

## シリコンの固相接合によるマイクロポンプ用一方向弁の作製

北海道大学大学院工学研究科 ○井加田剛志 滝波瑞穂 柴田隆行 牧野英司

## 要旨

マイクロポンプ用の片持ちはり型一方向弁を Si 基板の KOH 異方性エッチングと直接接合によって形成した。Si 基板同士を 10~30MPa の接合強度で接合できた。液流の順方向の流路抵抗は逆方向の約 1/300 であり、高い方向性をもつ弁を形成できた。

## 1. はじめに

近年、医療や化学分析の分野においてマイクロ分析システム開発の関心が高まっている。マイクロポンプはこのシステムの主要要素の一つであり、微量の流体を送り出すことに使用される。図 1 は構想しているマイクロポンプの構造図である。ポンプは、TiNi 形状記憶合金薄膜を用いたアクチュエータと一方向弁から構成される。本研究では、流体の吸入・吐出を制御するための一方向弁を作製した。

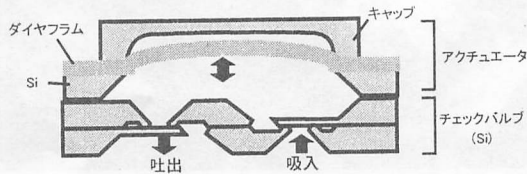


図1 TiNi形状記憶合金薄膜型マイクロポンプ構造

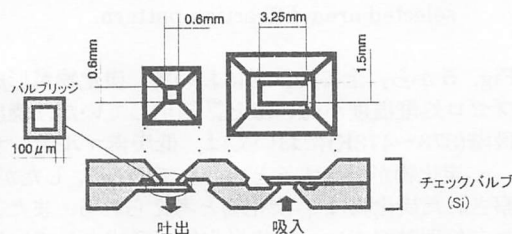


図2 片持ちはり型一方向弁構造

## 2. 一方向弁の構造

一方向弁は、図 2 の構造図に示すように、片持ちはり型のを形成することとした。Si 基板上に 0.6mm 角の吸入・吐出口を配置し、この穴を覆うように長さ  $L$ 、幅  $b$ 、厚さ  $t$  のフラップを配置することとした。今回は、 $L=3.25\text{mm}$ 、 $b=1.5\text{mm}$ 、 $t=50\mu\text{m}$  とした。図 3 に示すように、このフラップの開口部に均一荷重として  $w$  の圧力が加わった時、開口部位置におけるフラップの開き量  $y$  は次式で計算される。

$$y = \frac{w}{24EI} \left\{ 4L_2(L_2^3 - L_1^3) - (L_2^4 - L_1^4) \right\} \dots \dots (1)$$

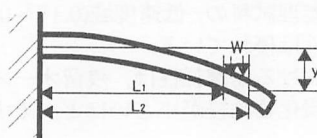


図3 バルブフラップの変形モデル

ところで、フラップの厚さの設計値は 50 $\mu\text{m}$  であるが、4 章で述べるように加工後の実際の厚さは 44 $\mu\text{m}$  であった。この値を用い、また TiNi 形状記憶合金薄膜アクチュエータでは、数百 kPa の吐出圧が可能で

あることから、吐出圧を 500kPa と仮定してフラップの開き量を計算すると約 370 $\mu\text{m}$  である。このとき、フラップの根元に最大曲げ応力が働き、その値は 0.93GPa である。また、逆止弁として作用するとき、フラップの吸入・吐出口位置に最大曲げ応力 28MPa が働く。これらは、Si の降伏強さ約 7GPa よりも十分に低い。

## 3. Si 直接接合

Si 基板同士の直接接合に関して、基板材料 (Si、熱酸化 Si) の影響と常温ではり合わせた後の熱処理時間の影響を調べた。20mm 角、厚さ 300 $\mu\text{m}$  の Si 基板を用いて、Si-Si、Si-熱酸化 Si、熱酸化 Si-熱酸化 Si の組み合わせにおいて直接接合実験を行った。最初に基板を RCA 洗浄 ( $\text{NH}_3\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=1:1:5$ 、 $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=1:1:6$  溶液中、80 $^\circ\text{C}$ 、10min) して基板表面を親水化させ、スピンドライヤーで乾燥させた後、常温ではり合わせた。これを 1100 $^\circ\text{C}$  で保持時間 1~5h、窒素雰囲気中で熱処理した。接合結果は、赤外線カメラによる観察と 4 点曲げ試験によって測定した接合強度によって評価した。

Si 基板、熱酸化 Si 基板の最大高さあらさを AFM によって測定したところそれぞれ約 2nmRy、約 1nmRy であった。また、20mm 角の基板のそりを距離 15mm において測定したところ、Si 基板では約 700nm、熱酸化 Si 基板では約 470nm であった。

図 4 は熱処理前の基板間のはり合わせ状態を赤外線カメラで観察したものである。Si-Si の接合では干渉縞がほとんど見られない。これに対し、基板に熱酸化 Si 基板を用いた試料では未接合部分を示す干渉縞が発生することが多かった。Si 基板と熱酸化 Si 基板の表面あらさはほぼ同程度であるが、それは熱酸化 Si 基板の方が小さい。これに対して、はり合わせは Si-Si の組み合わせの方が良いことを示している。これははり合わせに対して、基板のモルフォロジーよりも、RCA 洗浄による親水化作用など基板表面の化学的要因の影響の方が大きいことによるものと推測される。

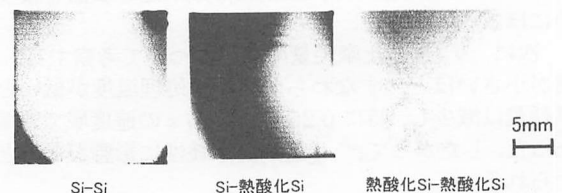


図4 接合試料の赤外線カメラ像

図 5 は熱処理後の接合試料について 4 点曲げ試験により接合強度の測定を行った結果である。干渉縞がなく基板間のはり合わせの状態が良い試料では、熱処理時間、基板の組み合わせによらず、10~30MPa の接合強度が得られた。

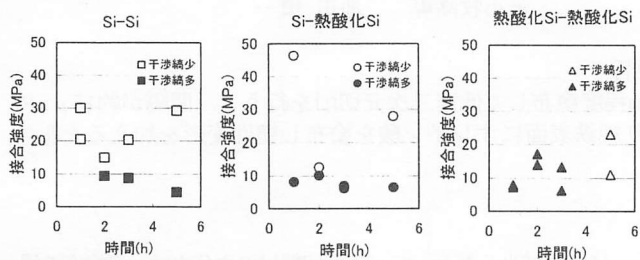


図5 Si直接接合強度と熱処理時間の関係

#### 4. 一方向弁の形成

図6は一方向弁作製プロセスの概略である。厚さ300 $\mu\text{m}$ の(100)Si基板に $\text{SiO}_2$ 膜をマスクとして25%、75 $^\circ\text{C}$ のKOHを用いた異方性エッチングを行い200 $\mu\text{m}$ の凹部を形成した。次に同様にKOH中で両面から50 $\mu\text{m}$ ずつの貫通エッチングを行った。

エッチングによって形成した一方向弁用Si基板のSEM写真を図7に示す。加工後のフラップの厚さは44 $\mu\text{m}$ であった。

このようにして形成した2枚の基板表面からマスクとして用いた $\text{SiO}_2$ 膜を除去した後、Vブロックを用いて位置決めをしてはり合わせ、1100 $^\circ\text{C}$ で2h、窒素雰囲気中で熱処理した。形成した一方向弁の赤外線カメラ像を図8に示す。2個のバルブを同時に作製したものである。吸入・吐出口とフラップのアライメントが正しく行われており、吐出口をフラップが完全に覆っているのがわかる。

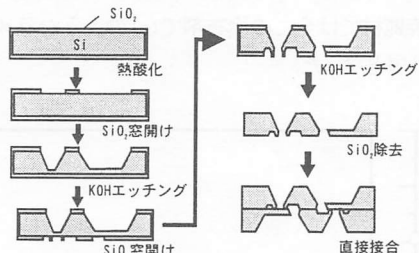


図6 一方向弁作製プロセス

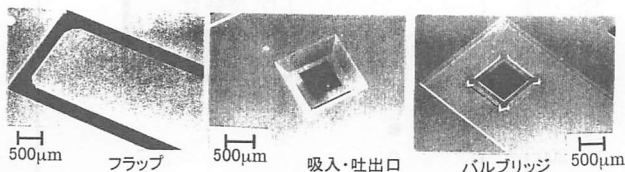


図7 一方向弁用Si基板のSEM写真

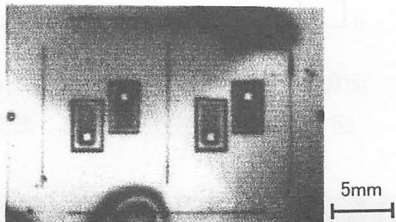
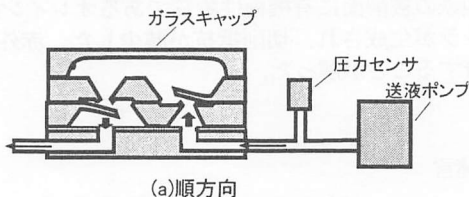


図8 一方向弁の赤外線カメラ像

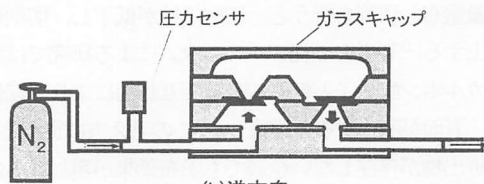
#### 5. 形成した一方向弁の圧力-流量特性

図9(a)は、形成した一方向弁の順方向の流量-圧力特性の測定装置である。定量ポンプ(楸ジエールサイエンス製高性能液体クロマトグラフ用送液ポンプPU611)を用いて純水を一定の流量で供給し、弁入口

側の圧力を測定した。同様に、図9(b)は、逆方向の流量-圧力特性の測定装置である。弁出口側に接続した内径0.5mmの配管内に純水を充填し、 $\text{N}_2$ ガスによって一定の圧力を印加したときの純水の移動距離から流量(リーク量)を測定した。



(a)順方向



(b)逆方向

図9 流量-圧力特性測定試験

図10は一方向弁の圧力と流量の関係である。順方向の流れに対しては、圧力の上昇とともに流量は増加した。これに対して、逆方向の流れは小さく抑えられている。例えば、圧力150kPaで連続的に液を供給した場合でも逆方向のリークは約10 $\mu\text{L}/\text{min}$ であった。

図11は、順方向、逆方向の流路抵抗(圧力/流量)である。順方向の抵抗は、逆方向の約1/300であり、高い方向性をもった弁(逆止弁)が形成できたと言える。

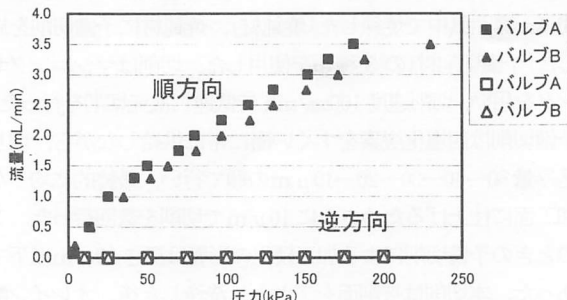


図10 圧力と流量の関係

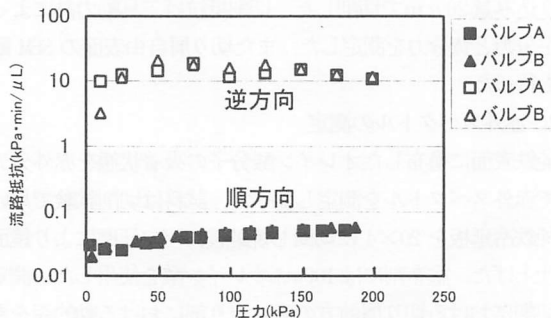


図11 一方向弁の流路抵抗

#### 6. 結論

- (1) Siの異方性エッチングと直接接合によって、片持ちはり型一方向弁を形成した。
- (2) 形成した弁の順方向の流路抵抗は逆方向の約1/300であり、高い方向性をもつ。
- (3) Si基板の直接接合はSi-Si同士がはり合わせやすい。はり合わせ状態がよいときSi、熱酸化Si基板によらず、強度10~30MPaの接合ができた。