

論文内容要旨 (和文)

2015年度入学 大学院博士後期課程

機械システム工学専攻

氏 名 洪 振瑞



論文題目 Study on fabrication of dual atomic force microscopic probe with liquid delivering function

(液輸送機能を持つデュアル原子間力顕微鏡プローブ形成に関する研究)

原子間力顕微鏡 (AFM)は試料表面の観察だけでなく生体分子を切断および加工後観察する研究や細胞内へ液滴を挿入する研究が行われている。シングルカンチレバーを用いてアプリケーション後に高解像度観察することは探針先端の汚染やダメージにより困難である。磁歪アクチュエータを積層した2本のカンチレバーを用いて磁場印加により切換えを行い生体分子の切断およびその場での高解像度観察を行う研究が行われている。

本研究では、その場での観察・液体デリバリが可能な切換え型デュアル AFM プローブの形成を目指し研究を行った。

Siカンチレバー内に埋め込み型マイクロ流路, Si (111)面と垂直加工面で構成する探針およびノズルの作製プロセス確立に取り組み, 深いトレンチ底部へ流路形成後探針を形成する方法および探針形成後に浅いトレンチ底面へ流路を形成する方法を検討した。深いトレンチ底部へ流路を形成する方法ではトレンチ底のエッチングレートがきわめて遅く, またトレンチ側面や開口部が流路拡大の際にえぐられ流路形成が困難であることがわかった。探針形成後に流路を形成する方法では流路形成の際に探針先端を消失させないため保護する必要がある。レジストパターンニングにより探針先端のみを保護し, 熱酸化膜の成長およびスパッタ膜の堆積によるSi表面の保護により流路をSi基板内に良好に形成することができた。狙った位置に液体をデリバリ可能にするため探針の中腹にノズルを形成し, Si表面下でノズルと流路をつなぎ, ノズルは開口しつつ流路表面のみを閉合できるプロセスを確立した。

マイクロ流路を用いて毛管力のみで液体をデリバリすることは困難であり, 圧力を印加する必要がある。直径2 μm 程度の流路で0.5 fL/sの流量を得るのには数十 kPaの圧力の印加によりデリバリ可能であることがわかった。直径2 μm の流路が埋め込まれるため厚さ5 μm 程度の剛性が高いデリバリカンチレバーでも切換えが可能な大変位型カンチレバーを設計および試作し大気中で電磁石を用いて磁場を印加して磁歪によるたわみ特性を評価し, AFMに取り付けピエゾで共振させた際の共振特性を評価した。静磁場を印加し観察用カンチレバーとデリバリ用カンチレバーがそれぞれ1および2 μm 程度の変位が得られることを確認し, 大気中において観察用カンチレバーが共振する際デリバリ用カンチレバーは共振しないことを確認した。またフォースカーブ測定の結果デリバリ用カンチレバーの共振時の振動振幅が300-500 nmであり, 観察用カンチレバーでイメージングを行う際にデリバリ用カンチレバーの試料表面への接触などの干渉なく切り換えて使用可能であることを示した。デリバリ用カンチレバーと観察用カンチレバーの構造の違いによりデリバリ用カンチレバーが観察用カンチレバーより圧縮方向にたわみ数十 μm の初期たわみの差が生じることがわかった。

氏 名 洪 振瑞

以上の検討結果に基づき、切換型中空デュアルAFMプローブを作製した。Siカンチレバー内で流路断面積の拡大をはかり、流路を複数連結させ、デリバリ用カンチレバーと観察用カンチレバーの初期たわみを合わせこむためにデリバリ用カンチレバーに引張膜を堆積させた。汎用のAFM装置に取りつけて圧力を調整しながら液体試料をデリバリできるような圧力ポンピングシステムを構築した。

論文内容要旨 (英文)

2015年度入学 大学院博士後期課程

機械システム工学専攻

氏 名 _____ 洪 振瑞



論 文 題 目 Study on fabrication of dual atomic force microscopic probe with liquid delivering function

(液輸送機能を持つデュアル原子間力顕微鏡プローブ形成に関する研究)

Atomic force microscope (AFM) is used for mapping the topography of the sample surface. Recently it has also been used for biological applications such as scanning the sample surface after cutting of biomolecules and fluid injection into the cell. With a single cantilever AFM probe, it is hard to obtain a high resolution image using a tip used for the application due to the contamination and the damage of the tip. There has been a research on cutting of biomolecules and high resolution imaging using dual AFM probe stacked with magnetostrictive film actuators for cantilever switching.

This research focuses on the fabrication of the switchable dual AFM probe capable of in-situ high resolution imaging and liquid sample delivery.

Two different approaches were investigated to fabricate embedded microchannel in Si cantilever, probe tips consisting of inclined Si (111) plane and the nozzle. One is microchannel fabrication using deep trench prior to the tip forming and the other is microchannel fabrication using shallow trench after the tip forming. Fabricating a microchannel at the bottom of a deep trench was found to be difficult due to the damage at the trench shoulder and the side wall of the trench during microchannel fabrication. Also the etching rate at the bottom of the trench was extremely slow. Fabricating a microchannel after forming a probe tip requires a tip protection during channel fabrication. Only the probe tips were covered and protected with a resist pattern. The microchannel was successfully fabricated by protecting the Si surface with the combination of thermal oxidation and sputter deposition of SiO₂ film. The nozzle was fabricated at the probe tip of the delivering cantilever for precise deposition of the liquid sample. The trench opening of the microchannel was completely sealed while the opening of the nozzle hole was preserved from sealing. The connection of the nozzle and the microchannel under the Si surface was confirmed and the microchannel fabrication process was established.

Capillary force alone is insufficient to deliver a liquid sample through the microchannel and it is necessary to apply the external pressure. In order to obtain a flow rate of 0.5 fL/s, it was found that several tens of kPa is necessary to deliver a liquid sample through a microchannel with a diameter of 2 μm. Large actuation force is necessary to deflect 5 μm thick delivering cantilever having embedded microchannel with a diameter of 2 μm. A prototype of a large deflecting switchable dual AFM cantilever was fabricated. An external magnetic flux was applied using an electromagnet in atmospheric environment to evaluate the deflection characteristics. The prototype was mounted on the AFM equipment and resonated with piezo to evaluate the resonance characteristics. The imaging

cantilever and the delivering cantilever deflected about 1 and 2 μm , respectively, when the static magnetic field was applied to the longitudinal direction of each cantilever. It was confirmed that the delivering cantilever does not resonate when the imaging cantilever resonates at its resonant frequency in atmospheric environment. Also as a result of force curve measurement, the vibration amplitude of the delivering cantilever was 300-500 nm, which indicates that the sample surface can be scanned with the imaging cantilever without a interference from the delivering cantilever. Due to the difference of the structure between the delivering cantilever and the imaging cantilever, the difference in initial deflection was observed and was found to be several tens of μm .

The switchable hollow dual AFM probe was fabricated based on the above results. In order to increase the cross sectional area of the microchannel, multiple channels were placed so that they could be connected laterally. Tensile stress film was deposited on the delivering cantilever to minimize the difference of initial deflection between two cantilevers. A pressure pumping system was constructed which can deliver liquid sample while adjusting the pressure and can be applied to a general-purpose AFM equipment.


学位論文の審査及び最終試験の結果の要旨

平成 31 年 2 月 5 日

理工学研究科長 殿

課程博士論文審査委員会

主査 峯田 貴
副査 山根田 正
副査 能木 治郎
副査 鹿野 一郎
副査 西小 完也



学位論文の審査及び最終試験の結果を下記のとおり報告します。

記

論文申請者	専攻・分野名	機械システム工学分野	氏名	洪 振瑞
論文題目	Study on fabrication of dual atomic force microscopic probe with liquid delivering function (液輸送機能を持つデュアル原子間力顕微鏡プローブ形成に関する研究)			
学位論文審査結果	合格	論文審査年月日	平成 31 年 1 月 25 日～ 平成 31 年 2 月 5 日	
論文公聴会	平成 31 年 2 月 5 日	場 所	工学部 5 号館 301 教室	
最終試験結果	合格	最終試験年月日	平成 31 年 2 月 5 日	

学位論文の審査結果の要旨 (1,000 字程度)

原子間力顕微鏡 (AFM) は、試料表面観察だけでなく、試料表面の微小領域へ機械的加工や試料供給を行う手段として注目されている。本論文は、生体分子等をその場で高解像観察し、狙った微小領域へ液体試薬を供給する新しい手法の実現を目指し、マイクロ流路とノズルを有する切替可能なデュアル AFM プローブを考案し、その形成法の確立を目的としている。

第 1 章では、序論として本研究の背景と目的を明確に述べている。

第 2 章では、リソグラフィ、エッチング、薄膜堆積を基盤として、単結晶 Si 基板へ数 μm 深さの埋込型マイクロ流路およびノズル開口部を形成するプロセスを構築し、 $\phi 2.5\mu\text{m}$ 程度のマイクロ流路と Si デュアル探針部への開口ノズルの一括形成手法を確立している。

第 3 章では、デリバリ用カンチレバーを FePd 磁歪合金膜により大変位で撓ませて観察側と切り替えるデュアル AFM カンチレバー構造を考案し、プロトタイプを試作した。動作特性を実験的に評価し、約 $2\mu\text{m}$ の変位で十分に切り替え可能であることを実証し、また、両カンチレバーの共振挙動の詳細な実測により、デリバリ側が干渉せずに観察用カンチレバーを共振駆動してイメージングに適用できる見通しも示している。

第 4 章では、前章までの成果に基づき、マイクロ流路、ノズル、AFM 探針を集積し、磁歪薄膜を搭載した大変位型のデュアル AFM カンチレバーを総合的に設計し、形成プロセスを最適化して実デバイスの作製を実現している。また、汎用 AFM 装置へ取り付ける液体供給機構も構築して圧力印加による検証も試みており、十分な液体の輸送には至っていないが、必要とされる課題点の抽出を図っている。

第 5 章では、本論文全体を総括し、本研究で提案した形成手法の有効性を的確にまとめ、全体の結論を述べている。

本学位論文は英文で執筆されており、研究背景および目的が的確に述べられ、論文の構成も適切で体裁も整っている。各章の研究内容について、各目的、取り組み方法、結果、考察に対する記述も論理的になされている。

上記の研究成果は、査読付き筆頭著者論文 2 報(英文)が学術誌に掲載決定されており、本研究に対して客観的な評価が得られ、審査基準を満たしている。また、これまで国際学会においても筆頭著者として 2 件の口頭発表がなされている。

以上の通り、本論文により得られた知見と成果は、学術的、工業的に価値あるものと認められ、博士(工学)の学位論文として合格と判定した。

なお、本論文は、研究倫理または利益相反等に係る学内規則に基づく手続きは必要ない。

最終試験の結果の要旨

最終試験は、学位論文を中心とした約 45 分の口頭発表、ならびに関連ある科目も含めて約 45 分の口頭による質疑応答により実施した。その結果、学位論文の内容、研究手法の妥当性、関連科目に関する理解度は十分にあり、この分野における十分な知識と研究能力を持つことが確認された。この最終試験の結果、博士の学位を授与するのに十分な知識と能力を有していると判断し、最終試験を合格とした。