

1P1-31 Quick touch 術式効果の工学的評価と超音波メス制御方式の検討

Engineering evaluation of the quick touch operation and development of ultrasonically activated scalpel control method

○能田 高行, 増澤 徹*, 樋上 哲哉**, 岸田 晶夫***, 佐藤 裕一郎****

茨城大学 理工学研究科 機械工学専攻, *茨城大学 工学部 機械工学科

**島根大学 医学部 循環器消化器総合外科学

東京医科歯科大学 生体材料工学研究所, *株式会社 ミワテック

Takayuki Noda, Graduate school of Sci. and Eng., Ibaraki University,

* Toru Masuzawa, Dept. of Mechanical Engineering, Ibaraki University,

**Tetuya Higami, Surgery and Cardiovascular Surgery, Shimane University,

***Akio Kishida, Institute of Biomaterials and Bioengineering, Tokyo Medical and Dental University,

****Yuichirou Satoh, Miwatec

1. **緒言** 冠動脈バイパス手術で使用されるグラフトは、形状、長期開存性などが良好な内胸動脈が最適とされているが、剪刀や電気メスを用いた動脈剥離には時間がかかるという欠点がある。その欠点を補うため、超音波メスを手で約5Hzの周波数で振動させ微妙な出力調整を行う Quick touch 術式が考案され好成績を収めているが、その熟達には個人差があり術者が限られている。また、超音波メスによる脂肪剥離、組織癒着などの現象も十分に解明されているとは言えない。そこで本研究では超音波メスにより生じる諸現象を解明し、Quick touch 術式と同等の効果を實現する超音波メス制御方式の開発を目標としている。今回、本研究の一環として、周波数 25kHz、振動振幅 30~180 μ m の超音波メスの、超音波振動周波数、荷重状態、発生温度などのパラメータをリアルタイムで計測、解析するシステムを構築したので報告する。

2. **方法** Quick touch 術式では、メスの刃先に発生する摩擦熱で内胸動脈に熱損傷を生じさせないように、刃先を細かく手動振動させることにより温度を制御していると考えられる。そこで組織への押し当て力や時間と関係がある刃先発熱を計測するために超音波メス基礎現象計測装置を開発した(Fig.1)。本装置ではマイクロメータに取り付けた超音波メス(ミワテック製)を直動運動させ、対象物に与圧する。また、荷重を計測するため、荷重変換器をメス先の直動運動方向に取り付けた。

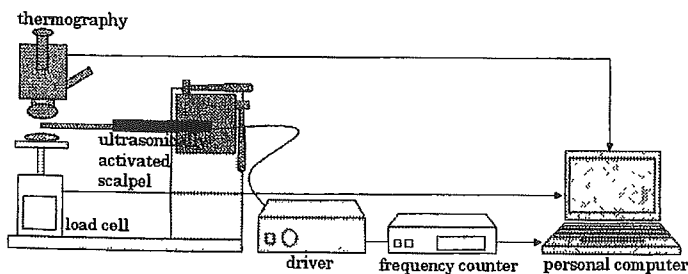


Fig.1 Measurement system for ultrasonically activated scalpel

また、今回、術中に超音波メス刃先の温度をリアルタイム計測する方法として共振周波数を用いた温度計測法を考案した。本法は発熱により音波の刃先伝達特性が変化することを利用

したものである。超音波メスは共振点で駆動されており、刃先伝達特性が変化すると共振周波数も変化することになる。超音波メス基礎現象計測装置にて刃先温度と共振点の関係を検討した。豚肉に当てた超音波メス先の温度をサーモグラフィで、共振周波数を周波数カウンタで計測した。実験条件は、振動振幅 180 μ m、荷重 100gf、時間 20s とした。

3. **結果および考察** Fig.2 にメス先に生じる温度に対する共振周波数測定を示す。メス先の温度が 28.7 $^{\circ}$ C から 36.9 $^{\circ}$ C まで変化したのに対して、共振周波数は 25.405kHz から 25.367kHz まで線形に変化した。近似式としては $y = -0.0061x + 25.587$ となり、1 $^{\circ}$ C 上がると 6Hz 下がった。これはメスの材質であるチタンの温度が上がり、チタン固体中の音速が小さくなることによって周波数が低くなるためと考える。本結果より、共振周波数からメス先の温度を推定することが可能であることが判明した。

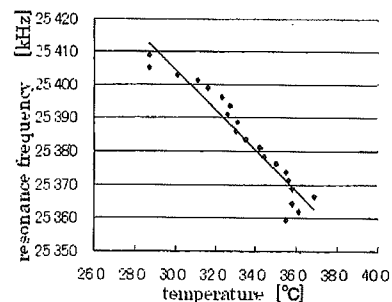


Fig.2 Relationship between of temperature and resonance frequency

4 **結論** 本研究では、Quick touch 術式と同等の効果を實現する超音波メス制御方式の開発の一環として、刃先の温度と共振周波数の関係を評価した。基礎実験の結果、温度と共振周波数の関係は線形性を示し、共振周波数から温度を推定できることを確認した。今後、荷重による周波数への影響を考慮し、制御方式の検討を行っていく。

参考文献 1) 樋上哲哉, 超音波メスによる新しい内胸動脈採取法, 金芳社, 2004

本研究の一部は厚生労働科学研究費補助金の支援のもと行われた。

Nano-vibration and Cells

○増澤 徹, 草間淳, 木村孝之, 柴田隆行*, 岸田晶夫**, 木村剛**

茨城大学 工学部, *豊橋技術科学大学 生産システム工学系

**東京医科歯科大学 生体材料工学研究所

Toru Masuzawa, Jun Kusama, Takayuki Kimura, School of Engineering, Ibaraki University,

*Takayuki Shibata, Toyohashi University of Technology,

**Akio Kishida, **Tsuyoshi Kimura, Tokyo Medical and Dental University,

1. 緒言 我々はナノメートルオーダーの微小振動刺激が細胞に与える影響を検討している。そのために、数百ナノメートル～数マイクロメートル、10Hzから20kHzの微小振動を培養シャーレに加えるシステムの開発、それを用いた細胞実験を行ったので報告する。

2. 方法 図1に水平方向微小振動負荷装置の外観図を載せる。本装置では振動子にピエゾ素子を用い、振動板に設置し培養シャーレごと振動負荷を与える構造となっている。振動振幅は振動板に振動子と直列に設置された計測用ピエゾ素子で計測、フィードバック制御をかけることで各周波数で振動振幅数 100nm～1μm の安定した振動特性を実現している。振動負荷装置本体の大きさは 240mm x 150mm で、インキュベータ内に設置し振動負荷可能とした。また、水平方向、垂直方向、2種類の振動負荷装置を開発した。本装置を用いて、微小振動刺激が細胞に与える影響を検討した。実験にはマウス胎児線維芽細胞(MEF)とマウス線維芽組織由来細胞(L929)を用いた。細胞をシャーレにまき、接着過程で微小振動刺激を与える接着能評価試験と細胞がシャーレ底面に接着した後に刺激を与える増殖能評価試験を行った。双方の実験共に振動負荷時間は60分とし、振動周波数は0Hz(control), 10Hz, 100Hz, 1kHz, 10kHzとした。接着能評価試験では振動負荷終了後、すぐに接着した細胞数をカウント、増殖能評価試験では振動負荷後、無振動で培養し、2日後の細胞数をカウントし、無振動負荷結果と比較した。

3. 結果および考察 MEFでは水平、垂直方向共に振動周波数に関わりなく微小振動刺激により有意に接着能が亢進することを確認した(図2, 3)。増殖能に関しては水平方向振動では10kHz(図4)、垂直方向振動では100Hzの振動刺激で有意な亢進が見られた。一方、L929では増殖能に対する振動刺激の影響を見られなかった。

4. 結論 細胞実験の結果、微小振動刺激は細胞増殖能や接着能に影響を与えること、振動刺激方向や細胞の種類により振動刺激の影響度合いが違うことが判明した。

本研究の一部は厚生労働科学研究費補助金の支援のもと行われた。

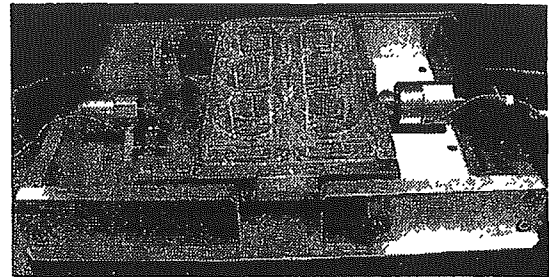


Fig.1 Nano-vibration generator (Horizontal vibration type)

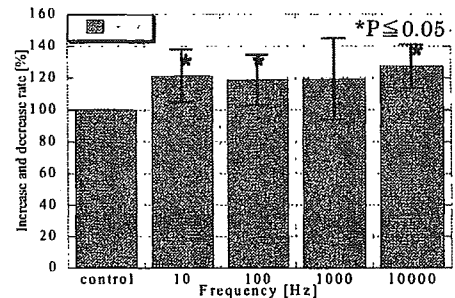


Fig.2 Adhesion experiment results (MEF, Horizontal vibration)

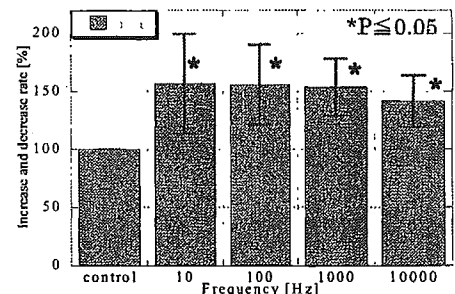


Fig.3 Adhesion experiment results (MEF, Vertical vibration)

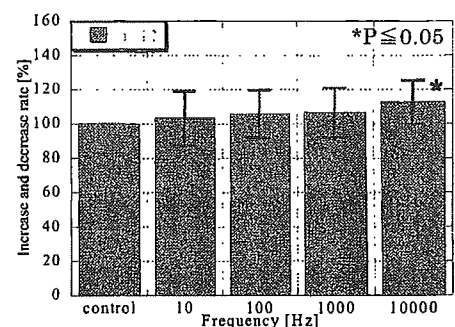
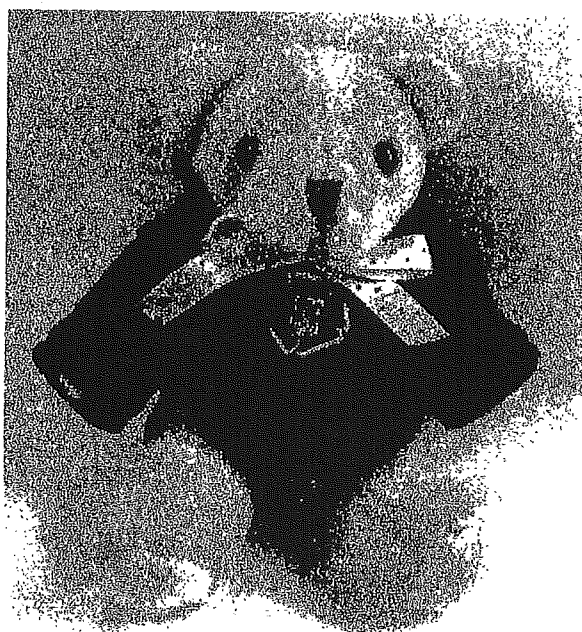


Fig.4 Multiplication experiment results (MEF, Horizontal vibration)

人と福祉を支える 技術フォーラム 2006



4 March 2006

ライフサポート学会

日本生活支援工学会

日本生体医工学会専門別研究会

超音波メス制御による手術支援に関する研究

Operation assist by using ultrasonically activated scalpel

○瀧口 崇志、能田 高行、加藤 綾子*、岸田 晶夫**、木村 剛**、樋上 哲哉***、増澤 徹
 茨城大学、*財団法人 医療機器センター、**東京医科歯科大学、***札幌医科大学

1. はじめに

冠動脈バイパス手術はグラフトと呼ばれる別の部位から摘出した血管を使用し、冠動脈の閉塞部分にバイパス血行路を作る手術である。近年では、内胸動脈の一端をこの下流に縫合する手術方法で好成績を収めている。この場合、体内に埋まっている内胸動脈の剥離が必要である。そのために、超音波メスを用いたクイックタッチ術式が考案された。クイックタッチ術式は、血管を損傷させずに剥離を行うため、超音波メスを手動で約5 [Hz]の周波数で振動させ微妙な出力調整を行う術式である。そのため、その施行には一定の熟練が必要で誰にでも行えるわけではない。そこで、本研究ではクイックタッチ術式が主に超音波メス刃先温度の調整をしていると考え、超音波メス刃先温度推定方法の提案及び、超音波メス刃先の温度に注目した手術支援のための超音波メス制御方式の検討を行った。

2. 原理

超音波メスは電圧をかけることで伸縮する PZT を振動子に用い、PZT より発生する振動をホーンで増幅し、チップに伝えるという仕組みをとっている。チップの先端である刃先はチップの共振により最大振幅をとる。そのため、超音波メスは共振周波数で動作させる。

本研究で用いる超音波メスのチップ材質は Ti-6Al-4V である。Ti-6Al-4V は温度上昇によりヤング率 E が小さくなる。ヤング率 E が小さくなると密度 ρ はほぼ変化しないので、1 式よりチップ内音速 c が遅くなる。超音波メスは波長 λ を一定にするために、2 式から温度上昇に伴いより低い共振周波数 f で動作することになる。

$$c = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \dots (1) \quad f = \frac{c}{\lambda} \dots (2)$$

これより、超音波メスの共振周波数から刃先温度推定が可能であると考えた。

3. 計測システム概要と実験

共振周波数からの刃先温度推定の可能性を検証するため、Fig. 1 に示す超音波メス現象観察システムを構築した。超音波メス現象観察システムでは垂直に保持した超音波メスに一定負荷がかけられる構造とした。

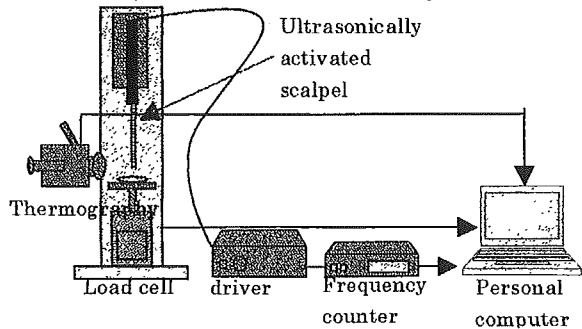
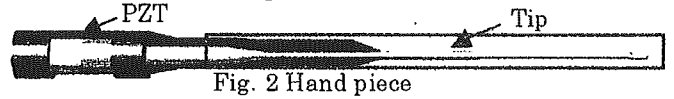


Fig. 1 Measurement system for ultrasonically activated scalpel

まず、クイックタッチの負荷を検証するため、電子秤の上に豚の大動脈をのせ、クイックタッチの動作を行った。

その結果、負荷は 10~30 [gf]の範囲に収まり、平均負荷は 16.3 [gf]であった。そこで、超音波メス現象観察システムを用いて、豚肉の赤身を試料とし、2.5~16.4 [gf]の平均負荷をかけてチップ平均温度と共振周波数の関係を観察した。チップは超音波メス(Fig.2)の振動部を指す。



4. 結果および考察

チップ平均温度と共振周波数の関係を Fig. 3 に示す。Fig.3 より、チップ平均温度が上昇すると共振周波数が低くなり、チップ平均温度と共振周波数の関係は比例していることが分かった。近似直線は(共振周波数)=-4.3×(温度)+25329 であった。そこで、チップ平均温度と刃先温度の関係を Fig.4 に示す。

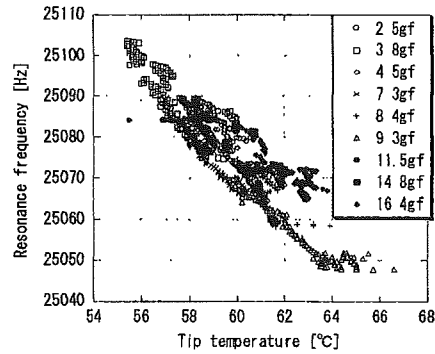


Fig. 3 Relationship between tip temperature and resonance frequency

Fig.4 より刃先温度はチップ平均温度に比例していることが分かる。この関係の近似直線は(刃先温度)=0.13×(チップ温度)+53.8 であった。よって、共振周波数よりチップ平均温度を推定し、チップ平均温度から刃先温度推定することによって、刃先温度を基準温度より常に低く制御出来ると考える。

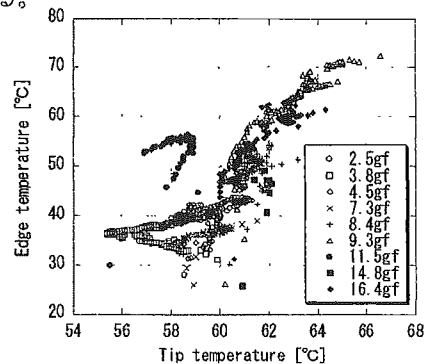


Fig 4 Relationship between tip temperature and edge temperature

5. まとめ

チップ平均温度が上昇に比例して共振周波数が低くなることを確認した。加えて、チップ平均温度と刃先温度が比例関係にあることを確認した。今後、共振周波数から刃先温度を推定し、振動振幅制御による刃先温度の制御を行う。

P-155 細胞機能制御を目指した種々の細胞への機械的微小振動に関する研究

伊藤由樹子¹, 大富美智子¹, 草間 淳², 増澤 徹², 南 広祐³, 木村 剛³, 藤里俊哉⁴, 岸田晶夫³

¹東邦大学 理学部生物分子科学科, ²茨城大学 工学部 機械工学科, ³東京医科歯科大学 生体材料工学研究所, ⁴国立循環器病センター研究所 再生医療部

[緒言] 再生医療においては、細胞機能の維持・制御が必要である。サイトカイン等の液性因子による方法が主流であるが、静水圧付加、流れのズリ応力などの物理的手法も導入されている。我々は、ナノメートル領域の振幅を与える基盤上で細胞を培養する微小振動培養法を検討している。これまで、繊維芽細胞、骨髄細胞への微小振動付加により接着、増殖が促進されることを報告した。本研究では、神経細胞の諸機能および種々の細胞への遺伝子導入への微小振動の影響について検討した。[実験] 細胞としてPC12、神経幹細胞、L929、マウス胎児繊維芽細胞およびラット骨髄細胞を用いた。遺伝子としてプラスミドDNAを用いた。電圧アクチュエータを振動子とする微小振動付加装置を作製した。周波数可変能を有し、周波数に応じた振幅で振動する。コラーゲン、ラミニンなどで表面処理した培養基材を装置に装着し、種々の周波数で振動し、細胞の形態、遺伝子導入効率等を評価した。[結果と考察] 種々の培養基材へのPC12細胞の接着性と神経分化について検討した。いずれも、振動無付加時に細胞接着が確認され、また、振動付加時においても十分な接着が示された。また、神経成長因子の添加により細胞の形態が変化し、神経突起の成長が認められた。遺伝子導入についても合わせて報告する。厚生労働省科学研究費ならびに経済産業省地域新生コンソーシアム研究事業費の補助を受けて行われた。

Cell function control by nano vibrations

Jun Kusama

Graduate School & Engineering Ibaraki University, Hitachi, Ibaraki-Pref., 316-8511 Japan
nm4412f@hcs.ibaraki.ac.jp

Takayuki Kimura

Dept. of Mechanical Eng., Ibaraki University, Hitachi, Ibaraki-Pref., 316-8511 Japan

Takayuki Shibata

Toyohashi University of Technology, Toyohashi, Aichi-pref, 441-8580 Japan

Akio Kishida

Institute of Biomaterials and Bioengineering, Tokyo Medical and Dental University, Kanda, Tokyo, 101-0062 Japan

Toru Masuzawa

Dept. of Mechanical Eng., Ibaraki University, Hitachi, Ibaraki-Pref., 316-8511 Japan

ABSTRACT

The horizontal and vertical nano-vibration stimuli devices have been developed to study the influence on the cell functions. The adhesion and multiplication performance under the nano-vibration stimuli were examined by using the MEF cells and the L929 cells. The adhesion and multiplication performance of the MEF cells was improved with the nano-vibration. The adhesion performance increased by 50 % with the vertical stimuli, the multiplication enhanced by 13 % with the horizontal stimuli. In contrast, the influence of the nano-vibration on the L929 cells was not observed. It is confirmed that the nano-vibration could influence the cell functions and the cell sensitivity to nano-vibration stimuli is different among the cell sources.

INTRODUCTION

Shortening of the cell culture is one of requirements to increase the efficiency of the regenerative medicine. And, the increase of gene transfer efficiency is also required in the field of bioengineering. Such improvements are related to the cell function regulation with stimuli by using drugs and other physical signals.[1] It is reported that some receptors on

the cell membrane have sensitivity to the mechanical stimulation.[2]-[7] We suppose that the mechanical oscillation under ultra sound frequency is a candidate of such cell stimuli. In this paper, we report two vibration devices which give the culture cells the oscillation stimuli with nano-meter ordered amplitude and report nano vibration influence on the cell.

METHOD

Development of the nano vibration devices

The specialized devices that produce the nano-meter ordered mechanical vibration to the culture cells have been developed in our laboratory. One of the devices is horizontal vibrator that the vibration direction is horizontal, and the other is the vertical vibrator that the vibration direction is vertical.

Horizontal vibrator

A schematic diagram of the horizontal vibrator is shown in Fig.1. Commercially available piezoelectric element (NEC TOKIN CO. AE0203D08) is adopted as a vibration source of developed actuator. The cell culture dish is set on the culture dish setting plate and oscillated. The vibration motion of the actuator

is transferred to the plate horizontally. The frequency response of the device is shown in Fig.2. The device could produce up to a vibration frequency of 32 kHz and the range of the oscillation amplitude is from 150 nm to 3,000 nm.

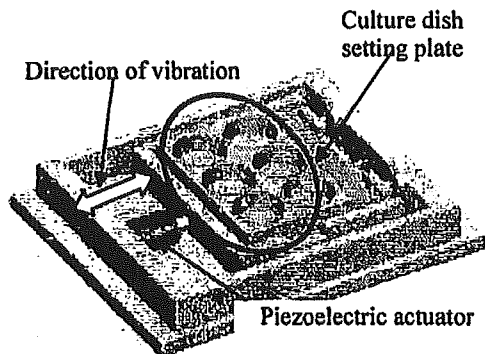


Fig.1 Horizontal vibrator

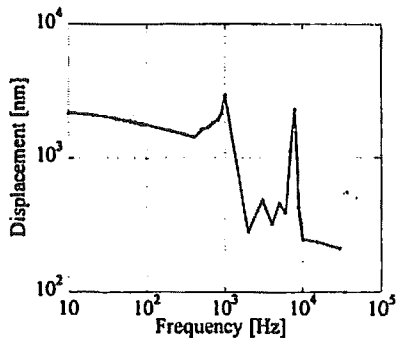


Fig.2 Response of horizontal vibrator

Vertical vibrator

A schematic diagram of the vertical vibrator is shown in Fig.3. The vibration motion is transferred vertically in this device. The frequency response of this device is shown in Fig.4. The device could produce up to a vibration frequency of 10 kHz and the range of the oscillation amplitude is from 15 nm to 16,000 nm.

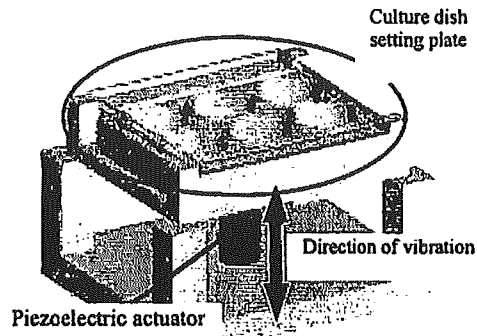


Fig.3 Vertical vibrator

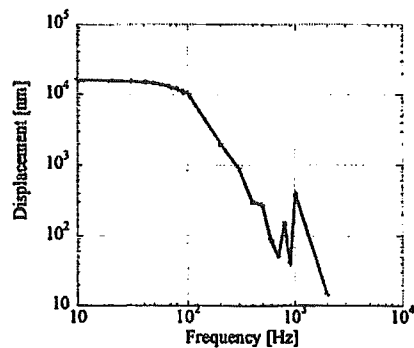


Fig.4 Response of vertical vibrator

Experiments

The culture experiments to evaluate the influence of the mechanical vibration stimuli were carried out by using both developed vibrators. The MEF (Mouse Embryonic Fibroblast) cells were used as culture cells for the experiment. Firstly, the influence of the nano-vibration to adhesion performance was evaluated. The cells were equally scattered on a culture dish and the nano-vibration was delivered during adhesion sequence for an hour in the incubator. After the vibration delivering, the number of the adhesion cells was counted. Non-treated dishes were used for the adhesion experiment to enhance the result. Secondly, the influence to the multiplication was evaluated. The nano-vibration was delivered to adhered cells for an hour in the incubator. After delivering nano-vibration, the cells were cultured for two days, and the multiplied cell number was counted. Treated dishes were used

for the multiplication experiment. The L929 (mouse fibroblast) cells were also used for multiplication experiments to check the cell difference. The delivered vibration frequencies were 0 Hz as control study, 10 Hz, 1 kHz, and 10 kHz. The maximum vibration amplitude of each frequency was delivered. The incubator environment was maintained at a temperature of 37 degrees of centigrade, a CO2 concentration of 5 %, and a humidity of 100 %.

RESULTS AND DISCUSSION

Fig.5 and 6 show the results of the adhesion experiments by using the MEF cells. The adhesion ratio of the control study is indicated as 100 %. The adhesion performance was improved in all range of the nano-vibration frequency. The vertical stimuli influenced adhesion performance by 50 % significantly. The results of the multiplication experiments are shown from Fig. 7 to Fig.10. The multiplication ratio of the control study is indicated as 100 %. The result with the MEF cells are shown in Fig. 7 and 8, and the results with the L929 cells are shown in Fig. 9 and 10. The horizontal vibration stimulus with a frequency of 10 kHz influenced the multiplication performance in the MEF cells experiments. Also, the vertical stimulus with a frequency of 100 Hz increased the multiplication of the MEF cells significantly, whereas there was no multiplication improvement on the L929 cells. These results are summarized in table 1. A mark “+” is indicated that the influence was observed and a mark “-” is indicated that the influence was not observed.

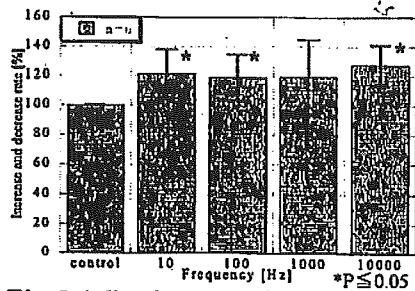


Fig.5 Adhesion experiment results (MEF, Horizontal vibration)

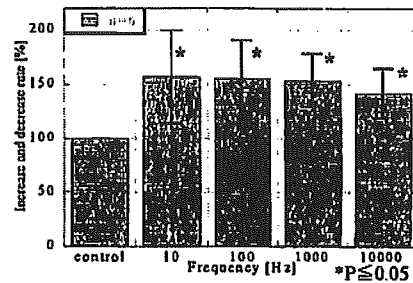


Fig. 6 Adhesion experiment results (MEF, Vertical vibration)

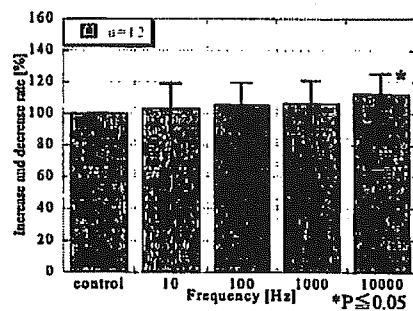


Fig.7 Multiplication experiment results (MEF, Horizontal vibration)

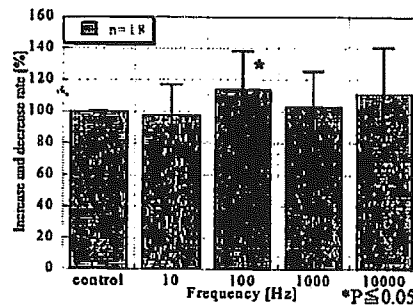


Fig.8 Multiplication experiment results (MEF, Vertical vibration)

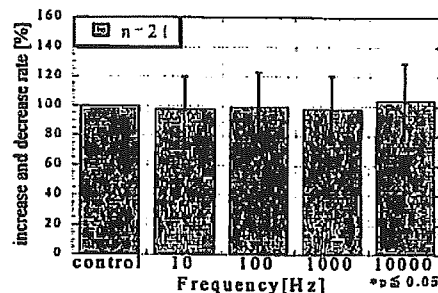


Fig.9 Multiplication experiment results (L929, Vertical vibration)

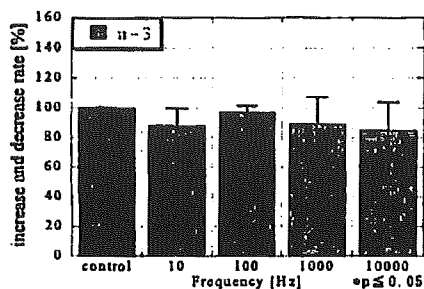


Fig.10 Multiplication experiment results (L929, Horizontal vibration)

Table 1 Resultant of the experiment

Adhesion		Multiplication		
Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical	
+	+	+	+	MEF
-	-	-	-	L929

The nano-vibration stimuli influenced adhesion and multiplication performance of the MEF cell. However, the influence on the multiplication performance of the L929 cells could not be observed. It is confirmed that the nano-vibration could influence the cell functions and the stimulus sensitivity of the cells to the nano-vibration is different with the vibration direction. Also, the stimulus sensitivity is different among the sources of the cell.

CONCLUSION

The horizontal and vertical nano-vibration stimuli devices have been developed to study the influence on the cell functions. The adhesion and multiplication performance under the nano-vibration stimuli were examined. It is confirmed that the nano-vibration could influence the cell functions.

ACKNOWLEDGEMENT

A part of this work was supported by the Health and Labour Sciences Research Grants.

REFERENCES

1. Banes, A.J., Tsuzaki, M., Yamamoto, J., Fischer, T., Brigman, B., Brown, T., Mechanoreception at the cellular level: The detection, interpretation, and diversity of responses to mechanical signals, *Biochem. Cell Biol.*, 73, pp.349-365(1995)
2. Thomas D. Brown., Techniques for mechanical stimulation of cells in vitro: a review, *Journal of Biomechanics* 33 pp.3-14(2000)
3. Shigeo M. Tanaka, A new mechanical stimulator for cultured bone cells using piezoelectric actuator, *Journal of Biomechanics* vol.32 pp.427-430(1999)
4. Anthony Russo, Albert Banes, Michell Elfervig, Mari Tsuzaki, Satoru Yamazaki, Paul Weinhold, Joe Minchew, The effect of vibration on annulus cell signaling, *Proceedings of the NASS 16 Annual Meeting / The Spine Journal* 2 vol. 2 pp.3S-44S(2002)
5. C. R. Jacobs, C. E. Yellowley, B. R. Davis, Z. Zhou, J. M. Cimbala, H.J. Donahue, Differential effect of steady versus oscillating flow on bone cells, *Journal of Biomechanics* vol.31 pp.969-976(1998)
6. E. Tanck, W. D. van Driel, J. W. Hagen, E. H. Burger, L. Blamkevoort, R. Huiskes, Why does intermittent hydrostatic pressure enhance the mineralization process in fetal cartilage? *Journal of Biomechanics* vol.32 pp.153-161(1999)
7. Michael S. Goligorsky, Mechanical stimulation induces Ca^{2+} transients and membrane depolarization in cultured endothelial cells, *FEB LETTERS* vol.240 No.1,2 pp.59-64(1988)

Development of bio-microdevice actuated by piezoelectric thin film for cell culture

T. Shibata*, Y. Makita*, T. Masuzawa*, A. Kishida**,
E. Makino***, T. Mineta***

* *Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Ibaraki University, 4-12-1 Nakanarusawa, Hitachi, Ibaraki 316-8511, Japan*

** *Institute of Biomaterials and Bioengineering, Tokyo Medical and Dental University, Kanda-Surugadai 2-3-10, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0062, Japan*

*** *Department of Intelligent Machines and System Engineering, Faculty of Science and Technology, Hirosaki University, 3 Bunkyo-cho, Hirosaki, Aomori 036-8561, Japan*

shibata@mech.ibaraki.ac.jp

Abstract

In order to develop a bio-microdevice actuated by piezoelectric thin film for cell culture, first, the design of the device was optimized by a finite element method (FEM). Moreover, lead zirconate titanate (PZT) thin films to be used as an actuator were fabricated by means of a sol-gel method and their crystallographic structure was characterized by X-ray diffraction analysis. The patterning of PZT thin films was also examined.

Introduction

There is currently a great deal of interest in regenerative medicine, which involves tissue engineering to repair, replace or regenerate failing tissues and organs using adult stem cells [1-3]. In general, however, several chemical agents have been used to enhance the tissue regeneration, leading to potential risks such as the possibility of transmitting mad cow disease.

On the other hand, recent evidence actually suggests that cell functions such as cell multiplication and gene transfer can be enhanced by applying mechanical stimulation to cells [4]. This approach, which is unnecessary to provide any accelerating agents, might be free of the potential risk of this infection. However, the influence of amplitude and frequency of vibration on the cell functions is not yet obvious. Therefore, based on micromachining technologies, we have been developing a bio-microdevice actuated by piezoelectric thin film for screening and optimization of the influencing factors.

In this paper, first, we optimize the design of the device by a finite element method (FEM). Moreover, we will describe the fabrication and patterning of lead zirconate titanate (PZT) thin film to be used as an actuator.

Design of bio-microdevice for cell culture

The bio-microdevice proposed here is shown in Figure 1. The optimum geometry of the device was designed in accordance with FEM analysis. This device has a number of microchambers, each bottom of which consists of a silicon nitride (Si_3N_4) diaphragm (100 x 100 x 1 micrometer), formed on a silicon (Si) substrate in order to introduce cells to be cultured. In addition, PZT thin film with about 1 micrometer in thickness is fabricated on the Si_3N_4 diaphragm as an actuator, giving mechanical stimulation to the cells.

Figure 2a is an example of the FEM simulations, showing the deflection

Proc. of 5th euspen International Conference - Montpellier – France - May 2005

distribution of the diaphragm actuated by the PZT thin film. The maximum displacement at the center of the diaphragm was estimated to be about 90 nm, when a voltage of 10 V was applied to the PZT thin film actuator.

Figure 2b shows the maximum deflection of the diaphragm as a function of the applied voltage. The deflection (ζ) was found to be directly proportional to the applied voltage (V), giving a numerical expression $\zeta = 8.65 V$.

The equivalent stress of the Si_3N_4 diaphragm was estimated to be 0.15 GPa, when the diaphragm was actuated at a voltage of 10 V. This value was two orders lower than a yield stress of about 14 GPa for bulk Si_3N_4 material. The fundamental resonance frequency for the device was also estimated to be 1.64 MHz high enough to apply mechanical stimulation to the cells.

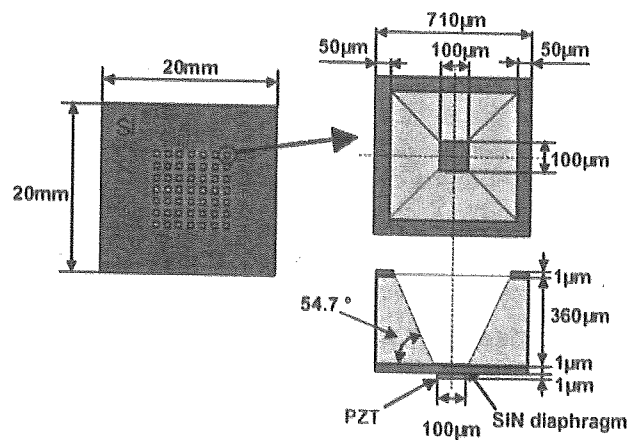
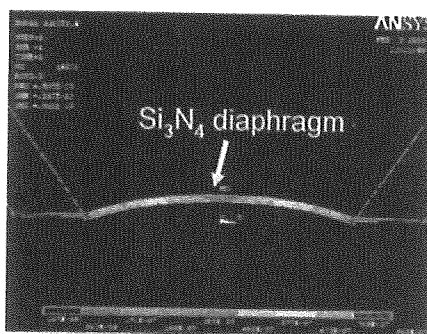
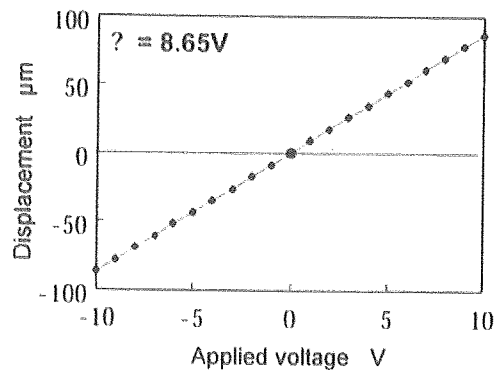


Fig.1 Schematic diaphragm of bio-microdevice for cell culture



(a)



(b)

Fig.2 FEM simulation results showing displacement of diaphragm: (a) Cross-sectional view of diaphragm; (b) Applied voltage vs. displacement.

Fabrication and characterization of PZT thin films

PZT thin films were formed in 3 layers up to about 0.24 micrometer in thickness by a sol-gel method using a precursor solution (15 wt.%) with excess lead content, Pb:Zr:Ti=1.15:0.52:0.48. Each layer was spin-coated on a Pt electrode layer (100 nm thick) with a Ti adhesion layer (30 nm thick) underneath sputtered on a Si (100) substrate and pyrolysed on a hot plate (HP) to remove organic materials. Rapid thermal annealing (RTA) in air was followed to crystallize the PZT thin films into perovskite structure.

Figure 3 shows X-ray diffraction patterns of the PZT thin films formed with different pyrolysis time and annealing temperature. As the PZT film was pyrolysed at 300°C for 1 min and annealed at 600°C for 1 min, both perovskite and undesirable pyrochlore phases were observed. On the other hand, the crystallographic structure of the PZT film was almost completely transformed to the desired perovskite structure with a (111)-preferred orientation, when pyrolysis time increased to 10 min. After annealed at a temperature of 700°C, however, pyrochlore phase appeared again in the PZT films, independently of the pyrolysis time, probably due to Pb loss in the films during annealing [5]. In addition, undesirable peeling off circular-shaped fragments from the PZT surface occurred. It should be noted that throughput of the PZT fabrication process can be improved significantly under the optimized conditions of pyrolysis at 320°C for 1 min and annealing at 600°C for 1 min.

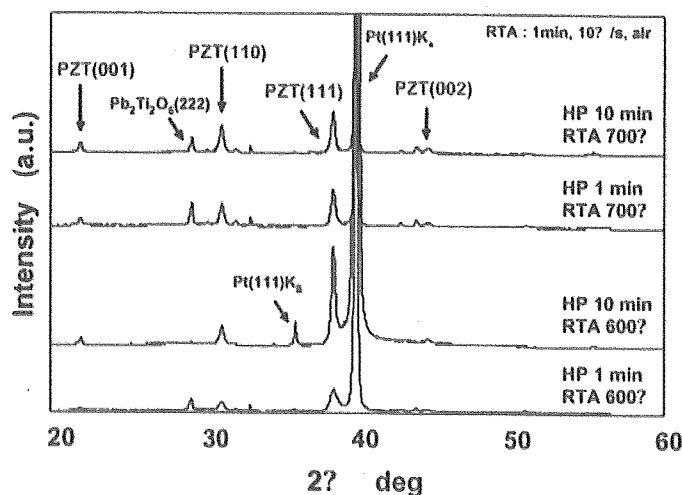


Fig.3 X-ray diffraction patterns of PZT thin films showing effects of pyrolysis time and annealing temperature.

Patterning of PZT thin films

Figure 4a shows an example of patterned PZT thin film. Although undercut profile in the PZT thin film was observed due to low adhesion of a positive photoresist to be used as an etching mask, the film before annealed was successfully patterned in a hydrochloric acid (HCl) solution.

Figure 4b shows etch rate of the PZT films as a function of HCl concentration. Etch rate increased with an increase in HCl concentration. The etch rate and patterning accuracy were of 480 nm/min and within 3 micrometer at an HCl concentration of 25%, respectively.

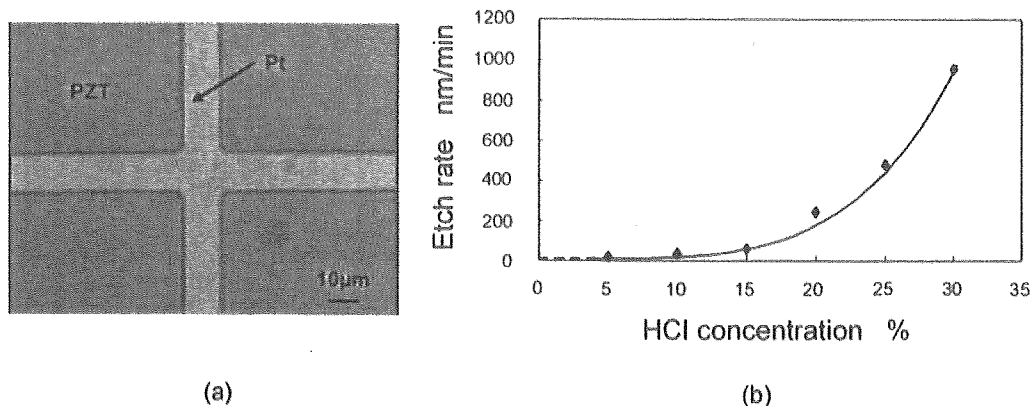


Fig.4 (a) Optical micrograph of PZT thin film etched in 25% HCl for 30 s; (b) Relation between HCl concentration and etch rate.

Conclusion

We optimized the design of the bio-microdevice proposed here for cell culture. FEM analysis revealed that the displacement of the Si_3N_4 diaphragm actuated by the PZT thin film was about 90 nm at an applied voltage of 10 V. Moreover, the fabrication and patterning of sol-gel PZT thin films were successfully achieved under the optimized conditions for pyrolysis and annealing and in a HCl solution using a photoresist mask, respectively.

References

- (1) C. Conrad, R. Huss, *J. Surg. Res.* (in press).
- (2) S.-J. Shieh, J.P. Vacanti, *Surgery* 137 (2005) 1-7.
- (3) F.G. Rocha, E.E. Whang, *J. Surg. Res.* 120 (2004) 320-325.
- (4) A. Kishida, T. Furuzono, K. Miyazaki, T. Masuzawa, *Japanese Patent Publication* 2004-97007 (2004).
- (5) N.A. Basit, H.K. Kim, *J. Vac. Sci. Technol.* A13 (1995) 2214-2220.

細胞機能制御のための圧電駆動型バイオマイクロデバイスの開発

豊橋技術大 ○吉田典央, 柴田隆行, 水上良明, 堀内 幸,
茨城大 増澤 徹, 東京医科歯科大 岸田晶夫, 弘前大 峯田 貴, 牧野英司

Development of Bio-Microdevice Actuated by Piezoelectric Thin Film for Enhancement of Cell Functions

Toyohashi University of Technology Norio YOSHIDA, Takayuki SHIBATA, Yoshiaki MIZUKAMI, Osamu HORIUCHI,
Ibaraki University Toru MASUZAWA, Tokyo Medical and Dental University Akio KISHIDA,
Hirotsaki University Takashi MINETA, Eiji MAKINO

In order to enhance cell functions such as cell multiplication and gene transfer by applying mechanical stimulation to cells, we have been developing a bio-microdevice actuated by piezoelectric PZT thin film. First, we optimized the design of the device by a finite element method (FEM). The deflection of the diaphragm with a size of $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ was estimated to be about 100 nm when a voltage of 10 V was applied to a PZT film actuator. Moreover, we fabricated PZT thin film by a sol-gel method and characterized its crystallographic structure. When pyrolysis at 320°C for 1 min and then annealed at 600°C for 1 min in air, PZT thin films with (111) orientation were obtained.

1. はじめに

ナノメートルオーダーの微小な機械的振動刺激が細胞増殖や遺伝子導入などの細胞機能に影響を及ぼすことがこれまでの研究から示唆されている¹⁾。本研究では、図1に示すような圧電駆動型バイオマイクロデバイスの開発を行っている。提案するデバイスは、シリコン基板上に複数のマイクロチャンバーを形成し、その底面をシリコン窒化膜のダイアフラムとし、さらに、アクチュエータとしてPZT圧電薄膜を形成したものである。マイクロチャンバー内に細胞を導入し、PZT圧電薄膜アクチュエータを伸縮させることでダイアフラムを上下に振動させて細胞を直接加振することができる。さらに、個々のマイクロチャンバーは独立して制御可能となるため、複数の振動条件(振幅, 周波数)を1つのデバイス上で実現することができる。本報では、有限要素法によるデバイスの最適設計を行い、さらに、ゾルゲル法によって成膜したPZT圧電薄膜の結晶構造を評価し、形成条件を明らかにした。

2. 有限要素法によるデバイス設計

2.1 ダイアフラムの変形量

シリコン窒化膜(Si_3N_4)のダイアフラムの変位分布を有限要素法(ANSYS ver.7.0)によって解析した。図2に圧電一構造連成解析の結果を示す。(a)は Si_3N_4 膜ダイアフラム断面の変位分布の一例を示したものである。ダイアフラムの寸法は $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ 、厚さは $1\ \mu\text{m}$ であり、PZT薄膜(厚さ $1\ \mu\text{m}$)に電圧10Vを印加したときの果である。ダイアフラム中央部分が最も変形量が大きくなり、理想的な変形が起こることが確認された。また、ダイアフラムの変形量はPZT薄膜への印加電圧に比例して増加することがわかった。(b)はダイアフラムの寸法を変化させたときのダイアフラム中央部分の最大変位量を示したものである。ダイアフラムが大きくなるとともに変形量が比例して増加する傾向となった。以上の結果から、ダイアフラムの寸法を $100\ \mu\text{m}$ 以上とすることで、目的とする100nm以上の変位量(印加電圧:10V)が得られることがわかった。

2.2 応力分布

図3(a)はダイアフラムを変形させた際に発生する相当応力の分布を示したものである。図から、ダイアフラムの角の部分に応力の集中が起こっていることがわかる。この傾向はダイアフラムの大きさには依存しなかった。(b)はダイアフラムの大きさと相当応力の最大値の関係を示したものである。ダイアフラムの寸法が小さいと

ど発生する応力は大きくなった。しかし、ダイアフラムの寸法が $50\ \mu\text{m}$ の場合でも相当応力の最大値は0.14GPa程度であり、 Si_3N_4 膜の降伏応力14GPaに比べて十分小さな値となっている。このことから、ダイアフラムが十分な機械的強度をもっているといえる。

2.3 共振周波数

図4に共振周波数(1次モード)の解析結果を示す。(a)はダイアフラムの寸法が $100\ \mu\text{m}$ のときの変形形状を示したものである。共振周波数は1.67MHzとなった。(b)はダイアフラムの寸法と共振周波数の関係である。共振周波数はダイアフラム寸法の二乗に反比例して減少した。以上の結果から、ダイアフラムの寸法が $200\ \mu\text{m}$ の場合においても数kHz程度と十分に高い周波数をもった振動を付加できることがわかった。

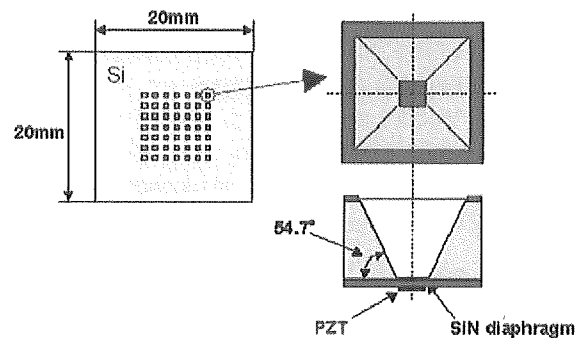


Fig.1 Schematic diaphragm of bio-microdevice.

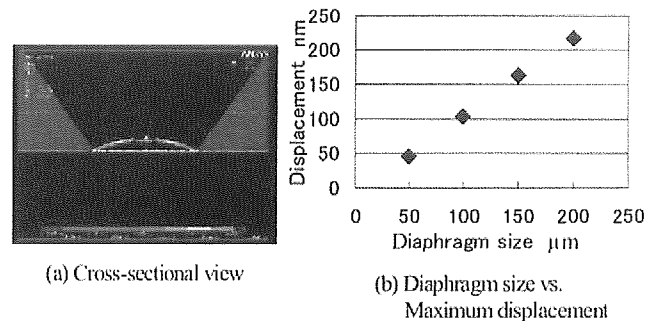


Fig.2 FEM simulation results on displacement of diaphragm.

3. ゾルゲル法によるPZT圧電薄膜の形成と結晶構造の評価

PZT圧電薄膜は、Si(001)基板上に下部電極となるPbTi(100nm/30nm)をスパッタリングで成膜した後、ゾルゲル法を用いて形成した。ゾルゲル溶液(三菱マテリアルE1)は、組成および濃度がPb:Zr:Ti=1.15:0.52:0.48、15wt%のものを使用した。溶液をスピコーター(3000rpm, 30s)を用いて基板上に塗布した後、ホットプレート(HP)で溶液中に含まれる有機物を熱分解した。1回のスピコートで得られるPZTの膜厚は約0.08μmであり、この工程を3回繰り返した(膜厚0.24μm)。その後、高速アニール(Rapid Thermal Annealing, RTA)によって結晶化を行い、X線回折法によって結晶構造を評価した。

3.1 高速アニール条件の影響

図5にアニール条件を変化させたときのX線回折結果を示す。熱分解条件は300°C, 10minとした。アニールを行わない場合(図中RT)ではPZTに起因するピークは認められず非晶質となっている。一方、500°C, 1minのアニールを行うとPZT(111)に起因するピークが認められた。さらに、アニール温度を600°C(アニール時間1min)と高くすることで、結晶性が向上(PZTに起因するピーク強度が増加)し、(111)配向のPZT単層膜が得られた。しかし、アニール時間を10minと増加させた場合には、パイロクロア(Pb₂Ti₂O₆)に起因するピークが認められるようになった。また、アニール温度を700°Cと高めた場合には、PZTのピーク強度が減少し、パイロクロアのピーク強度が増加した。このように、アニール時の膜中からのPbの蒸発量がPZTの結晶構造に大きな影響を及ぼすことがわかった。

3.2 熱分解条件の最適化

実際のデバイスではPZT圧電薄膜の厚さは約1μm(12層)必要となる。このため、スループットの向上を図るには熱分解時間を大幅に短縮する必要がある。そこで、熱分解時間を1minとしたときの最適な熱分解温度を調べた。図6にその結果を示す。アニール条件は600°C, 1minとした。図のように、熱分解温度が300°Cの場合には、パイロクロアのピークが認められPZT単相膜が得られなかった。この理由は、熱分解時間を1minと短くしたことでPbの蒸発量が減少し、膜中のPb量が最適値よりも多くなったためと考えられる。一方、熱分解温度を310~330°Cとすることで、熱分解時間が1minの条件でもPZT単相膜が得られることがわかった。このように、熱分解温度をわずかに高く設定することで、短時間でも膜中のPbの蒸発量が最適化され、前述の熱分解条件300°C, 10minと同様な結果が得られることがわかった。しかし、熱分解時間を350°Cまで増加させるとPZTのピーク強度が減少し、パイロクロアも認められるようになった。このことは、膜中のPb量が最適値に対して不足した場合にもPZT単相膜が得られないことを意味している。

4. まとめ

有限要素解析によるデバイスの設計を行った。ダイアフラムの変形量はダイアフラムの大きさに比例して増加することがわかった。ダイアフラムの寸法が100μmの場合に、約100nmの変形量(印加電圧10V)が得られ、共振周波数は1.67MHzとなった。さらに、ゾルゲル法によるPZT圧電薄膜の形成を行い、熱分解およびアニール条件の影響を明らかにした。熱分解温度320°C(1min)、アニール温度600°C(1min)の条件で(111)配向のPZT単層膜が得られた。

なお本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金(基盤研究(B))および財団法人三豊科学技術振興協会の研究助成のもとに行われたことを付記し謝意を表す。

参考文献

- 1) 草薙紀行, 増澤 徹, 岸田晶夫, 富崎幸造, 第18回ライフサイエンス大会講演予稿集, 63(2002).

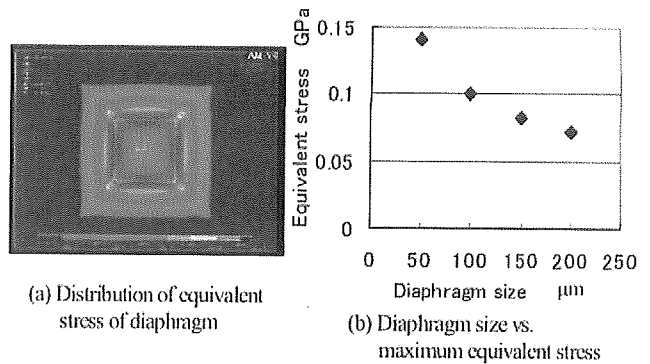


Fig.3 FEM simulation results on equivalent stress of diaphragm.

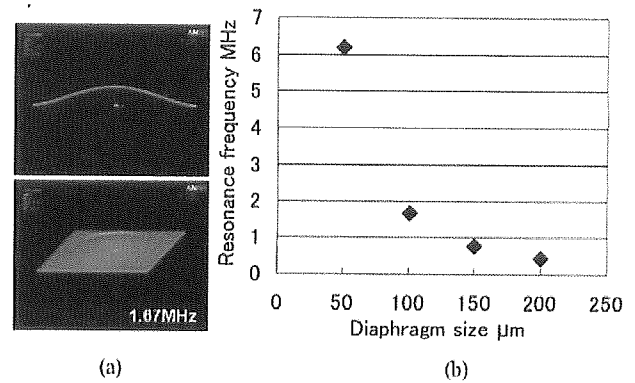


Fig.4 FEM simulation results on resonance frequency.

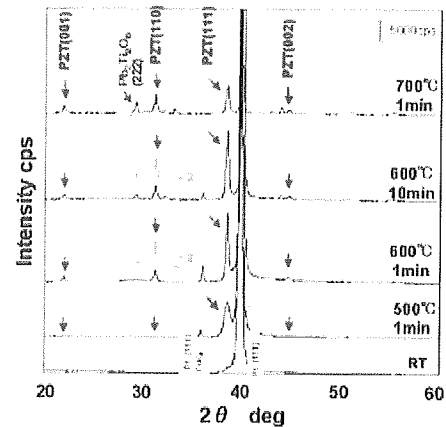


Fig.5 X-ray diffraction patterns of PZT thin film showing effects of annealing temperature.

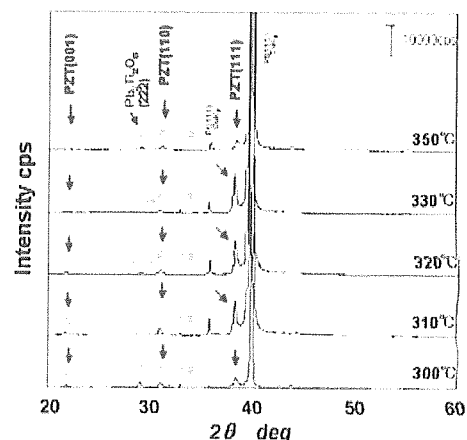


Fig.6 X-ray diffraction patterns of PZT thin film showing effects of pyrolysis temperature.

オンチップ細胞サージェリーシステムのためのナノニードルアレイの開発 —シリコンのドライエッチング特性の評価—

豊橋技術大 ○伊藤圭介, 柴田隆行, 水上良明, 堀内 幸,
茨城大 増澤 徹, 弘前大 峯田 貴, 牧野英司

Development of Nanoneedle Array for Cell Surgery in Chip-Based System
— Dry Etching Characteristics of Silicon by Deep RIE and XeF₂ Etching —

Toyohashi University of Technology Norio YOSHIDA, Takayuki SHIBATA, Yoshiaki MIZUKAMI, Osamu HORIUCHI,
Ibaraki University Toru MASUZAWA, Hirosaki University Takashi MINETA, Eiji MAKINO

In order to realize cell surgery in a chip-based system, we have been developing a nanoneedle array device with high aspect ratio, ~10 μm in diameter and ~100 μm in length, which will be integrated with fluidic microchannels. In this study, we focused on dry etching characteristics of silicon in deep RIE and XeF₂ etching required for the fabrication of the nanoneedle structure. By deep RIE with an SF₆/C₄F₈ gas system, a high aspect ratio microstructure with vertical walls, 3μm in width and 130 μm in depth, can be fabricated. The etch rate strongly depends on the opening width of a mask and the aspect ratio of an etched structure. The maximum etch rate was estimated to be as high as 2.5 μm/min. In a XeF₂ etching process, silicon was isotropically etched, indicating that an etch factor and etch rate were about 1 and 1 μm/min, respectively.

1. はじめに

本研究では、細胞への高効率・高精度な遺伝子導入や細胞の機能解明を行うためのオンチップ細胞サージェリーシステムの開発を目標としている。本報では、化学・生化学物質（遺伝子、タンパク質、薬剤など）の注入・採取を行うためのナノニードルアレイ作製のために必要となるマイクロマシニング技術として、高アスペクト比のエッチングが可能な反応性イオンエッチング（Deep RIE）およびXeF₂ガスをを用いたシリコンのエッチング特性を明らかにした。

2. ナノニードルアレイ

図1に提案するナノニードルアレイの概要を示す。デバイスの特徴としては、①直径が極めて小さな酸化シリコン（SiO₂）製のナノニードル（直径数100nm～数μm程度、長さ100μm程度）を挿入するため細胞へ与えるダメージが極めて小さく、さらに、②ナノニードルをアレイ状に作製しガラス製のマイクロチャネル（微小流路）と組み合わせることで、複数種類の生体物質の注入や細胞内で合成された生体物質の採取などが可能となる。

図2にナノニードルの作製プロセスの概要を示す。まず、Si基板面に垂直でアスペクト比（幅に対する深さの比）の高い微小な貫通孔（ナノポア）を形成する。次に、熱酸化によってナノポアの内壁にSiO₂膜を形成する。最後に、ガラス製のマイクロチャネルと接合した後、Si基板のみをXeF₂エッチングによって選択的に除去することでSiO₂製のナノニードルを形成する。このため、ナノニードルの作製にはDeep RIEおよびXeF₂ガスをを用いたSiのドライエッチング特性の評価が重要となる。

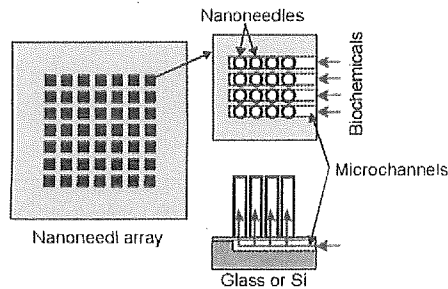


Fig.1 Schematic diagram of nanoneedle array device.

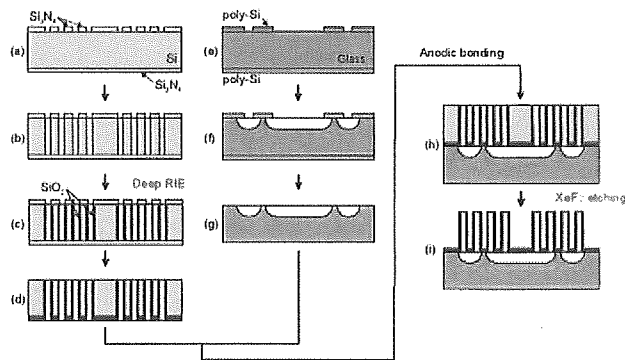


Fig.2 Fabrication process of nanoneedle array device.

3. Siのドライエッチング特性

3.1 Deep RIE

Deep RIEの基本原理は、反応性イオンエッチング（RIE）を行う際に、側壁には保護膜を堆積させてエッチングが起らないようにし、イオンの衝突によって保護膜が除去される底面のみをプラズマ中のラジカルや活性イオンと反応させることで深さ方向にのみ選択的にエッチングを行うものである¹⁾。本研究では、STS社製のドライエッチング装置を使用した。誘導結合型プラズマによって高密度のプラズマを生成し、側壁保護膜形成（パッシベーション）のためのC₄F₈ガスとエッチングのためのSF₆ガスを交互に導入することで高アスペクト比のSiのエッチングを行うことができる。

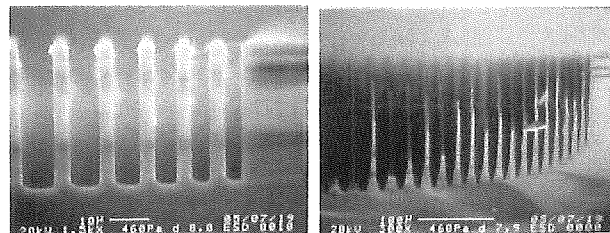


Fig.3 Cross-sectional view of Si substrates etched by deep RIE.

図3はSi基板のエッチング断面を示したものである。パッシベーションのための C_4F_8 ガスとエッチングのための SF_6 ガスをそれぞれ7s(圧力:0.020Torr), 7.5s(圧力:0.037Torr)の時間で交互に導入するサイクルを繰り返してエッチングを行った。マスクには、低圧CVD法(LPCVD)によって形成した Si_3N_4 膜(膜厚:350nm), SiO_2 膜(膜厚:460nm)およびフォトリソ(膜厚:1.5 μm)を積層したものを使用した。(a)はエッチング時間が15minのときの結果である。マスクの開口幅は3~8 μm となっている。また、エッチング深さは約35 μm である。図のように、基板面に垂直な壁面をもった高アスペクト比(~11)のエッチングを実現することができた。ただし、マスクの開口幅が小さいほど必ずかではあるがエッチング深さが小さくなっている。これは、開口幅が狭いほどエッチングに寄与する SF_6 ラジカルが底部まで到達しにくくなるためと考えられる(RIE-lagあるいはマイクロローディングと呼ばれている)。(b)はエッチング時間80minの結果(開口幅:3~21 μm)である。エッチング時間が短い(a)に比べてマスク開口幅が大きな部分でもRIE-lagの影響が現れていることがわかる。

図4にマスク開口幅とエッチング深さの関係を示す。このように、同じ開口幅でもエッチング深さが大きくなるとアスペクト比が高くなるためエッチレートが低減した。しかしながら、開口幅3 μm で深さ約130 μm (アスペクト比=43)のエッチングが可能であることから、ナノニードルの作製プロセスに適用できることがわかった。また、エッチレート(RIE-lagの影響がない部分)は、エッチング時間が15minで約2.3 $\mu m/min$, 80minで約2.5 $\mu m/min$ となっており、ほぼ時間とともにエッチング深さが増加することがわかった。

3.2 XeF₂エッチング

図5はSi基板のXeF₂エッチングの結果である。ガス圧力は1.5Torrとし、エッチング時間は45minとした(XACTIX社製 Xetch)。マスクには、LPCVDによって形成した Si_3N_4 膜(膜厚:350nm)をパターンニングしたものを使用した。マスク開口幅によらず、深さ方向と横方向に進行する等方的なエッチングとなっていることがわかる。また、中央部分に比べて両端の方がわずかに深くなった。

図6はマスク開口幅とエッチング深さおよびサイドエッチ量の関係を示したものである。マスク開口幅が小さいほどエッチング深さとサイドエッチ量が小さくなった。これは、Deep RIEと同様にマスク開口幅が小さいほどエッチングに寄与するFラジカルの供給量が少なくなるためと考えられる。さらに、マスク開口幅が300 μm 以上と大きくなることでエッチレートが低下した。この理由としては、マスク開口幅が大きいほどエッチングすべきSi量が多くなるため、Fラジカルの供給が不足したのではないかと考えられる。

図7にエッチファクタ(=深さ/サイドエッチ量)を示す。マスク開口幅が大きくなるほどエッチファクタが減少する傾向が認められた。しかし、エッチファクタは0.8~1.2の範囲(平均値:1.0)であり、ほぼ完全な等方性エッチングが行われたといえる。

4. まとめ

ナノニードルアレイ作製のために重要となるSiのドライエッチング特性を評価した。Deep RIEでは、開口幅が小さくなるほど、また、アスペクト比が高くなるほどエッチレートが低下することがわかった。また、XeF₂エッチングでは、ほぼ完全な等方性エッチングとなることがわかった。以上の基礎実験の結果から、提案するプロセスによってナノニードルアレイの作製が可能である見通しを得た。

なお本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金(基盤研究(B))の研究助成のもとに行われたことを付記し謝意を表す。

参考文献

1) G.T.A. Kovacs, N.I. Maluf and K.E. Petersen, Proc. IEEE, 86, 8 (1998) 1536-1551.

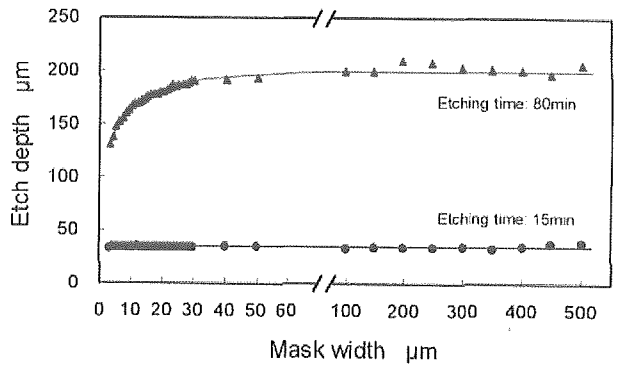


Fig.4 Etch depth as a function of mask width (Deep RIE).

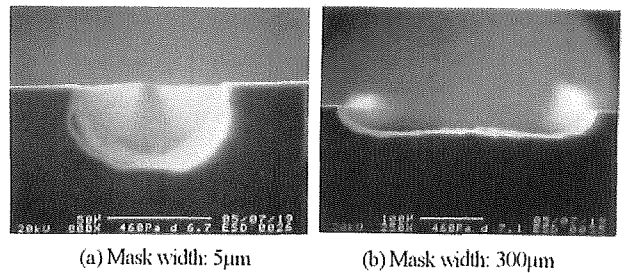


Fig.5 Cross-sectional view of Si substrates etched using XeF₂ gas.

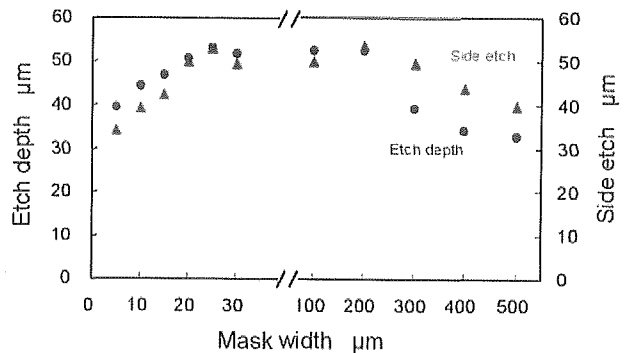


Fig.6 Etch depth and side etch as a function of mask width (XeF₂).

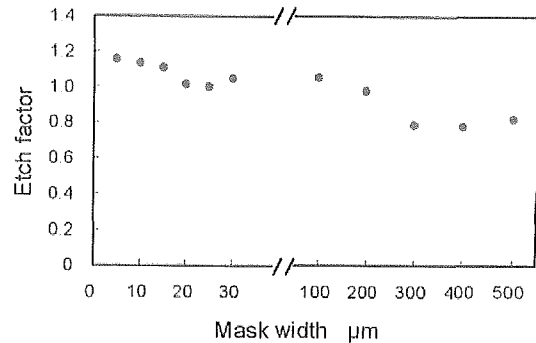


Fig.7 Etch factor as a function of mask width (XeF₂).

ニッケル電鍍金型を用いたマイクロインプリント技術の開発

豊橋技科大 ○高橋洋一, 柴田隆行, 水上良明, 堀内 宰, 茨城大 増澤 徹, 弘前大 峯田 貴, 牧野英司

Development of Microimprint Technology with Electroformed Nickel Mold

Toyohashi University of Technology Yoichi TAKAHASHI, Takayuki SHIBATA, Yoshiaki MIZUKAMI, Osamu HORIUCHI,
Ibaraki University Toru MASUZAWA, Hirosaki University Takashi MINETA, Eiji MAKINO

In order to fabricate polymer-based microchips to be used in μ -TAS and printed circuit boards, we have been developing a microimprint technology with a fine Ni mold instead of a conventional photolithography technique. The mold was successfully fabricated by electroforming using a positive thick photoresist microstructure. With the Ni mold, fine patterns with a width of 10 or 30 μm and a depth of 24 μm were almost completely transferred to a polymer (PMMA). The geometrical size of the fabricated PMMA microstructures was found to be only about 10% reduction against the Ni mold.

1. はじめに

現在、マイクロ化学分析用チップや高密度プリント配線基板の作製には、フォトリソグラフィやエッチングなどの半導体技術が用いられている。このため、露光装置などの高価な設備が必要であり、かつ作製プロセスも複雑であることから、製造コストの削減と作製時間の短縮が望まれている。近年、微細な凹凸パターンを形成した金型を樹脂などに押しあてパターンを転写するインプリント技術¹⁾が、フォトリソグラフィの代替技術として注目を集めている。本研究では、マイクロ化学分析用チップや高密度プリント配線基板の作製に必要な数 μm から数十 μm のパターンを高精度に転写できるマイクロインプリント技術の確立を目的としている。本報では、厚膜ポジ型フォトレジストを鋳型に用いたニッケル電鍍金型の作製技術を確認し、熱可塑性樹脂のインプリント実験を行った。

2. ニッケル電鍍金型の作製

提案する Ni 金型の作製プロセスは次のとおりである。まず、シリコン基板上に厚膜ポジ型フォトレジスト（東京応化 PMER P-LA900PM, 以下 PMER）をスピナー塗布し、フォトリソグラフィによってパターンニングした PMER を Ni 電鍍のマスタ基板とする。次に、シード層となるチタンをマスタ基板上に成膜した後、Ni を電気めっきする。最後に、めっきした Ni をマスタ基板から剥離することで金型を作製する。

図 1 に PMER のパターンニング結果を示す。(a) は超高压水銀ランプに含まれるすべての波長（以下、全波長と呼ぶ）を用いて露光したときのレジストパターン（膜厚：約 24 μm ）の断面形状である。水銀ランプに含まれる主な波長は、436nm（g 線）、405nm（h 線）、365nm（i 線）である。図のように、全波長で露光した場合には、レジスト上面のエッジ部分が丸みを帯びており、マスタ基板として利用できないことがわかった。これは、フォトマスクを透過する際の光の回折角が波長によって異なることが原因であると考えられる。一方、光学フィルタを用いて g 線（436nm）のみを選別して単一波長で露光を行った (b) では、エッジ形状が大幅に改善されていることがわかる。また、側壁の角度も約 90°とほぼ垂直となった。(c) および (d) は、g 線を用いてプロキシミティ露光（フォトマスクと基板間にギャップをもたせて露光する方法）を行った結果である。ギャップが大きくなるほど光の回折の影響によって側壁のテーパ形状が顕著となっている。側壁角度は、ギャップが 150 μm 、600 μm でそれぞれ約 80°、65°であった。このように、g 線のみを用いてプロキシミティ露光を行うことで、マスタ基板となる PMER のパターン形状を制御する

ことが可能となった。Ni 金型にこのようなテーパ形状をもたせることで、インプリントの際の離型が容易になるものと期待できる。

図 2 に PMER のマスタ基板（ギャップ：150 μm ）を鋳型に用いて作製した Ni 金型の断面形状を示す。(a) に示すように、電流密度 100mA/cm²（めっき時間 $T = 75\text{min}$ 、理論膜厚 $t = 150\mu\text{m}$ ）でめっきを行った Ni 金型のパターンの側壁は、マスタ基板の形状を正確に転写していないことがわかる。これは、マスタ基板の PMER が Ni めっきの際の電着応力によって変形したためと考えられる。そこで、金型のパターン部分が完全に覆われる状態まで低電流密度 50mA/cm²（ $T = 40\text{min}$ 、 $t = 42\mu\text{m}$ ）の条件でめっきを行い、その後、電流密度を 100mA/cm²（ $T = 75\text{min}$ 、 $t = 108\mu\text{m}$ ）まで増加させて電鍍を行った。その結果を (b) に示す。図のように、Ni 金型の形状が改善されていることがわかる。金型の寸法は、上面線幅 13 μm 、下面線幅 20 μm 、高さ 24 μm であり、マスタ基板の形状に対して線幅で約 5%、高さで約 4% の精度となっていた。また、側壁の形状もマスタ基板と同様に約 80°であった。

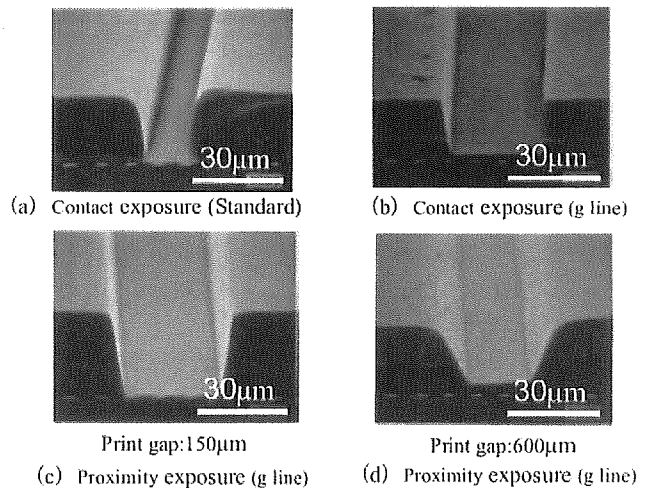


Fig.1 SEM photographs of photoresist patterns.

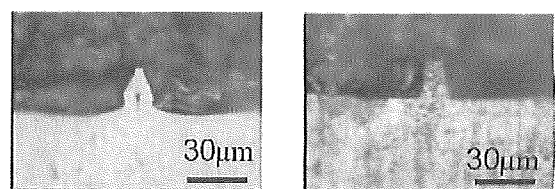


Fig.2 Cross-sectional view of Ni electroformed molds.

3. 熱可塑性樹脂のインプリント

ガラス基板の上にスピナー塗布した熱可塑性樹脂（ポリメタクリル酸メチル、以下PMMA）のインプリント実験を行った。基板を設定温度に加熱し、荷重を印加してNi金型を押しあて、一定時間保持した後、冷却してNi金型を離型した。

図3に加熱温度75°C、荷重10kgの条件でインプリントを行ったPMMAパターンの一例を示す。線幅10 μm 、30 μm のパターン（溝深さ：約24 μm ）が転写されていることがわかる。また、Ni金型の離型も容易であり、損傷も認められなかった。一方、室温でインプリントを行った場合には、荷重を175kgと高くしても良好なパターンが転写されず、十分な溝深さが得られなかった。

図4は転写されたPMMAパターンの線幅と溝深さに及ぼす加熱温度の影響を示したものである。荷重は10kg一定とした。図のように、上面の線幅（図(a)）および溝深さ（図(b)）は加熱温度とともに増加し、Ni金型の形状に近づく傾向が認められた。これは、加熱温度が高くなるほどPMMAの軟化が進み流動性がよくなるためと考えられる。一方、PMMAの下面線幅（Ni金型の上面に対応）は加熱温度によらずほぼ金型の形状に一致した。

図5は荷重の影響を示したものである。加熱温度は75°C一定とした。加熱温度の影響と同様に、上面の線幅と溝深さは荷重とともに増加し、Ni金型の形状に近づいた。一方、下面の線幅は、荷重には依存せず、ほぼNi金型と同程度となっていた。荷重が比較的小さい条件（2~5kg）においては、金型の線幅が小さいほど溝深さが大きくなっている。この理由は、インプリント時の圧力が高いためである。前述した加熱温度においても溝深さに及ぼす金型の線幅の影響が認められ、加熱温度が十分でない場合（50~60°C）には、金型の線幅が小さくインプリント時の圧力が高いほど転写性がよいことがわかる。

以上の結果から、加熱温度75°C、荷重10kgの条件で良好な転写パターンが得られ、Ni金型の線幅に対して約6%、溝深さで約13%の転写精度となった。

4. まとめ

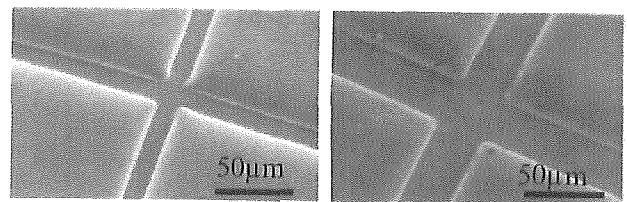
厚膜ポジ型フォトリソ（PMER）をマスク基板に用いてNi電鍍金型を作製し、熱可塑性樹脂（PMMA）のインプリント実験を行った。得られた結果は次のとおりである。

- (1) 厚膜ポジ型フォトリソ（PMER）を単一波長（g線）によって露光することで、パターン形状の高精度な制御が可能となり、Ni電鍍金型のマスク基板として有効であることを示した。
- (2) マスク基板（PMER）を用いてNi電鍍を行う際に、パターン部分のめっきを低電流密度で行うことで、電着応力が低減され、高精度なNi金型の作製が可能となった。
- (3) Ni電鍍金型（線幅10 μm および30 μm 、高さ24 μm ）を用いた熱可塑性樹脂（PMMA）のインプリントが可能であることを示した。加熱温度75°C、荷重10kgの条件で、線幅で約6%、溝深さで約13%の転写精度が得られた。

なお本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金（基礎研究(B)）および厚生労働省科学研究費補助金の研究助成のもとに行われたことを付記し謝意を表す。

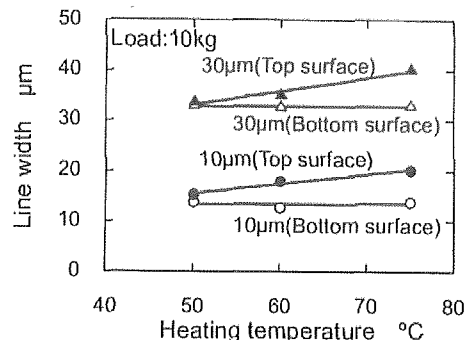
参考文献

- 1) S.Y.Chou, P.R.Krauss and P.J.Renstrom, J. Vac. Sci. Technol., B 14, 6 (1996) 4129-4133.

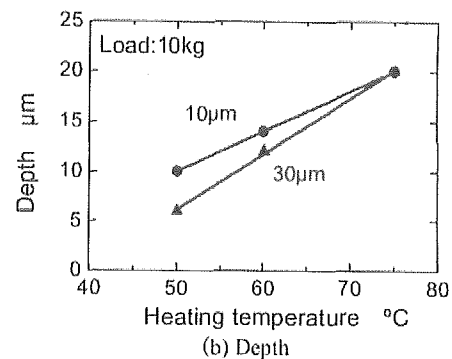


(a) Line width :10 μm (b) Line width: 30 μm

Fig.3 SEM photographs of imprinted PMMA patterns.

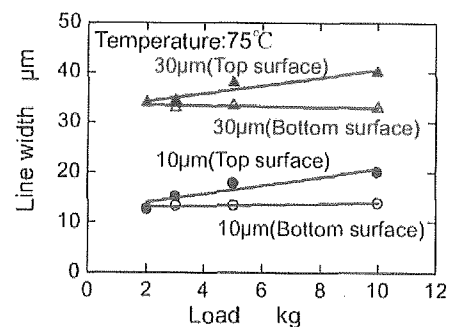


(a) Line width at top and bottom surface

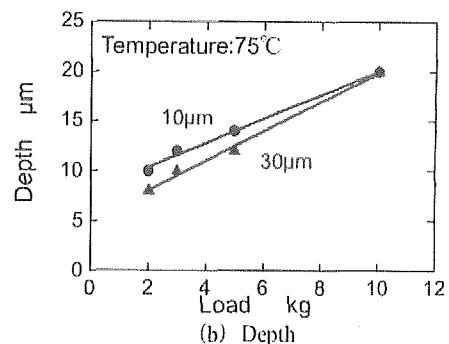


(b) Depth

Fig.4 Effects of temperature on line width and depth.



(a) Line width at top and bottom surface



(b) Depth

Fig.5 Effects of load on line width and depth.

電気学会研究会資料

The Papers of Technical Meeting on Linear Drives, IEE Japan

リニアドライブ研究会

LD-05-44~56

2005年11月17日

社団法人 電気学会

The Institute of Electrical Engineers of Japan

東京都千代田区五番町6-2