

(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」

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

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

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 HIDAKA<sup>1</sup>, Masaki MISAWA<sup>2</sup>, Masato YASUMOTO<sup>3</sup>,  
Akihiro OISHI<sup>1</sup>, Nobuo TOKIWA<sup>1</sup>, Ryo SAKAI<sup>1</sup>,  
Yusuke YOKOO<sup>1</sup>, Erika MIZUKAMI<sup>1</sup>

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 線を利用した位相コントラスト 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る。本実験では、アスペクト比の小さい G0 型 X 線フォトマスクを作製して、このマスクのライン状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を行った。照射後、LIGA 処理工程により G0 型 X 線回折格子の試作研究を行った。これらを解析することにより、今後の技術開発の主な指針が明らかになった。

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. Two kinds of X-ray diffraction gratings being G0-type, of which the Au line-width and slit-one were (7.1 $\mu$ m, 7.1 $\mu$ m) and (10.65 $\mu$ m, 3.55 $\mu$ m) respectively, were experimentally made by the high-precision LIGA process, by using synchrotron radiations. The present investigations suggest that there is a possibility to make the X-ray diffraction gratings of G0-type, after the optical components of the used UV-irradiation instrument are exchanged.

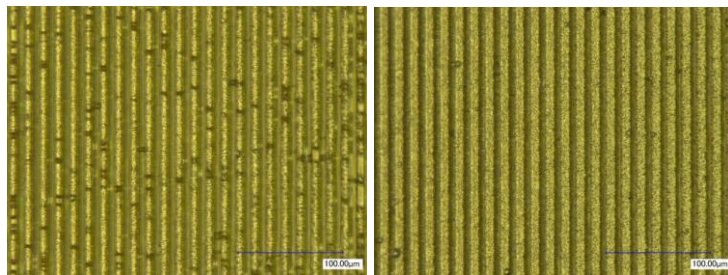
## 2. 背景と目的

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、九州シンクロトン光研究センター(佐賀 L S)・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を明らかにした。本実験課題は、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。この研究は、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 線回折格子を作製する。

本研究で試作する X 線回折格子は、シリコンウエハー基板上に金製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、シンクロトン光 X 線の水平方向のビーム幅は約 400mm である。従って、今回の実験成果により、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)

本研究で試作する X 線回折格子のライン状線幅およびスリット幅は約 1.5~15 $\mu\text{m}$ 、高さは約 1.5~30 $\mu\text{m}$  の領域である。しかし、田口電機工業がこれまで LIGA で作製してきたマイクロ構造は約 20~100 $\mu\text{m}$ 、高さは約 50~300 $\mu\text{m}$  の領域である。従って、本研究の X 線回折格子の仕様に対応するために、先ず本実験ではライン状線幅およびスリット幅は仕様を満たしながら、Au 高さを低くするア



G0-7.1 $\mu\text{m}$

G0-10.65 $\mu\text{m}$

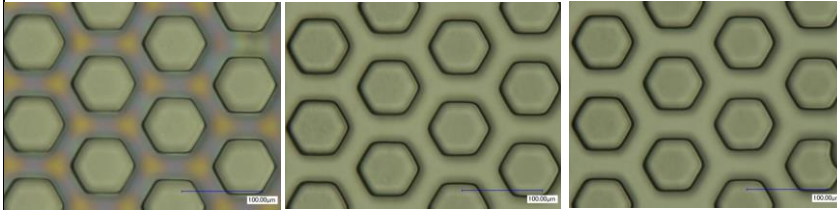
スペクト比の小さい X 線フォトマスクを試作した。左図には、現有 UV 照射装置を使用して製作した 2 種類の X 線フォトマスク(G0)のマイクロスコープ撮像が示されている。Au 製ライン状線幅およびスリット幅は(7.1 $\mu\text{m}$ ,7.1 $\mu\text{m}$ )と(10.65 $\mu\text{m}$ ,3.55 $\mu\text{m}$ )。ただし、UV 照射装置の光学系より、これらの G0-X 線

フォトマスクでのマイクロパターンを形成している Au 高さは数  $\mu\text{m}$  程度にする必要があった。この制限は、主に X 線フォトマスクを作製する現有の UV 照射装置の光学系に起因する。

本照射実験では、BL09 ビームラインの実験ポートに現有の X 線チャンバーおよび X 線スキャナーを仮設した。3 種類のマイクロパターンをもつ試作用の G0-X 線回折格子の有効面積は約 50 x 50mm<sup>2</sup> であるが、照射用フォトレジストを塗布したガラス基板での高輝度 X 線照射による温度分布を均一化するために、水平方向に約 100mm の入射ビームを使用した。本研究で製作した G0-X 線フォトマスクのマイクロ構造特性を評価するために、LIGA で製作したハニカム型マイクロメッシュ用・X 線フォトマスクを使用して、照射実験を行った。これらの照射済フォトレジストの現像および転写画像の解析・評価を行った後、照射用フォトレジスト基板へ G0-X 線フォトマスクのマイクロパターンの転写を行った。ただし、本実験で使用する X 線フォトマスクのパターンを構成している Au の高さは数  $\mu\text{m}$  である。従って、照射用フォトレジストの光損傷を避けるために、照射 X 線の輝度をアルミ製箔や薄板による減衰効果の実験も行った。佐賀 L S での照射実験後、照射済フォトレジストは田口電機工業に輸送してから各種の LIGA 処理工程(現像、めっき、解析)を実施した。

#### 4. 実験結果と考察

BL09 ビームライン・実験ポートに仮設したX線チャンバーおよびX線スキャナーの駆動試験や高輝度X線の光特性を調べるために、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照射実験を行った。このマイクロメッシュのハニカム型マイクロ細孔の Au 製の壁幅； $25\mu\text{m}$ 、間壁； $100\mu\text{m}$ 、高さは約  $20\mu\text{m}$  である。左図の顕微鏡画には、照射・現像済フォトレジストが示されている。このフォトレジストシートの厚さは約  $30\mu\text{m}$  である。ただし、左中図と左右図には、X線フォトマスクの前にアルミ箔 ( $10\mu\text{m}$ 、 $20\mu\text{m}$ ) を設置した。

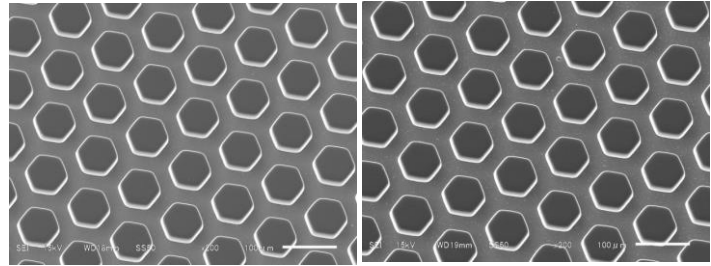


Al 箔 なし

Al 箔  $10\mu\text{m}$

Al 箔  $20\mu\text{m}$

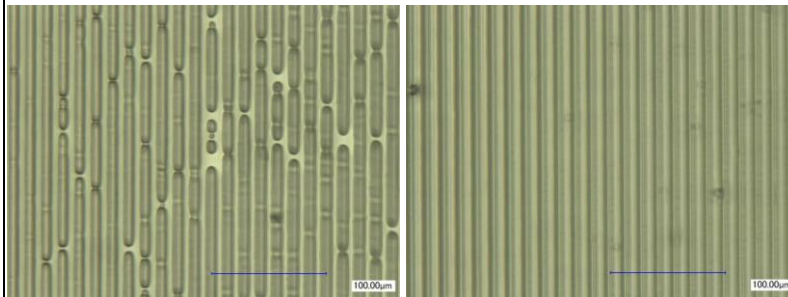
右図には上図の SEM 画像が示されているが、ハニカム型マイクロ細孔の鮮明な2次元配列が確認される。ただし、現像後のフォトレジストシート表面はスパッターにより Au コートが行われている。従って、ハニカム型柱配列は PMMA 製であり、LIGA 処理工程の金属めっきはこれらの PMMA 製柱間の底部に行われる。



Al 箔  $10\mu\text{m}$

Al 箔  $20\mu\text{m}$

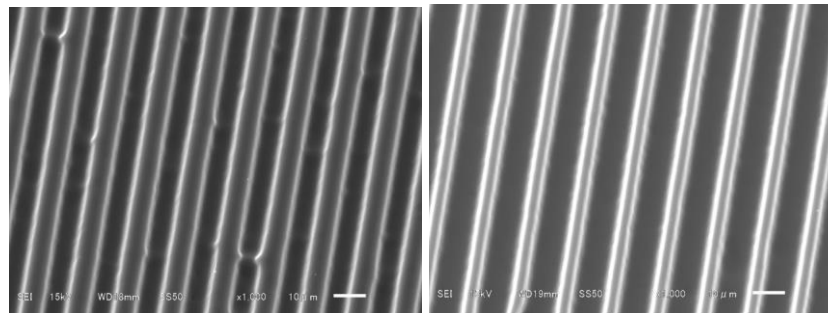
本研究では数種類のライン状X線回折格子を製作するが、本実験では前述した 2 種類の G0-X線フォトマスクを使用して、照射用フォトレジストへの高輝度X線の照射時間および現像条件などの調査を行った。下図には、代表的な照射・現像済フォトレジストのマイクロスコーブ撮像が示されている。G0- $7.1\mu\text{m}$  格子パターンでは、ライン状構造は局所的に切断されている。一方、G0- $10.65\mu\text{m}$  パターンでは、ライン状構造は形成されている。同様な照射実験を行ったが、これらのX線フォトマスク (G0) のマイクロ構造はほぼ転写されていることを確認した。しかし、本実験で得られた G0- $7.1\mu\text{m}$  X線回折格子の転写パターンは鮮明でなかった。この主な要因は作製した G0- $7.1\mu\text{m}$  X線フォトマスクの低質化による。



G0- $7.1\mu\text{m}$

G0- $10.65\mu\text{m}$

本実験で得た照射・現像済フォトレジストのライン状マイクロ構造を解析・評価するために、これらのフォトレジストの SEM 撮像を行った(下図)。ただし、現像後のフォトレジストシート



G0- $7.1\mu\text{m}$

G0- $10.65\mu\text{m}$

表面はスパッターにより Au でコートされている。これらの SEM 画像から、G0- $7.1\mu\text{m}$  格子パターンのマイクロ構造；線幅 ( $7.1\mu\text{m}$ ) & スリット幅 ( $7.1\mu\text{m}$ ) および G0- $10.65\mu\text{m}$  格子パターンのマイクロ構造；線幅 ( $10.65\mu\text{m}$ ) とスリット幅 ( $3.55\mu\text{m}$ ) との周期性はほぼ確認される。

また、本研究で試作するアスペクト比の小さい G0-X線フォトマスクや厚さ約  $1.5\sim 30\mu\text{m}$  領域の照射用フォトレジスト (約  $10\sim 30\mu\text{m}$ ) の光損傷を避けるために、照射X線の輝度をアルミ製箔や薄板による減衰効果の実験も行った。これらの減衰効果の評価に関しては、試作する数種類のX線回折格子のマイクロ構造仕様との相関を調べる今後の研究成果に継続される。

## 5. 今後の課題

田口電機工業でこれまで LIGA 微細加工技法を利用して試作・製造されてきたマイクロ細孔構造の平面的サイズは、約 20~100 $\mu\text{m}$  の領域である。しかし、アスペクト比は小さいけれども、現有の LIGA 関連装置を使用することにより、本研究で要請されている位相コントラスト X 線検査システムに使用する G0-7.1 $\mu\text{m}$ &10.65 $\mu\text{m}$  型 X 線回折格子を製作するための光学的条件が明らかになった。従って、位相コントラスト X 線検査システムの技術開発で要請される各種の X 線回折格子製作に関しては、当面の課題として以下の事項について研究開発を行う。

<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. アスペクト比の大きな X 線フォトマスクの作製
3. 高質な照射用フォトレジストの作製

## 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)