マイクロ流体デバイス用ガラス基板の熱圧着接合技術の研究

Study on Fusion Bonding of Glass Substrate for Microfluidic Device

○濱村 心（関東学院大） 森塚大樹（関東学院大） 正 柳生裕聖（関東学院大）

Kokoro Hamamura, Kanto Gakuin University, 1-50-1 Mitsuura-higashi, Kanazawa-ku, Yokohama 236-8501
Daiki Moritsuka, Kanto Gakuin University, 1-50-1 Mitsuura-higashi, Kanazawa-ku, Yokohama 236-8501
Hiromasa Yagyu, Kanto Gakuin University, 1-50-1 Mitsuura-higashi, Kanazawa-ku, Yokohama 236-8501

Glass fusion bonding was studied for realizing microfluidic device for a preparation of nanoparticles using chemical reduction method in the liquid-phase. The effects of bonding conditions such as a surface cleaning method, a heating temperature and a pressure on bonding state were investigated using the glass without channels. Based on the experimental results, the glass microfluidic device was fabricated using powder blasting technique and optimal bonding condition. After the fusion bonding, it was confirmed that the fabricated channel with 187 μm in width and 67 μm in depth clearly exists in the glass.

Key Words: Nanoparticle, Microchannel, Absorbance, Hydrophilic, Powder blast

1. はじめに

インクジェット技術などの印刷技術を使って電子部品や3D 構造体を製造するプリンタブルエレクトロニクスが注目されている⁽¹⁾。この技術では印刷用インクとして金属ナノ粒子分散液が用いられる。金属ナノ粒子分散液は金属ナノ粒子と溶剤から構成されており金属含有量を調整することによって、様々な印刷方式に対応が可能である。これらの技術を実用化していくにはナノ粒の生産効率向上や粒子径制御技術が重要となる。

我々は液相還元法によりナノ粒子を生成するためのマイクロ流体デバイスの作製技術を検討している。このデバイスは微細加工技術により基板に加工された幅と高さがそれぞれ数百 μm の微細流路を有する。液相還元法では生成したい金属イオンを含む溶液や還元剤などの試薬を混合することによってナノ粒子が生成される。使用する試薬は酸性溶液、塩基性溶液、有機溶剤を用いるため、デバイスを構成する材質はこれらの試薬に対し耐性を有するガラス材料を用いることが望ましい。さらに基板に加工された微細な溝に流路としての機能を持たせるには、微細流路となる溝や試薬の出入口となる穴を加工したガラス基板と溝加工したガラス基板を重ねて接合する必要がある、接合時に溝の変形が生じない接合技術が重要となる。

ガラス基板の接合方法としては接着剤による接合、希釈したフッ化水素による接合⁽²⁾、レーザー光と吸収材を用いた接合方法⁽³⁾などが報告されている。しかしながら、これらの方法は接合後に流路の変形やガラスの光透過性が損なわれる可能性があるためデバイスの作製には適さない。ガラス接合部の機械的強度や耐薬品性を考慮すると、2枚のガラス基板を圧縮・加熱する熱圧着による接合法⁽⁴⁾が好ましいと考えられるが、ガラス物性に適した接合条件の選定が必要である。

本研究ではマイクロブラスト加工によりガラス基板に微細流路、貫通穴を形成し、これらの基板の接合によりデバイスを作製するために、熱圧着法によるガラス基板の接合技術を検討した。さらに最適な接合条件でガラス製マイクロ流体デバイスを作製した結果を報告する。

2. デバイス作製プロセス

図1 にガラス製マイクロ流体デバイスの作製プロセスを示す。初めに(1) ドライフィルムレジストの貼付、(2) 紫外線露光、(3) 現像においてブラスト加工により微細な溝加工を行うために必要なマスク材を作製する。次に(4) ブラスト加工、

工、(5) マスク材の剥離によりガラス基板上に微細溝（流路パターン）や穴を形成する。ガラス基板加工後に2枚の基板の(6) 洗浄・位置決めを行い、(7) 熱圧着により接合することでガラス製マイクロ流体デバイスが完成する。

Fig. 1 Schematic diagram of the fabrication process of a glass microfluidic device.

3. 接合条件の検討

ガラス基板の接合条件を検討するために、流路が加工されていないガラス基板を用いて接合実験を行った。ガラス基板はソーダライムガラス（松浪硝子、 $26 \times 76 \times 1.5 \text{ mm}$ ）とホウケイ酸ガラス（松浪硝子、 $25 \times 60 \times 0.17 \text{ mm}$ ）を用い、2枚のソーダライムガラスの接合とソーダライムガラスとホウケイ酸ガラスの接合を検討した。表1 にガラス基板の物性値を示す。ガラス基板を均一に圧着するため、熱圧着の前処理と

してガラス基板の親水化処理が必要である。基板表面を親水化するためガラス基板をアンモニア過水 (NH₄OH: H₂O₂: H₂O = 1:1:5) に 24 時間浸漬後、蒸留水、エタノールで洗浄した。ガラス基板の接合は図 2 に示すようにガラス基板をアルミナ基板 (MARUWA, 150×150×0.635 mm) で挟み、その上から錘により荷重を加えた状態でマッフル炉 (ヤマト科学, FO-310) 内に設置し加熱した。本研究では昇温速度を 30℃/min に固定し、加熱時の保持温度をガラス基板のガラス転移温度 (T_g) 以上の温度範囲で変量して接合実験を行い、冷却後の接合面積の割合 (Bonding area rate) を目視で確認した。

Fig. 2 Configuration of fusion bonding system.

Table 1 Properties of the glass substrate.

Glass	T _g [°C]	T _s [°C]	CTE [×10 ⁻⁷ /°C]
Soda lime	539	740	87
Borosilicate	557	736	72

T_g: transition temperature, T_s: softening temperature, CTE: coefficient of thermal expansion.

3-1 ソーダライムガラスの接合 2 枚のソーダライムガラスの接合条件を検討した。保持温度を 560, 580, 610℃に設定し 8 時間加熱後、炉冷した。なお、今回の実験では加熱時の圧力 (荷重) は 3.4 kPa とした。表 2 に接合実験結果を示す。保持温度 560℃と 580℃では接合面に気泡が生じたが、保持温度 610℃のとき割れや、気泡のない接合状態が得られた。ソーダライムガラスは製造メーカーで特殊な表面処理が施されていないため、アンモニア過水による洗浄で良好な接合状態が得られたものと予想される。

3-2 異種ガラスの接合 ソーダライムガラスとホウケイ酸ガラスの接合条件を検討した。異種ガラスの接合では熱膨張係数が異なり急冷によってガラスの割れが生じる可能性があるため、冷却速度を 60℃/min に設定した。表 3 に接合実験の結果を示す。保持温度 660℃では上下のガラス基板がアルミナ基板に融着し接合状態を確認することができなかった。保持温度の上昇により基板の割れや接合ムラが減少したが、ガラス基板がアルミナ基板に融着しない最高保持温度 630℃においても接合ムラが生じた。ホウケイ酸ガラスは製造メーカーで特殊な疎水化処理が施されている可能性があるため、今後、洗浄方法の検討が必要である。

Table 2 Results of bonding test for soda lime glass.

Temperature [°C]	Pressure [kPa]	Bonding area rate
560	3.4	80% (void)
580	3.4	80% (void)
610	3.4	100%

Table 3 Results of bonding test for soda lime and borosilicate glass.

Temperature [°C]	Pressure [kPa]	Bonding area rate
560	3.4	50% (broken)
580	3.4	70% (void)
610	3.4	90% (void)
630	3.4	90% (void)
660	3.4	— (melt)

4. デバイスの試作

ソーダライムガラスの接合については最適な接合条件が得られたため、2 枚のソーダライムガラス上に Y 字パターン微細溝と穴加工をそれぞれ行い、保持温度 610℃で接合し流体デバイスを作製した。図 3 に試作したマイクロ流体デバイスの外観、図 4 に流路断面の走査型電子顕微鏡写真を示す。流路は幅 187 μm、深さ 67 μm を有し、接合時の加熱により流路の変形が生じないことが確認できる。以上の結果から本研究で最適化したガラス基板接合条件がマイクロ流体デバイスの作製法として有用なことが確認された。

Fig. 3 The photograph of the fabricated glass microfluidic device with microchannel, two inlet holes, and one outlet hole.

Fig. 4 SEM images of the fabricated microchannel and inlet hole (a), and the cross-section of the microchannel (b) in the glass microfluidic device.

5. まとめ

ガラス基板の熱圧着条件を検討し、ソーダライムガラスの接合については接合ムラの生じない接合条件を明らかにした。さらに最適な接合条件により微細溝が加工されたガラス基板を接合することで微細流路を有する流体デバイスを作製できた。しかしながら、異種ガラスの接合については接合ムラが生じたため、洗浄条件などの再検討が必要である。

謝辞

本研究成果の一部は一般財団法人先端加工機械技術振興協会の研究助成によって行われたものである。

引用文献

(1) S. B. Fuller et al.: *J. Microelectromech. Syst.* **11**, 54–60 (2002).
(2) H. Nakamura et al.: *Sensors and Actuators* **79**, 237–244 (2000).
(3) 船山強 他: 精密工学会誌 **68** (9), 1231–1235 (2002).
(4) C. H. Lin et al.: *J. Micromech. Microeng.* **11** 726–32 (2001).