

九州シンクロトロン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：1610089R

B L 番号：BL09

(様式第 5 号)

実施課題名

「九州シンクロトロン光研究センターでの高精度 LIGA プロセスによる
X線格子デバイスの開発 (II)」

Development of X-ray Grating Optical Devices by a high-precision
LIGA process at the Kyushu Synchrotron Light Research Center (II)

日高 昌則¹、三澤 雅樹²、安本 正人³、大石明広¹、常葉信生¹、
坂井遼¹、横尾侑典¹、水上絵梨香¹

1. 技術開発課 田口電機工業
2. 健康工学研究部門 産業技術総合研究所(つくばセンター)
3. 分析計測標準研究部門 産業技術総合研究所(つくばセンター)

Masanori HIDAKA¹, Masaki MISAWA², Masato YASUMOTO³,
Akihiro OISHI¹, Nobuo TOKIWA¹, Ryo SAKAI¹,
Yusuke YOKOO¹, Erika MIZUKAMI¹

1. Technical Development Division, TAGUCHI PLATING INDUSTRY Co.,Ltd.
2. Health Research Institute, ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (AIST).
3. Research Institute for Measurement and Analytical Instrumentation, ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (AIST).

1. 概要

本研究目的は、シンクロトロン光・高輝度 X 線を利用して、位相コントラスト X 線検査システムの技術開発に使用する X 線回折格子 (位相格子および振幅格子) の試作である。これらの X 線回折格子は LIGA 微細加工技法により製作された。本実験では、現有のハニカム型マイクロメッシュおよび本研究で製作された 2 種類の G0 型 X 線回折格子 (G0-7、G0-10) の X 線フォトマスクを使用して、これらのマスク上に描画されたマイクロ構造が高輝度 X 線によりフォトレジストシートに等倍転写された。照射・現像済フォトレジストの転写画像はマイクロスコープ、レーザー顕微鏡、走査電顕により転写画像を解析されて、高輝度 X 線を使用する G0 型 X 線回折格子の試作条件が調べられた。

Phase-contrast X-ray examining devices require to use X-ray diffraction gratings of high-quality, which have micro-structures of line-array and consist of the phase grating and the amplitude one. The microstructures drawn on the X-ray photo-masks, which were the honeycomb-type and the line-type, were equivalently transcribed to the photo-resists by using high-bright X-rays of synchrotron radiations. The transcribed patterns of the micro-structures were analyzed with an ordinary microscope, a laser-microscope and scanning electron microscope. The results gave the experimental conditions to make the X-ray diffraction gratings being G0-type (G0-7 and G0-10).

2. 背景と目的

田口電機工業はこれまで LIGA 微細加工による各種マイクロパーツの試作研究を実施してきたが、九州シンクロtron光研究センター(佐賀LS)・高輝度X線の光特性がマイクロパーツの製作に有効であること明らかにした。本研究課題は、佐賀県の支援による産業技術総合研究所・つくばセンターと田口電機工業との共同研究である。X線画像診断に関連する位相コントラストX線検査システムの技術開発である。BL09 ビームラインでは、UV フォトマスクから作製されるX線フォトマスク上のX線回折格子(位相格子および振幅格子)のマイクロ構造を照射用フォトレジストシートに等倍転写する。照射後、LIGA 処理工程により高質なX線回折格子を試作する。

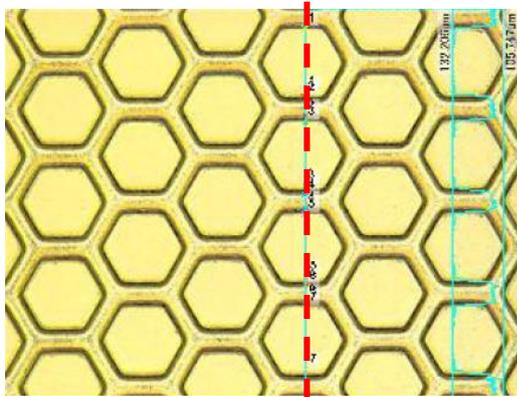
本研究のX線回折格子は、シリコン・ウエハー基板上にAu製ライン状マイクロ構造をもつ。このマイクロ構造仕様は通常のX線発生装置を利用することを前提に作成されているので、将来での実用化検査システムに継承される可能性を持つ。また、BL09 ビームラインの照射実験ポートでは、シンクロtron光X線の水平方向のビーム幅は約400mmである。従って、今研究の実験成果により、より広い面積の高精度・高質なX線回折格子が試作できる。

3. 実験内容(試料、実験方法、解析方法の説明)

本研究で使用するX線フォトマスク(中間フォトマスク)のマイクロ構造に関して、G0-7 μm およびG0-10 μm 格子パターン Au製ライン状線幅およびスリット幅は、それぞれ(7 μm ,7 μm)、(10 μm ,4 μm)である。また、現有UV照射装置の光学的分解能および佐賀LS・BL09ビームラインで放出される高輝度X線のエネルギー分布特性から、ライン状マイクロパターンを描画するAuメッキ高さは数 μm で試作した。本実験で使用するシンクロtron光・高輝度X線の照射条件を調べるために、現有ハニカム型マイクロメッシュのX線フォトマスク(マイクロ細孔にメッキしたAu製の壁幅;25 μm 、ピッチ;120 μm 、高さは約20 μm)を使用して予備的な照射実験を行った。このハニカム型マイクロメッシュのX線フォトマスクは、これまでBL09ビームラインで実施してきた厚さ約80~250 μm のAir・Grid用マイクロメッシュ試作研究に使用してきたものである。本実験では、BL09ビームラインの実験ポートに専用X線チャンバーを仮設して、このチャンバー内に設置されたX線スクャナーの冷却試料ホルダーに照射用フォトレジスト基板を搭載して各種の照射実験を行った。なお、X線フォトマスクに描画されたハニカム型マイクロメッシュおよびライン状パターンを等倍転写した照射済フォトレジストは田口電機工業に輸送してからLIGA処理工程(現像、メッキ etc)を行った。これらの画像解析はマイクロSCOPE、レーザー顕微鏡および走査電顕で行った。

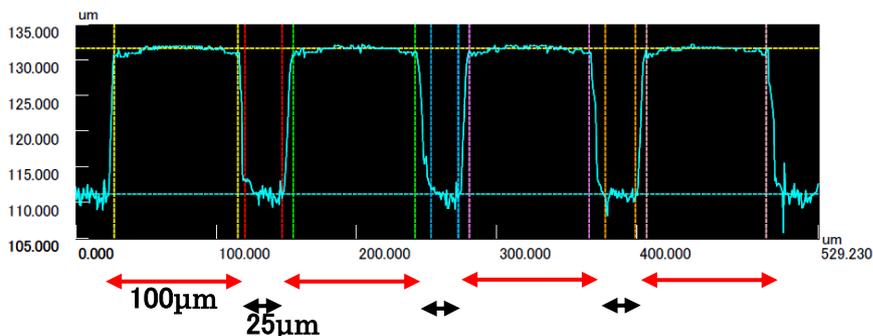
4. 実験結果と考察

通常、電子インジェクション後、加速器リングの蓄積電流値は時間経過と共に逐次減衰する。この影響のために、シンクロtron光から放出される照射X線の輝度も減衰する。従って、この減衰効果を考慮した照射条件を決めるために、先ず、現有のハニカム型マイクロメッシュのX線フォトマスクを使用して、電子インジェクション後の各実験時間における照射条件を調べた。照射済フォトレジストは敏速に現像処理を行い、マイクロSCOPEおよびレーザー顕微鏡によりデータ解析を行った。



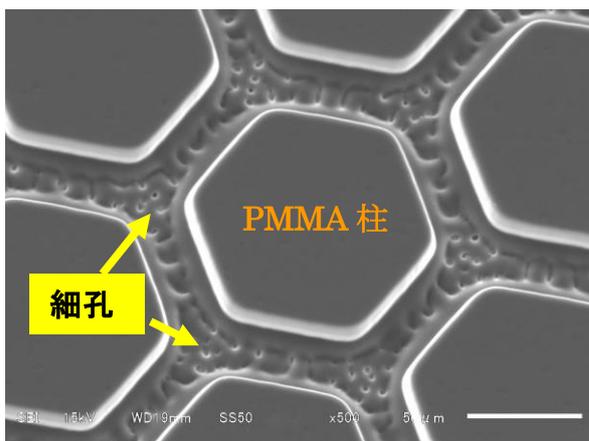
左図には、レーザー顕微鏡で撮影された照射・現像済フォトレジストの転写マイクロメッシュ・ハニカム型マイクロ細孔配列が示されている。この照射時間は20分、75mAhであった。この照射用フォトレジストは厚さ200 μm シリコン製ウエーハ表面(Si-基板)に塗布されているが、このウエーハ表面は、あらかじめスパッター装置によりAuコートされている。この表面Auコートは照射・現像済フォトレジストのAuメッキ処理工程のためである。本研究で試作するX線回折格子はSi-基板に作製されるので、このAuコートされたフォトレジストSi-基板は予備的なAuメッキの試作研究に使用する。

下図は、上図の赤点線領域をレーザーでスキャンした計測結果を示す。このデータ解析により、転写ハニカム型マイクロ細孔幅；約 25 μm 、ピッチ；約 120 μm が確認された。しかし、このフォトレジストの照射前の厚さは約 30 μm であったが、現像後の細孔高さは約 20 μm である。また、レーザー



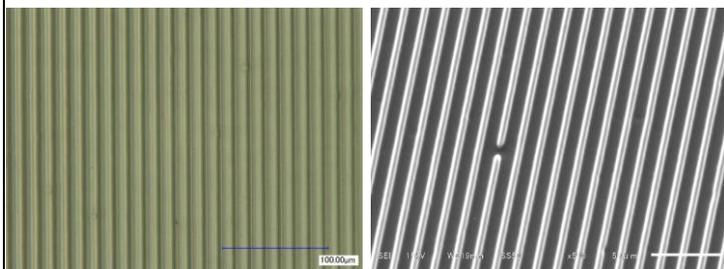
解析図において、細孔壁側と底部および PMMA 柱の上面ではわずかな構造変調が確認された。これらの構造歪は、照射時間や現像時間の延長あるいは現像方法の変更に関する新たな研究課題を与えた。ただし、本実験での照射条件は、これまで BL09 ビームラインで実施してきた同

じハニカム型マイクロメッシュの X 線マスクを使用した Air・Grid 用マイクロメッシュ試作研究に関して、厚さ約 80~250 μm の照射用フォトレジストでは最適な照射条件であった。



この様な構造変調の要因を明らかにするために、前図の照射・現像済フォトレジスト表面にスパッター装置により Au コートを行った。この Au コートフォトレジストの走査電顕撮像 (SEM 画) を左図に示す。ハニカム型マイクロ細孔は鮮明な配列を形成している。しかし、この SEM 画は、フォトレジスト溶剤・PMMA が部分的に細孔底では除去されていないことを示す。従って、この照射・現像済フォトレジスト Si-基板では、ハニカム型マイクロ細孔に Au メッキできないことが明らかになった。少なくとも現像時間 (4 分) の延長または現像方法の変更を示唆した。

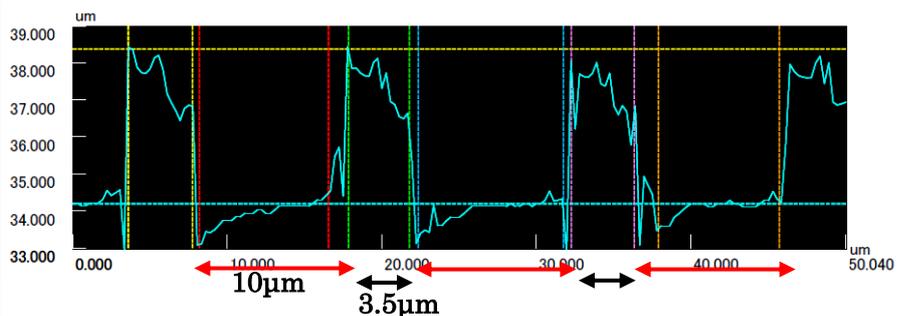
本研究の主目的は、佐賀 L S の高輝度 X 線を使用して X 線画像診断に関連する位相コントラスト X 線検査システムに利用する X 線回折格子 (位相格子および振幅格子) の量産に向けた試作にある。従って、自作した G0-7 μm および G0-10 μm 型 X 線フォトマスクを使用して、照射用フォトレジスト



への等倍転写マイクロ構造を評価するために各種の実験を行った。左図は、G0-7 μm 型 X 線フォトマスクのマイクロパターンを転写した照射・現像済フォトレジストのマイクロSCOPE画 (左側図) と SEM 画 (右側図) を示す。いずれの画像も、鮮明なライン状パターンを示す。この照射・現像済フォトレジストでのライン状マイクロ構造の等倍転写を評価するために、

フォトレジストの特定領域のレーザー解析を行った。

下図は、上図のフォトレジストのレーザー顕微鏡で撮影されたライン状マイクロパターンの横断レーザー解析図を示す。おおよその G0-10 μm 型マイクロ構造の細孔幅とピッチは確認できるが、細孔壁側および PMMA 柱の上面での形状は大きな構造変調を示す。また、このフォトレジストの照射前



厚さは約 37 μm であったが、現像後に細孔高さは約 4 μm である。従って、前述した様に、ハニカム型マイクロメッシュの X 線フォトマスク転写と異なる転写パターンの低質化を誘起する他の要因が推測された。

5. 今後の課題

今回の照射実験において、ハニカム型マイクロメッシュのX線フォトマスクおよび G0-7 μm と G0-10 μm 型X線フォトマスクを使用して行った照射・現像済フォトレジストへの等倍転写マイクロ構造の低質化は、異なる要因が起因しているようであった。例えば、照射前と照射・現像後のフォトレジストのマイクロ細孔の高さは、ハニカム型マイクロメッシュ転写ではそれぞれ約約 30 μm と約 20 μm であり、G0-7 μm と G0-10 μm 型フォトマスク転写ではそれぞれ約 30~40 μm と約 4 μm であった。また、マイクロ細孔壁側および PMMA 柱の上面での形状は、ハニカム型マイクロメッシュ転写ではわずかな構造変調を示したが、G0-7 μm と G0-10 μm 型フォトマスク転写では大きな構造変調を示した。

今後の研究課題として、フォトレジストへの照射条件および現像条件の再検討が求められる。特に、ハニカム型マイクロメッシュ転写では、これまで BL09 ビームラインで実施した厚さ約 80 μm ~250 μm 照射用フォトレジストに対して行った Air・Grid 用マイクロメッシュ試作研究は成功している。従って、本研究で使用する厚さ約 30 μm ~40 μm のフォトレジストに対する現像手法の改良を検討する。一方、本実験で使用した G0 型X線フォトマスクに関しては、このマイクロパターンを描写している Au メッキ部は 4~5 μm の高さで試作した。この高さは、現有 UV 照射装置の光学的分解能および使用する高輝度X線のエネルギー分布特性から理論的に推測された。一方、ハニカム型マイクロメッシュの Au 製高さは約 20 μm であった。従って、今後の技術開発として、G0 型X線フォトマスクの Au 製高さは約 10 μm で試作することを検討する。この要因は、これまで使用した G0 型X線フォトマスクでは、照射高輝度X線が Au メッキ部を一部透過している可能性が推測されるためである。

<期待される主な技術開発>

1. 現有の LIGA 用 UV 照射装置の光学系(集光レンズ&ミラー、熱光線フィルター)の設置
2. G0 型X線フォトマスクの Au メッキ部高さの増加
3. 現像手法の開発

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: 2018 年 8 月)