像より、作製されたピラーには複数のくびれが存在し、また、途中で途切れているのが確認できる。堆積中のピペット内において微粒子のピペット先端への拡散による供給は引き上げ速度に追いつかず、結果としてくびれが生じるものと考えられる。これらから考察するとピペット内の微粒子の移動には、ある一定以上の電流値を維持する必要があるため、電流値の制御を行うことで堆積量を制御でき、ピラー形状を均一にすることが可能であると考えられる。



(a) 堆積中の電流変化 (b) 堆積したピラー  
図 3 電流制御なしでの堆積実験



(a) 制御状態における堆積中の電流変化  
(挿入図は点線枠の拡大)



(b) 基板への印加電圧の変化  
(挿入図は点線枠の拡大)

図 4 電流制御ありでの堆積実験

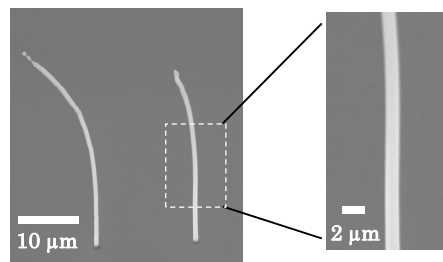


図 5 堆積したピラー

##### (2) 電流制御を用いた堆積

前節の実験より開口径が  $1.5 \mu\text{m}$  のピペットを用いたピラー作製では、およそ  $20 \text{ pA}$  の電流値が必要であると推定される。この値をもとに電流値の制御を行い、ピラーを作製した。堆積中における電流値の変化を図 4(a)に、基板への印加電圧を図 4(b)にそれぞれ示す。電流値を一定に保つために印加電圧が増加している様子がわかる。作製したピラーの SEM 画像を図 5 に示す。ピラーのくびれは、制御していないものと比較して減少してい

る。また、ピラーの途切れも抑えられることから、電流制御を行うことで再現性の高いピラーの形状を作製することが可能である。

(3) 結言

ナノピペットを用いたコロイド微粒子の電気泳動堆積法による新規な立体造形法を開発した。堆積中にピペット内に流れる電流値を制御することでくびれを減少させ、ピラーの途切れを抑えた再現性の高い立体造形を実現した。今後は電子回路のノイズ除去等の装置改善により、堆積量制御の高精度化が期待できる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

1. F. Iwata, H. Ui, “Local deposition using an electrostatic inkjet technique with a nanopipette for photomask repair”, International Journal of Nanomanufacturing (2015) 印刷中

〔学会発表〕(計 4 件)

1. F. Iwata and J. Metoki, “Microfabrication of three-dimensional structures using nanoparticle deposition with a nanopipette”, The 38th International MATADOR Conference on Advanced Manufacturing (MATADOR 2015), pp. 518 - 522, (National Formosa University, Huwei, Taiwan) 2015.3. 28
2. F. Iwata and J. Metoki, “Micro electrophoresis deposition using a nanopipette for three dimensional structure”, The 4th International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO 2014), pp. 30, (Academia Sinica, Taipei, Taiwan) 2015. 10. 30)
3. J. Metoki and F. Iwata, “Nanoparticle deposition using a nanopipette for micro fabrication of 3D structure”, The 5th Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2013), pp. 80, (Howard Civil International Centre, Taipei, Taiwan) 2013.11.14
4. F. Iwata, H. Ui, and T. Tojo, “Electrostatic ink-jet deposition using a nanopipette for photomask repair”, The 5th Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2013), pp. 62 (Howard Civil International Centre, Taipei, Taiwan), 2013.11.14

〔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

中尾 秀信 (NAKAO HIDENOBU)  
独立行政法人物質・材料研究機構・  
主任研究員  
研究者番号：80421395

(3) 連携研究者

( )

研究者番号：