

[B28] 樹脂製バイオチップの精密成形技術の開発

知能機械工学専攻 山田研究室
0334057 安河内 寛哉

1. 緒言

バイオ・メディカル分野への微細加工技術の応用の一つにバイオチップがある。バイオチップは、基板上にマイクロメートルからナノメートルサイズの流路や溝を形成したもので、同時並行かつ高速で、多数のタンパク質や DNA 等の分析を実現するチップである。チップの材質は微細な加工が必要なため、シリコンや石英ガラスが一般的とされてきたが、近年、マイクロ電気泳動チップ等^[1]で、樹脂製チップが安価で量産性に優れることから注目を集めている。

このような微細形状をもつ樹脂成形品を作製する方法には、現在、射出成形法やプレス成形法が提案されている^[2]。射出成形法は、短時間成形性に優れるが、熔融樹脂の金型への充填時に樹脂の流動配向化が不可避であり、成形品には残留応力が生じ易く、反りなどの変形が発生し易い欠点を持つ。プレス成形法の利点は、射出成形法よりも樹脂の強い流動配向を伴わず、成形品の残留応力が小さいこと、欠点は金型を介した加熱と冷却を行うため、成形時間が長くなることである。

黒崎ら^[3]はこれらの問題点を解決する新しい成形法として、「赤外線照射支援によるプレス成形法」を提案した。Fig.1 に示すように、この方法は、原料である樹脂素成形品の加熱源に赤外線を用いる。赤外線透過性をもつ固体材料を押し当てた状態で、透過材料上部から赤外線を素成形品に直接照射し、赤外線透過材表面の微細形状を素成形品表面に転写する。型締め状態で、樹脂の被加熱領域のみを赤外線により瞬時に加熱するため、従来のプレス成形に比べ、成形時間を大幅に短縮でき、同時に、流動配向を伴わないため、成形品の残留応力が生じにくいという利点を持つ。

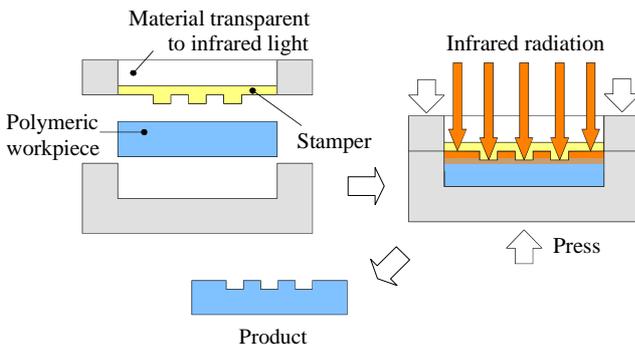


Fig.1 The proposed press molding procedure assisted by infrared radiation.

しかし、実際のバイオチップスケールでの溝形成においては、装置構成、加工パラメータ等の検討が必要であった。

本研究では、クロス型のマイクロ電気泳動チップを成形モデルとし、赤外線光源として、樹脂への直接加熱性をもつハロゲンランプ、赤外線の透過材料として、機械的強度や取り扱いに優れた酸化物系透明セラミックス(サファイア)及びシリコンを用い、転写成形性に及ぼす加工パラメータ(ランプ照射時間、型圧力、型温度)の影響を調べた。また、数値シミュレーションにより成形中における温度分布の予測も行った。

2. 実験方法

2.1 装置

実験装置の構成図を Fig.2 に示す。樹脂の加熱には、ハロゲンランプ(波長範囲: 200 ~ 5000nm、最大照射パワー密度 50W/cm²)を用い、精密油圧プレス装置に組み込んだ。プレスの上型にはサファイア円板(Al₂O₃:厚さ 10mm)を、転写型はクロス型マイクロ電気泳動チップをモデルとした。Fig.3 に示すような凸部幅 103μm、凸部高さ 30μm の十字の転写パタンが形成された厚さ 1.0mm のシリコン板を用いた。試料を保持する下型には、スチール製円板を用い、上型・転写型・下型の順に配置した。下型の直下にはシリコンゴムシートを配置し圧力の均一化を図った。型の温度は電気ヒーターにより制御した。

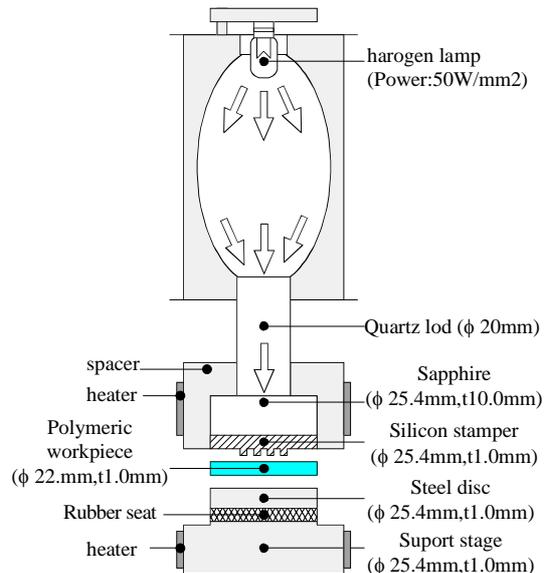


Fig.2 experimental apparatus.

Fig.4 にハロゲンランプの理論放射強度分布を示す．最大放射強度を示すピーク波長は、1000nm 付近に存在する．また、Fig.5 にサファイア円板（厚さ 2.0mm）、及びシリコン転写型（厚さ 1.0mm）の可視～近赤外光域での表面反射を含む場合における透過率スペクトルを示す．

サファイアは、波長範囲 400～3200nm で透過率が 90% 以下であるが、表面反射を考慮すると吸収はほぼ 0 である．シリコンも表面反射を考慮すると波長 1100nm 以上では吸収はほぼ 0 である．但し、波長 1100nm 以下の光は強く吸収する．

2.2 試料

試料には、非晶性の環状オレフィンコポリマー（cyclic olefin copolymer：COC）樹脂円板試料（厚さ 1.0mm、直径 22mm、ガラス転移点 80）を用いた．Fig.5 に可視～近赤外光域を中心とした透過率スペクトルを示した．波長範囲 1700～3200nm で吸収帯が多く認められる．

2.3 転写成形の手順

成形を始める前に、ヒーターにより型全体を一定温度（40～60）に予熱しておく．その後、試料を転写型と下型の間に挿入し、一定の型圧力（0.05～0.3MPa）で型締めをしたのち、上型を通して、ハロゲンランプ（照射パワー密度 50 W/cm² 一定）を試料上面に一定時間（6～20s）照射し、転写パターンを形成させた．冷却は、型締め状態で自然冷却し時間は 10s 一定とした．

2.4 転写評価方法

溝の深さは共焦点型レーザ表面形状測定器を用い測定した．また、Fig.6 に示すようにシリコン転写型の凸部形状の高さ H に対する、試料に形成された凹部の深さ D の割合を計測し、転写率 $T = D / H \times 100$ [%] として求めた．

3. 結果及び考察

3.1 転写に及ぼすランプ照射時間の影響

Fig.7 にランプ照射時間の影響を示す．圧力 0.1MPa、及び型温度 55 で一定とし、照射時間を 6～20s の間で変化させた．転写率は、照射時間 6s で 80%、照射時間 18s 以上で 90% 近い転写率が得られた．照射時間の増加に伴い、試料の被転写面近傍の温度が上昇し、転写型の凸部の形状に沿った熔融樹脂の流動が促進されたものとする．さらに照射パワーを上げることで、成形時間の短縮が可能と考えられる．

3.2 転写に及ぼす型圧力の影響

Fig.8 に転写率と型圧力の関係を示す．照射時間 10s、及び型温度 55 で一定とし、型締力を 0.05～0.3MPa の間で変化させた．型締力の上昇と共に、転写率は単調に増加した．型締力を上げることで、熔融樹脂の圧力が上昇し、型の細部にまで熔融樹脂が充填され易くなったためとする．

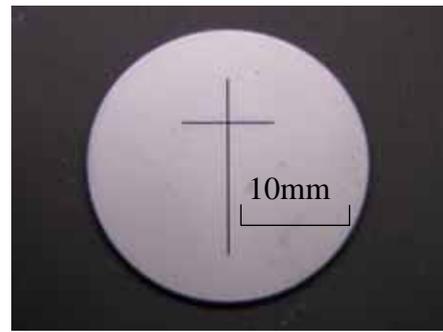


Fig.3 Silicon stamper.

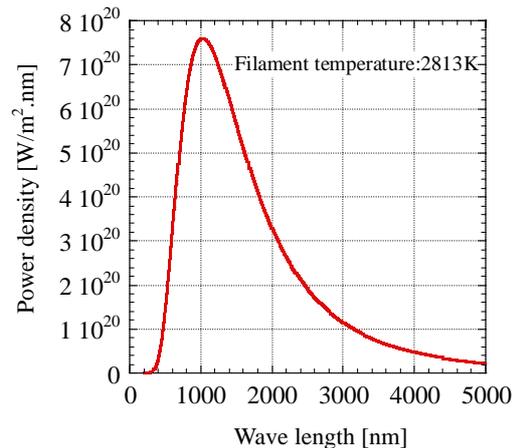


Fig.4 Emission spectrum of a quartz-halogen lamp.

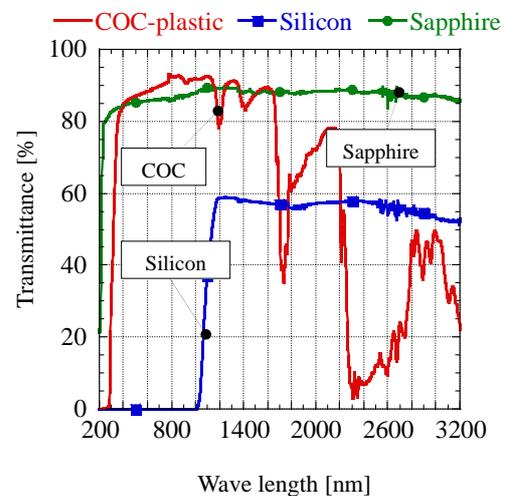


Fig.5 Transmittance spectra of sapphire, silicon and COC-plastic sample.

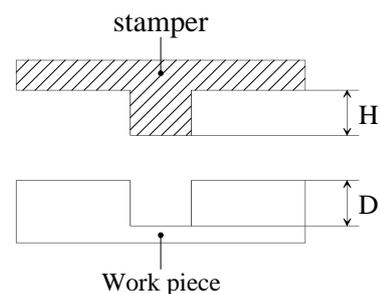


Fig.6 transcription ratio.

3.3 転写に及ぼす型温度の影響

Fig.9 に転写率と型温度の関係を示す。照射時間 10s ,及び型締力 0.1MPa で一定とし,型温度を 40~60 の間で変化させた。樹脂試料の熔融温度を意味するガラス転移点が 80 であるため,型温度がガラス転移点に近づくにつれ,ランプ照射直後の被転写面の樹脂温度が上昇し,その分,樹脂が高流動化することにより転写率が向上したためと考える。

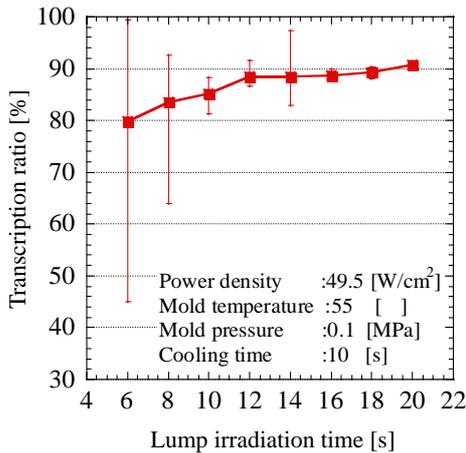


Fig.7 Effect of lamp irradiation time on transcription ratio.

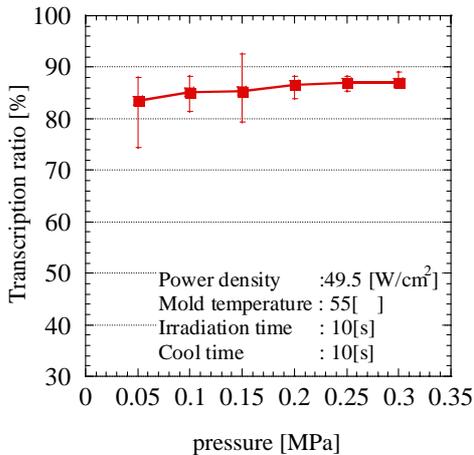


Fig.8 Effect of pressure on transcription ratio.

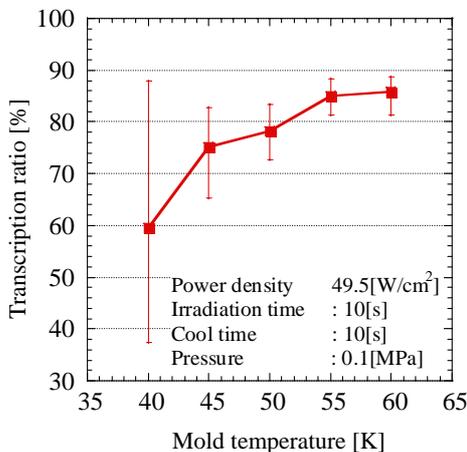


Fig.9 Effect of mold temperature on transcription ratio.

4. 数値シミュレーション

4.1 計算モデル

成形中の樹脂内部の温度上昇を予測するため,一次元モデルでの非定常熱伝導解析を行った。解析モデル図を Fig.10 に示す。構造はサファイア・シリコン・COC 樹脂・鋼製金型の4層とした。実験で使用するハロゲンランプは石英製導入口ッド内において半径方向に強度分布を持つが,強度分布はないものと仮定した。

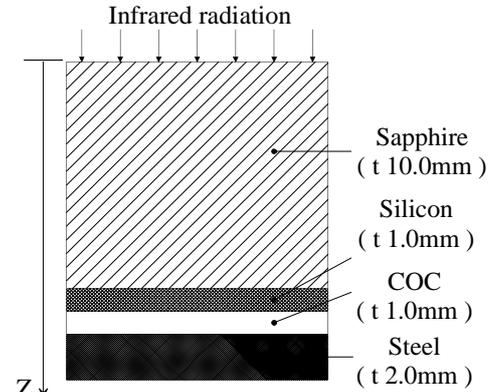


Fig.10 Analysis model.

4.2 支配方程式

各材料における支配方程式は以下の発熱項を含む非定常熱伝導方程式である。 ρ, c, λ, T はそれぞれ密度,比熱,熱伝導率,温度をさす。

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + Q \quad (1)$$

(1)式中の Q は吸収係数の異なるサファイア,シリコン,COC 樹脂内でそれぞれ輻射エネルギーの吸収による単位体積当たりの発熱を表す項である。(2)式の $I_0(\lambda)$ はある波長におけるハロゲンランプの分光放射強度, $\mu_a(\lambda)$ は材料のある波長における吸収係数を表している。全波長に対する発熱量 Q は区分求積法を用いた。

$$Q = \frac{dI}{dz} = \int I_0(\lambda) \cdot \mu_a(\lambda) \cdot \exp\{-\mu_a(\lambda) \cdot z\} \cdot d\lambda$$

$$\cong \sum_{i=200}^{500} I_0(\lambda_i) \cdot \mu_a(\lambda_i) \cdot \exp\{-\mu_a(\lambda_i) \cdot z\} \cdot \Delta\lambda \quad (2)$$

4.3 計算方法

式の離散化はコントロール・ボリューム法を用いて行った。離散化方程式は完全陰解法により TDMA (三重対角行列アルゴリズム) を用いて解いた。

4.4 境界条件

各材料同士の接触面は熱流束一定とした。また,鋼製金型の端面はヒーターにより一定温度に保たれている。また,サファイアと石英製導入口ッドの接触面は,等温と考えていたが,温度測定より石英ロッドがハロゲンランプ照射中に発熱することが温度測定によりわかった(fig.11)。温度測定箇所は,石英ロッドは接触面近傍の側面,サファイアは接触面である。そこで,接触面は時間変化するものとして,

接触面の昇温速度の勾配から 0.5K/s に設定し、境界条件に組み込んだ。また、サファイア、シリコン、COC 樹脂、鋼製金型および各材料同士の接触面における初期温度は、型予熱温度である 326K(53)とした。これはヒーターの設定温度を 328K(55)とした時の各材料境界面における実測温度である。

4.5 物性値

主な熱物性値を Table1 に示す。温度変化による物性値の変化は考慮しておらず、一定値として各材料とも 55 の値を使用した。サファイア、シリコンの吸収係数は参考文献[5],[6]より引用した。COC 樹脂の吸収係数は透過率から算出した。

Table1 Thermal properties.

	Sappire	Silicon	COC	Steel(S35C)
Density[kg/m ³]	3890	2330	1030	7850
Specific heat [J/kg.K]	779	713	1370	465
Thermal conductivity [W/m.K]	36	148	0.16	43

4.6 計算結果

ランプ照射開始から 6,12,20s 経過した時の予測温度分布を Fig.12 に示す。0~10mm がサファイア、10~11mm がシリコン、11~12mm が COC 樹脂、12~14mm が鋼製金型となっている。fig.13 より転写型に接触する側の COC 樹脂の温度は、ガラス転移温度を越え、表面を成形するには十分な温度であることが確認できる。また、樹脂内部に温度のピークがくるのは、輻射エネルギーにより樹脂内部が十分に加熱されているからであると推測できる。このピーク位置を制御することで、樹脂同士の溶着など、目的に合わせた加工ができるかと期待できる。

今後、このシミュレーション技術を成形前の予測に活用していきたいと考えている。

5. 結言

樹脂製マイクロ電気泳動チップをモデルとした十字架形状の溝パタン(幅 103 μ m、深さ 30 μ m)を有するシリコン製の転写型を用い、ハロゲンランプ照射支援プレス成形法により、非晶性の環状オレフィンコポリマー樹脂に対して転写成形実験を行い、以下のことを明らかにした。

- ・ランプの照射時間、プレス圧力、型予熱温度を上昇させることで、転写率は単調に増加することを確認した。
- ・ランプ照射時間を変化させた場合は、転写率を最大 90% まで得られることを確認した。
- ・温度変化の予測では、樹脂の加工表面寄りの内部に温度ピークがくることがわかった。温度のピーク位置を制御することで、樹脂同士の溶着など成形目的に合わせた加工ができる可能性がある。

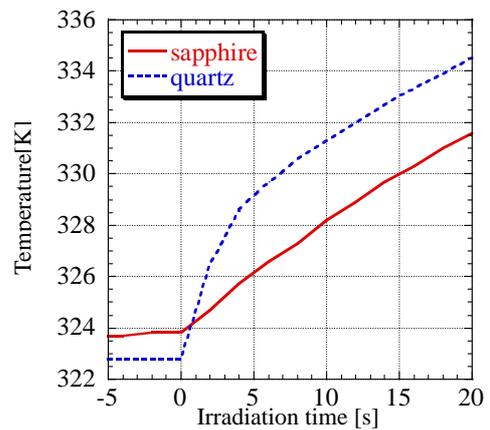


Fig.11 Temperature changes at the outer surfaces of quartz rod and sapphire.

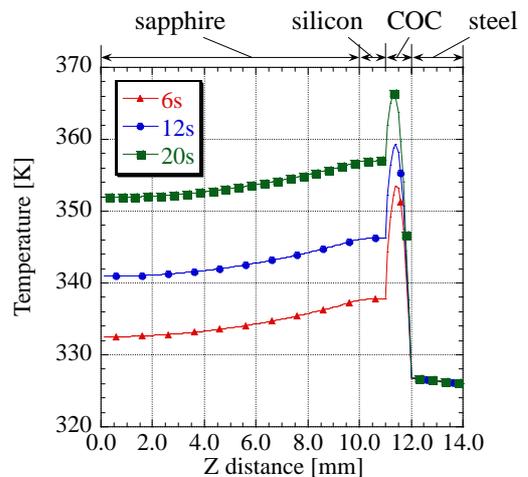


Fig.12 Temperature distribution in the analysis model.

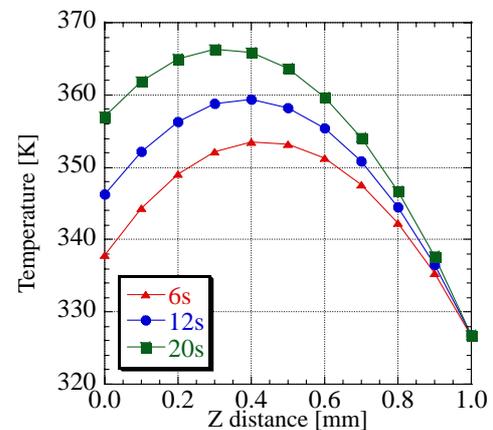


Fig.13 Temperature distribution in the COC.

参考文献

1. 長岡嘉浩, "マイクロデバイス内の流動現象", ながれ vol. 21, pp. 419-428 (2002).
2. Yi-Je Juang 他 2 名, "Hot Embossing in Microfabrication. Part I : Experimental", Polymer Engineering and Science, vol. 42, No. 3, pp. 539-542 (2002).
3. 黒崎晏夫, "成形品高品位化への赤外線利技術", 成形加工, vol. 13, No. 11, pp. 706-709 (2001).
4. S・V・バタンカー, "コンピューターによる熱と流れの数値解析", 森北出版(1985)
5. Edward.D.palik, "Handbook of Optical Constants of Solids", pp.547-569(1985)
6. Edward.D.palik, "Handbook of Optical Constants of Solids", pp.653-679(1985)