

整理番号	H29-J-089	報告者氏名	中原 佐
------	-----------	-------	------

研究課題名 感光性複合材料を用いたマイクロヒーターの開発および微小管運動への応用

<代表研究者> 機関名：山口大学大学院創成科学研究科 職名：助教 氏名：中原 佐

<共同研究者> 機関名： 職名： 氏名：
 機関名： 職名： 氏名：
 機関名： 職名： 氏名：
 機関名： 職名： 氏名：

<研究内容・成果等の要約>

近年、マイクロマシン (MEMS: Micro Mechanical Electro Systems) 技術で製作したデバイスと生体試料を組み合わせ、バイオミメティック (生物模倣) な工学システムの開発や、マイクロ領域における生物学的知見を得るための研究が広く行われている。応用先の高度化に伴い、MEMS に用いられる材料についても目的に応じた加工特性および機能性を併せ持つ高度な機械・構造材料が求められている。上記のニーズに対して、本研究では、感光性材料に銅粒子を混合させた複合材料を調製し、その加工特性と機能性を明らかにし高度な機械・構造材料としての有用性を実証するとともに、温度変化の制御と生体試料の観察を同時に行えるマイクロデバイスの開発を目的とする。

複合材料の加工特性については、露光膜厚とパターニング精度を評価した。露光膜厚は複合材料に混合させる銅粒子の割合の増加に伴い、減少する傾向がみられた。また、Cu 70 wt%の複合材料では、紫外光によって露光される膜厚は約 15 μm であることがわかった。パターニング精度については、Line & Space のパターンを有するフォトマスクを用いて複合材料へパターンを転写し、製作した構造物の寸法値とマスクのパターン寸法値を測定・比較した。その結果、露光部の線幅が大きくなることを確認するとともに、銅粒子の重量比が 70 wt%の複合材料でパターニング可能な最小線幅は約 25 μm であることがわかった。これらの結果から、複合材料を用いたマイクロデバイスの製作へ向けて基礎的な知見を得ることができたと考える。

複合材料の温度特性評価については、その温度変化量を計測するために、四端子計測の微小な温度センサを製作した。製作した温度センサは、幅 20 μm のラインで形成される測定部位を有し、温度校正結果から温度センサとして使用できることが実証された。測定部位の周辺に複合材料のパターンを形成し、緑色光の照射に対する温度変化を計測した結果、対物レンズの倍率が 20 倍のとき最大約 17°C の温度上昇が得られることを明らかにした。

生体試料である微小管およびキネシンと製作したマイクロデバイスを用いて、生体試料の観察と同時に運動系の制御を試みた。その結果、Line & Space の像を観察することはできたが、微小管の像を観察することができなかった。原因としては、製作したデバイス上に生体試料の運動系を構築できていなかったことと、複合材料の自家蛍光が微小管の蛍光観察を阻害していたことが考えられる。今後は、製作したデバイスの表面改質および自家蛍光の抑制を試みる計画である。

<研究発表（口頭、ポスター、誌上別）>

【口頭発表】

田崎淳一, 中原佐, 南和幸, 感光性複合材料を用いたマイクロヒータの開発, 日本機械学会中国四国支部第 56 期総会・講演会, 306, 2018.

田崎淳一, 中原佐, 南和幸, SU-8/Cu 複合材料を用いたマイクロヒータの開発, 日本機械学会 2018 年度年次大会, 査読無, J2240002, 2018.

田崎淳一, 中原佐, 南和幸, SU-8/Cu 複合材料の光熱効果を利用した温度制御デバイスの開発, 日本機械学会中国四国支部第 57 期総会・講演会, 2019. (発表予定)

<研究の目的、経過、結果、考察（5000 字程度、中間報告は 2000 字程度）>

【研究の目的】

近年、マイクロマシン（MEMS: Micro Mechanical Electro Systems）技術で製作したデバイスと生体試料を組み合わせ、バイオミメティック（生物模倣）な工学システムの開発やマイクロ領域における生物学的知見を得るための研究が広く行われている。応用先の高度化に伴い MEMS に用いられる材料についても目的に応じた加工特性および機能性を併せ持つ高度な機械・構造材料が求められている。

上記のニーズに対して、微細加工に用いる感光性材料と機能性粒子を混合することで、感光性材料の加工特性に粒子の機能性を付与させた複合材料が提案されてきた。報告例として、鉄粒子の磁性を利用した磁気駆動型のアクチュエータや、銀粒子の導電性を用いた導電性マイクロデバイス等が挙げられる。しかし、これまでに銅粒子の光熱効果に着目し、マイクロヒーターとして応用させる研究例は報告されていない。生体試料の中にはタンパク質（酵素）の温度依存性により 10°C 前後の温度変化で大きな特性変化を示すものがあるため、マイクロ領域の温度変化と同時に生体試料を観察できるデバイスが開発できれば、MEMS 技術の新たな利用領域の創出に繋がると考えられる。

本研究は、感光性材料に銅粒子を混合させた複合材料を調製し、その加工特性と機能性を明らかにし高度な機械・構造材料としての有用性を実証するとともに、温度変化の制御と生体試料の観察を同時に行えるマイクロデバイスの開発を目的とする。

【研究経過】

本研究では、感光性材料の SU-8（MicroChem 製）と機能性材料の銅粒子（高純度化学研究所製）を混合し、微細加工および光熱効果による温度制御が可能な新規複合材料を提案した。SU-8 は微細構造を製作するために広く用いられる材料であり、所望のパターンを有するフォトマスクを通して紫外光を照射することによって数 μm の微細構造を転写・形成できる。また、銅粒子は青色から緑色の間に大きな吸光特性を有しており、細胞やタンパク質の観察に広く用いられる励起光を照射することによって、光熱効果を生じさせることが可能である。機能性材料である銅粒子を混合させることで銅の光熱効果を感光性材料に付与することができるが、粒子が光の進入を障害し透過率が減少することで、感光性材料の加工特性は変化すると考えられる。すなわち、粒子の混合割合を大きくすることで光熱効果が大きくなる一方で、紫外光によるパターンニング精度および照射面から露光される膜厚は減少する関係となる。そのため、感光性複合材料の加工特性および光熱効果の機能性をそれぞれ評価し、目的に応じた粒子の混合割合を導出する必要がある。本研究では、Line & Space のパターンを有するフォトマスクを用いてパターンを転写し、製作した構造物の寸法値とマスクのパターン寸法値を測定・比較することで複合材料のパターンニング精度を評価した。また、マイクロヒーターとしての特性を評価するために、微小な温度センサをガラス基板上に製作し、温度センサの測定部周辺に複合材料をパターンニングした後、光照射に対する温度変化を測定した。

観察に用いる生体試料には、細胞骨格の微小管とモータータンパク質のキネシンを使用した。微小管は直径約 25 nm、長さ数 μm の環状構造を有する細胞骨格であり、キネシンは大きさ約 80 nm のタンパク質である。ナノスケールの物体を操作するためのツールとして研究が進められており、図 1 に示すようなグライディングアッセイと呼ばれる運動系を生体外で構築し、応用する研究がなされている。本研究では微細加工によって製作したマイクロ流路構造によって微小管の不規則な運動方向を物理的に制御すると同時に、光熱効果による温度制御によって微小管の運動速度を制御する技術の確立を目指した（図 2）。

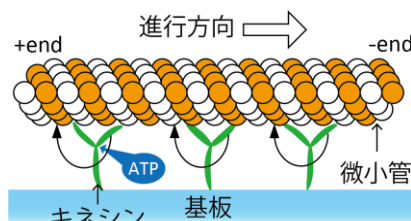


図1 グライディングアッセイ系

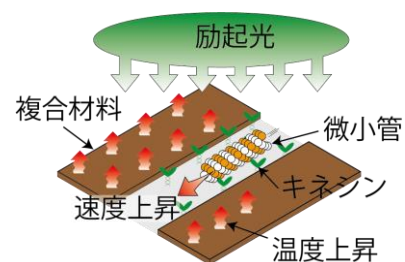


図2 制御系の概念図

【研究結果および考察】

1. 複合材料の加工精度評価

露光膜厚の計測: 複合材料に混合させる銅粒子の割合と加工できる深さ (膜厚) を評価するために、図3に示すような背面露光によるサンプル製作を行った。紫外光の照射によって露光された箇所は硬化し、露光されなかった箇所は現像工程で除去される。残った複合材料の膜厚を接触式段差計で各サンプル 3 箇所を計測した。計測結果を図4に示す。銅粒子の割合の増加に伴い、露光される膜厚は減少する傾向がみられた。また、複合材料への露光量を増加させたところ、Cu 50, 70 wt%では露光量 800 mJ/cm^2 あたりまで露光膜厚が増加する傾向にあり、それ以上の露光量では一定の膜厚で飽和する傾向にあることがわかった。Cu 30 wt%の場合は、Cu 50, 70 wt%よりも紫外光の透過性があり、露光量 200 mJ/cm^2 で塗布した複合材料の表層部まで到達していたことが考えられる。より大きな光熱効果が得られる条件は銅粒子の割合が大きい Cu 70 wt%であると考えられるが、得られた実験結果から紫外光によって露光される膜厚は約 $15 \mu\text{m}$ であることがわかった。マイクロデバイスを製作する際は、露光不足による複合材料の剥離を防止するために、複合材料の塗布膜厚を制御する必要があると考えられる。

加工精度の評価: 複合材料のパターニング精度を評価するために、Line & Space (線幅: 50, 40, 30, 25, $20 \mu\text{m}$) のパターンを有するフォトマスクを用いて複合材料へのパターンの転写を行った。Line & Space のパターンを形成させた複合材料の観察写真を図5に示す。露光部がSpaceであり、未露光部 (複合材料を除去した箇所) がLineである。図6に複合材料のLine & Spaceの線幅の測定結果を示す。横軸にマスクパターンの線幅を示し、縦軸に転写された複合材料の線幅を示す。三角プロットはLineの線幅であり、丸プロットはSpaceの線幅である。破線はマスクと転写された複合材料の寸法値が同じ値となる理想値を示した直線である。測定結果より、複合材料の露光部 (Space) の線幅はマスク寸法に比べて大きくなり、未露光部 (Line) の線幅は小さくなっていることがわかった。これは複合材料への露光量が大きかったためだと考えられる。図5の観察写真に示すように、線幅 $20 \mu\text{m}$ 以下では銅粒子がLine部分に残っており、パターンを転写できていなかった。転写できなかった原因として、Line & Spaceの線幅が $20 \mu\text{m}$ 以下の場合、Lineの線幅が銅粒子の粒径 ($5 \mu\text{m}$) と近い値になるため、銅粒子がLine部に詰まり、現像時に除去されなかったことが考えられる。線幅 $25 \mu\text{m}$ では残った銅粒子は少なく、パターニングができていることから、銅粒子の重量比が70 wt%の複合材料でパターニング可能な最小線幅は約 $25 \mu\text{m}$ であると考えられる。

2. 複合材料の温度特性評価

複合材料の温度特性を評価するために、四端子計測の温度センサを製作した。製作したデバイスの観察写真を図7に示す。図7(a)はデバイスの全体観察写真であり、電極パッド部を含む温度センサの

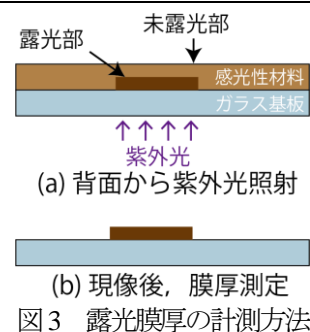


図3 露光膜厚の計測方法

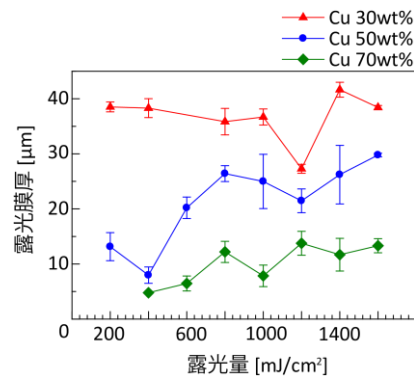


図4 露光膜厚の計測結果

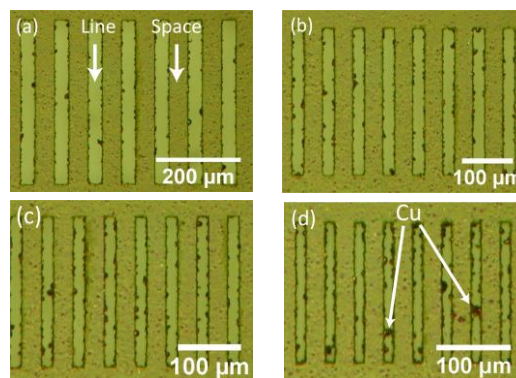


図5 Line & Space の観察写真

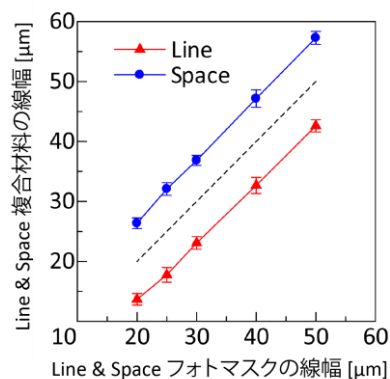
(a) $40 \mu\text{m}$, (b) $30 \mu\text{m}$, (c) $25 \mu\text{m}$, (d) $20 \mu\text{m}$ 

図6 Line & Space の計測結果

パターンおよび複合材料のパターンが形成されていることがわかる。図 7(b)は温度センサの測定部周辺の観察写真である。測定部には幅 $20\ \mu\text{m}$ のラインパターンが形成されており、複合材料が測定部の周辺にパターンニングされている。パターンニングされた複合材料の膜厚は $13\ \mu\text{m}$ であった。観察結果より、製作したデバイスには所望のパターンが形成されていることがわかった。図 8 に製作した温度センサの温度校正結果を示す。縦軸は抵抗値であり、横軸は恒温水槽の温度である。抵抗値は温度を上げたときと下げたときで同様の値を示し、温度との比例関係を示した。この結果から、製作したデバイスは温度センサとしての機能を有していることが確認できた。

ヒーター特性評価の実験系の概念図を図 9 に示す。顕微鏡の対物レンズを通して緑色の励起光を照射したときの温度変化を測定した。対物レンズからの光の照射面積および光の強さは、対物レンズの倍率 10, 20, 40, 60, 100 倍に対し、それぞれ $5.52, 1.38, 0.34, 0.15, 0.06\ \text{mm}^2$ 、および $19.3, 14.9, 9.8, 5.7, 4.0\ \text{mW}$ であった。図 8 にヒーター特性の評価結果を示す。縦軸は光照射による温度の増大量、横軸は対物レンズの倍率である。複合材料がパターンニングされたデバイスでは、複合材料がパターンニングされていないデバイスよりも温度の上昇量が大きかった。本実験における温度の上昇量は、対物レンズの倍率が 20 倍のとき最大約 17°C を示した。対物レンズの倍率が 20 倍のときに最も大きな温度上昇を示した要因は、照射される複合材料の面積が温度センサの面積に比べて大きかったことと、10 倍の対物レンズよりも放射照度が大きかったことが考えられる。対物レンズの倍率が 40 倍以上の場合は、照射面積における複合材料の占める割合が温度センサに比べて小さいため、計測した温度上昇量が小さくなったと考えられる。

3. 生体試料への応用

生体試料である微小管およびキネシンと、Line & Space のパターンを有するデバイスを用いて、複合材料の温度特性による運動系の制御技術の確立を試みた。事前実験として、ガラス基板上で生体試料の運動系を構築したときの観察写真を図 11 に示す。蛍光標識した微小管が白い像で示されており、時間経過に伴う移動を観察した。次に、製作したデバイス上での観察を試みた結果を図 12 に示す。Line & Space の像を観察することはできたが、微小管の像を観察することができなかった。原因としては、製作したデバイス上に生体試料の運動系を構築できていなかったことと、複合材料の自家蛍光が微小管の蛍光観察を阻害していたことが考えられる。今後は、製作したデバイスの表面改質、および自家蛍光の抑制と同時に複合材料の温度変化が得られる別の励起光波長を用いた観察を試みる計画である。

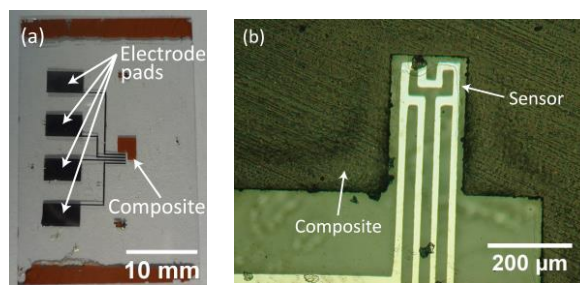


図 7 製作したデバイスの観察写真
(a)全体像、(b)温度センサ測定部周辺の観察像

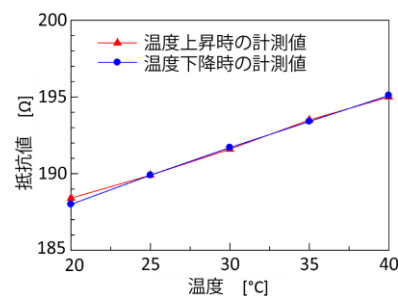


図 8 温度校正結果

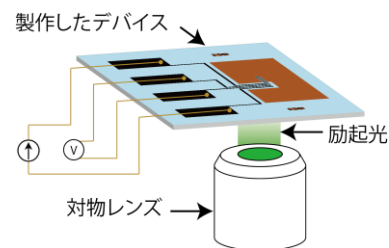


図 9 温度測定の実験系

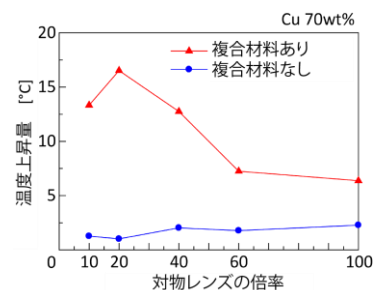


図 10 温度変化の測定結果

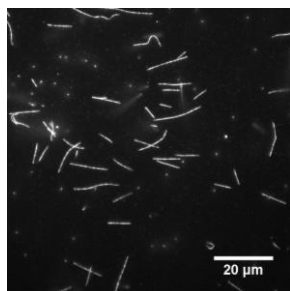


図 11 生体試料の観察写真

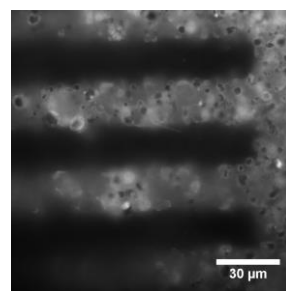


図 12 デバイスを用いたときの観察写真