

# 熱電対マイクロアレイの開発

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤

## 1. 緒言

生体組織、臓器等が凍結により長期保存が可能となれば、移植用臓器の需要供給バランスの解消等につながり再生医療産業は大きく進むことが予想される。しかし現状では、凍結保存可能なものは生殖細胞等一部のものに限られ、多く生体組織、器官、および臓器等では、凍結障害や均一な冷却速度が保ちにくいことなどから確立には至っていない。本研究では、個々の細胞や組織間の凍結温度差をモニタリングすることにより、再現性や歩留まりの向上に寄与できないかと考え、低温かつ極小領域の温度分布計測を可能とするマイクロアレイ開発の検討を行った。温度の計測手法としては、測温の微細化、温度範囲、および精度よりT型の薄膜熱電対(T型:銅-コンスタンタン(以下Cu-CuNi合金))が適当と考え、その熱起電力特性の評価と、半導体微細加工技術を用いた微細化プロセスの検討を行った。

## 2. 実験方法および実験結果

### 2.1 薄膜熱電対の試作と熱起電力特性の評価

T型薄膜熱電対の熱起電力特性を評価するため、ガラス基板上に図1の様に切り抜き加工したポリイミド樹脂フィルム(厚さ125 $\mu\text{m}$ )をマスクとして用いて、Cuを0.4 $\mu\text{m}$ 、同マスクを反転してCuNi合金を0.4 $\mu\text{m}$ スパッタ蒸着し作製した。線幅の減少に伴う熱起電力の傾向を調べるため、線幅(1, 3, 5mm)が異なるマスクを用いて試験熱電対を作製した。図2に熱起電力の評価実験の模式図を示す。試験熱電対とともに基準とするT型熱電対を2対恒温槽の中に入れ、恒温槽内の温度および熱起電力を測定した。恒温槽内は-50 $^{\circ}\text{C}$ から+50 $^{\circ}\text{C}$ 間を1時間毎10 $^{\circ}\text{C}$ ステップで行い、サンプリングは定温維持状態のときに行った。試験熱電対はT型の補償導線でデータロガーに接続した。

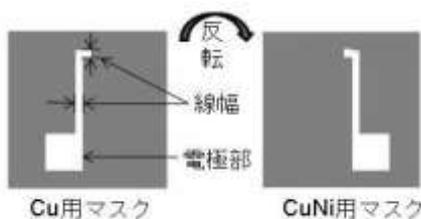


図1 ポリイミド樹脂マスク概要

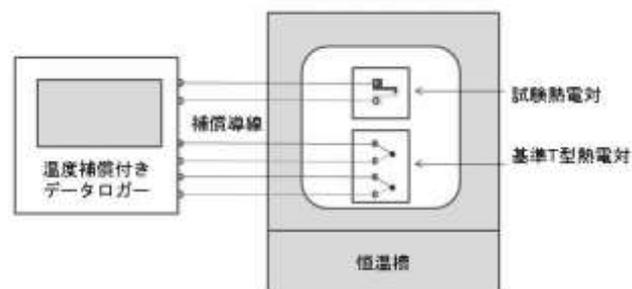


図2 熱起電力評価特性測定の様式図

計測結果を図3に示す。横軸は基準熱電対で計測した恒温槽内の温度、縦軸は温度差によって生じた熱起電力を示す。零接点温度補償をしていないことから原点は通っていない(外気温は27 $^{\circ}\text{C}$ でJISの規準熱起電力より約-1mV全体的に熱起電力が低い)が、ミリ単位の線幅では熱起電力の低下は見られず、市販品と遜色ない結果が得られた。熱電対個体差については、熱起電力は最大で22 $\mu\text{V}$ (温度換算にして約0.6 $^{\circ}\text{C}$ )の差、平均は17 $\mu\text{V}$ (同約0.5 $^{\circ}\text{C}$ )であった。原因としては、恒温槽外の温度を一定に、保っていないこと、基準熱電対の許容誤差、および恒温槽内の循環送風の影響などが挙げられる(恒温槽内温度分布と基準補償温度の精度が $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ )。今後、熱電対の微細化に伴い熱起電力の低下も予想されることから、それらの外乱を低減する計測手法が必要と思われる。

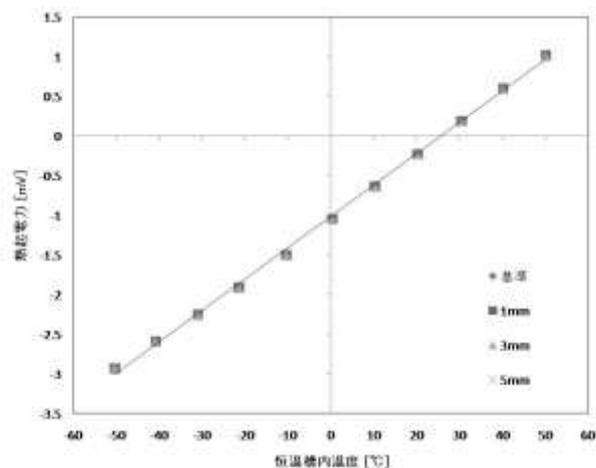


図3 熱起電力特性の評価

### 2.2 微細加工技術を用いた熱電対の試作

フォトリソグラフィーによる半導体微細加工技術を用

いて線幅を変えた薄膜型熱電対のマスクを設計し、試作を行った。設計したパターンは、4種の線幅で、2対ずつの2×4のアレイ状(400, 200, 100, 50 $\mu\text{m}$ )に作製した。図4にその加工プロセス概要を示す。パターニングには、エッチングプロセスが省略でき、低コストでのチップ作製が期待できるリフトオフ法(レジスト膜上の金属部分等を除去してパターニング)を採用した。Cuにおいては、基板であるガラスとの密着性が低く、リフトオフによるパターニングが困難であったため密着層としてCrを50nm程度堆積した。試作したチップの表面写真を図5に示す。

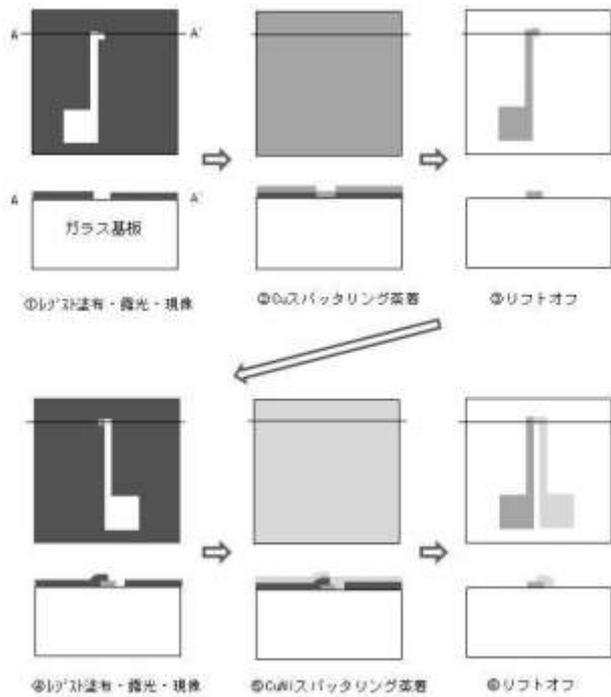


図4 加工プロセス概要

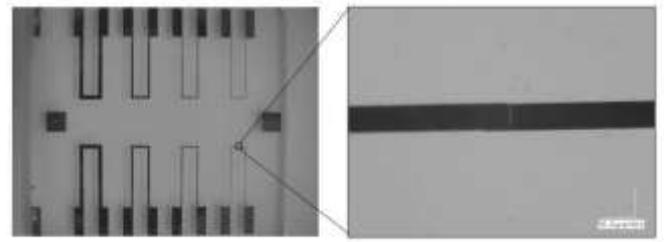


図5 試作した熱電対アレイの表面写真

設計したパターンは左から線幅 400、200、100、50 $\mu\text{m}$ であり、上下対で構成した。先と同様に熱電対アレイの熱起電力特性の計測を試みたが、熱電対の熱起電力の測定電圧が微弱なため計測ができなかった。原因としては、配線の断面積の低下と配線距離を長く設計したことによる内部抵抗値の増加、加熱プロセスによる金属の酸化の影響等が起因したものと考えている。今後、設計および加熱プロセス加工を見直しつつ、評価を行う。

### 3. 結言

細胞・組織間の凍結現象観測を目的に、T型薄膜熱電対を試作し、特性評価を行った。また、半導体微細加工技術を用いて試作を行った。その結果、熱電対の線幅がミリスケールでは市販品と比べ遜色ない精度が確認でき、微細加工ではリフトオフ法により線幅 50 $\mu\text{m}$  までが作製可能となった。今後、熱電対測温部のさらなる微細化、表面保護膜の検討、熱起電力、熱応答速度を評価し、マイクロアレイチップの開発を進める。

キーワード：薄膜熱電対、スパッタリング、フォトリソグラフィー、マイクロアレイ

## Development of thin film thermo-couple microarray

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We tried to develop Type T thin film thermocouples for monitoring of frozen cells. The thermoelectromotive power of the samples were measured in the range of  $-50^{\circ}\text{C}$  to  $50^{\circ}\text{C}$ . As a result, the characteristic of enough accuracy was able to be confirmed in the millimeter-scale. Moreover, minimum-width 50 $\mu\text{m}$  is possible in using photolithography