

課題番号：1912121S

B L 番号：BL09

(様式第 5 号)

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 (III)

Technical development of the angular-dispersive Air-Grid micro-mesh  
for the X-ray examining system by the LIGA micro-machining(III)

日高昌則<sup>1,2</sup>、野上大史<sup>1</sup>、常葉信生<sup>2</sup>、大石 明広<sup>2</sup>、小林 和矢<sup>2</sup>、横尾侑典<sup>2</sup>  
田中 延和<sup>3</sup>、杜下 淳次<sup>3</sup>、  
M.Hidaka, H.Nogami, N.Tokiwa, A. Oishi, K.Kobayashi, 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.

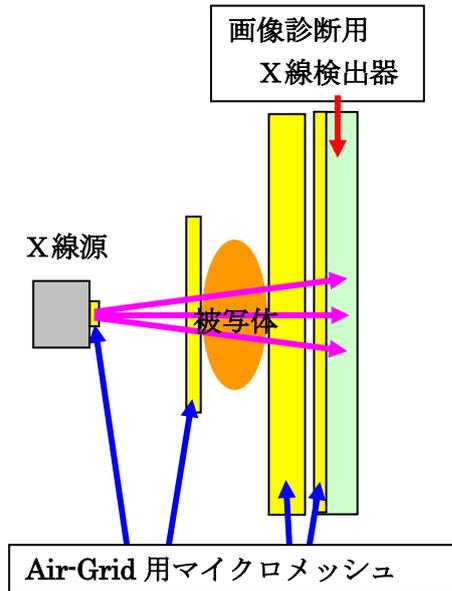
## 1. 概要

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。本実験では、直入射式と角度分散式による露光実験を行った。SL-LIGA における高輝度 X 線のビームサイズと露光・現像条件との相関から、M-AGM の Au 電気めっき技法を確立した。

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. At the present experiments, two kinds of irradiation methods to be direct and angular-dispersive were used for the high-bright X-ray beams. The correlation between the beam-size of the incident X-ray beams and the conditions of the exposure- and develop-time established the electroplating-technique for the M-AGM.

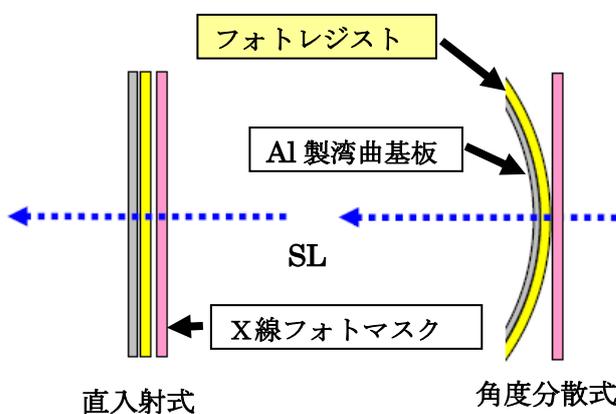
## 2. 背景と目的

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tron光研究施設を利用して、シンクロtron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28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tron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、正形状と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アに簡易型実験ステージを仮設して、直入射式および角度分散式による露光実験を行った。これらのステージの概容は、本年度の12月利用報告書で紹介している。使用した BL09 ビームラインでのビームサイズ（垂直方向、水平方向）は、直入射式では約（10mm、100mm）、角度分散式では約（10mm、250mm）である。高輝度X線によるX線フォトマスク、フォトリソ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、水冷式の温度制御器に設置されて、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アで約 10mm 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。



左図は、直入射式と角度分散式の露光実験におけるフォトリソ基板ホルダーとX線フォトマスク、高輝度X線（SL）の入射方向の概念図を表す。上図の様に、角度分散式では、フォトリソは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線フォトマスク&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.)、マイクロスコップ、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。

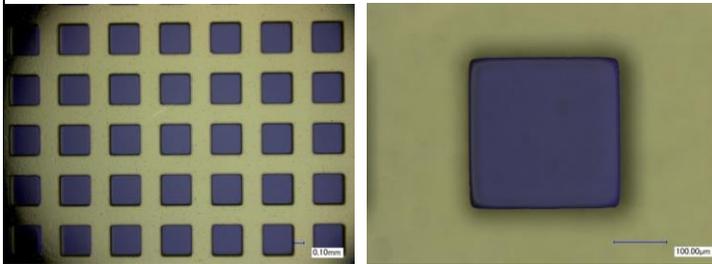
#### 4. 実験結果と考察

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・シートとドライフィルム状のフォトレジスト (DF レジスト) が UV-LIGA、SL-LIGA にマイクロマシンニングに有効であることを確認した。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。

##### 4-1. 直入射式による露光実験

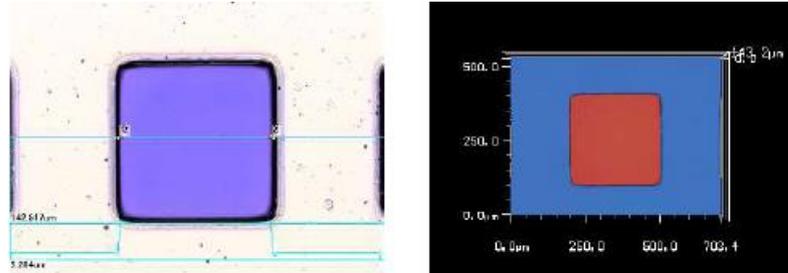
###### 4-1-1. DF レジストとフォトレジスト・シートとの比較

本研究では、正方形および矩形サイズの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。下図は、X 線フォトマスクに描画されている正方形の配列が露光・現像された DF レジスト (厚さ; 112 $\mu\text{m}$ ) のマイクロスコップ撮像を示す。この X 線フォトマスク (12 月実験に使用) 上のマイクロパターンは、PMMA 製細孔では約 300 x 300 $\mu\text{m}$ 、Au 製部では壁幅; 約 200 $\mu\text{m}$ 、高さ; 約 30 $\mu\text{m}$  である。

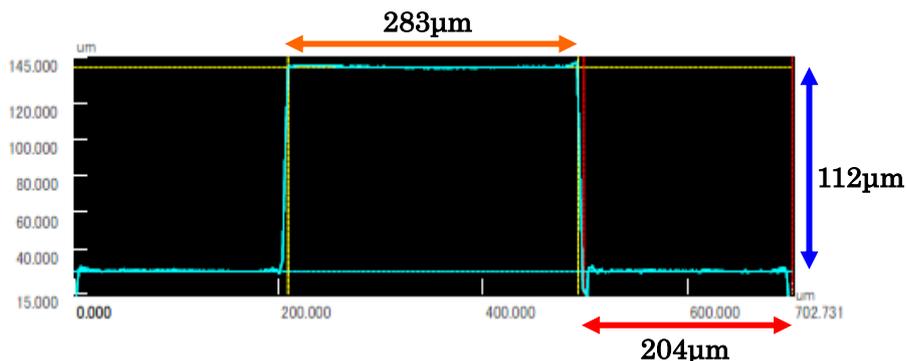


高輝度 X 線の総露光量は 10mAh、現像時間は 8min であった。アスペクト比の大きなマイクロ細孔内での現像効率を高めるために、本実験では市販の加圧シャワー方式 (0.3MPa) の現像装置を使用した。本実験に使用したビームサイズは、垂直方向では約 10mm、水平方向では約 100mm である。

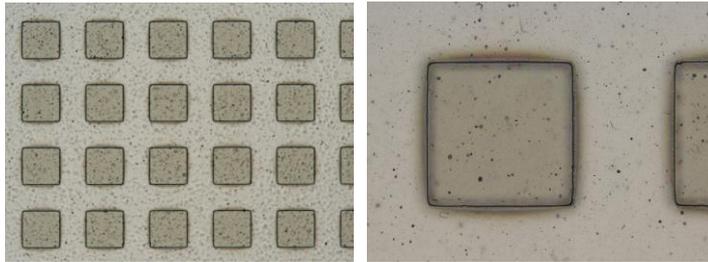
下図は、正方形 Air-Grid マイクロメッシュ用の露光・現像済 DF レジストのレーザー顕微鏡によるマイクロスコップ撮像 (レーザー・マイクロスコップ撮像) を示す。左側が 2 次元、右側が 3 次元の拡大撮像である。この 2 次元撮像において、青色部は PMMA 製の正方形角柱で、この中央部を横断する青線はレーザー光のスキャン方向を表示している。



下図には、このレーザー顕微鏡によるレーザー解析が示されている。PMMA 製角柱のサイズは幅; 約 283 $\mu\text{m}$ 、隣接角柱間の細孔は幅; 約 204 $\mu\text{m}$ 、高さ; 112 $\mu\text{m}$  である。従って、Air-Grid マイクロメッシュの Au 製部の高さは約 60~80 $\mu\text{m}$  であるので、Au めっきは可能である。

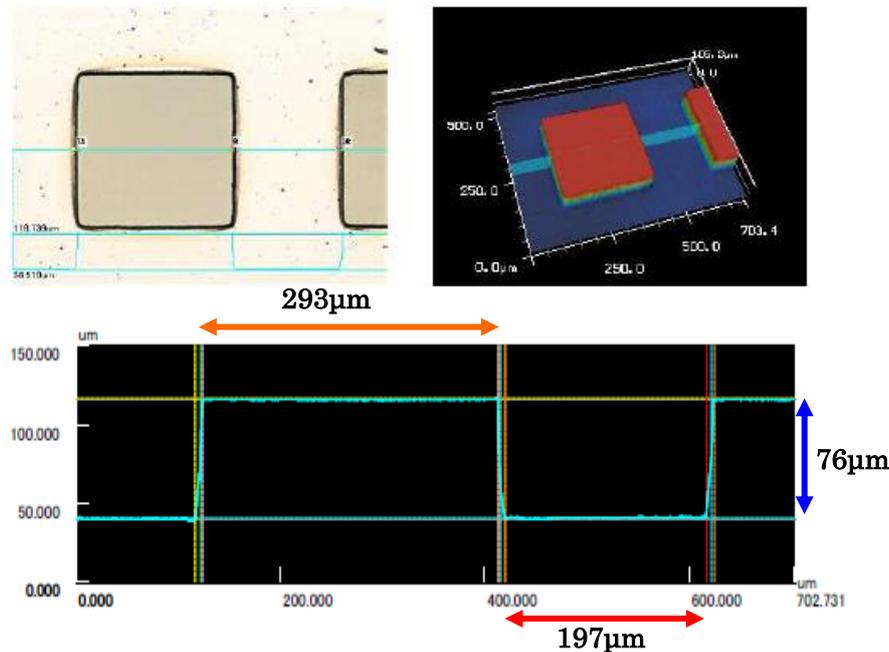


本実験では、X線フォトマスクに描画されたマイクロパターン配列を転写するフォトレジストとして、市販のフォトレジスト溶媒から作製されたフォトレジスト・シートも使用した。左図は、上述した露光実験と同じX線フォトマスクによる露光・現像済フォトレジスト・シートのマイクロSCOPE撮像を示す。高輝度X線の総露光量は40mAh、現像時間は7minであった。現像装置は、手製カム方式の攪拌駆動部をもつ。ただし、フォトレジスト・シートに関しては、マイクロパターンのアスペクト比および形状に応じて、前述した加圧シャワー方式とカム方式の現像技法を選択する。



高輝度X線の総露光量は40mAh、現像時間は7minであった。現像装置は、手製カム方式の攪拌駆動部をもつ。ただし、フォトレジスト・シートに関しては、マイクロパターンのアスペクト比および形状に応じて、前述した加圧シャワー方式とカム方式の現像技法を選択する。

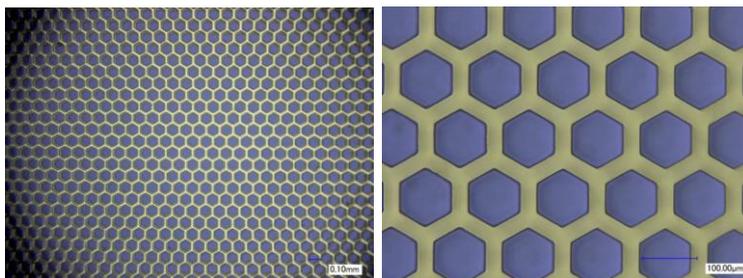
下図上段は、正方形 Air-Grid マイクロメッシュ用の露光・現像済フォトレジスト・シート（厚さ；約76μm）のレーザー・マイクロSCOPEを示す。上段左側が2次元、右側が3次元の拡大撮像である。下段には、このレーザー解析が示されている。PMMA製角柱のサイズは幅；約293μm、隣接角柱間の細孔は幅；約197μm、高さ；約76μmである。従って、Air-Grid マイクロメッシュのAu製部の高さは約60~80μmであるので、Auめっきは可能である。



これらの比較実験から、DFレジストとフォトレジスト・シートの素材に関する主な違いは、露光&現像時間であることが確認された。しかし、マイクロパターン配列の構造に関して、細孔側壁の高質化、フォトレジスト基板からの部分的な剥離などの技術開発が残されている。

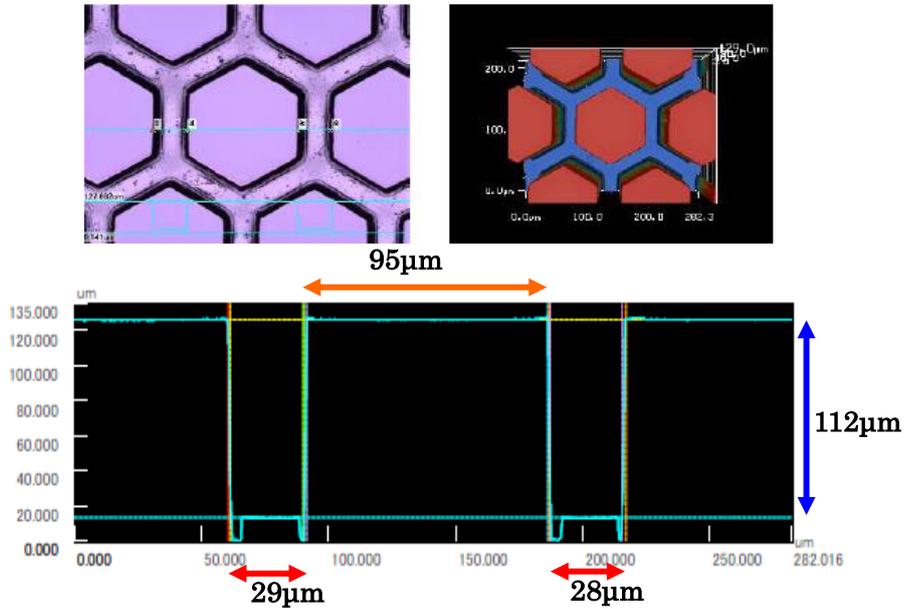
#### 4-1-2. ハニカム状 Air-Grid マイクロメッシュ

矩形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（11、12月実験に使用）を用いて露光実験を行った。下図は、ハニカム状 Air-Grid マイクロメッシュ用の露光・現像済DFレジスト（厚さ；112μm）のレーザー・マイクロSCOPEを示す。

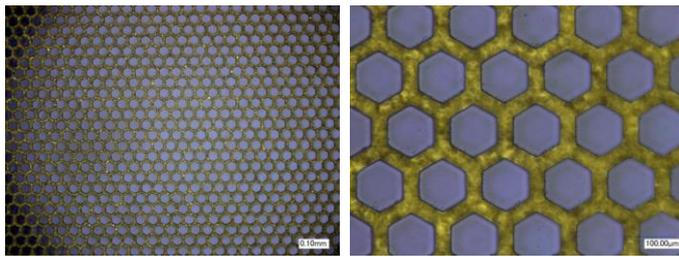


高輝度X線の総露光量は5mAh、現像時間は5minであった。アスペクト比の大きなマイクロ細孔内での現像効率を高めるために、本実験では市販の加圧シャワー方式（0.3MPa）の現像装置を使用した。

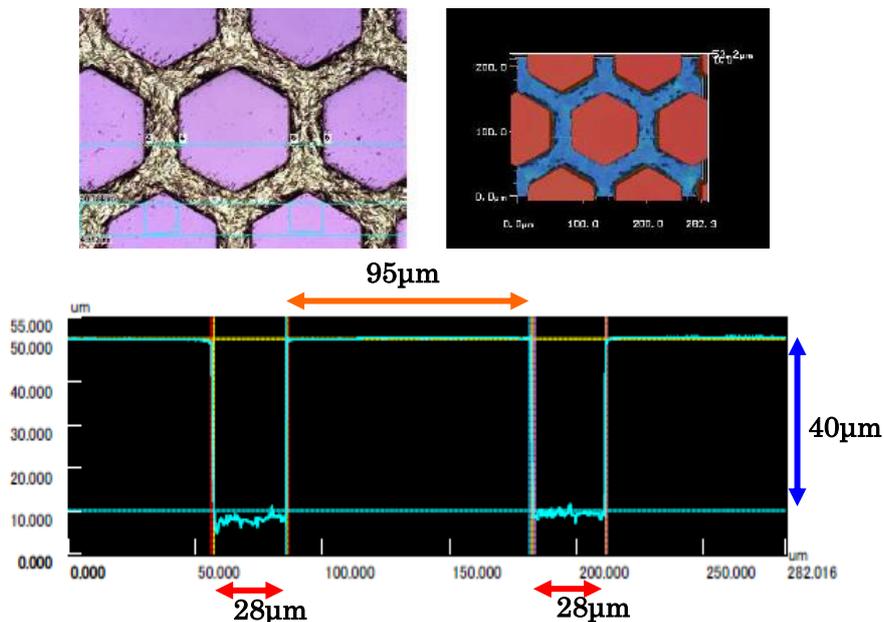
下図は、上図の DF レジストのレーザー・マイクロスコープ（上段）とレーザー解析（下段）を示す。上段の 2、3 次元図では、六角柱間の細孔は、深さは  $112\mu\text{m}$  ではほぼ一様に現像されている。レーザー解析では、六角柱の側壁間距離は約  $95\mu\text{m}$ 、隣接六角柱間の細孔幅は約  $28\mu\text{m}$  であり、UV フォトマスクのマイクロパターン配列は、かなり精度よく転写されている。しかし、細孔底部の両側壁付近（左側壁；約  $4\mu\text{m}$ 、右側壁；約  $1\mu\text{m}$ ）では、反射レーザー光が観測されていない。この事象は、細孔側壁が少し傾斜していることを示唆する。



上図のレーザー顕微鏡による計測結果から、ハニカム状 Air-Grid マイクロメッシュの Au めっきが可能である。この DF レジストに形成されたマイクロ細孔配列の六角柱の側壁間に、Au めっきが行なわれた。左図は、ハニカム状 Air-Grid マイクロメッシュのマイクロスコープ撮像を示す。隣接六角柱間の細孔内の黄色部は Au 製で、六角柱（青色部）は PMMA 製である。このマイクロメッシュの外形サイズは  $50 \times 50\text{mm}$  であり、この領域内にハニカム状マイクロパターンが細密配列されている。



下図・上段は、ハニカム状 Air-Grid マイクロメッシュのレーザー・マイクロスコープ（左側；2次元、右側；3次元）を示す。下段には、レーザー解析が示されている。六角柱の側壁間距離は約  $95\mu\text{m}$ 、隣接六角柱間の細孔幅は約  $28\mu\text{m}$ 、細孔の深さは約  $40\mu\text{m}$  である。



上図の2次元図およびレーザー解析は、Auめっき部が塊形サイズ；約 $1\mu\text{m}$ 以下のマイクログレイン集合体で形成されていること示す。使用したDFレジストの厚さは $112\mu\text{m}$ であるので、細孔内でのAu製部の高さは約 $70\mu\text{m}$ となる。本X線画像診断装置のテスト実験に使用するAir-GridマイクロメッシュのAu製部高さは約 $60\sim 80\mu\text{m}$ である。従って、このハニカム状Air-Gridマイクロメッシュは、各種のテスト実験に極めて有効である。なお、上述した正方形状Air-Gridマイクロメッシュも作製している。

#### 4-2. 角度分散式による露光実験

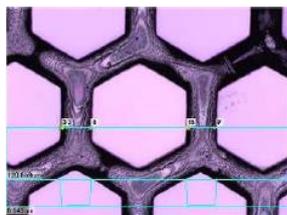
11月、12月のBL09ビームラインで実施した角度分散式の実験では、露光・現像済フォトレジスト（DFレジスト、フォトレジスト・シート）では、ライン状およびハニカム状のマイクロ細孔配列内部に多量の残留PMMA製フォトレジストが観測された。このような事象は、使用した水平方向（電子バンチ軌道面）のビームサイズ（約 $400\mu\text{m}$ ）に起因すると推測した。佐賀LSのBL09のエミッタンスは、垂直方向では $0.17\text{mrad}$ 、水平方向では横 $8.3\text{mrad}$ である。照射X線の輝度は、ビームライン上流に設置されているPb製スリットの開閉状態に影響する。水平方向； $400\mu\text{m}$ のビームサイズの高輝度X線は、本実験で使用するX線フォトマスクには過剰入射と思われる。従って、角度分散式による露光実験では、垂直方向；約 $10\text{mm}$ 、水平方向；約 $250\text{mm}$ のビームサイズが使用された。

本実験用の広バンド状のX線フォトマスクは、直入射式用のハニカム状X線フォトマスク（矩形外形サイズ； $50\times 50\text{mm}$ ）を作製したUVフォトマスクが使用された。外形サイズ（ $100\times 200\text{mm}$ ）の

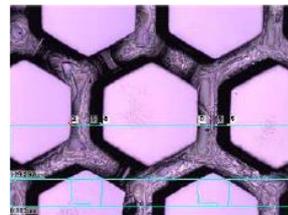
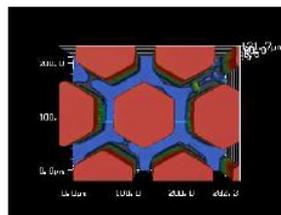


同一DFレジストの3箇所、このUVフォトマスクのマイクロパターン配列が転写された。ただし、各領域間には、 $2\text{mm}$ のスペースを置いている。このスペースは、湾曲状DFレジストでの位置を計測するのに利用する。

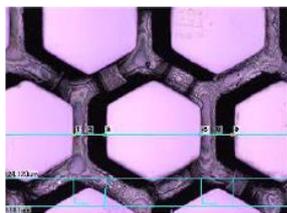
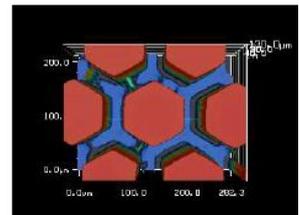
下図は、ハニカム状Air-Gridマイクロメッシュ用の露光・現像済DFレジスト（厚さ； $112\mu\text{m}$ ）のレーザー・マイクロスコープ（左側；2次元、右側；3次元）を示す。高輝度X線の総露光量は $10\text{mAh}$ 、現像時間は $8\text{min}$ であった。アスペクト比の大きなマイクロ細孔内での現像効率を高めるために、市販の加圧シャワー方式（ $0.3\text{MPa}$ ）の現像装置が使用された。実験では水平方向；約 $250\text{mm}$ のビームサイズが使用されたが、入射ビームの中心はDFレジストの片端から約 $50\text{mm}$ の位置になるようにoff-setされた。従って、それぞれの撮像下に示されている表記（中央、低角、中角、高角）は、このoff-set位置からのおおよその角度である。



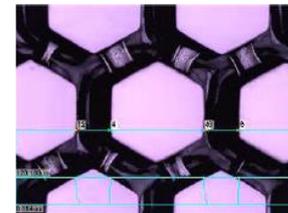
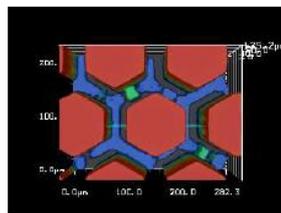
中央



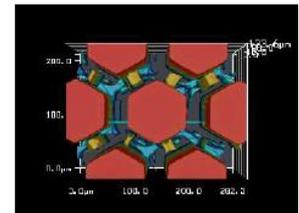
低角



中角

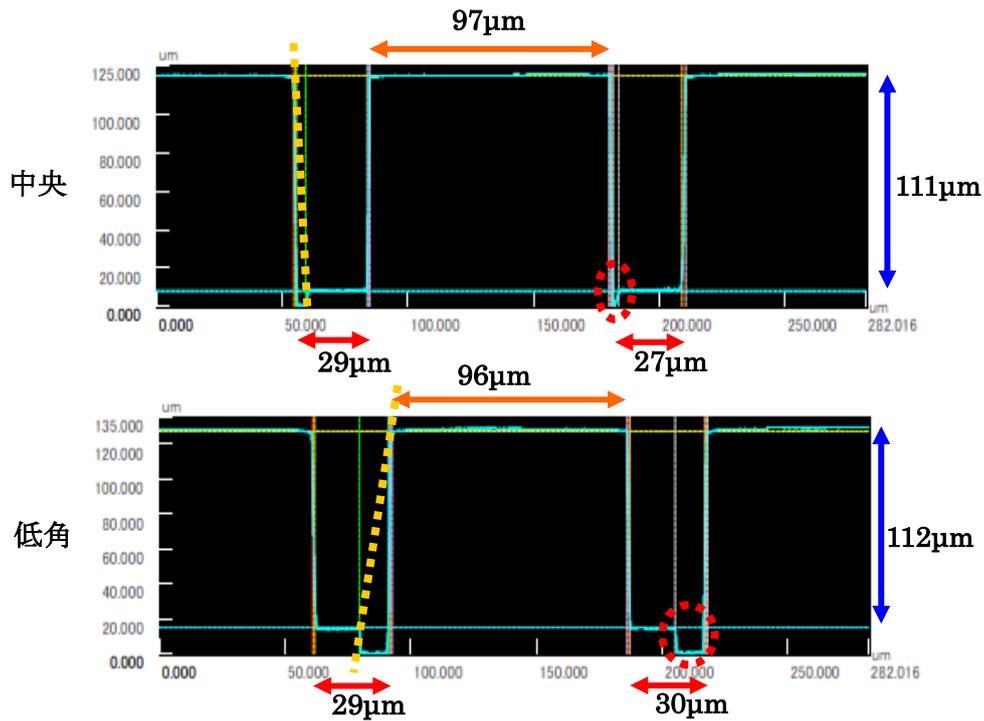


高角

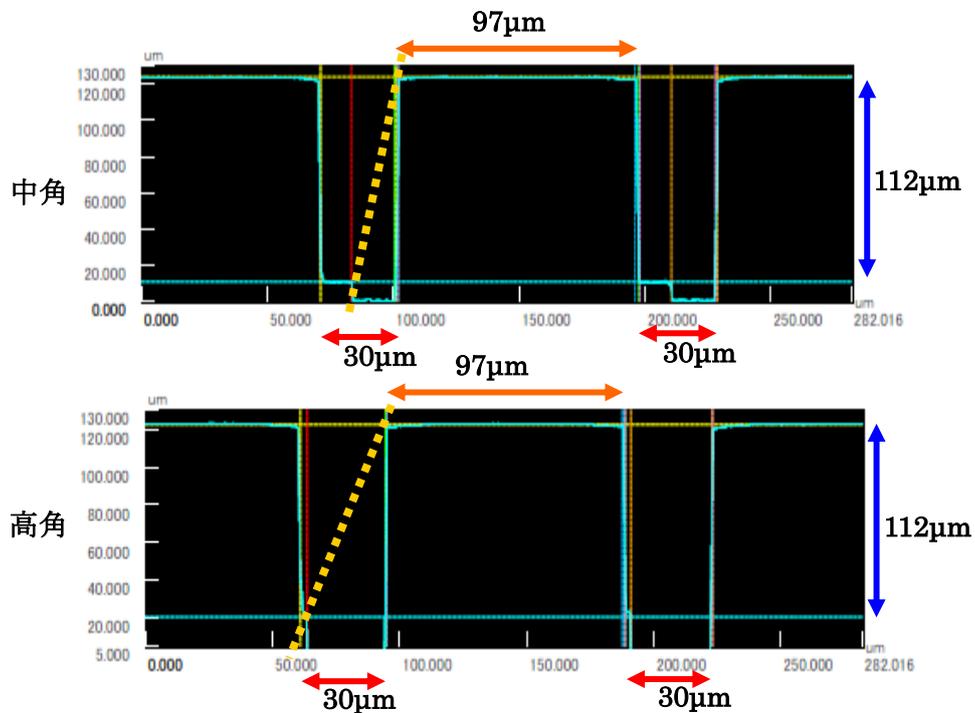


これらのレーザー・マイクロスコープ撮像から、PMMA製六角柱の側壁（2次元図の黒色部）および隣接する六角柱の側壁間にあるマイクロ細孔の幅（2次元図の灰色部、3次元図の青色部）が高輝度X線の入射角度に応じて変化していることが確認される。このような角度依存性を調べるために、それぞれの位置におけるレーザー解析が行なわれた。下図には、上図の中央と低角の位置でのレーザー解析が示されている。使用したDFレジストの厚さは $112\mu\text{m}$ であるので、これらの位置でのハニカム状マイクロ細孔の底部はフォトレジスト基板に達していることを確認できる。また、低角レーザー解析の細孔底部において、赤色点線部で表示された個所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。これは、この細孔の左側壁が傾斜していることを示唆する。この側壁傾斜は、上図の低角における2次元撮像で確認される。上図のレーザー解析図に表示されているに黄色点線は、上図のレーザー・マイクロスコプにおける PMMA 製六角柱の側壁の傾斜を示す。従って、六角柱の側壁は、中央位置では右側に僅かに、低角位置では左側に傾斜している。

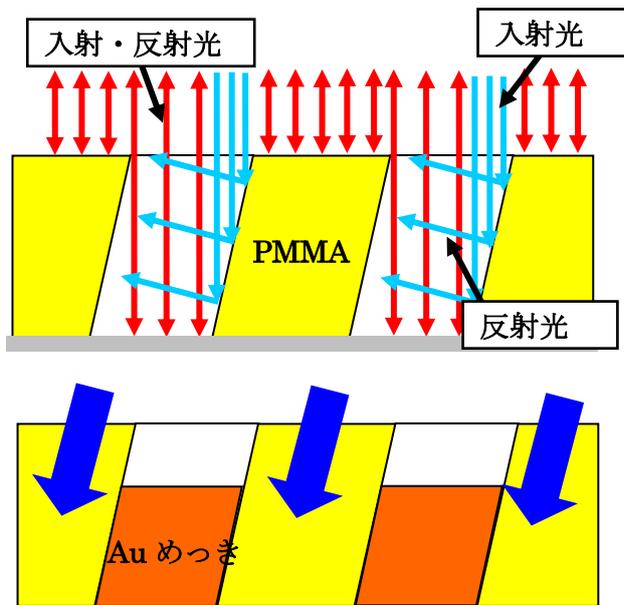


下図には、上図のレーザー・マイクロスコプ撮像の中角と高角の位置でのレーザー解析が示されている。これらの位置でもハニカム状マイクロ細孔の底部はフォトレジスト基板に達している。これらのレーザー解析図に表示されているに黄色点線は、上図のレーザー・マイクロスコプにおける PMMA 製六角柱の側壁の傾斜を示す。従って、六角柱の側壁は、低角から高角にむけて傾斜角度が大きくなっている。



なお、入射ビームの中心は、これらのレーザー解析の中央付近にあることが確認される。現在、角度分散式の露光実験により得られたハニカム状 Air-Grid マイクロメッシュに関して、上記の様なマイクロ細孔側壁の傾斜角度と高輝度X線の入射位置との相関を調べている。この解析後、金めっき工程を実施する。

< 3. 実験内容 > の項で述べたように、角度分散式の露光実験では、DF レジストは Al 製湾曲基板に固定される。従って、この湾曲基板の曲率半径に応じて、X線フォトマスクに描画されたマイクロパターンは、フォトレジストの低角・中角・高角領域では傾斜して転写される。左図・上側



は、湾曲フォトレジストで計測された低角・中角・高角領域でのレーザー解析とマ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、傾斜している PMMA 製の側壁で反射されて、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 Air-Grid マイクロメッシュは、傾斜したマイクロ細孔配列をもつ。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 (青色矢印) が表示されている。

現在、医療用の X 線画像診断装置に使用されているグリッドは、主に鉛薄板 (Pb) とアルミニウム薄板 (Al) の交互積層によるライン状格子で作製されている。この (Pb-Al) 積層格子は、被写体からの 2 次 X 線散乱を抑制するために使用されていて、X 線検出器 (IPD 型、FPD 型) の前にセットされている。従って、(Pb-Al) 積層格子の導入は、X 線検出器の高質画像化に比重が置かれていると思われる。< 2. 背景と目的 > の項で述べたように、本研究では、4 種類 (① X 線源窓、② 被写体直前、③ 被写体直後、④ X 線検出器窓) の医療用 Air-Grid 用マイクロメッシュ (M-AGM) の試作研究を行っている。本研究の Air-Grid 用マイクロメッシュでは、Au 製部と PMMA 製部とでマイクロパターン配列が描画されている。本露光実験では、直入射式では①、④、角度分散式では②、③の (M-AGM) 作製に関する技術開発を行なっている。これらの Air-Grid 用マイクロメッシュに描画されている主なマイクロパターンは、本研究で実施している正形状およびハニカム状のマイクロパターン配列を中心にして技術開発を実施している。特に、④の M-AGM では、2 次 X 線・被写体散乱の抑制と検出効率の増加のために、X 線検出器の光センサー素子配列を考慮する M-AGM 製作の技術開発を行なっている。

照射 X 線の透過を阻止するために、(Pb-Al) 積層格子では Pb (原子番号 ; 82) を使用している。M-AGM では照射 X 線の透過阻止として、Au (原子番号 ; 79) が使用されている。この Au 製部のマイクロパターン配列は LIGA 微細加工で作製されているので、M-AGM の全領域でのマイクロパターン配列は数ミクロンの高精度で作製されている。また、PMMA 製部では、透過 X 線の減衰は 1~2% 程度である。

## 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。BL09 ビームラインでの実験結果から、直入射式では約 100mm、角度分散式では約 250mm の水平方向ビームサイズは有効であることが確認できた。しかし、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 ; 300~400mm のビーム利用が必要である。また、垂直方向にも、フォトレジストの転写領域を拡大したい。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 線スキャナーの改造を検討する。特に、この改造により、3 次元的な Air-Grid マイクロメッシュの試作研究も行う。

## 6. 参考文献 特になし

## 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)