

平成 2 7 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「電気鑄造技術を利用した電子・医療分野に向けた
世界初の高精細フィルターの開発」

研究開発成果等報告書

平成 2 8 年 3 月

委託者 関東経済産業局

委託先 公益財団法人栃木県産業振興センター

目次

第 1 章 研究開発の概要	3
1 研究開発の背景・研究目的及び目標	3
1-1 研究開発の背景	3
1-2 研究開発の目的及び目標	3
1-3 研究の概要と実施内容	4
2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）	5
2-1 研究組織（全体）	5
2-1 管理体制	5
2-3 管理員及び研究員	6
2-4 他からの指導・協力	7
3 成果概要	8
4 研究開発の連絡窓口	9
第 2 章 本論	10
1 高精度レジストパターン創製技術の確立	10
1-1 マスクレス描画による最適描画条件の探索	10
1-2 マスクレス描画を活用した X 線リソグラフィーマスクの製作	11
1-3 マスクレス描画を活用した X 線リソグラフィーマスクの製作	11
2 フィルター用途に対応した合金電着のための電鍍浴及び電鍍条件の確立	12
2-1 Ni-Co 浴の製作と電鍍膜の機械的物性評価	12
2-2 Pd-Ni 浴の製作と電鍍膜の耐食性評価	12
3 フィルター部品の試作と評価	15
3-1 インクジェットプリンターのフィルターの試作と評価	15
3-2 白血球除去療法（医療用）に向けたフィルターの試作と評価	19
3-3 高精度分級用篩の試作と評価	19
最終章 全体総括	21
1 研究開発成果	21
2 研究開発後の課題・事業化展開	22

第1章 研究開発の概要

1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1 研究開発の背景

液中に含まれる不要な粗大粒子を除去するための濾過や、さまざまな大きさの粉を任意の大きさごとに分級するためには、任意の開孔を有したさまざまなフィルターや篩（ふるい）が利用されている。しかしながら、そのフィルターや篩には主に合成繊維や金属線を編みこんだ不織布や金網などが利用されており、その開孔寸法は公称値として表され、開孔寸法が絶対的に保証されているものではない。さらに開孔率（一定の面積に対する孔の開いている割合）も低いことから、濾過や分級における生産性や流体による圧力損失が課題となっている。このような粒子サイズで濾過、分級するフィルターに関する高機能化の要求は強く、絶対的な開孔寸法（公称値ではなく正確な値として）が必要とされ、且つ高精度、高开孔率化への強い要望がある。

1-2 研究開発の目的及び目標

本開発は、フォトリソグラフィ技術に、レーザー光による高精度なマスクレス描画、もしくはレーザー光で製造した高精度マスクにより短波長の X 線露光で高精細パターンを生成し、電気めっきを利用した電鍍技術の微細化、高度化を図ることで、世界一の高精細フィルターを製造し「全産業の基礎となる電子機器」や「医療機器」などを含めた産業界の幅広い要求に対応した高精細、高精度、高开孔率フィルターを創出し、提供することを目的としたものである。

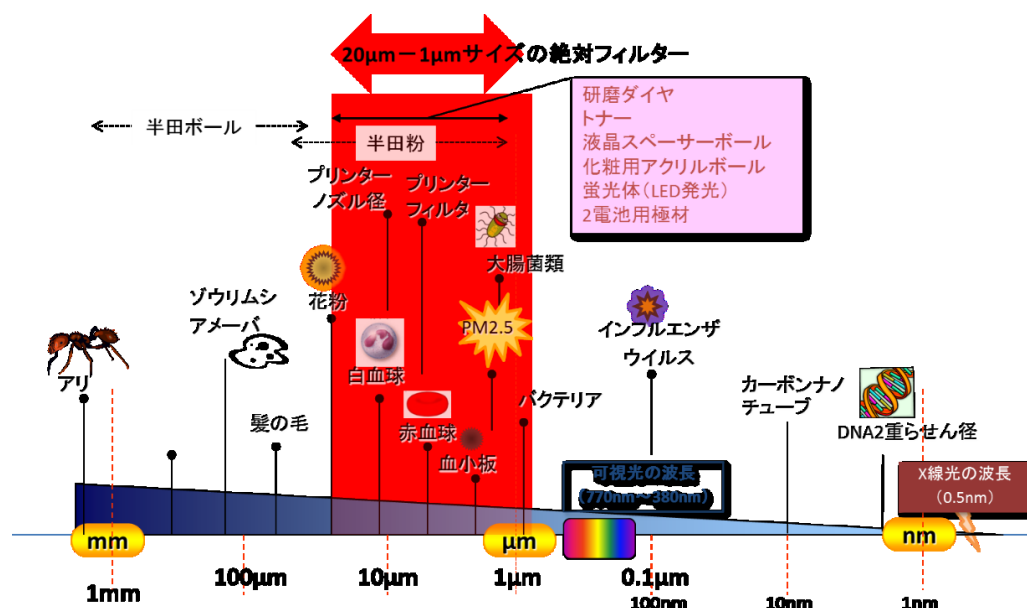


図 1.1 開発した絶対寸法フィルターに関するスケール比較

1-3 研究の概要と実施内容

本研究開発における全体の流れは図 1.2 の通りである。

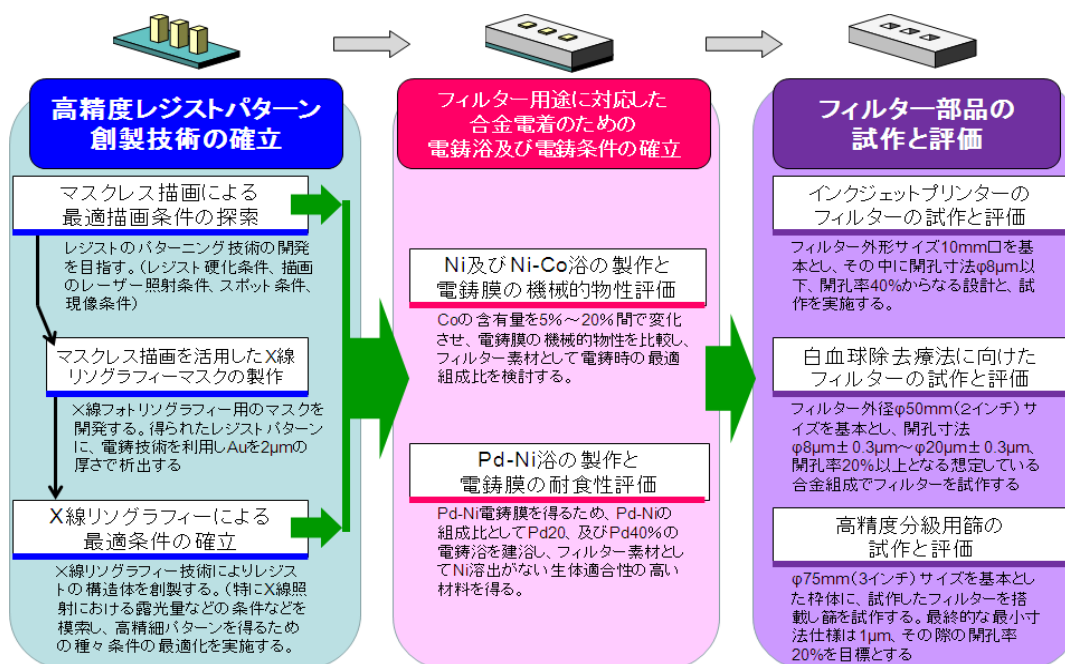


図 1.2 本研究開発における研究実施内容の流れとその内容

本開発は、①高精度レジストパターン創製技術の確立、②フィルター用途に対応した合金電鍍浴及び電鍍条件の確立、③フィルター部品の試作と評価 の 3 つのフェーズで構成し、開発を進めたものである。

①高精度レジストパターン創製技術の確立

フォトリソグラフィー技術に、精密描画が可能なレーザー光によるマスクレス描画による「高精細レジストパターン」、もしくはそのマスクレス描画を用いて高精度 X 線マスクを製造し、光の直線性が高く、高強度の X 線露光 (X 線リソグラフィー) で作製する「高精細レジストパターン」の創製技術を確立した。

②フィルター用途に対応した合金電着のための電鍍浴及び電鍍条件の確立

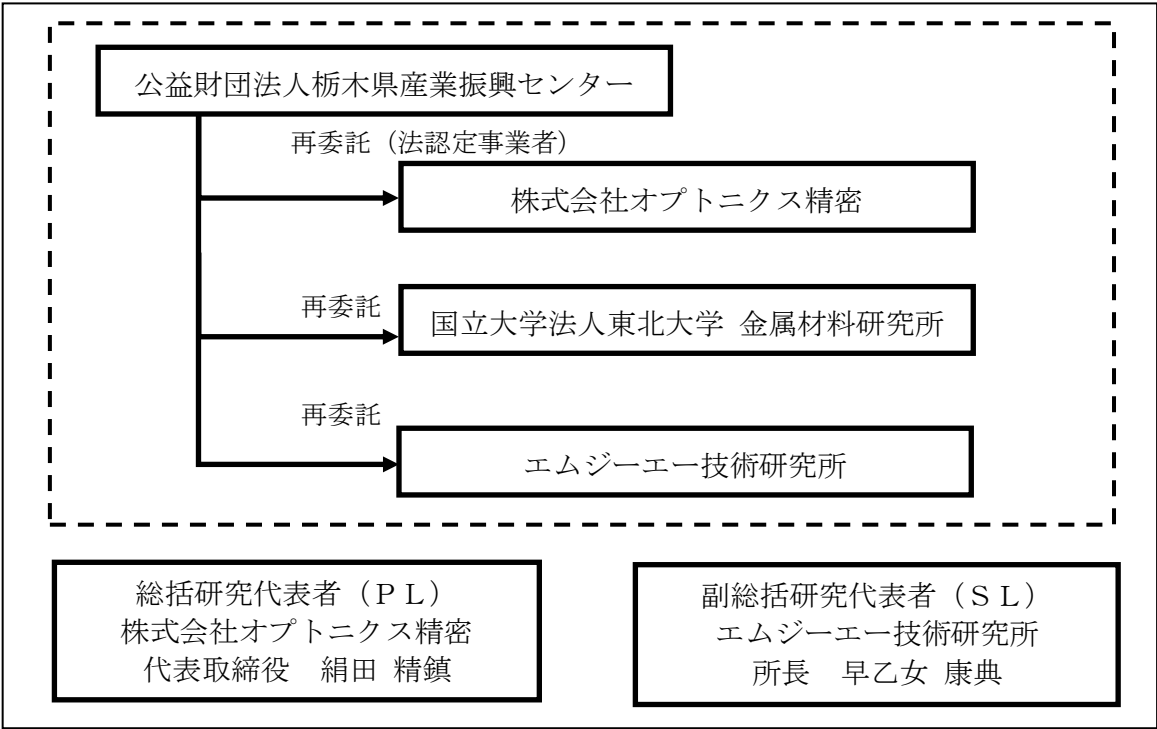
最終製品としてのフィルター素材の機械的物性を考慮し Ni-Co 電鍍、および高耐食材および生体適合性を考慮した Pd-Ni 電鍍を開発し、さまざまな分野のフィルター製品に適用する素材開発を実施した。

③フィルター部品の試作と評価

高精細フィルターは開孔寸法として 1～20μm レベルをターゲットとし、寸法が保証され、且つ高开孔率を確保したフィルターを試作した。具体的アプリケーションとしてインクジェットプリンターに搭載される異物除去用フィルターや、医療分野にも適用可能な素材でのフィルター (細胞補足用医療フィルター)、さまざまな粉体の分級に必要とする篩、フィルターを最終製品の仕様とした。

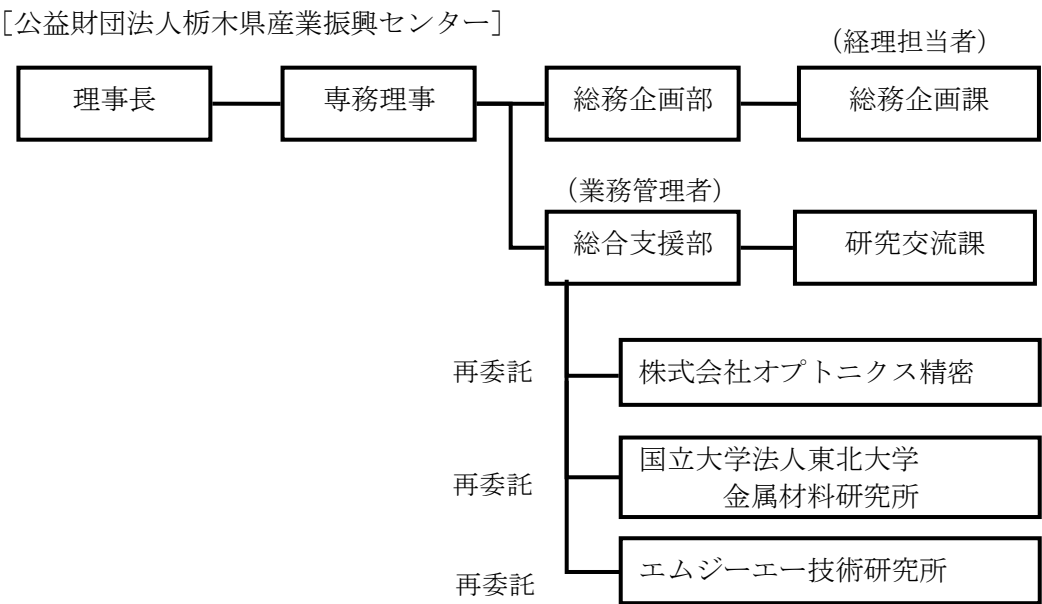
2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

2-1 研究組織（全体）



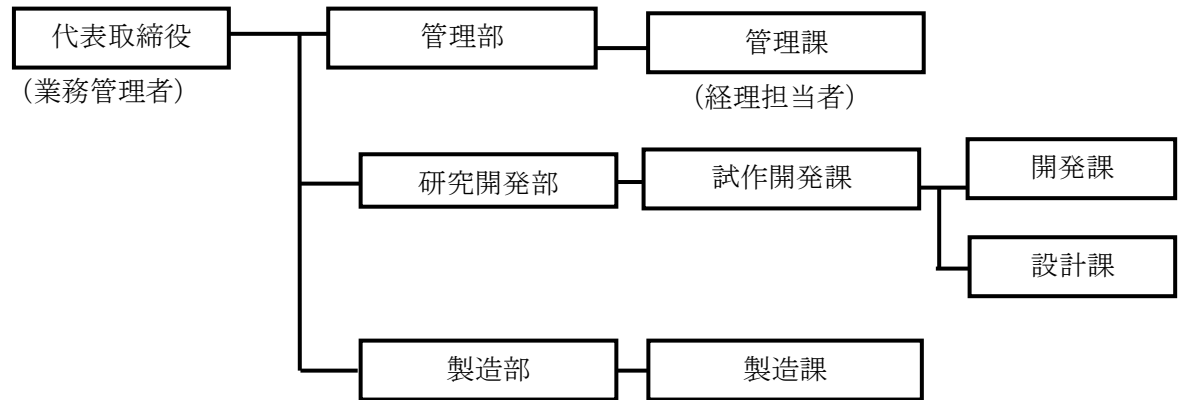
2-1 管理体制

①事業管理機関

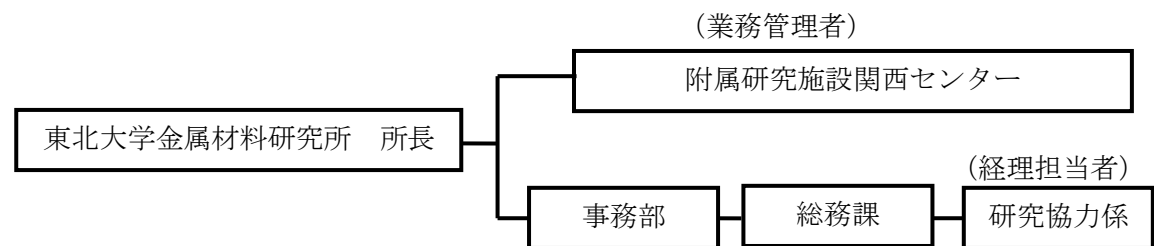


② 再委託先

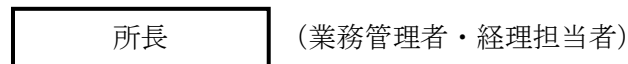
[株式会社オプトニクス精密]



[国立大学法人東北大学金属材料研究所]



[エムジーエー技術研究所]



2-3 管理員及び研究員

【事業管理機関】 公益財団法人栃木県産業振興センター

管理員

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
寺澤 久男	総合支援部長	④
佐瀬 文彦	総合支援部 研究交流課長	④
飯田 豊明	総合支援部 研究交流課 係長	④
関口 徹	総合支援部 研究交流課 主事	④

【再委託先】

(研究員)

株式会社オプトニクス精密

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
絹田 精鎮	代表取締役	②③
市野沢 義行	研究開発部 部長	①②③
青木 恵梨	研究開発部 試作開発設計課	①③
小林 将士	研究開発部 試作開発課 課長	①③
山梨 隆史	研究開発部 試作開発課 係長	②③
久保田 智	研究開発部 試作開発課	②③
大塚 雅哉	研究開発部 試作開発課	①③
田村 和則	研究開発部 試作開発課	②③

国立大学法人東北大学 金属材料研究所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
網谷 健児	附属研究施設関西センター 特任准教授	②③

エムジーエー技術研究所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
早乙女 康典	所長	①②③

※表中の実施内容は下記のとおり。

- ① 高精度レジストパターン創製技術の確立
- ② フィルター用途に対応した合金電着のための電鍍浴及び電鍍条件の確立
- ③ フィルター部品の試作と評価
- ④ プロジェクトの管理・運営

2-4 他からの指導・協力

氏名	所属・役職
大和 弘之	栃木県産業技術センター 材料技術部 有機材料研究室 主任研究員
手島 和典	栃木県産業技術センター 材料技術部 有機材料研究室 主任

3 成果概要

① 高精度レジストパターン創製技術の確立

①-1 マスクレス描画による最適描画条件の探索

スポット径 $1\mu\text{m}$ 幅のレーザーのマスクレス描画装置を利用し、新規に選定したを使用し描画条件出しを行った。その結果、レジスト厚さ $2\mu\text{m}$ に対し、パターン寸法（開孔寸法） $1\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ の狭ピッチパターンを実現した。これにより最終製品のフィルターの目標仕様とする開孔率 20%以上を確保することができた。また、寸法誤差は、狙い孔径寸法 $\pm 0.3\mu\text{m}$ であった。（0.02%抜取測定による）

①-2 マスクレス描画を活用した X 線リソグラフィーマスクの製作

マスクレス描画装置で得られたレジストパターンに、Au 電鍍を実施、これをポリイミドメンブレン上に転写することで開孔 $1\mu\text{m}$ パターンを有した X 線マスクを完成させた。

①-3 X 線リソグラフィーによる最適条件の確立

製作した X 線マスクを利用し X 線リソグラフィーを実施した。作製した X 線マスクパターン寸法に対し 1:1 の等倍露光を可能とし、開孔 $1\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ の狭ピッチパターンで、高さ $10\mu\text{m}$ 程度（アスペクト比 10）のレジストを形成することに成功した。

② フィルター用途に対応した合金電着のための電鍍浴及び電鍍条件の確立

②-1 Ni 及び Ni-Co 浴の製作と電鍍膜の機械的物性評価

Ni-Co 浴を建浴し、基本的な液組成の方向性を見出した。Co 析出量 10~35wt%において、添加剤の調整により Co18wt%付近で最適の析出条件を見出した。引張り強さに関しては、Co18wt%で目標の 1500MPa 以上を達成した。

②-2 Pd-Ni 浴の製作と電鍍膜の耐食性評価

電鍍による Pd-Ni 合金の素材開発を実施し、その素材の耐食試験を実施した。インクジェットプリンターに利用されるインクに対しての耐食試験を実施した結果、非常に耐食性の高い素材として評価が得られ、特定のインクに対して溶出量が 5ppb 以下、最大でも 40ppb レベルまで耐食性を向上することが出来た。また、生体適合に関する細胞毒性試験を実施した結果、細胞毒性「なし」との評価を得ることもできた。

③ フィルター部品の試作と評価

③-1 インクジェットプリンターのフィルターの試作と評価

インクジェットプリンターに利用される目標仕様に沿ったフィルターを製作することができた。その仕様は、孔径 $8\mu\text{m}$ 、ピッチ $12\mu\text{m}$ とし、厚さ $5\mu\text{m}$ 、開孔率は 40.0%、インク吐出圧 $3\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上であった。

③-2 白血球除去療法に向けたフィルターの試作と評価

目標仕様として抹消循環腫瘍細胞 10 μ m レベルを捕捉する細胞毒性のないフィルターを製作することができた。また、その開孔率も 2 水準の設計において、20.4%および 31.1%と 20%以上を確保した。

③-3 高精度分級用篩の試作と評価

目標仕様に沿ったに篩を試作し評価をした。その結果、最小篩目寸法精度 $1\pm 0.3\mu$ m、厚さ 2 μ m 以上の篩を完成した。また、さまざまな孔径の篩目を試作し篩目開孔率 20～90%を実現した。

4 研究開発の連絡窓口

会社名：株式会社オプトニクス精密

所在地：〒326-0037 栃木県足利市富士見町 26

担当者：研究開発部長 市野沢義行

TEL : 0284-43-3611

FAX : 0284-43-0707

E-mail : y.ichinosawa@optnics.co.jp

第2章 本論

1 高精度レジストパターン創製技術の確立

1-1 マスクレス描画による最適描画条件の探索

1) 描画装置

本事業で導入したマスクレス描画装置 DL-1000/OPC2 は DMD (Digital Micro-mirror Device) を用いた装置であり、一度に約 $1 \times 0.7\text{mm}$ の大きさのパターンを露光できる特徴があり、スポット径 $1\mu\text{m}$ 幅のレーザーを使って一筆書きを行うような従来の描画装置に比べ描画時間が大幅に速く、より製品の量産に向けた装置である (図 2.1、2.2)。また、今回の描画可能エリアを従来の $75 \times 75\text{mm}$ から $200 \times 200\text{mm}$ のエリアに対応できるよう改造されており、より生産に向けた仕様とした。



図 2.1 マスクレス描画装置

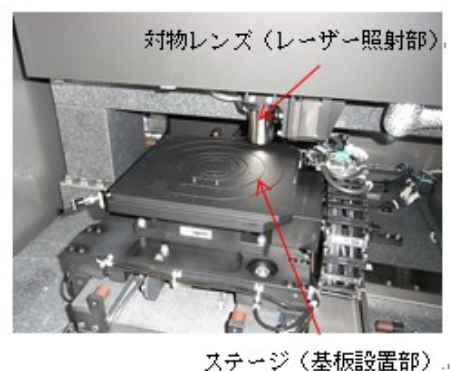


図 2.2 描画装置の画像処理部

2) 最適描画条件の探索

描画装置の光源の波長は 405nm であるため、今回はその波長に対応したフォトリソレジストを市販される数多くのレジストから選択した。

レジスト厚みを極力薄くすることによって $2\mu\text{m}$ 以下のパターンが形成できないかの確認を行った。なお、レジストの厚みを $2\mu\text{m}$ にする背景としては、X線リソグラフィーでの初期検討結果から $10\mu\text{m}$ の厚みのレジストを感光させるには $8,000\text{mA sec/mm}$ のX線照射量が必要であり、その照射量を遮断するための Au の厚みが $2\mu\text{m}$ であるためである。

これらのレジストをテストパターンを用いて描画し、露光条件出しを行った結果、最も微細なパターンニングが可能であるのは ma-P1275HV であった。形成したレジストパターンを図 2.3 に示す。目標としていた線幅 $1\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ の格子構造を得ることができた。

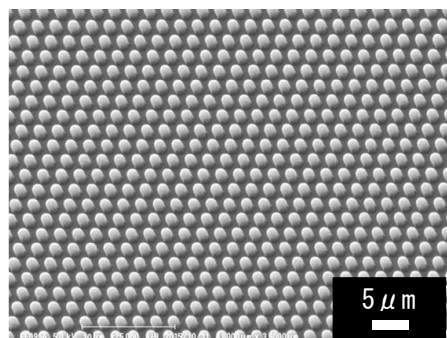


図 2.3 描画したパターン

1-2 マスクレス描画を活用したX線リソグラフィーマスクの製作

X線マスクの製作プロセスを図 2.4 に示す。今回マスクレス描画装置によって形成されたレジストパターンを搭載した基板上に Au の電鍍を行った。Au の厚みは $2\mu\text{m}$ とした。次にレジスト専用の剥離液に

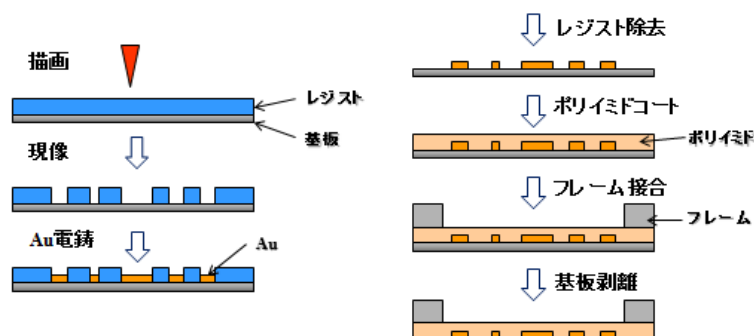


図 2.4 X線マスク製作プロセス

よってレジストの溶解除去を行い、その後ポリイミドの塗布を行った。ポリイミドの硬化が完了した後、フレームを接着し、接着材の乾燥後に基板から Au、ポリイミド、フレームを一体として剥離することで図 2.5 に示した X 線マスクを完成した。

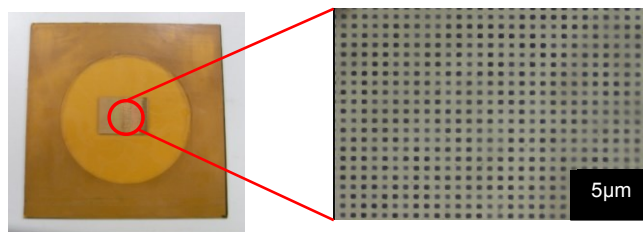


図 2.5 製作した X 線マスク

1-3 マスクレス描画を活用したX線リソグラフィーマスクの製作

大型放射光施設 Spring-8 に併設されたニュースバル放射光施設において X 線露光を行った。図 2.6 に使用したビームライン BL2 の外観を示す。

使用したレジストは MicroChem 社 SU-8 3025 であり、現像には MicroChem 社 SU-8 Developer を使用した。露光条件は、レジスト厚み $10\mu\text{m}$ とし、X 照射の Dose 量を $5,000\text{ mA} \cdot \text{sec}/\text{mm}$ 、レジスト PEB 条件を $65^\circ\text{C } 1\text{min} + 95^\circ\text{C } 5\text{min}$ 、現像時間は 1min とした。この露光実験により得られたレジスト形状を図 2.7 に示す。目標としていた直径 $1\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ 、高さ $10\mu\text{m}$ のレジストの構造体を形成することに成功した。



図 2.6 X線ビームライン

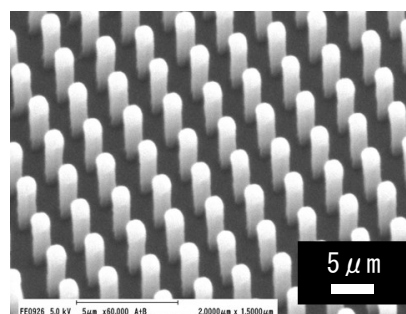


図 2.7 創製したレジストパターン

2 フィルター用途に対応した合金電着のための電鍍浴及び電鍍条件の確立

2-1 Ni-Co 浴の製作と電鍍膜の機械的物性評価

1) Ni-Co 浴の製作と電鍍膜の機械的物性評価

本事業では Ni-Co 合金電鍍浴を建浴した。この電鍍浴への添加剤の量や浴の pH、電鍍条件等を変更することにより、様々な組成の Ni-Co 合金を製作し、それらの機械的物性を計測することにより最適な合金組成や浴組成、電鍍条件を明らかにした。機械的物性の計測については、引張り強度は引張り試験機、ヤング率は曲げ試験機を用いて行った。

検討の結果、最適な組成は Co 析出量が 18wt%前後であることがわかり、その際の引張り強さは 6 つの試験片全てで 1,700MPa となり、目標としていた 1,500MPa 以上を達成することができた (図 2.8 参照)。また、ヤング率は 151GPa 程度であることがわかった。なお、伸びにおいても 3%と高い値を示しており、フィルター素材として適した材料といえる。

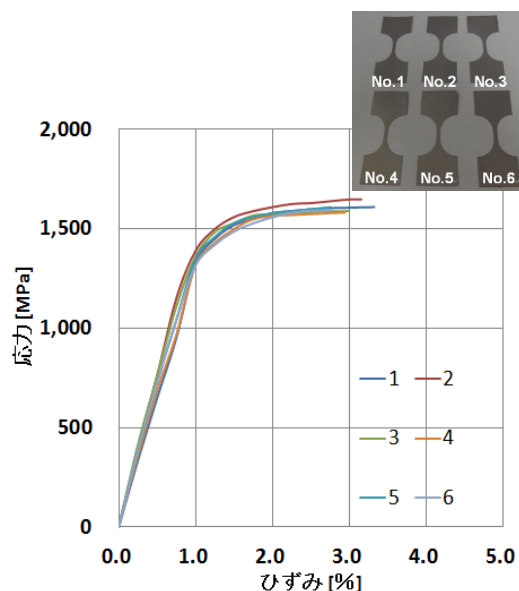


図 2.8 引張り試験片及び引張り試験結果

2-2 Pd-Ni 浴の製作と電鍍膜の耐食性評価

1) Pd-Ni 電鍍浴の製作と試験片の製作

本事業では Pd-Ni 合金電鍍浴を建浴した。この電鍍浴へのメタル補充材 (Pd、Ni) と導電塩の添加剤、その他添加剤を調整することにより、得られる電鍍膜組成比が Pd-20Ni、Pd-40%Ni となるようにした。得られた合金電鍍膜の EDS 分析結果を行い、を図 2.9 に示すように目的とする組成の電鍍条件を見出すことに成功した。

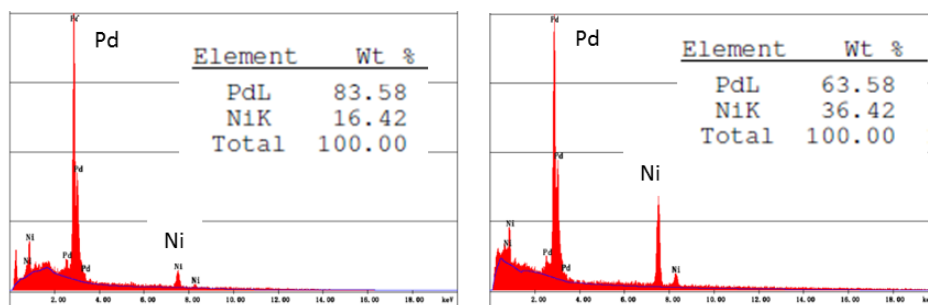


図 2.9 得られた合金電鍍膜の組成分析 (EDS 分析)

また、開発した電鍍浴を用いて耐食試験及び細胞毒性試験に使用する試験片の作製を行った。比較用として、Ni 電鍍による試験片の作製も行った。試験片サイズとして外寸 10×5mm とし、厚さは 0.030mm とした。

2) 耐食試験（溶出試験）

耐食性を評価するために溶出試験を行った。一定時間溶液に金属片を浸漬させ、その間に溶液中に金属が溶出しているか否かを評価する試験である。特にインクジェットプリンターのヘッド部材としての用途も視野に入れ、溶液はプリンター用インク(ブラック、イエロー、マゼンダ、シアンの4種類)に対し2社のインクで評価した。製作したPd-Ni合金メッシュの比較用としてNi電鍍により作製したメッシュ、及びSUS304メッシュの浸漬試験を同様に行った。耐食試験は加速試験としての条件である60℃の環境下に1週間保管した。常温よりも高い温度の60℃におけるストレス環境下で1週間保管することで、実経過日数として凡そ180日相当浸漬したことになる。

メッシュの溶出濃度の評価は、Agilent社製のフレイムレス原子吸光を使用した。原子吸光とは高温に加熱して原子化した物質に光を照射し、試料に含まれる元素の定量を行う分析方法のことである。化学炎を利用し試料を燃焼させ原子化させるフレイム法があるが、フレイムレス法は化学炎を利用せず原子化させる方式であり、フレイム法と比較し高感度でppbレベルの濃度での測定が可能となっている。

結果を表2.1及び図2.10に示す。今回作製したPd-Ni合金メッシュは約10～50ppbの

表 2.1 各インクに対する溶出試験結果

	Ni 溶出濃度(ppb)							
	A 社 (BK)	A 社 (Y)	A 社 (M)	A 社 (C)	B 社 (BK)	B 社 (Y)	B 社 (M)	B 社 (C)
Ni	683.0	123.5	522.5	772.5	570.0	245.5	531.5	626.0
SUS304	43.5	32.5	297.5	277.5	135.5	34.5	231.5	343.0
Pd-20%Ni 合金	9.1	2.7	25.7	21.4	20.3	7.1	31.5	31.8
Pd-40%Ni 合金	10.5	4.6	39.9	40.7	25.4	11.2	35.6	40.4

Niの溶出が確認された。組成比によっても若干の違いが見られ、Pd-40%/Niの合金メッシュは、Pd-20%Niの合金メッシュに対して1.5倍程度のNiの溶出が確認された。比較用として行ったNiやSUS製のメッシュはPd-Ni合金メッシュの約10～70倍のNiの溶出が確認された。以上から、60℃の環境下に1週間浸漬させた場合、Pd-Ni合金メッシュはNiやSUSメッシュと比較すると高い耐食性を有していることが判明した。

3) 細胞毒性試験

製作したPd-Ni合金の細胞毒性の有無の評価を行った。細胞毒性試験に関しては第三者機関を利用し、一般財団法人日本食品分析センターに評価を委託した。

<試験方法>

(ア) 試験片を121℃、15分間高圧蒸気滅菌を行い、この試験片の表面積60cm²(試験片120枚)に対しM05培地を10mLの割合で加えて、37℃の5%CO₂インキュベーター中で

24 時間抽出した。この抽出液を試験原液(100 %)とし、M05 培地を用いて希釈し、計 6 濃度の検体試験液を調製した。(3.13, 6.25, 12.5, 25, 50 及び 100 %)

(イ) 約 2 mm×15 mm の形状の陰性対照材料及び陽性対照材料について、それぞれ 121 °C、15 分間高圧蒸気滅菌を行った。これらの重量 1 g に対し M05 培地を 10 mL の割合で加えて同様に抽出を行い、その抽出液を陰性対照材料試験液及び陽性対照材料試験液とした。陽性対照材料試験液は M05 培地を用いて適宜希釈して試験に用いた。またブランクコントロールとして、M05 培地のみについて検体と同様の処理を行った空抽出試験液を使用した。

(ウ) 陽性対照物質は、ジメチルスルホキシドに溶解した後、M05 培地を用いて適宜希釈して試験に用いた。また、陰性対照試験液として、M05 培地に 5 µL/mL となるようジメチルスルホキシドを添加したものを、ブランクコントロールとして M05 培地を用いた。

<試験操作法>

(ア) 単層に増殖した V79 細胞を M05 培地を用いて 100 個/mL の細胞浮遊液にした。この細胞浮遊液を組織培養用プラスチックプレートの各ウェルに 0.5 mL ずつ播種し、37 °C の 5 %CO₂ インキュベーター中で約 6 時間培養した。

(イ) 培養後、培地を除き、各濃度の検体試験液、陰性対照材料試験液及びブランクコントロールを各々 4 個のウェルに 0.5 mL ずつ加え、37 °C の 5 %CO₂ インキュベーター中で 6 日間培養した。また、別のプレートに各濃度の陽性対照材料試験液、陰性対照材料試験液及びブランクコントロールを各々 3 個のウェルに 0.5 mL ずつ加え、同様に培養した。陽性対照物質についても同様に操作し培養した。培養終了後、10 %中性緩衝ホルマリン液で細胞を固定し、0.1 %メチレンブルー溶液で染色して、細胞数 50 個以上のコロニーを計数した。

(ウ) 評価は試験原液(100 %)におけるコロニー形成率及び検体の 50 %コロニー形をもとに細胞毒性を評価した。

結果は Pd-40%Ni 及び Pd-20%Ni の組成比のものは検体試験液が 100% であってもコロニー形成率はブランクコントロールに対して低下は見られなかった。

Ni に関しては、検体試験液が濃度依存的にコ

ロニーの形成を阻害し、Van der Waerden 法で計算した IC₅₀ 値は、27.4 %であった。

以上から、Pd-Ni 合金はいずれの組成比も細胞毒性を示さない、Ni に関しては中程度の細胞毒性を示すものと考えられる。

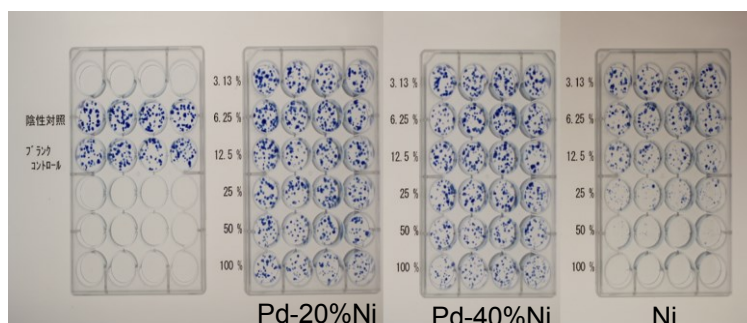


図 2.10 コロニー肉眼像

3 フィルター部品の試作と評価

3-1 インクジェットプリンターのフィルターの試作と評価

1) 試作パターン設計 (シミュレーション)

部材強度を考慮したフィルターの形状寸法の設計を行った。重要な幾何学的特性である開孔率 β によるフィルターの流速と圧力損失との関係を図 2.11(a)に示す。圧力損失は、流速と共に大きくなるが、開孔率 β の増大と共に低下する^{1,2)}。また、孔のアスペクト比（板厚／孔径）が大きくなると、それに比例して大きくなる。この形状因子に依存した圧力損失と、これに起因する部材応力の解析を行い、部材強度に基づくフィルターの構造設計を行った。

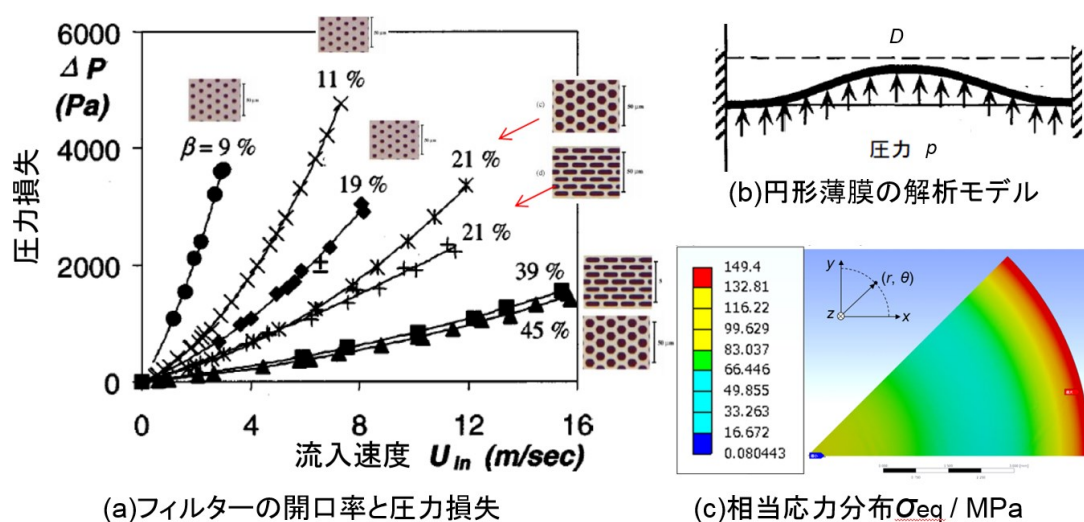


図 2.11 フィルターの孔形状及び開孔率と圧力損失 ΔP 、および
周辺固定・薄肉円板に圧力が負荷された時のたわみと応力分布

構造解析の手順としては、まず孔の存在しない円形薄膜(無孔円板)を仮定し、そこに圧力が負荷された場合の解析を行った。次に無孔円板の或る位置に孔が存在すると仮定し、その要素に無孔円板で解析された応力を負荷して応力分布を解析する。解析に用いる材料物性値として、ヤング率は 151 GPa (Ni-Co)、180 GPa (Ni-Pd) を使い、ポアソン比は金属材料として平均的な 0.25 とした。図 2.11 には、孔の存在しない円形薄膜（直径 13mm、膜厚 30 μ m）を周辺固定とし（同図(b)）、圧力損失分の圧力が負荷された場合の応力、たわみの計算結果を示した（同図(c)）。結果を表 2.2 示す。外周部での相当応力が最大で、中心部におけるその約 10 倍の応力が発生していることがわかる。また外周部では半径方向の主応力が支配的であり、フィルターの強度設計は外周部に発生する部材応力を基準にすればよいことがわかる。同表には、平面応力を仮定した解析解³⁾も示しているが、相当応力では、ほぼ同様の計算結果が得られている。

表 2.2 開孔率 $\beta=8\sim40\%$ のフィルターにおける部材応力解析

文献値		無孔円形薄膜の応力(MPa)								単位要素寸法		単位要素の 最大相当応力(MPa)			平面応力解析解		
		最大主応力						相当応力									
開口率	圧力損失	外周部			中心部			外周部	中心部	孔直径	ピッチ	外周部	中心部	比	σ_r	σ_θ	σ_{eq}
%	kPa	r	θ	z	r	θ	z	σ_{eq}	σ_{eq}	μm	μm	$\sigma_{eq,o}$	$\sigma_{eq,c}$	$\sigma_{eq,o}/\sigma_{eq,c}$	MPa	MPa	MPa
8	4.8	166	1	1	12	4	22	166	16	2	6	640	35	18	169	51	150
13	2.5	87	0	0	6	2	11	86	8	2	5	397	22	18	88	26	78
20	0.9	31	0	0	2	1	4	31	3	2	4	188	10	20	32	10	28
40	0.3	10	0	0	1	0	1	10	1	2	3	169	8	21	11	3	9

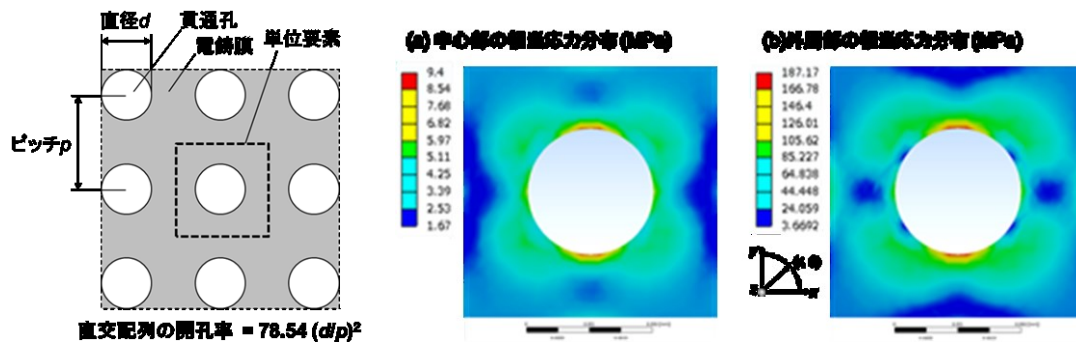


図 2.12 単位要素の概念図と有孔要素の応力分布

次に、孔のある単位要素に応力を負荷した場合の孔周辺の応力解析を行った。結果を図 2.12 に示す（開孔率 20 %、流速 30 l/min/cm²）。開孔率の増大と共に圧力損失は小さくなるが、隣接する孔間のピッチが小さくなる。孔直径 2 μm 、開孔率 $\beta=8, 13, 20, 40$ % の場合について孔周辺の応力解析を行った結果を図 2.13 に示す。開孔率 β が大きくなると、圧力損失は小さくなり、フィルターが負担する全体の荷重も小さくなるが、孔ピッチも小さくなるために孔周辺に発生する応力は、圧力の低下ほどには小さくならない。そこで、フィルターの板厚 30 μm 、孔直径 2 μm 、開孔率 $\beta=10, 20, 40$ % の場合に、部材の疲労強度 $\sigma_{Fatigue,o}=1.8GPa$

に基づいたフィルターの設計を行った。すなわち、フィルター外周における孔周辺応力が最大応力となるので、その相当応力 $\sigma_{eq,max}$ が疲労強度 $\sigma_{Fatigue}=1.8GPa$ ⁴⁾ に達する最大直径を求め、図 2.14 に示した。そ

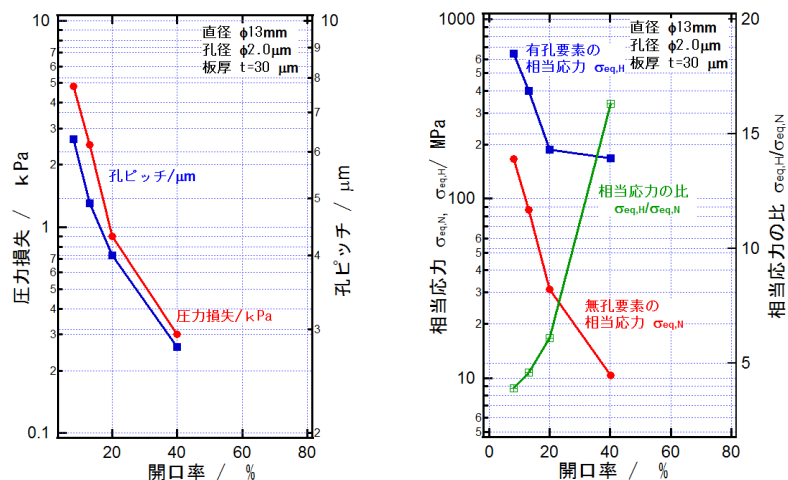


図 2.13 開孔率 $\beta=8\sim40\%$ のフィルターにおける部材応力の解析

の結果、フィルターの限界直径は、23mm($\beta=10$)、40mm($\beta=20$)、41mm($\beta=40$)となった。以上のような手順でフィルターの設計が行えることが分かったが、フィルターの外径が大きくなると変形が大きくなるため、36 個の孔のある要素を単位要素として計算を行った。また、開孔率 β が大きくなれば、実用上、大きな流量（流速）で使用できることになるため、開孔率と流速を考慮に入れた設計とフィルターの使用条件を規定することが重要である。また同時に、応力が最大となる外周付近の板厚を厚くして応力を低下させることにより構造の最適化をはかることが有効であるが、これに伴って周辺と中心付近での圧力損失の分布および流速分布も異なってくるので、それらの詳細な実験計測と解析も必要とされた。

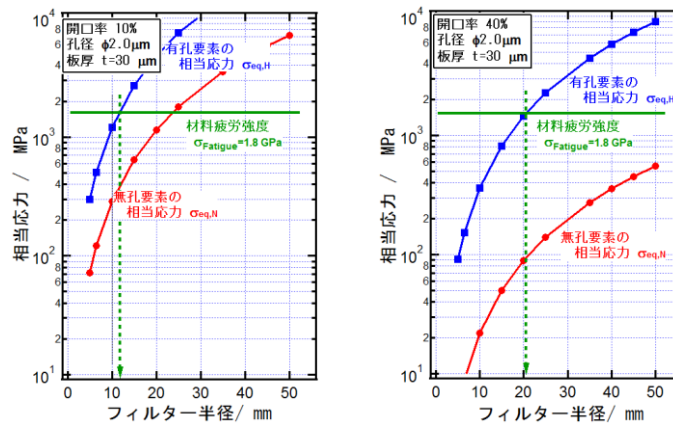


図 2.14 開孔率 $\beta=10\sim40\%$ のフィルター径の設計

2) サンプル試作

マスクレス描画装置を利用して製作したレジスト形状をもとに電鍍を行い、メッシュの製作を行った。このメッシュを SUS 製の枠体に貼付け図 2.15 に示すようなフィルターサンプルを試作した。なお、図のフィルターの詳細仕様は孔径 $\phi 8\mu\text{m}$ 、ピッチ $12\mu\text{m}$ 、開孔率 40.3%、厚み $5\mu\text{m}$ のものである。SUS 製の枠体は圧力損失評価装置に設置できるよう設計されたものであり、メッシュの取扱いとハウジング取り付けなどを容易にする設計としたものである。

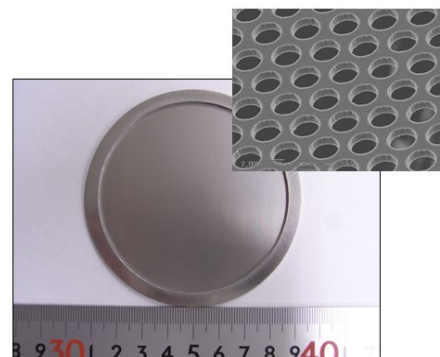


図 2.15 製作した高开孔率メッシュ

3) フィルターの評価

a) 孔径寸法の評価

試作したサンプルの孔径評価を実施した。測定装置はキーエンスマイクロスコープ VHK-5000 である。図 2.16 の孔径 $8\mu\text{m}$ 、孔の開孔エリア $\phi 75\text{mm}$ 仕様のフィルターサンプルの開孔の総数は 3,500 万個であり、これに対し 7,700 個(0.02%相当分)の孔径を測定した。測定は、2,000 倍のレンズを適用し、測定 1 画面内に収容される 77 個の孔を一括測定した。さらに 100 画面分を測定、解析した 7,700 個の孔測定を実施した。測定画像を図 2.16

に、その測定データの結果を表 2.3 に示す。

画像からも観てわかるように、すべての開孔に対して非常に均一な孔（円）が確認された。また孔径データも 7,700 個の孔で標準偏差 $0.3\mu\text{m}$ と非常に精度が高く、バラつきがないフィルターであることが分かる。

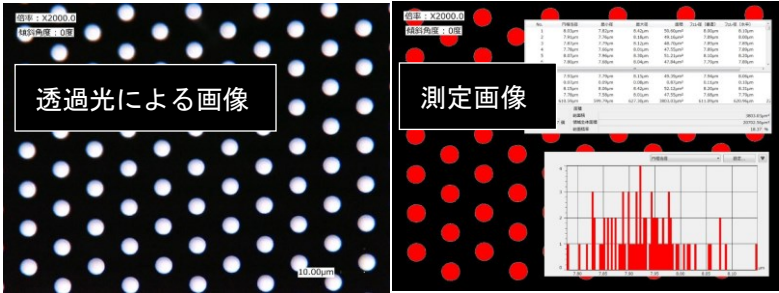


図 2.16 寸法測定 測定画面

表 2.3 孔径寸法測定結果

	平均孔径	標準偏差	最大	最小	レンジ幅
77 個（1 画面）	$7.93\mu\text{m}$	$0.07\mu\text{m}$	$8.15\mu\text{m}$	$7.78\mu\text{m}$	$0.37\mu\text{m}$
7,700 個（100 画面）	$7.96\mu\text{m}$	$0.3\mu\text{m}$	$8.27\mu\text{m}$	$7.70\mu\text{m}$	$0.57\mu\text{m}$

b) 機能評価

本事業で製作した圧力損失評価装置を図 2.17 に示す。この装置は流路、流路内に配置されたフィルター設置部、および流路に空気を導入するためのポンプで構成されており、流路には空気の流量を測るための流量センサーが設置され、フィルター設置部の前後には圧力損失を測定するための圧力センサーが設置されている。

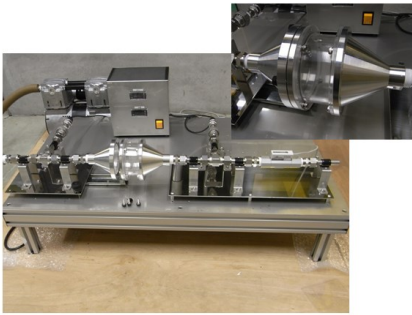


図 2.17 圧力損失評価装置

この装置を利用し図 2.18 で示したように、既存技術で製作したフィルター（ $8\mu\text{m}$ 、ピッチ $40\mu\text{m}$ 、開孔率 3.6%、厚み $10\mu\text{m}$ ）と本事業で製作したフィルター（ $8\mu\text{m}$ 、ピッチ $12\mu\text{m}$ 、開孔率 40.3%、厚み $5\mu\text{m}$ ）の圧力損失を比較したところ、従来技術を用いたフィルターの圧力損失が 1.9MPa （流量 171l/min 時）

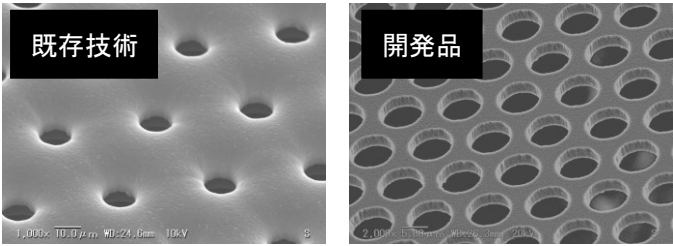


図 2.18 既存技術のフィルターと開発したフィルター

に対し、開発したフィルターの値は 0.3MPa であった。なお、ここでの圧力損失とはフィルターの前後の管内圧力の差であり、この圧力損失が大きいとプリンターのインク吐出時の圧力が抑えられてしまい、吐出性能に悪影響を及ぼす。

3-2 白血球除去療法（医療用）に向けたフィルターの試作と評価

1) サンプル試作

マスクレス描画装置で得られたレジストパターンをもとに Pd-Ni 電鍍を行うことによってメッシュを製作し、フィルターのサンプルを製作した（図 2.19）。フィルターの仕様は開孔径 $\phi 10\mu\text{m}$ 、ピッチ $20\mu\text{m}$ 、

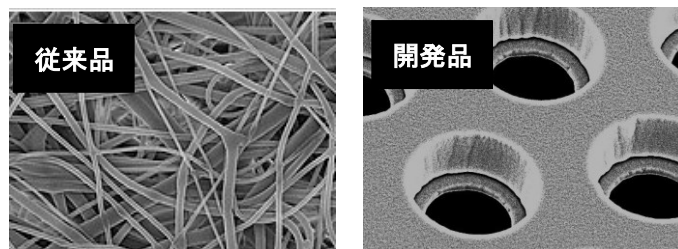


図 2.19 従来フィルターと今回開発したフィルター

厚み $10\mu\text{m}$ である。従来のフィルターは繊維を絡み合わせた不織布を用いているが、これでは高精度のサイズ分別をすることができず問題となっていたが、本案件で開発したフィルターは定められた孔径の孔のみが開孔率で形成されており、高精度で高効率のサイズ分別が可能となる。現在は本フィルターの評価を医療機関と連携して進めている。

3-3 高精度分級用篩の試作と評価

1) サンプル試作

マスクレス描画装置およびX線リソグラフィーを利用して製作したレジスト形状をもとに電鍍を行い、メッシュの製作を行った。製作したメッシュの SEM 画像およびメッシュを利用して篩を製作した（図 2.20）メッシュの仕様は開孔径 $1\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ 、厚さ $10\mu\text{m}$ となっており、従来の $1\mu\text{m}$ 開孔のメッシュに比べ開孔率は 9 倍程度になっている。

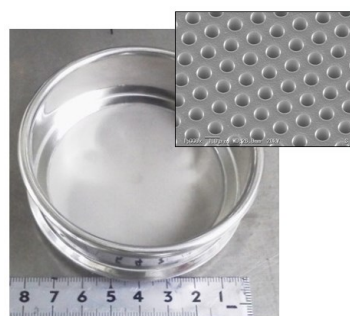


図 2.20 分級評価用篩

2) 篩の評価

篩の評価にはオプトニクス精密で開発した高速分級装置（図 2.21）を利用した。本分級装置の特徴は紛体を攪拌するためのエアバブレーターと篩の目詰まりを軽減するための超音波振動子による 2 つの振動を利用した点である。また、微細な紛体は重力の影響をほとんど受けず篩を通過しにくいことから静電気を利用して紛体を下側に引っ張る機構も設けられている。



図 2.21 篩装置（左）と篩設置部（右）

今回は開発した従来技術で製作した開孔 $1\mu\text{m}$ の篩と、開発した高开孔率の $1\mu\text{m}$ 篩を使ってアクリル粒子（平均粒子径 $1.5\mu\text{m}$ ）の分級を行った。まず、篩の中に重量 15g のアク

リル粒子を入れて 10min 分級した後の分級量（通過量）を計測し、さらに 10min 分級を継続し、計測を行い合計 30min の分級作業を行った。結果を表 2.4 に示す。

開孔率を上げたことにより分級量が大幅に増えることが確認された。また、同時に厚みが 10 μ m であれば超音波振動を与えた際の耐久性にも問題ないことも確認された。

表 2.4 孔径寸法測定結果

	従来技術で製作した篩	開発した高开孔率篩
10min	0.002g	0.015g
20min	0.004g	0.028g
30min	0.005g	0.041g

参考文献

- 1) X. Yang, J. M. Yang, Y.C. Tai, and C.-M. Ho, Sens. Act. A, **73** (1999) p. 184.
- 2) A. Kovács, Á. Kovács, M. Pogány, and MMescheder, Sens. Act. B, **127** (2007), p. 12.
- 3) 例えば 中原, 実践材料力学,養賢堂, p. 219.
- 4) Y.Ichinosawa, Y.Saotome, S.Kinuta and S.Saito: Fatigue strength of nanostructured Ni-Pd film fabricated by LIGA process, 28th Int. Microprocess and Nanotechnology Conf.(MNC2015), Toyama, Nov., 2015, Abst.12P-7-123L.

最終章 全体総括

1 研究開発成果

本開発は、フォトリソグラフィー技術と電鍍技術の高度化を図ることで、世界一の高精細フィルターを製造することを目的とした。

① 高精度レジストパターン創製技術の確立

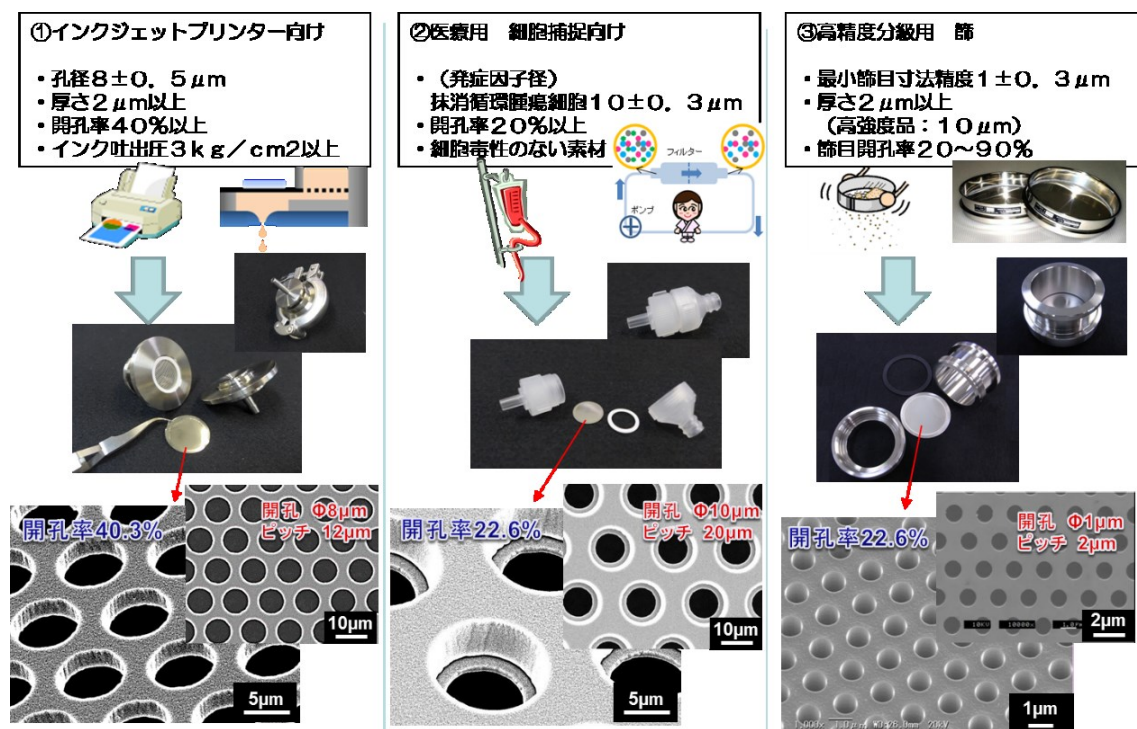
導入したマスクレス描画および、X線リソグラフィーを活用し、最終フィルター寸法に合わせた $\phi 1\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ の狭ピッチで、高さ $10\mu\text{m}$ 程度（アスペクト比 10）からなるレジストパターンの形成に成功した。

② フィルター用途に対応した合金電着のための電鍍浴及び電鍍条件の確立

最終製品としてのフィルター素材の機械的物性を考慮し Ni-Co 電鍍を開発し最適の析出条件を見出し、フィルター素材に適応する強度を有した素材を開発した。また、高耐食材および生体適合性を考慮した Pd-Ni 電鍍を開発し、細胞毒性のない素材開発も成功した。

③ フィルター部品の試作と評価

1~20 μm の寸法をターゲットとした孔寸法が保証されたフィルターが完成し、インクジェットプリンターに必要なインク用プレフィルター、白血球除去療法（医療分野）に向けたフィルター（さらに大きな分類でいうところの細胞補足用医療フィルター）、およびさまざまな産業界で利用される粉体、粉流体の高精度分級用篩、フィルターの適用に成功した。



2 研究開発後の課題・事業化展開

■ 研究開発後の課題

本開発は「高精細フィルター」の開発と製品化を目指して進めてきたが、微細なパターンを目指すものの、その製品サイズが A4 サイズまでを見込んでいた。しかしながらさまざまな分野への適用を模索し、特に川下ユーザからの要望を考慮すると大型化（メーターサイズ）の要望も多く見られた（特に海洋分野など）。これらの要望にも柔軟に対応すべく生産技術的な開発も必要とされ、その視点からも取り組むこととする。一方、パターンの高精細化に関しても、本開発の目標とし実現した最小サイズが $1\mu\text{m}$ だったのに対し、ナノスケール（nm）への多くの要望があり、その新たな課題についても本開発事業化の延長線上のものとして取り組む予定である。

また、高開孔率化を目指す中、材料強度も考慮し材料開発（素材開発）も進めて来たが、設計の工夫（開孔パターン形状やその配置）することでフィルター製品としての耐久性の向上が図られるものと考えている。これは、実際の使用時に目詰りが発生した場合を考慮すると、急激な圧力損失の増大に伴って膜の全体的な変形による微細孔の開孔寸法の精度低下や、フィルターの破壊に直結すると予想され、これは特に高開孔率の場合では顕著になると考えられる。そこで、直径や膜厚の外形寸法の違い、微細孔の断面形状の影響、微細孔が六方格子配列の場合などのシミュレーション解析を引き続いて行い、圧力損失と機械的特性を関連付けてフィルターとしての機械的特性の評価と、実際の製品の試作、および実機での評価を進め高耐久性を有する高精細フィルターの開発を進める必要がある。

■ 事業化展開

インクジェットインダストリアル(産業用)のマーケットは、サイングラフィック（看板）やテキスタイル（衣料）、食品等のラベルパッケージや、宇宙航空部品でも検討する 3D プリンターなどにおいて、2012 年は 6,231 億円であったのに対し、2020 年予測は、13,368 億円 と 200%UP の成長産業分野と予測されている。本開発による成果としてインクジェットプリンターのインク突出のヘッド部品に組み込まれるフィルターをターゲットとし、国内のプリンターのヘッドメーカーを販売先とし展開する。

LCAP 療法用のフィルターについては、本事業終了後も 3 カ年程の臨床評価を前提として準備を進める。一方、その他の医療分野において、ガンの早期発見に大きく寄与する血中循環腫瘍細胞 CTC (Circulating Tumor Cell)を捕捉するフィルターが求められる中、細胞毒性のない本試作品が十分適用する可能性も得られた。また、再生医療分野でも間葉幹細胞のサイズ分級に関わる展開も確認され、今後もさまざまな医療分野への応用展開を広げていく予定である。

粉体のサイズ分級用篩に関しては、現状の取引先から高精細、高開孔率のフィルター（篩）の要求は強く、特に、はんだ分野においてはクリームはんだに利用されるはんだ粉のサイズ分級の要求が強い。はんだ以外でも樹脂や無機物の多くの素材メーカーからの分級ニー

ズは多く、ポリマー粒子の分級用などさまざまな分野で利用されることが期待され、既に数社のメーカーにサンプル出荷を実施し、一部のメーカーでは製造ラインに利用する前提での評価段階にある。販売に関しては基本的に、はんだ粉メーカーや、有機、無機粉体を取り扱う素材メーカーへ篩およびフィルターの直接販売を予定している。

今回開発したフィルターは、市場において従来にない製品であることから当社の“標準フィルター”としての規格を提案し、「絶対寸法フィルター®」として商標登録を取得し、現在、商品化に向けさまざまな分野への販売展開を目指している。具体的な方法のひとつとして、理化学機器の消耗品材としてのマーケットの商流にのせていくことも計画する。その際には価格的な要素が大きな課題になることが予測され、生産におけるコストダウンのための取組み生産技術的に解決する必要がある。それだけではなく本開発品も研究用途産業用途としてなどの付加価値の高い市場への展開を目指し、個別のカスタムデザインに対しても柔軟な対応で、試作製造・販売を実施する計画である。