

課題番号:1909081S

BL番号:BL09

(様式第5号)

実施課題名 LIGA 微細加工によるX線画像診断システムの

角度分散式 Air-Grid マイクロメッシュ製作の技術開発(Ⅱ)

Technical development of the angular-dispersive Air-Grid micro-mesh for the X-ray examining system by the LIGA micro-machining(II) 日高昌則^{1,2}、野上大史¹、常葉信生²、大石 明広²、小林 和矢²、横尾侑典² 田中 延和³、杜下 淳次³、 M.Hidaka, H.Nogami, N.Tokiwa, A. Oishi, K.Kobayasi, U.Yokoo,

N.Tanaka, J.Morishita,

1;九州大学大学院工学研究院 機械工学部門、2;田口電機工業 技術課、 3;九州大学大学院医学研究院・保健学部門

1; Department of Mechanical Engineering, Graduate School of Engineering, Kyushu University, 2; Technical Section, Taguchi Plating Industry, Co. Ltd, 3; Department of Health Sciences, Faculty of Medical Sciences, Kyushu University.

1. 概要

本研究は、シンクロトロン光・高輝度X線および高出力紫外線を利用する微細加工技法(SL-LIGA、UV-LIGA)を使用して、X線画像診断装置に装備する医療用グリッド・Air-Grid マイクロメッシュ(M-AGM)製作に関する技術開発である。M-AGM は被写体への照射X線の空気散乱および被写体からの2次散乱X線による診断画像の低画質化を抑制するので、X線画像診断における被写体の被ばく線量はM-AGMでかなり減少される。M-AGM に描画されるマイクロパターンは、高いアスペクト比をもつ Au 製部で作製される。本実験では、4種類のM-AGM を作製するために、直入射式と角度分散式による露光実験を行った。特に、SL-LIGA における高輝度X線のビームサイズと露光・現像条件との相関を調べた。

In the present investigations, the technical development of medical grid, Air-Grid micro-meshes (M-AGM), which are used at the X-ray imaging system, were carried out with the LIGA micro-machining by using the high-bright X-rays emitted from synchrotron radiations (SL-LIGA) and the high-power ultraviolet rays (UV-LIGA). Since the M-AGM controls the air-scattering of the incident X-rays and the secondary X-rays scattered by the object, the exposure dose of the object is considerably reduced with the M-AGM for the X-ray imaging system. The M-AGM micro-patters are made by the periodic Au-network having a highly aspect-ratio. At the present experiments, two kinds of irradiation methods to be direct and angular-dispersive were used for the high-bright X-ray beams. Especially, the correlation between the beam-size of the incident X-ray beams and the conditions of the exposure- and develop-time was studied at the SL-LIGA processing.

2. 背景と目的

田口電機工業と九州大学大学院・理学研究院物理部門は、平成21~23年度に国の支援を受けて、 LIGA 微細加工(UV-LIGA、SL-LIGA)に使用する各種の関連装置系を整備し、本格的な微細加工 の技術開発研究を実施した。これまで国内外のシンクロトロン光研究施設を利用して、シンクロトロ ン光からの高輝度X線を使用した深刻X線リソグラフィによる SL-LIGA の技術開発を実施してき



た。これらの各種のマイクロパーツの試作研究で、Air-Grid 用マイクロメッシュ製作の技術開発も行なってきた。平成2 8年度から平成30年度には、産業技術総合研究所・つくば センターと田口電機工業は、食品異物混入のX線検査装置に 利用する位相コントラストX線検査システムの共同技術開 発を実施した。この研究では、マイクロパターン配列のX線 回折格子を試作した。なお、SL-LIGAに関する露光実験は、 ポハン加速器研究所(PAL・韓国)のシンクロトロン光研究 施設(PLS)と佐賀LSで実施した。本研究の医療用 Air-Grid 用マイクロメッシュ(M-AGM)試作は、これらの技術開発 に基づいている。 M-AGM は4種類があり、直入射式と角 度分散式に分けられる。M-AGM は被写体への照射X線の空 気散乱および被写体からの2次散乱X線の影響を低下させ る。従って、X線画像診断における高画質化が向上して、照 射被写体の被ばく線量を抑制することが可能である。

3. 実験内容(試料、実験方法、解析方法の説明)

本研究では、高輝度X線による露光実験に使用するX線フォトマスクを製作して、医療用 Air-Grid 用マイクロメッシュ(M-AGM)の試作を行なった。これらのX線フォトマスクは、正方形状、ハニ カム状およびライン状のマイクロパターン配列をもつ。X線フォトマスクに描画されたマイクロパタ ーンは、UV-LIGAにより作製された。上図の黄色部で示された4種類の M-AGM を作製するために、 直入射式と角度分散式による露光実験を行った。佐賀LS・BL09ビームラインの実験エリヤでは、 自作の簡易型実験ステージを仮設して、各種の露光実験を行った。左図は直入射式の実験装置を示す。



直入射式では、BL09 ビームラインでの水平 方向でのビームサイズは、約 200mm である。 高輝度X線によるX線マスク、フォトレジス トの温度上昇を抑えるために、これらを固定 している Al 製基板ホルダーは、水冷式自動温 度制御器の基板に設置されて、露光実験中に は約 20℃で制御されている。また、垂直方向 のビームサイズは実験エリヤで約 2mm であ るので、2次元駆動するX線スキャナーに搭 載された Al 製基板ホルダーは、露光中には上 下方向に反復運動を行う。

下図には、角度分散式の簡易型実験装置が示されている。角度分散式では、上図で示されたX線マ スク&レジストホルダーの前窓にセットさている Al 製薄板が取り除かれて、背後にある Al 製湾曲基 板上にフォトレジストが固定される。X線フォトマスクは、窓をもつ別の Al 製平板上に固定されて、 X線マスク&レジストホルダーの前面の固定窓にセットされる。BL09 ビームラインでは、水平方向 ビームサイズは、約 100~400m 領域が選択できる。従って、本研究のX線画像診断装置に装備され る各種の Air-Grid マイクロメッシュ試作に極めて有効である。



下図は、直入射式と角度分散式の露光実験におけるフォトレジスト基板ホルダーとX線フォトマス ク、高輝度X線の入射方向の概念図を表す。上図の様に、角度分散式では、フォトレジストは Al 製 薄板の湾曲基板ホルダー表面に、X線フォトマスクはX線マスクホルダーの固定窓にセットされる。 ただし、上図の様に、角度分散式の実験では、この基板ホルダーの湾曲面は水平面内にあり、X線マ スク&レジストホルダーは Z 軸方向に反復駆動を行う。X線画像診断装置に設置されている小さなX 線窓から放出される照射X線は、指向性のある角度分散をもって被写体およびX線検出器に入射す る。通常、このX線窓と被写体との距離は約 50~100cm である。本研究では、曲率半径 60cm の角 度分散特性に対応する湾曲フォトレジストを搭載する Al 製湾曲レジストホルダーを作製した。



なお、X線フォトマスクの作製、転写フォトレジスト・シートのLIGA処理工程(現像、めっき etc.)、 マイクロスコープ、レーザー顕微鏡、走査電子顕微鏡(SEM)による画像解析は、田口電機工業で 行なった。

4. 実験結果と考察

国内外のシンクロトロン光研究施設において実施されている LIGA 微細加工(SL-LIGA)の技術開 発研究では、X線フォトマスクおよびこのマスクパターンを転写するフォトレジスト作製(厚さ;約 50~300µm)が大きな課題になっている。LIGA 技法は、半導体部品製造に利用されてきている MEMS 微細加工と異なる。これまでに九州大学と田口電機工業と実施してきた共同の技術開発研究 において、各種のフォトレジスト素材を調べてきた。数年間に渡る予備実験を経て、最終的に、MEMS に利用されているフォトレジスト溶媒から作製されたフォトレジスト・シートとドライフイルム状の フォトレジスト(DF レジスト)を使用することを決めた。上述した4種類の M-AGM を試作する ために、直入射式と角度分散式による露光実験を行った。本実験に使用したビームサイズ(垂直方向、 水平方向)は、直入射式では(2mm、200mm)、角度分散式では(2mm、400mm)である。

4-1. 直入射式による露光実験

本研究では、正方形状およびハニカム状のマイクロパターン配列をもつX線フォトマスクを使用し て露光実験を行った。これらのX線フォトマスクのマイクロパターン配列は、UVフォトマスクに描 画されたマイクロパターン配列が UV-LIGA により DF レジストに転写された。



左図は正方形状のマイクロ細孔配列を持つX線フォト マスクの通常のマイクロスコープ撮像を示し、PMMA 製 細孔のサイズは 300 x 300µm で、Au 製部は壁幅;約 200µm、高さ;約 30µm である。このX線マスクを使用 して、上図左側の直入射式での露光実験を行った。高輝度 X線の総露光量は 60 mAh、現像時間は 5min であった。 アスペクト比の大きなマイクロ細孔内での現像効率を高 めるために、本実験では市販の加圧シャワー方式 (0.3MPa)の現像装置を使用した。本実験に使用したビ ームサイズは、垂直方向では約 2mm、水平方向では約 200mm である。

下図は、露光・現像後の正方形状 Air-Grid マイクロメッシュのレーザー顕微鏡によるマイクロス コープ撮像(レーザー・マイクロスコープ撮像)を示す。露光用フォトレジストは DF レジスト(厚 さ;112µm)である。左側が 2 次元、右側が 3 次元の拡大撮像である。



この2次元撮像において、青色部は PMMA 製の正方形柱で、この中央部を横断する青線はレーザ ー光のスキャン方向を表示している。下図には、このレーザー顕微鏡によるレーザー解析(レーザー 解析)が示されている。従って、PMMA 製柱のサイズは幅;約 300µm、細孔;約 200µm、高さ; 113µm である。従って、本X線画像診断装置に使用する Air-Grid マイクロメッシュの試作研究で使 用する Au 製部の高さは約 60~80µm であるので、Au めっきは可能である。



下図は、11月の露光実験用に作製されたハニカム状マイクロ細孔配列を持つX線フォトマスクの マイクロスコープ撮像を示す。X線フォトマスクのハニカム状マイクロパターン配列の構造仕様は、 PMMA 製六角柱の対側面間は約100µm で、Au 製部の壁幅は約24µm である。Au 製部の高さは約 27µm である。これらのマイクロパターンは、左側の矩形状の外形サイズ;50x50mm 領域に細密配 列で描画されている(ハニカム状X線フォトマスク)。このX線フォトマスクは、後述する角度分散 式の露光実験でも使用された。



下図上段は、上図のX線フォトマスクのハニカム状マイクロパターンが転写・現像されたフォトレジス ト・シートのレーザー・マイクロスコープ撮像を示す。高輝度X線の総露光量は100mAh、現像時間 は10min であった。アスペクト比の大きなマイクロ細孔内での現像効率を高めるために、本実験で は市販の加圧シャワー方式(0.3MPa)の現像装置を使用した。上段左側が2次元、右側が3次元の拡 大撮像である。これらの六角柱配列はPMMA製であり、左側の隣接する六角柱の中央部を横断する青線 はレーザー光のスキャン方向を示す。下段には、このレーザー解析結果が示されている。PMMA製六角 柱の対側面間は約94µmで、細孔幅は約32µmである。ただし、細孔底部(レジスト基板面)の幅は約 25µmである。上図・左側のマイクロスコープ撮像(黒・灰色部)が示唆するように、この細孔の対側面 間と底部との幅の違いは、側面が僅かに傾斜していることによる。下図の細孔底部において、側壁近傍で は、反射レーザー光は顕微鏡の対物レンズに再入射していないことで確認される。なお、使用したフォト レジスト・シート膜厚は、露光前では約104µm、露光・現像後では約88µmであった。従って、本X線 画像診断装置に使用するAir-Gridマイクロメッシュの試作研究使用する高さ;約60~80µmである ので、Au製部のめっきは可能である。



しかし、上記と同じハニカム状X線フォトマスクを使用して11月に露光実験を行ったが、本実験 とは異なる転写結果であった。下図は、上図の露光・現像済フォトレジストの転写マイクロパターン のレーザー・マイクロスコープ(上段)とレーザー解析(下段)を示す。露光・総電流量は93 mAh、 現像時間は40minである。現像装置は、手製カム方式の攪拌駆動部をもつ。上段の2、3次元図で は、六角柱間の細孔底部の中央付近では、一様な深さに現像されている。レーザー解析では、六角柱 の側壁間距離は約100µm、隣接六角柱間の細孔幅は約28µmである。従って、UVフォトマスクの マイクロパターン配列は、かなり精度よく転写されている。しかし、使用したフォトレジスト・シー トの厚さ;95µmを考慮すると、細孔内には約55µmのフォトレジストが残留している。また、細孔 底部付近の両側壁(点線楕円部)では、側壁表面からの反射レーザー光が観測されていない。この事 象は、細孔側壁が大きく傾斜していることを示唆する。従って、細孔底部の中央付近からのみ、反射 レーザー光はレーザー顕微鏡の対物レンズに入射している。



本実験と11月実験とのフォトレジストの転写マイクロパターンに関する相違は、BL09 ビームラ インの光学系から生じていると推測する。高輝度X線ビームサイズ(垂直方向、水平方向)は、11 月に行なった直入射式の露光実験では(10mm、400mm)、本実験の直入射式では(2mm、200mm) であった。佐賀LSのBL09のエミッタンスは、垂直方向では0.17mrad,水平方向では横8.3mrad である。水平方向での大きなエミッタンスは、ビームライン上流に設置されている光取り出し窓から 放出されるシンクロトン光の輝度に影響する。従って、11月実験で使用したX線フォトマスクでは、 照射X線の一部がAu製部を透過していることが考えられる。しかし、後述する様に、医療用Air-Grid 用マイクロメッシュ(M-AGM)の試作研究には、400mmの水平方向ビームサイズは極めて有効で ある。

4-2. 角度分散式による露光実験

角度分散式の露光実験では、直入射式の露光実験で使用したハニカム状のマイクロ細孔配列を持つ X線フォトマスクを使用する(1)湾曲ハニカム型 Air-Grid マイクロメッシュと、ライン状のマイ クロ細孔配列を持つX線フォトマスクを使用する(2)湾曲ライン型 Air-Grid マイクロメッシュと の試作研究を行った。本実験で使用したビームサイズは、垂直方向では約 2mm、水平方向では約 400mm である。

4-2-1. 湾曲ハニカム型 Air-Grid マイクロメッシュ

本露光実験では、上述した直入射実験で使用されたハニカム状X線フォトマスク(矩形外形サイズ;50x50mm)のX線フォトマスクが使用された。このX線フォトマスクのPMMA製六角柱の対側面間は約100µmで、Au製部は壁幅;約24µm、高さ;約27µmである。角度分散式の露光実験では以下の方法を使用した。湾曲DFレジストの高角領域までX線フォトマスクのマイクロパターンを転写するために、同一DFレジストの中央領域と高角領域とに2分割して多重露光実験を行なった。ただし、両領域でのデータ解析の連続性を保つために、両領域の一部(前者は高角側、後者は低角側)を重ねて転写した。それぞれの露光実験で、高輝度X線の総露光量は60mAh、現像時間は10minであった。本実験では市販の加圧シャワー方式(0.3MPa)の現像装置を使用した。

下図は、DF レジスト中央領域での高輝度X線の中心部で得られた Air-Grid マイクロメッシュのレーザー解析結果を示す。実験には、DF レジスト(厚さ;112µm)が使用された。上段はレーザー・マイクロスコープ撮像で、左側が2次元、右側が3次元のマイクロパターン配列を示す。これらの六角柱配列は PMMA 製であり、隣接する六角柱の中央部を横断する青線はレーザー光のスキャン方向を表示している。下段には、このレーザー解析結果が示されている。従って、PMMA 製六角柱の対側面間は約 100µm で、細孔幅は約 27µm である。しかし、これらの細孔深さは場所により大きく異なる(約 20~30µm)。直入射式の実験で述べている様に、使用した DF レジストは高輝度の露光X線により膜厚変化を示さない(Δ =約±1µm)。従って、細孔内には、高さの異なる DF レジストが残留していることが確認される。



下図には、このレーザー解析結果が示されている。従って、PMMA 製六角柱の対側面間は約 100µm で、細孔幅は約 27µm である。六角柱の左側壁近くでの細孔深さは約 65µm である。従って、上述し た DF レジスト中央領域での高輝度X線の中心部と同様に、この左側壁近くの細孔底部では、約 45µm 高さの残留フォトレジストが観測される。



本実験の主目的は、X線画像診断装置の光焦点位置(X線源)を仰ぐマイクロ細孔配列をもつ Air-Gridマイクロメッシュの試作研究である。BL09ビームラインで行なった実験では、残留レジス トが Air-Gridマイクロメッシュのマイクロ細孔内で確認された。従って、細孔内部でのAu めっきは 不可能である。しかし、このハニカム型 Air-Gridマイクロメッシュは、X線画像診断での被写体か らの2次X線およびX線源から放出される1次X線の角度分散特性の研究には利用できる。下図に は、上図のレーザー解析結果が引用されている。ただし、直入射実験で述べた様に、マイクロ細孔内 の橙色点線部では、反射レーザー光は顕微鏡の対物レンズに再入射していない。この事象は、細孔の 右側壁が僅かに傾斜していることを示唆する(白色点線)。後述するが、この様なレーザー解析結果 は、角度分散式 Air-Gridマイクロメッシュに形成されるマイクロ細孔配列の構造特性を明らかにす る。



4-2-2. 湾曲ライン型 Air-Grid マイクロメッシュ

本露光実験では、ライン状マイクロ細孔配列を持つX線フォトマスク(湾曲 G2-20 型X線フォトマ スク)が使用された。下図・上段は、ライン状X線フォトマスク全体のマイクロスクープ撮像である。 このX線フォトマスクを作製するために、転写用 UV フォトマスクのライン状マイクロパターン配列 は、スリット幅;40µm、Cr 製線幅;約 20µm の周期・ピッチで、矩形状の外形サイズ;22 x 180mm 領域に描画されている(赤点線部)。下段には、このライン状マイクロパターン配列の拡大図が示さ れている。



下図の上段には、湾曲 G2-20 型X線フォトマスクのレーザー・マイクロスコープ撮像(左側;2 次元、右側;3 次元)が示されている。下段には、このレーザー解析結果が示されている。PMMA 製ライン表面の線幅は約 43µm で、細孔深さは約 19µm、細孔内に形成された Au 製部の表面の幅は約 14µm である。この露光用フォトレジストはフォトレジスト・シート(厚さ;46µm)であるので、

Au 製部の高さは約 27µm である。ただし、転写用 UV フォトマスクのライン状マイクロパターンの 構造仕様は、スリット幅;40µm、Cr 製線幅;約 20µm の周期・ピッチであった。この相違は、主に 露光・現像時間のオーバーを示唆する。この事象は、下段の PMMA 製のライン側壁の表面付近にお ける溶解で確認される。



以下の図は、高輝度入射X線による露光・現像後のG2-20型Air-Gridマイクロメッシュのレーザ ー顕微鏡による計測結果を示す。実験には、DFレジスト(厚さ;112µm)が使用された。高輝度X 線の総露光量は40mAh、現像時間は6minであった。本実験では市販の加圧シャワー方式(0.3MPa) の現像装置を使用した。露光実験では、ライン型マイクロ細孔配列を持つX線フォトマスク(矩形外 形サイズ;22x180mm)は、入射X線ビームの中央位置からoff-setしてセットされた。これは、同 ー DFレジストに中央、低角、高角領域での転写マイクロパターンの構造特性を調べるためである。



上図・上段は、DF レジスト中央領域でのレーザー・マイクロスコープ撮像である(左側;2次元、 右側;3次元のマイクロパターン配列)。下段はレーザー解析を示し、PMMA 製ライン表面の線幅は 約45µm で、細孔幅は約16µm で、細孔深さは約44µm である。ただし、底部の中央部には幅約3µm の丘がある。この事象は、上段・右側の2次元マイクロスコープ撮像では細孔底部の中央部に沿った 点線状の残留 DF レジストで確認される。ただし、露光に使用した DF レジストの厚さは約112µm であるので、細孔中心部を除いて、DF レジストは固定されている基板から約65µm の高さまで残留 している。

下図は、DF レジスト中角領域でのレーザー・マイクロスコープ撮像を示す。上段にはマイクロス



構造特性を明らかにする。





れる。左図・上側は、湾曲フォトレジストで計 イクロ細孔壁の傾斜との関係を示す。赤矢印レ ーザー光はレーザー顕微鏡・対物レンズへ反射 して再入射する。しかし、青矢印レーザー光は PMMA 製壁で反射されて、対物レンズへ再入 射しない。従って、角度分散式で作製された ロ細孔配列をもつ。この細孔配列内に形成され た Au 製マイクロライン配列は、X線画像診断 用グリッドの照射X線の透過路を制限する。下 段には、傾斜している PMMA 製部のみを透過 する照射X線が表示されている。

この様な湾曲基板に固定された湾曲フォトレジストは、露光・現像後に平板化すると、湾曲基板の 曲率半径に対応する焦点を仰ぐ PMMA 製マイクロ細孔配列を形成する。この様な角度分散式の Air-Grid マイクロメッシュを使用することにより、X線画像診断における1次X線・空気散乱、2次 X線・被写体散乱を減衰することが可能である。

5. 今後の課題

本研究の主目的は、X線画像診断装置に装備する医療用 Air-Grid マイクロメッシュ (M-AGM) 製 作に関する技術開発である。 BL09 ビームラインでの実験結果から、直入射式では約 200mm、角度 分散式では約400mmの水平方向ビームサイズは有効であることが確証できた。広面積の医療用グリ ッド・Air-Grid マイクロメッシュ製作には、佐賀LSの水平方向;400mm ビームサイズが必要であ る。従って、今後の研究課題として、湾曲フォトレジストの露光実験を行う角度分散式では、X線フ オトマスクのマイクロパターンを描画している Au 製部の有効高さを検討する。

- 特になし 6. 参考文献
- 7. 論文発表・特許
- 8. キーワード・・・LIGA, X線回折格子
- 9. 研究成果公開について

② 研究成果公報の原稿提出 (提出時期:2020年10月)