

平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「シンクロトロン光を利用する、ナノテクノロジー・MEMS関連の
部品・金型製造におけるめっき技術の研究開発」

研究開発成果等報告書

平成22年7月

委託者 九州経済産業局
委託先 佐賀県商工会連合会

目 次

第 1 章 研究開発の概要

- 1－1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1－2 研究体制
- 1－3 成果概要
- 1－4 当該研究開発の連絡窓口

第 2 章 本論

- 2－1 研究の目的
- 2－2 研究結果

第 3 章 全体総括

- 3－1 研究成果
- 3－2 今後の課題
- 3－3 事業化への見通し

第 1 章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究の背景・研究目的

情報家電業界のものづくりの中で、製品の信頼性や機能性向上、高密度実装などの目的のために、めっき分野での役割も重要な位置づけとなってきた。

中でも、製品の性能向上のために、単なる防蝕防錆目的のめっきではなく、高機能付与のためのめっき技術は製品の小型化、高密度化などに伴って、膜硬度や、平滑化、耐摩耗性、耐熱性、離型性など、色々な要求をかなえるめっき被膜の形成が求められてきている。

このため本研究開発により、これらの要求の中でも小型化に伴う部品の製造技術である微細加工の分野において、機械加工では製造不可能とも言えるミクロサイズあるいはナノサイズのマイクロパーツを L I G A 微細加工技術 (Lithograph Galvanoformung und Abformung) を元にして、高精密のめっき技術によってマイクロマシンや MEMS に不可欠なマイクロパーツを作り出すことを目的とした。

(2) 研究の目標

現在の所、マイクロマシニング技術は情報家電などの高密度実装に伴い、ますます高精細化、高密度、高度化していく方向にあるが、今の技術では、数ミクロンから数十ミクロンまでの加工技術についてのみ電子接点やセンサーなどで一部実用化されているが、これはあくまでも平面的な二次元の加工技術であり、単純な形状のみに限られているのが現状である。

また、その用途も一部の半導体デバイスやセンサーなどの微少接点などの利用に限定されており、これから近い将来の情報家電業界などにおけるマイクロマシニングや MEMS などの部品製造技術に対しては、更に複雑な形状で、高集積化、高積層化された製品の製造技術が求められる。

今回の研究開発は、このような要求・問題点を解決するために従来の UV 紫外光による微細加工技術を発展させ、更に強度を増した高エネルギーの UV 紫外光や、高エネルギー短波長のシンクロトロン放射光エックス線を利用して、従来のめっき技術をさらに高めて、完成品の高さが今までの数倍から数十倍もの高さを持ち、めっき金属の高硬度、高耐摩耗性、高耐食性、高耐熱性など、従来の加工技術では製造できないような複雑な三次元構造体などのマイクロパーツを製造し、マイクロマシンや MEMS などの部品や金型に応用して、低コストで量産化できる技術開発を目標とした。

(3) 具体的な実施目標

①九州シンクロトロン光研究センターでの照射実験において、ターゲットの角度を変えて、エックス線の照射角度を精密に変更し、三次元立体構造の物を作り上げるための三次元駆動装置内蔵のエックス線スキャナー装置の開発

②マイクロサイズからナノサイズまでのマイクロアレイや接点、スイッチ、ギヤなどのフォトマスク設計・製作

③レジスト膜の厚膜化・平滑化（数十ミクロンから数百ミクロンまで）
目標値 500 ミクロン 平滑度 $\pm 1 \mu\text{m}$

④シンクロトロン光照射実験で、基盤とのシンクロトロン光の反射による拡散劣化、温度劣化などの影響を取り除き、製品が基盤上で平行、かつ垂直、均一な被膜をレジスト上に作り上げられるようにすること。

⑤高輝度UV紫外光照射装置の実験装置の設計・製作

光の拡散を収束し、直線度を向上させ、照射が垂直に、かつ平行に照射させる装置の開発。光の軸がぶれないような機器を開発する必要があり、光の拡散により断面が凸凹の面にならないようにする。

⑥エッチングの手法確立

エッチング液の組成・条件などを確立し、オーバーエッチングによる必要部分の溶解や基盤素地とのエッチング溶液中での剥離などの諸問題点を解決する。

めっき手法の確立と同じであるが、温度、攪拌方法、揺動など色々なファクターが関与するため、その関連を見いだして、最適な条件を設定する必要がある。

⑦めっき技術の手法確立（めっき液の組成・条件など）

めっきに関しての部分は最重要項目で、従来の手法とは全く異なるレベルの高さでめっきをすることになり、非常に厚膜を均一に形成させる必要がある。また、その膜の内部に気泡やピンホールなどが皆無のめっきを形成させることが、製品の信頼性や特性・物性の向上のために不可欠である。

このためには、めっき液の組成条件は、主材料の内容成分の組成比率も重要であるが、添加剤の使用の可否や、可能な場合はその成分の配合比率や条件などを適正に配置する必要がある。

また、めっきの条件としては、液温、電流密度、電圧、攪拌条件、電流波形など様々なファクターが関係するため、その組合せとなる条件の全てを適正に設定する必要がある。

⑧めっきの厚膜化 目標値 500 ミクロン

前項目のめっき条件の解明が重要項目であるが、膜厚は製品の要求度によって

は、更に厚く立体的に行う必要もあり、高さと穴径などの比率がきわめて高い、高アスペクト比の対象物でもめっきが均一に内部欠陥がなく、正確に析出するための条件を明確にする必要がある。

⑨めっき装置の開発 厚膜化、均一化に向けためっき装置の開発

めっき条件が整った後には、今度は量産に向けて、その再現性と、高速化によってコストダウンを諮ることも重要である。そのために、今まで行ってきた実験室レベルから試作段階のプラント施設を設計・製作し、試作品や金型製品の受注を可能にするためのめっき装置を開発する必要がある。

試験装置もナノレベルの精度が必要になるため、精密駆動装置を組み込んだめっき装置が必要となり、高速・高厚膜電鍍めっきが可能な設備を開発する。

⑩めっき完成品の物性向上の目標としては次の通りである

ア めっき精度 要求精度 ± 1 ミクロン目標

イ 硬度測定 目標値 マイクロビッカース硬度 Hv400 以上（焼き入れ硬度以上の硬さ）

ウ 内部応力測定 目標値 応力ゼロ

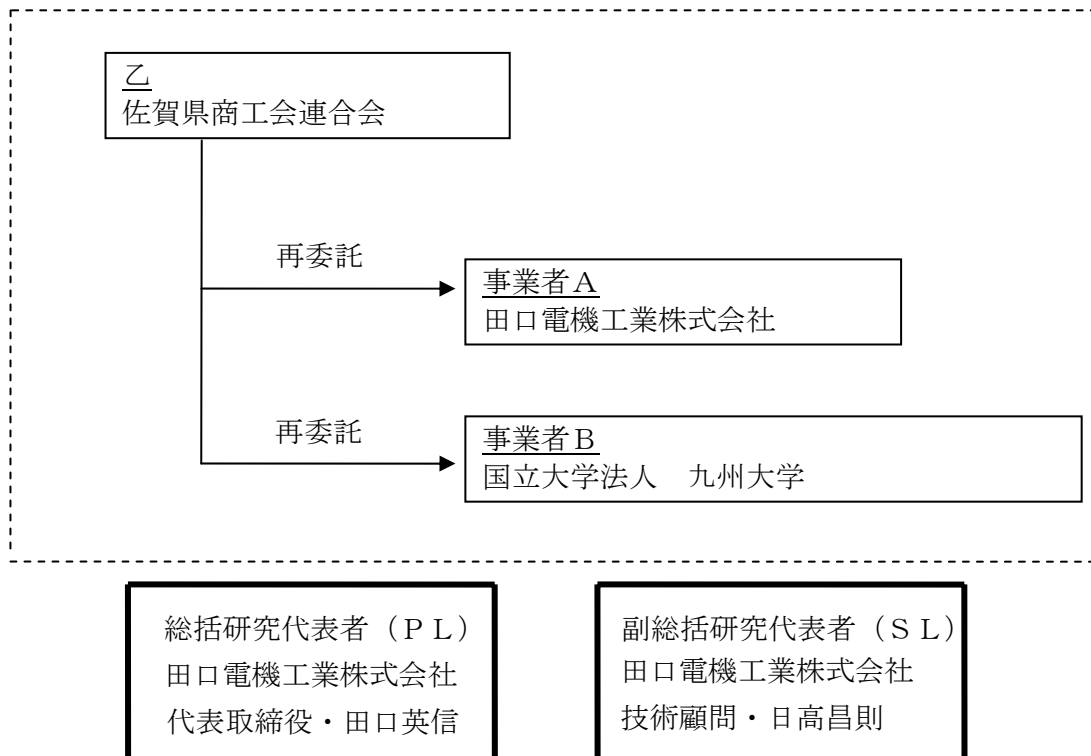
エ 耐食性 試験装置の検討も必要。現在の市販の装置では、測定不可能。

オ 耐摩耗性 目標値 摩擦係数 0.5 以下（硬質クロム 0.5）

1－2 研究体制

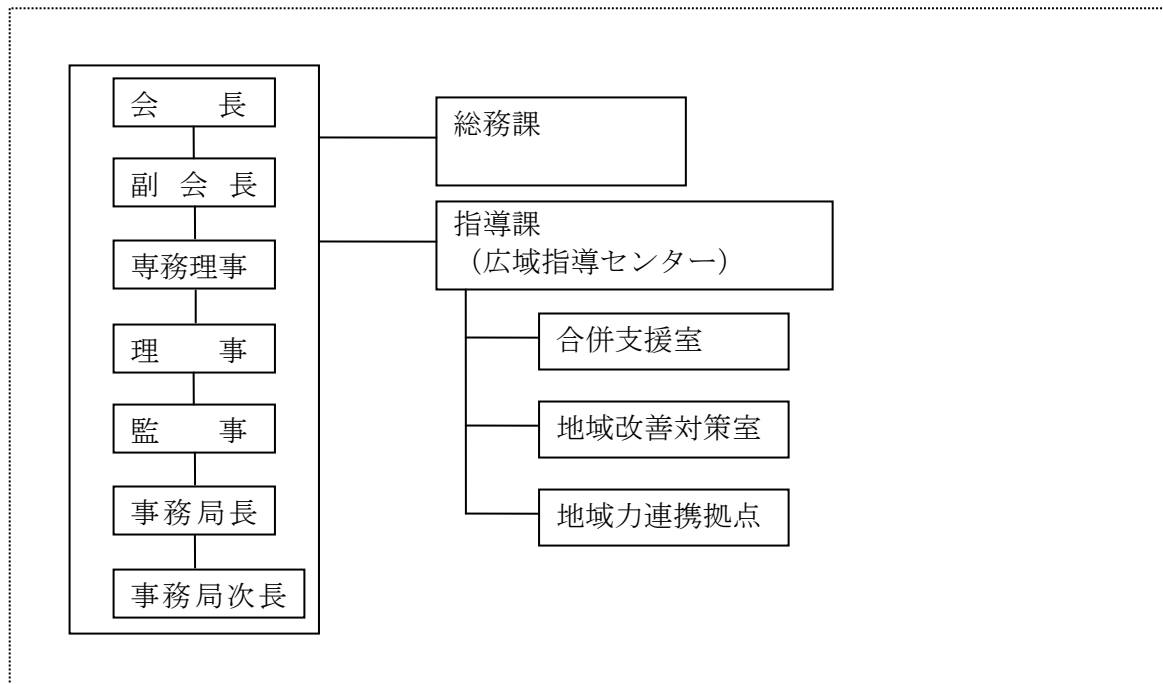
(1) 研究組織及び管理体制

① 研究組織（全体）

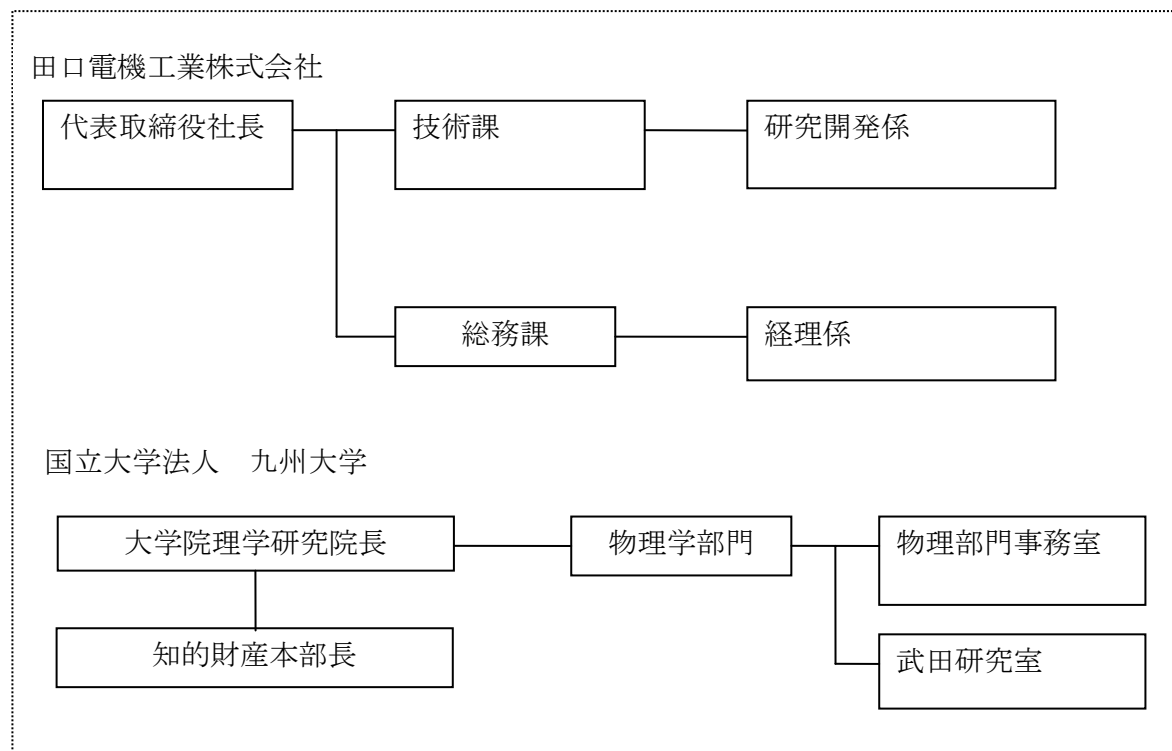


②管理体制

- ・事業管理者 佐賀県商工会連合会



- ・再委託先



(2) 管理員及び研究員

【事業管理者】 佐賀県商工会連合会

①管理員

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
古賀 尚美	総務課 総務課長	⑨
川崎 正	指導課 専門経営指導員	⑨

【再委託先】 田口電機工業株式会社

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
田口 英信	田口電機工業㈱代表取締役兼技術課長	①②③④⑤⑥⑦⑧
日高 昌則	田口電機工業㈱技術顧問	①②③④⑤⑥⑦⑧
常葉 信生	技術課研究開発係 研究員	①②③④⑧
河崎 将市	技術課研究開発係 研究員	③④⑤⑥⑦⑧

【再委託先】 国立大学法人 九州大学

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
武田 信一	九州大学 大学院 理学研究院 物理学部門教授 理学博士	①②③④⑤⑥⑦⑧

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

佐賀県商工会連合会

(経理担当者) 総務課 総務課長	古賀 尚美
(業務管理者) 指導課 指導課長	山口 健

(再委託先)

田口電機工業株式会社

(経理担当者) 総務課 経理係主任	田口 信子
(業務管理者) 代表取締役社長 兼技術課長	田口 英信

国立大学法人 九州大学

(経理担当者) 理学研究院 物理学部門事務室	土嶋 裕美
(業務管理者) 理学研究院 物理学部門 教授	武田 信一

1－3 成果概要

概 要

マイクロパーツ・金型の製造においては高アスペクト比のめっき技術の開発や精密なフォトマスクの製作、エッチングやレジスト塗布工程、高輝度UV照射に至るまで、全ての項目が密接に関連しており、どれが欠けても精密なものづくりが出来ない。

今回の研究開発においては、次項に示す8項目のテーマの内容で進めてきたが、ほぼ全項目で満足のいく結果が得られ、精密なマイクロパーツを試作することが出来た。

しかし、研究を進めていく間に、色々な課題も新たに出てきたため、まだこれからも新たな装置の製作や改良などまだ乗り越えるべき課題を解決していかなければならない。いずれにしても、ようやく事業化に向けての道筋が見えてきたとも言える当研究の試作品をもとにして、国際的なナノテクノロジー関連の技術展示会などへも今後積極的に出展し、ニーズ調査や技術的なパートナー企業などの発掘などを行っていきたい。

研究成果

①三次元照射装置の機器開発

従来作った照射装置は上下駆動のみで二次元的な駆動を元にして照射を行う装置であったが、今回の研究で回転機構を組み込み3次元の精密駆動が出来る装置を組み込んで、より複雑な形状のシンクロトン光照射を行うことが出来た。

ただし、駆動機構が複雑に出来るようになった反面、課題としてフォトマスクを精密に位置決めしないと、照射位置がずれてしまうことが判明し、今後の対策として精密位置決め用のマスクアライナー装置を組み込む必要性が出てきた。

②フォトマスク設計・製作・蒸着の一貫開発

今までポファン加速器研究所を通じて、韓国企業に発注していたフォトマスク製作の工程を内製化するために、CAD設計を自社で100%行えるようにし、マスク製作は佐賀県内協力企業が行い、最終工程の金スパッタによる蒸着も今回の導入したスパッター装置で行えるようになり、フォトマスクの製作は一部地元佐賀県での外注にはなるものの、信頼性の高いマスクの内製化が出来るようになった

③フォトレジスト厚膜化の技術開発

フォトレジストの厚膜化に関しては、従来手動で行っていたレジスト塗布を平面度の向上と自動化を目的に装置の設計製作を行い、市販の安価な遠心分離器を利用して、精密なテーブルや、レジスト自動滴下装置を組み込んだ高精度スピコートターを完成することが出来た。これにより、今までよりも遙かにレジスト膜の厚さも均一になり、精密な厚膜化も容易に行うことが出来るようになった。

④高輝度UV照射装置開発・製作・改良

従来製作していたUV照射装置を改良し、輝度の高い紫外線発生ランプを組み込み、発熱対策や紫外光の直進性能の向上のために高精度のスリットを製作し、反射面にも特殊な鏡面めっきを施した、高輝度UV照射装置を開発した。

⑤エッチング条件の確立

従来手動でビーカーワークにより行っていたエッチング工程も、研究内容がより複雑形状のマイクロパーツに移行するに当たり、ある程度精密な自動化を行う必要性が出てきたため、自動揺動装置を組み込んでオーバーエッチングなどで必要な部分が溶解しないような精密エッチング装置を開発製作した。

⑥めっき中膜厚（50～200 μm ）の組成・条件の確立

⑦めっき厚膜化（200～500 μm ）の組成・条件の確立

めっきの厚膜化に関しては⑥の中厚膜から⑦の高厚膜に至るまで、主要なめっき条件を色々と検討してきた。特に、攪拌効果やプログラブルパルス電源などを利用して、条件を色々と設定改良し、より効果的に平滑度に優れた精密な厚膜めっきパーツを作り上げることが出来るようになった。

めっきに関しては、以前製作した20～50 μm のものよりも倍以上の厚みを持つ100 μm ～300 μm ほどまでのマイクロパーツの試作に成功した。

また、様々な形状のマイクロパーツを、今回導入した電子顕微鏡や蛍光エックス線装置、レーザー顕微鏡などで表面物性を詳細に確認することが出来た。

しかしながら、めっきに関してはまだまだ課題も多く、金型としての必須条件の一つである内部応力フリーのめっき条件の開発や、完成したマイクロパーツの強度測定、耐熱性、耐摩耗性計測、硬度測定などの物性数値計測に関するツールの開発など、今後の研究課題も新たな要求として見えてきた。

⑧九州シンクロトロン光研究センターでの照射実験

シンクロトロン光照射実験は、予定通り平成21年12月に九州シンクロトロン光研究センターにて行った。

照射結果も、後工程のエッチングや電鍍めっき工程などに、今回開発した装置などを利用して、従来よりも良好な結果を得ることが出来た。

1－4 当該研究開発の連絡窓口

（1）事業管理者

佐賀県商工会連合会 〒840-0831 佐賀県佐賀市松原 1-2-35
TEL 0952-26-6101 FAX 0952-24-0929
E-mail : koga@sashoren.or.jp

（2）再委託先

田口電機工業株式会社 〒841-0201 佐賀県三養基郡基山町小倉 399
代表取締役 田口英信 TEL 0942-92-2811 FAX 0942-92-5263
E-mail : hidenobu-t@taguchi-dk.co.jp

国立大学法人九州大学理学研究院 〒812-0053 福岡県福岡市東区箱崎 6-10-1

物理学部門教授 理学博士 武田信一 TEL 092-642-3915 E-mail : takeda@phys.kyushu-u.ac.jp

第2章 本論 研究成果報告

2-1 研究の目的

シンクロトロン光からの高輝度X線や高出力の高圧水銀ランプからの紫外線(UV)を利用する深刻X線リソグラフィーやUVリソグラフィーの技法を応用して、LIGA 処理工程によるマイクロスケールの各種のマイクロパーツおよびマイクロシステム製作に関する技術確立するのが、本開発研究の主目的である。特に、この LIGA マイクロマシニングでは、厚さ 30~500 μm 、サイズ 20 μm ~2 mm程度のマイクロパーツを試作する。LIGA 工程中の電気めっき処理では、マイクロマシン独自のマイクロ電鍍めっき技法を確立する。

また、このマイクロ電鍍めっきでは、各種の金属製マイクロパーツの製作や、完成した金属製マイクロ鋳型のマイクロ細孔にセラミックスや樹脂を注入する成型技術の開発研究も今後行う予定である。

2-1 研究の結果

本開発研究は平成21年12月から平成22年5月にかけて、田口電機工業および九州大学大学院理学研究院で実施した。スピードを要するかなり短期間の技術開発であったが、両研究機関の関係する技術者、研究者の協力で本事業を成功することができた。これらの研究成果の詳細に関しては後述するが、研究の実施内容は次の8項目であった。

- ①三次元照射装置の機器開発（九州大学、田口電機工業）
- ②フォトマスク設計・製作・蒸着の一貫開発
(田口電機工業、九州大学)
- ③フォトリソ厚膜化の技術開発（九州大学、田口電機工業）
- ④高輝度UV照射装置開発・製作・改良（九州大学、田口電機工業）
- ⑤エッチング条件の確立（田口電機工業、一部九州大学）
- ⑥めっき中膜厚（50~200 μm ）の組成・条件の確立
(田口電機工業、九州大学)
- ⑦めっき厚膜化（200~500 μm ）の組成・条件の確立
(田口電機工業、九州大学)
- ⑧九州シンクロトロン光研究センターでの照射実験
(田口電機工業、九州大学)

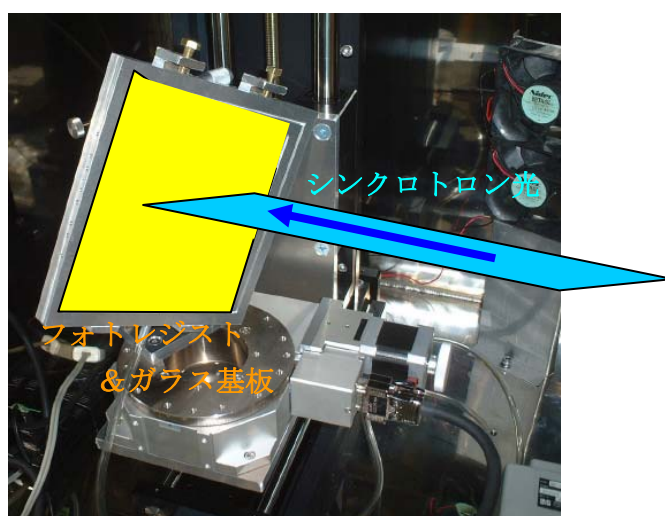
各項目の()中は前機関で主に開発研究を実施したことを示している。本開発研究では一部の作業を九州大学の委託業務としているが、田口電機工業の関係する技術者達も九州大学での各種装置の製作作業に参加して共同で行った。従って、両機関の共同作業は極めてスムーズに展開された。

①三次元照射装置の機器開発

LIGA 工程を利用して製作される金属製マイクロパーツおよび金属製鋳型は、用途に応じて平面的マイクロ構造(二次元)や立体的マイクロ構造(三次元)が要請される。高輝度X線や高出力UVを使用して、X線マスクやUVマスクに描かれている各種のマイクロパターンをフォトリソグレートシートに転写する。通常は、フォトリソグレート・ガラス基板(基板として、シリコン・ウェハーを使用する場合もある)面に対して垂直に照射光を入射する。従って、二次元的なマイクロ構造がレジストに作成される。

この LIGA 工程では、歯車の様な二次元的な面構造をもつマイクロパーツが製作されるのみである。しかし、複雑な形状の三次元的な立体マイクロ構造を製作するには、フォトリソグレートシートへのシンクロtron光・高輝度X線の入射方法を変更する必要がある。このような三次元的な立体マイクロ構造を製作するために、現有のX線チャンバーの設置しているX線スキャナーを改造して、三次元照射装置の機能を持たせる。

現在、このX線スキャナーに装備する試料ホルダー(主に、転写用X線マスクとフォトリソグレート・ガラス基板を搭載)の照射面(X-Z面)に対して、高輝度X線は垂直方向(Y軸)による入射のみである。従って、三次元照射装置を設計するためには、これらのX軸、Z軸駆動に加えて、試料ホルダー(X線マスクとフォトリソグレート・ガラス基板を装備する)を水平面で回転(Θ 軸回転)し、さらに試料ホルダー面内で回転(Φ 軸回転)する機能を持たせる。



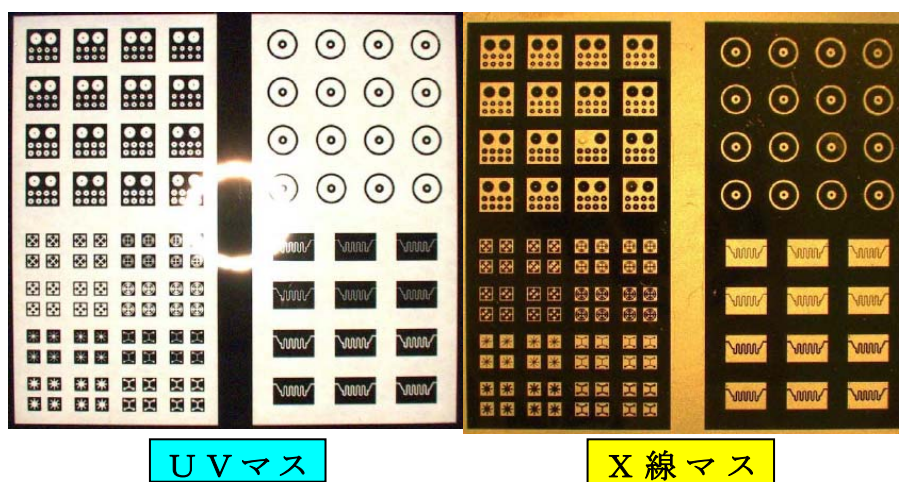
本開発研究では、上左写真の様なX軸、Z軸、 Θ 軸、 Φ 軸駆動をもつ三次元照射装置を製作した。シンクロtron光・高輝度X線の熱エネルギーにより、照射中にX線マスクおよびフォトリソグレートシートは局部的にかなり加熱される。特に、レジスト表面からの放出される遊離分子は、レジストに密着しているX線マスク上のマイクロ構造を汚染する。従って、現在はX線チャンバー内の低圧のHeガスを満たしてレジストの温度上昇を抑制している。しかし、より効率的に熱除去を行うために、レジスト・ガラス基板の背後にペルチエ素子を取り付けた試料ホルダーを製作した。この改造試料ホルダーの温度は、X線チャンバーの外部から自動的制御する。上右写真には、現有のX線チャンバーに設置したX線スキャナー上で、 Θ 軸および Φ 軸回転ステージが試料ホルダーを3次的に回転している様子が示されている。

②フォトマスク設計・製作・蒸着の一貫開発

シンクロtron光からの高輝度X線の照射に対応するX線フォトマスクは半導体回路製造で使用するUV(紫外線)フォトマスクと異なり、特有のマスク製作が必要である。この製作工程は主に以下の項目である。

- (1)UV フォトマスクの製作、
- (2)金属 Au をマスク基板上に蒸着、
- (3)マスク基板上の Au 膜にフォトレジストを塗布、
- (4)UV 照射でフォトレジストに UV マスクパターンを転写、
- (5)照射フォトレジストをエッチング現像、
- (6)非照射フォトレジスト部で形成されるマイクロ細孔に電気 Au めっき、
- (7)非照射フォトレジスト部をエッチング剥離

これらの全ての処理工程に関する技術開発が要請される。以下に、本開発研究で製作した UV フォトマスク(下左図)と X 線マスク(下右図)を示す。

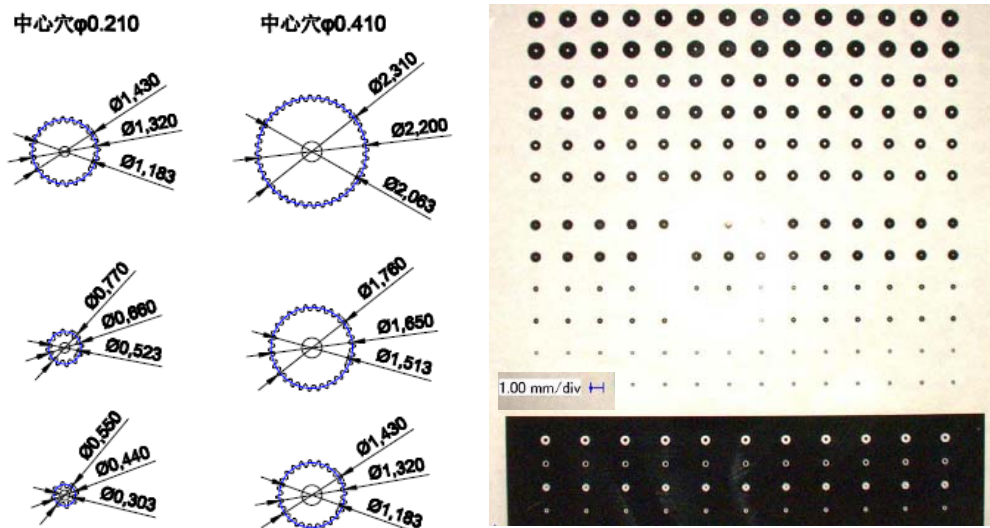


これまでの UV フォトマスクおよびX線マスクの試作実験を基に、各種のマイクロパターンを製作した。

(a) マイクロギヤ

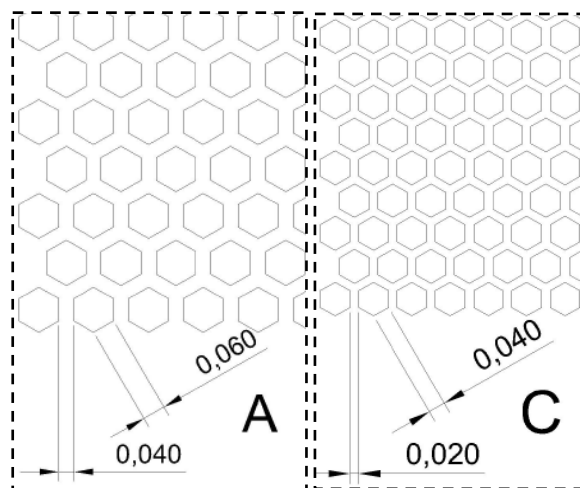
金属製マイクロ歯車の連鎖駆動系を試作するためのマイクロ歯車の製作を行う。この駆動部として、各種の電氣的、磁氣的、機械的なシステムを検討したが、将来において有望視される外部作用として、磁場を利用する駆動システムを選択した。この制御法は、マイクロシステムの外部からの制御が可能である。

歯車の設計には、一般にサイコロイドとインボリュートの2種類があるが、連鎖歯車として前者を選択した。しかし、基板上に数個の歯車主軸を固定する位置を工作する際に生じる位置誤差を考慮して、理想的サイコロイド形状を適当に修正して歯車設計を行う。下左図は連鎖駆動系のマイクロ歯車を表している。歯車の軸径は0.200mmと0.400mmを使用するので、歯車軸穴(中心穴)は0.210mmと0.410mmで設計する。これら3種類の歯車を組み合わせて連鎖駆動歯車系を製作する。



前ページ上右写真は、製作したマイクロ歯車系の UV フォトマスクを示している。それぞれのマイクロパターンは蒸着金属 Cr で描かれている。写真下部の広い面積の金属 Cr 下地部は、マイクロ歯車を軸受けに固定する時の歯車高さ調整用のスペーサ製作用である。従って、LIGA 工程において、この UV フォトマスクでは、上部は電気めっき工程までで金属製マイクロ歯車を、下部は現像エッチング工程までで PMMA 製の歯車用スペーサを製作する。このように、同一 UV フォトマスクの多目的利用が可能である。

(b) マイクロハニカムメッシュ

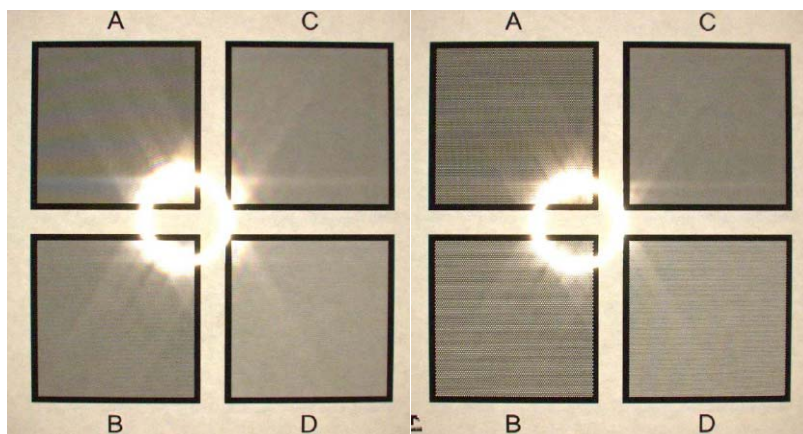


これまでの LIGA 工程の技術開発で、各種のマイクロ構造をもつマイクロパターンの試験製作は成功した。次年度以降の将来の実用化を考慮して、蜂の巣形状のマイクロ構造配列を有するマイクロハニカムメッシュの製作技法の開発を行う。このハニカム構造のサイズは、六角形の細孔辺長 50~200 ミクロンおよびリブ幅 30~80 ミクロンである。本開発研究では、テスト用メッシュ面積として、約 30 x 30mm の 4 種類(A,B,C,D)のパターンを設計する。石英ガラス板上のパターン形成は第一 UV

フォトマスクと同様である。パターン形成の Cr 金属の厚さは約 $100\text{\AA}$ である。左図は A、C のマイクロハニカム構造の設計図を表し、目的に応じてポジ型、ネガ型の UV フォトマスクを製作する。

これらの設計マスクパターンを基に製作されたのが、下左図の UV フォトマスクである。ただし、UV フォトマスク像の中央部には、使用したマイクロスコープのランプ像が写っている。また、下右図では、マイクロ構造は六角辺 100~160 μm 、リブ幅 80~100 μm

のハニカム細孔をもつ。

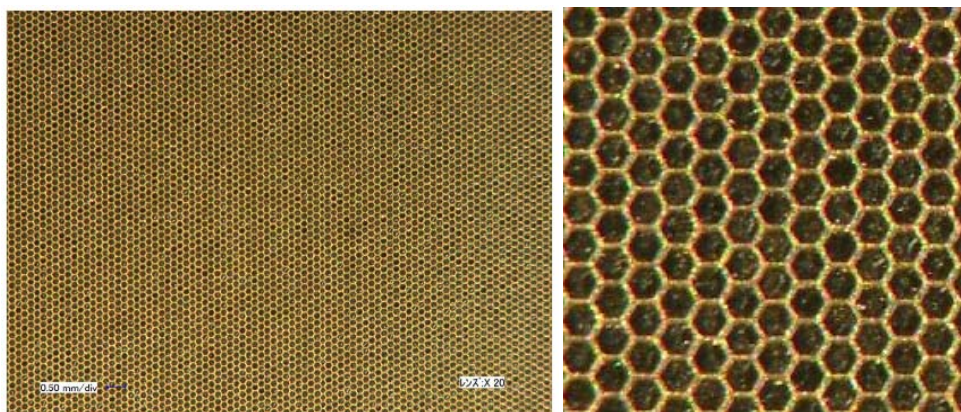


本開発研究では、連鎖歯車系の軸柱配列、斜照射用マイクロパターンなどを持つ UV マスクを製作した。

(2) X線フォトマスクの製作

シンクロトロン光の高輝度X線を利用する LIGA プロセスでは、およそ 0.5~10keV の X線領域の深刻X線リソグラフィーを基礎とする。このために、各種のマイクロ構造をもつUVフォトマスクパターンを専用のX線フォトマスクに転写する必要がある。

X線フォトマスクは市販されていないので、独自のフォトマスク製作技術を開発した。照射高輝度X線を吸収してマイクロパターンを描写する素材として金属 Au を使用する。本開発研究では、X線フォトマスク用の基板上にスパッター装置を用いて厚さ約 100Å の金属 Au を蒸着(これは電気めっき工程での陰電極になる)して、この上にフォトレジストをコートする。その後、このフォトレジストシートに、UV 照射によりUVフォトマスクのマスクパターンを転写して、UVリソグラフィーを利用してX線フォトマスクを製作する。この様な技法で製作したX線フォトマスクの一部を下写真に示す。このX線マスクは、前述したマイクロハニカムメッシュのUVフォトマスクから製作したものである。それぞれ前右写真のUVフォトマスクのC部、およびその一部を拡大したものである。



現在、現有のUV照射装置、Au スパッター装置、電気 Au めっき装置、自作の多目的電

気めっき装置、シンクロtron光の高輝度X線、4軸X線スキャナー装置などを使用して、LIGA マイクマシンニングによるマイクロパーツ、マイクロ金属製鋳型などの製造技法の開発研究が容易になった。

③フォトレジスト厚膜化の技術開発

市販されているフォトレジストの塗布装置は、半導体回路設計で使用されているフォトレジスト塗布用スピンコーターである。このスピンコーターでは、フォトレジスト厚さは約 $10\sim 15\mu\text{m}$ ある。しかし、LIGA 微細加工では、少なくとも $50\sim 200\mu\text{m}$ の厚さが必要である。従って、本研究では、陰電極用の基板上にレジストを塗布する独自の装置を製作した。均一な密度で、表面が平滑な厚膜フォトレジストを製作するためには、専用スピンコーターでは陰電極用ガラス基板の高速で安定した回転、その回転中心へのフォトレジスト溶媒の高精度な滴下などが要請される。これらの機能を考慮して、市販の遠心分離器を改造した。この小型高速遠心分離機を使用して、厚さ約 $30\sim 400\mu\text{m}$ のフォトレジストシートの試験製作を行った。高質なフォトレジストシート作成には、回転速度、回転時間、フォトレジストシート中の溶媒除去などが関係してくるので、各種の試験実験を行った。

特に、レジストシートの均一な密度、表面での平滑さを保つには、自在型スタンドのノズルは高精度で高速回転試料ステージの回転中心上に、一定量のレジスト溶液を滴下することが望まれる。従って、本開発研究で使用する改造速度遠心分離機に、自動滴下システムを装備した。このシステムは、レジスト輸送部のシリンダーを保持する自在型スタンドと、シリンダーの先端部のノズルからのレジスト溶液の滴下量を調整する自動制御する装置・ディスペンサーから構成される。

④高輝度UV照射装置の開発・製作・改良

本開発研究では、深刻X線リソグラフィーを用いた LIGA 微細加工として、シンクロtron光の高輝度X線を使用する。照射高輝度X線により、X線フォトマスク上の各種のマイクロパターンはフォトレジストシートに転写される。一方、このX線フォトマスクのマイクロパターンは、紫外線照射により、UVフォトマスクのマイクロパターンをX線フォトマスクのフォトレジストに転写して製作される。従って、使用する光特性の高質化が要求される。特に、紫外線UVの光輝度、光直線性はマイクロパターン転写で重要である。これらを考慮して、現有UV照射装置から得られるUV光特性の改善を行った。しかし、現有のUV照射装置は高出力水銀灯からのUVを集光させているので、UV輝度が高い。この高輝度集光UVの照射では、X線フォトマスクのフォトレジストでも熱劣化が生じる。特に、水銀灯からの放出される $540\sim 600\text{nm}$ の発光は熱劣化に寄与するので、これらの光を特殊なフィルターで除去した。また、UVによるX線フォトマスク基板の温度上昇を抑制するために、この基板ホルダーにはペルチエ電子素子が搭載されていて、温度を自動制御する。

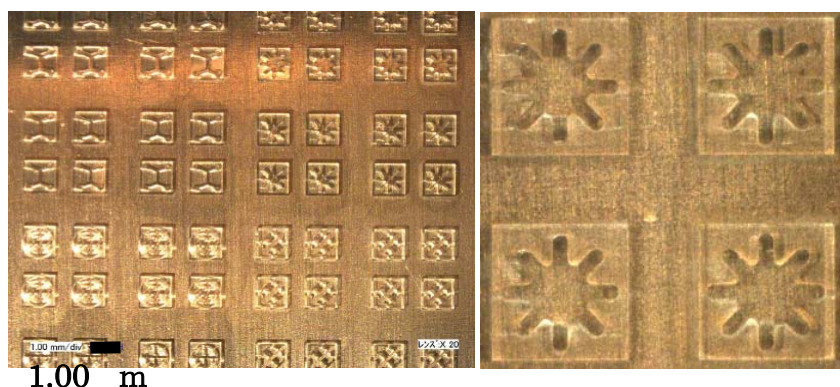
⑤エッチング条件の確立

LIGA 微細加工では、シンクロtron光の高輝度X線照射によりX線フォトマスク上の各種のマイクロパターンを照射用フォトレジストに転写する。金属製のマイクロパーツや

マイクロ鋳型は、主に(現像エッチングー電気めっきー剥離エッチング)工程から製作される。従って、ネガ型フォトレジストでは非照射部の現像除去と電気めっき後の照射レジスト部の剥離によるエッチング処理から製作される(ポジ型フォトレジストではそれらの逆処理となるが、本報告書ではネガ型フォトレジストに限定する)。これらの化学的反応は、フォトレジストと現像液または剥離液との界面で発生する。従って、高質なマイクロ構造を得るには、これらの反応がスムーズに、高性能に起こる必要がある。本開発研究では、将来の実用化を考慮したエッチング装置(現像)の開発、製作を行った。

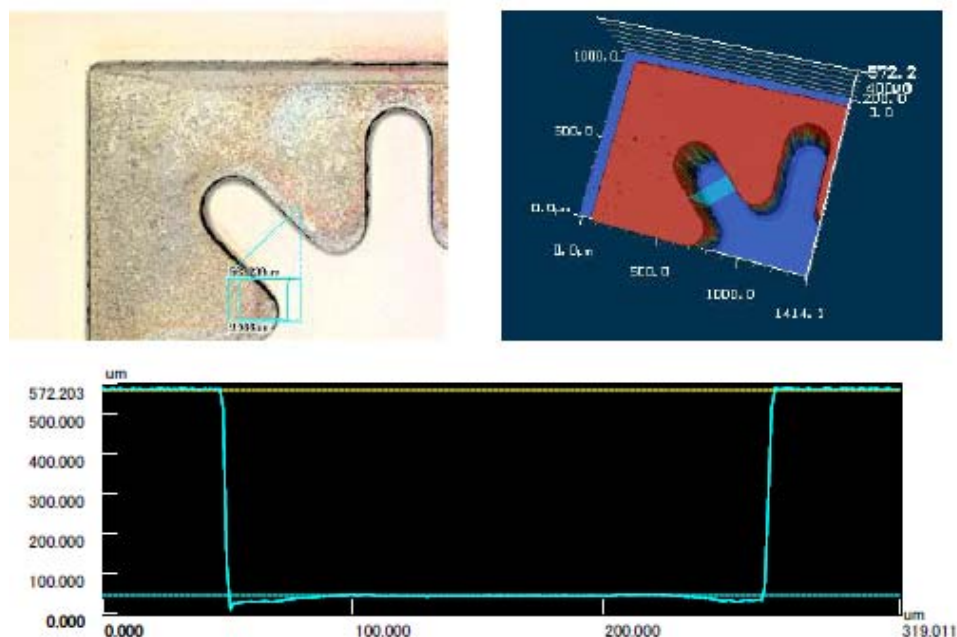
X線フォトマスクのマイクロパターンを高輝度X線照射により転写されたフォトレジストは、光非照射部を現像により除去する。フォトレジストと現像液との界面で生じる化学的反応は、この界面付近の溶液温度および対流に依存する。フォトレジスト厚さに依存して、現像時間は数十分から数時間に渡る。高厚で高質なマイクロパーツを得るには、長時間に渡る現像が必要である。このために、本エッチング現像装置は現像液の化学量、温度および対流を管理する機能を持つ。また、長時間に渡る現像または多回数の現像により、現像液中には多量のフォトレジスト剤が溶解する。これは現像溶液の処理能力を低下させる。従って、この能力低下を自動的にモニターし、洗浄する機能を現像槽に持たせた。マイクロ電気めっきにより、各種のフォトレジスト細孔に金属製マイクロパーツを製作した後、照射フォトレジスト部を除去する(フォトレジスト剥離)。しかし、金属製マイクロパーツを得るには、さらにフォトレジスト・ガラス基板上からこれらの金属製パーツを剥離する必要がある(金属剥離)。従って、両剥離処理を行う新しいエッチング装置(剥離)も開発、製作した。

本開発研究で製作したエッチング(現像、剥離)装置を使用して、LIGA 工程でのエッチング技法の開発を行う。下左写真は、厚さ 0.5mm フォトレジストシートのマイクロパターンの現像結果を示す。各種のポジ型マイクロパーツが基板上に配列している。下右写真は、下左写真の一部を拡大したものである。フォトレジスト基板からフォトレジスト部を剥離することで、各種の PMMA 製マイクロパーツが得られる。マイクロスコープ像から、厚さ 0.5mm フォトレジストから製作されたマイクロ構造は、高輝度X線により高精度にマイクロ彫刻が行われたことを示唆する。この様に、LIGA 微細加工では、多種多様な高質な PMMA 製マイクロパーツが一度に製作できる。



しかし、マイクロスケールのマイクロ構造を高精度に評価するには、通常のマイクロスコープでは限界がある。本開発研究では、高性能のレーザ顕微鏡(キーエンス・V K 9700 型)

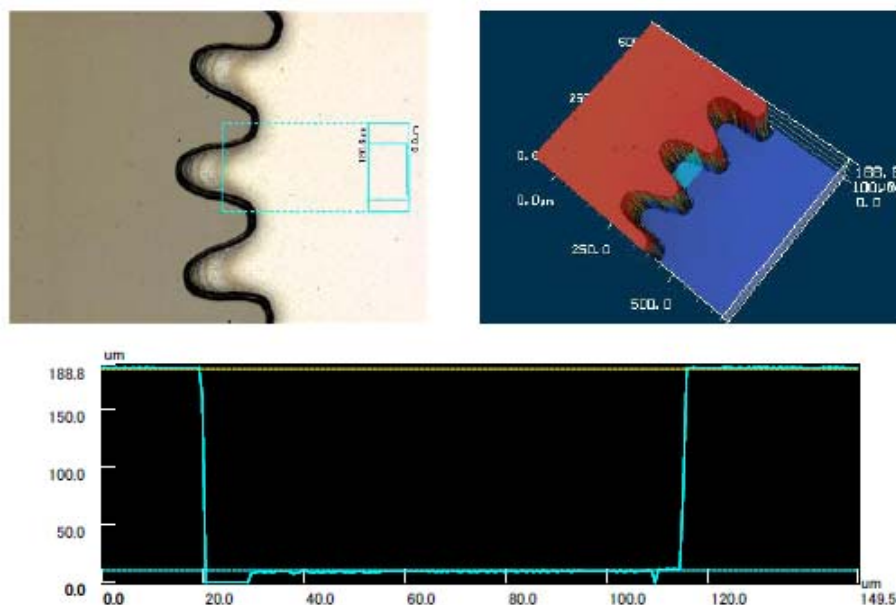
を利用する。この顕微鏡は、主な仕様として、光源・バイオレットレーザ、倍率・200～18000 倍、分解能・1 nm、上下方向のセクション撮像・ $0.01\mu\text{m}$ ステップなどである。前写真の PMMA 製マイクロパーツ配列の一部のマイクロ構造を解析したのが下図である。下上左図は測定したマイクロパーツのマイクロスコープ像である。このレーザ顕微鏡はマイクロスコープ撮影の機能ももつ。下上右図は、 $0.01\mu\text{m}$ ステップで上下方向に撮影された解析像である。この図の青斜線部の断面が下底図に示されている。



従って、PMMA 製マイクロ構造の壁面が高精度に形成されていることが確認される。このマイクロ構造の細孔底は電気めっき用陰電極の下地があるので、細孔両淵ではこの下地と透明な PMMA との光干渉による入射レーザ光の反射乱れが観測される。



上写真は、高輝度光照射後に行った現像によるマイクロ歯車(外径 2.310、1.760、1.430mm)のネガ型フォトリソ細孔である。これらの歯車軸穴(中心穴)は直径 0.410mm 、レジスト厚さは約 $150\mu\text{m}$ である。これらの歯車設計図は②-(a)のマイクロギヤの項で述べている。この写真では、マイクロ歯車のレジスト細孔は立体映像を示すために斜撮されている。なお、写真の黒色背景は、レジストに密着しているマイクロ電気めっき用の陰電極板表面を表す。この様な現像レジストシートが持つ各種のマイクロ細孔にマイクロ電気めっき処理を行う。



上図は、前図の歯車(外径 2.310mm、中央の歯車軸径 0.410mm)のレーザ顕微鏡による撮影、解析結果を示している。従って、フォトレジストの PMMA 製マイクロ構造の壁面が高精度に形成されていることが確認される。このマイクロ構造の細孔両淵ではこの下地と透明な PMMA との光干渉による入射レーザ光の反射乱れが観測される。

⑥めっき中膜厚 (50～200 μm) の組成・条件の確立

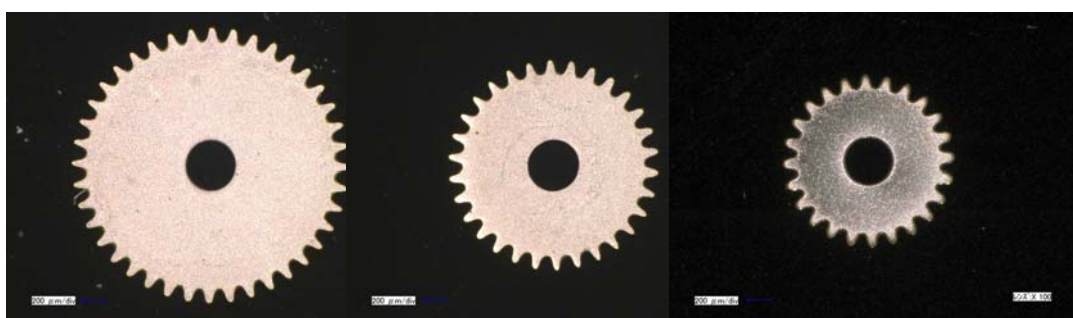
半導体回路設計に使用されているフォトレジストシートの厚さは約 10 μm 程度であるが、LIGA 微細加工には厚さ 50～200 μm のレジストシートが必要とされる。このような中膜厚レジストを用いる LIGA 工程では、さらに特有の電気めっき技法の開発が要請される。従って、高質なマイクロ構造を形成するために、電気めっきに使用する印加出力形態(直流・交流電源、出力パターン時間依存、印加電流波形)の調査が必要である。しかし、これらの出力は極めて微弱電力(約 1V、5～50mA)で、長時間(数日間にわたる場合がある)での作業になる。従って、電気めっき時には、フォトレジスト側の陰電極界面で生じる水の電気分解により生じる水素ガスによる気泡を素早く飛散させ、めっき中に気泡による欠陥などを取り込まないようにすることが重要である。このため、揺動型攪拌や超音波洗浄器などの振動攪拌やバイブレーター振動による攪拌などの効果を系統的に調査する機能的電気めっき槽を開発、製作した。電気めっきにより高質な金属性マイクロパーツを製作するために、電気めっきの動作条件をしらべるための2種類の電気めっき槽を設計、製作する。これらの槽は、印加電力として、DC電源とパルス電源を使用するものである。両電源は同じ電気めっき槽を利用できるが、各種の動作条件は大きく異なるので、別々の電気めっき槽で試験実験を行う。

これまで、主にDC電源を用いる電気めっきの技術開発を行ってきた。金属マイクロパーツの表面には、めっき生成の時に水の電気分解により生じる水素ガスによる気泡が付着するケースがある。バイブレーターによりフォトレジスト・ガラス基板が設置されている陰電極に振動を与えて、水素気泡の除去を行う。

しかし、金属マイクロパーツには、マイクロ構造の特有の箇所に極めて小さなマイクロ気

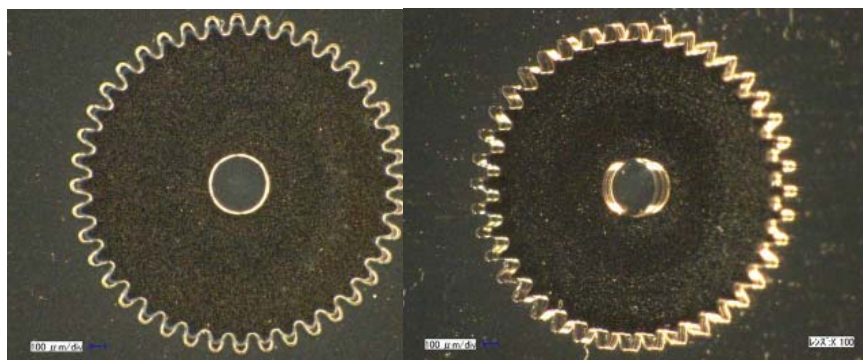
泡が形成される。原因は明らかでないが、このマイクロ気泡はマイクロ構造の鋭利な先端部分に集中する。各種の電気めっき条件を変更しながら、これらのマイクロ気泡の除去を行っている。

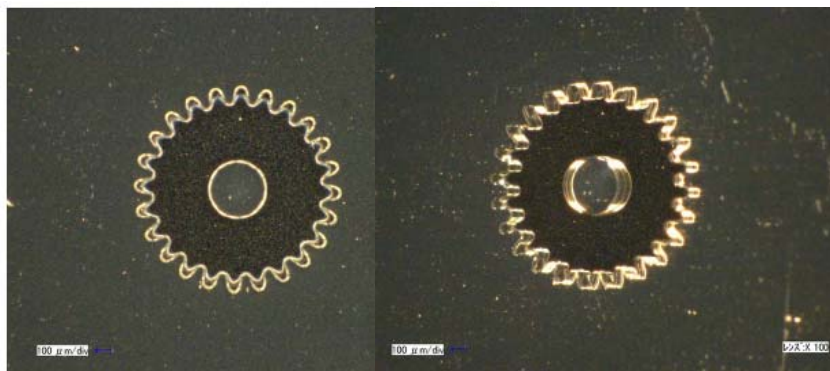
下写真は、⑤項で述べたマイクロ歯車のネガ型フォトレジスト細孔に、電気めっき処理により製作された Ni 金属製のマイクロ歯車を示す。現在、これらのマイクロ歯車の硬質化を研究している。特に、ネガ型フォトレジスト細孔中では、電気めっき金属イオン群の核形成・成長過程がこの細孔底面である陰電極表層部のミクロ結晶構造の特性に大きく影響されることが明らかになった。この現象は細孔中の電気めっき金属部の硬質化、高質化に重要な要素なので、シンクロトロン光・高輝度 X 線回折、X 線吸収端スペクトル解析により調査中である。



⑦めっき厚膜化（200～500 μm ）の組成・条件の確立

LIGA工程で製作されるマイクロ構造(金属製マイクロパーツ、金属製マイクロ鋳型)では、200～500 μm 厚膜のマイクロ製品が要望されるケースがある。このためには、使用するフォトレジストシートの厚膜化、金属製マイクロパーツの硬質化に対する技術開発が必要である。下写真は厚さ500 μm のネガ型フォトレジストのマイクロ歯車細孔を示している。上段、下段のマイクロ歯車細孔はそれぞれ外径2.310mm、1.760mmであり、それぞれマイクロ스코プで真上方向(左写真)および斜方向(右写真)に撮影されている。





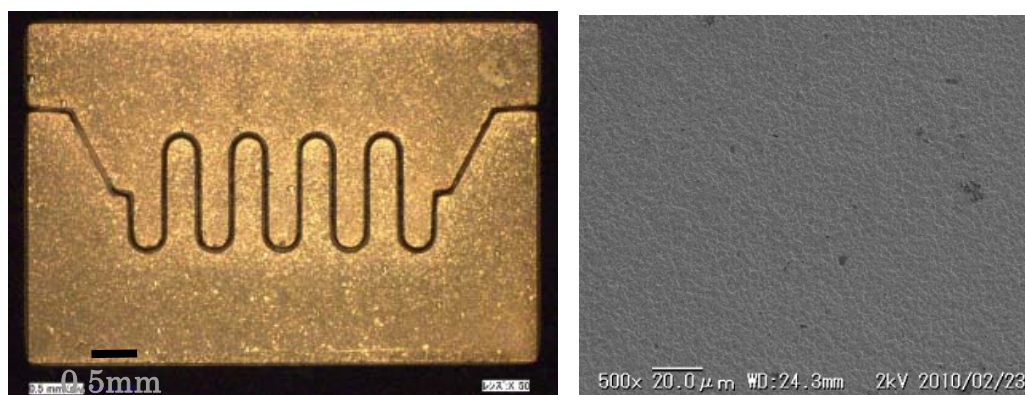
厚膜フォトレジストが形成するマイクロ細孔中への電気めっきは、金属製マイクロパーツでは数時間～数十時間、金属製マイクロ鋳型では1～3週間に渡る。従って、これらの長期間に渡って安定な電気めっき処理を可能にする電気めっき装置を購入して、本開発研究に適合するようにこの装置を改造した。現在、この改造電気めっき装置を使用して、厚膜フォトレジスト細孔に対する電気めっき条件の確立を行っている。しかし、200～500 μm 厚の金属製マイクロパーツやマイクロ金属鋳型の製作では、LIGA工程の各工程での技術開発のみでなく、これら金属製品素材の硬質化の開発研究が求められる。一般に、電気めっきでは金属表面での金属コートを行う際には強度はあまり問題でなく、下地表面での酸化腐食の抑制、めっき層の美観、めっき層の厚さに依存する彩色発光などが重要視される。一方、金属製のマイクロパーツ、マイクロ鋳型では、強度評価が極めて重要である。LIGA工程では、光照射レジスト部から形成されるマイクロ細孔に、電気めっき処理により金属原子(厳密には金属イオン)を注入・積層させる。これらの細孔内の注入金属は特定の結晶構造面を優先的に成長させる。この優先的配向はマイクロパーツの強度を大きく弱めるので、熱処理により成長・積層に関与する結晶構造面を再配列する必要がある。これはマイクロ金属のマイクロ多結晶化、多結晶化に伴うマイクログレインの核形成・成長を誘起して、硬質化が生じる。現在、シンクロトロン光の高輝度X線を使用して、このような熱処理効果とマイクロ構造特性との相関を調べている。

⑧九州シンクロトロン光研究センターでの照射実験

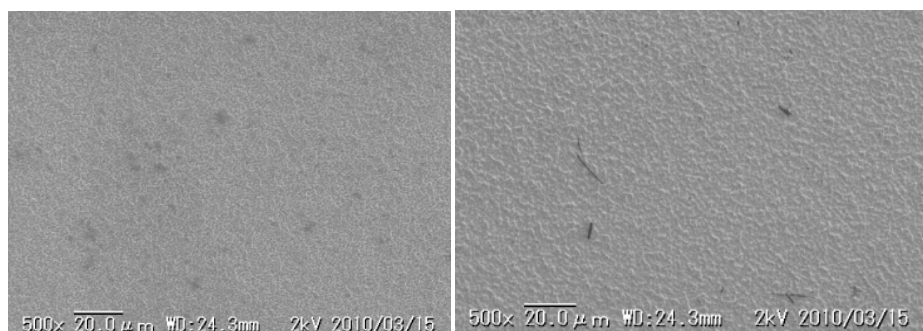
本開発研究では、深刻X線リソグラフィーによるLIGA微細加工で、九州シンクロトロン光研究センター(通称、佐賀SL施設)のシンクロトロン光・高輝度X線をフォトレジストシートに照射して各種のマクロパターンを試作する。しかし、佐賀SL施設は、平成22年の1月～3月まで、施設メンテナンスと施設機器改良のため休止した。従って、この期間の高輝度X線による照射実験は、韓国のポファン工科大学・ポハン加速器研究所(PAL)のシンクロトロン施設(PLS)で実験を行った。本開発研究では、X線マスクの製作実験、高中厚のレジスト照射実験とエッチング処理、金属マイクロパーツのマイクロ構造評価を行った。

LIGA工程で製作された金属マイクロパーツおよび金属マイクロ鋳型の素材の強度は実用化にとって重要である。現在は、Ni電気めっきを使用しているので、金属Ni製マイクロパーツの硬質化の技術開発が必要である。これまでに、厚さ約100～170 μm のフォトレジストを使用して各種の金属製マイクロパーツを製作したが、これらの熱処理効果による硬

質化の技術開発を行ってきた。下左写真は、この金属製マイクロパーツの熱処理前に撮影されたマイクロ스코プ映像を示す。また、このマイクロパーツの局所部の走査電顕撮像を下右写真に示している。



簡易電気炉を使用してこのマイクロパーツを約400℃で3時間加熱後、間接冷却と直接冷却との2方法で熱処理を行なった。間接冷却と直接冷却との2方法で熱処理を行なった後に撮影された走査電顕像を下写真に示す。この左写真が間接冷却、右写真が直接冷却である。これらの映像から、間接冷却と直接冷却との熱処理効果は観察される。しかし、これらの金属製マイクロパーツのミクロな結晶構造の相違は評価できない。



LIGA工程で製作された金属マイクロパーツおよび金属マイクロ鋳型の素材の強度は、これらのマイクロパーツを形成している金属の構成原子配列の長距離秩序状態にも依存する。また、エッチング現像処理で形成される照射フォトレジスト部のマイクロ細孔内でのこれら原子配列の成長過程も素材強度に大きく関与する。これらの構造要因をしらべるために、シンクロトロン光の高輝度X線を使用する高分解能X線回折実験を行った。本開発研究では、金属Ni製マイクロパーツの熱処理効果を調べるために、熱処理を行っていないマイクロパーツ、現有の電気炉で約400℃で3時間加熱後、間接冷却したマイクロパーツ、および直接冷却したマイクロパーツとのミクロ結晶構造を比較した。特に、フォトレジスト・ガラス基板に接触して面とレジスト表面の構造特性を調べた。これらの結果から、熱処理を行っていないマイクロパーツは表面と底面とでは、ネガ型フォトレジストのマイクロ細孔内での微結晶の成長に大きな相違があり、間接冷却が極めて有効であることが明らかになった。従って、金属製マイクロパーツの局所的構造および微結晶構造の研

究は、LIGAマイクロパーツの製作技法の開発研究に大きく貢献する。これらの実験結果は現在も解析中である。

第3章 全体総括

3-1 研究成果

前述の成果報告にもあるとおり、今までの研究で、機器の導入などにより、マイクロパーツの製作を正確に、かつ安定的に行い、得られたマイクロパーツも、ほぼ目的通りのものを作り上げることが出来、十分な結果を得ることができました。

また、分析機器の導入などにより、スピーディーにマイクロパーツの表面物性や金属内部の物性・構造解析を行うことができました。

特に、製造技術の重要な部分である、フォトリソの設計・製作・蒸着からレジスト塗布の自動化、シンクロトロン光照射実験、めっきの厚膜化、表面解析などほぼ全ての項目で、概ね目標を達成できたと考えています。

個別にみればまだ課題はあるものの、マイクロマシン・MEMSなどの部品の製造や金型の製造技術として、シンクロトロン光を利用するLIGA微細加工技術の基礎的なナノテクノロジーの研究開発は十分な成果を得られました。

3-2 今後の課題

今回の研究で3次元駆動を行い、多重露光を行うことを考えていましたが、フォトリソの位置決めの問題が出て、マスクがずれてしまうことが判明しました。マスクがずれてしまうと、シンクロトロン光の照射位置がずれてしまい、目的とする構造体を作ることが出来ません。これを解消するためには、精密な位置決め用のマスクアライナー装置が必要となります。

また、マイクロハニカムメッシュなどは半導体の回路形成やフィルムプリント基板などの回路印刷に利用されており、厚膜化することで、耐久性を向上させ、材料の消耗も少なくできることから、非常に期待をされています。

この用途におけるメッシュサイズは10インチから25インチほどもあり、今まで行ってきたエックス線照射装置や現像エッチング、レジスト装置、めっき装置なども、そのままでは流用できない大きさです。

従いまして、ユーザーニーズにこたえるべく、これまで当研究で作り上げてきた、これらの装置の機構を組み込んで製作を行い、試作品開発を行っていきます。

また、めっきに関しては、厚膜化に際しては、めっき面の平滑化や内部応力フリー、製品強度の数値化など、物性面での確認事項がまだ多く残っています。

これは平成22年2月に出席した、国際ナノテクノロジー総合展において、様々な企業や大学、研究者のニーズ調査の際に、製品評価の一つとして、引っ張り、圧縮などの強度測定が数値化できないか、との問い合わせを多数受けておりますが、このようなマイクロパーツの微小部分の計測が出来る装置は現存しないため、計測の装置の

開発、測定方法・手段を今後検討していく必要があります。

また、この展示会におけるユーザーニーズとして、耐熱性や耐摩耗性の点で、金属よりも遙かに強度が高いセラミックスでの製作が出来ないかとの問い合わせも受けており、当初の計画で、将来的に鋳型としてセラミックスや樹脂の鋳型鋳造を行い、安価なマイクロパーツの量産を考えていくつもりでありましたが、この要求は、鋳型鋳造技術の開発を早期に行う必要性があり、重要課題として取り上げていきます。

この鋳型鋳造成形では、セラミックス粉体のナノ微粉化の技術に始まり、粉体の注入機構や焼結機構など、マイクロパーツに対して有効な方法を見いだす必要があります。そのために、佐賀県有田地区の地場企業数社と技術的な検討を始めており、今後の機器開発にはセラミックス関連の装置メーカー数社と検討中で、技術開発と同時に、注入装置や成形装置、焼結装置などの開発を九州地区内において確立していきたいと考えています。

3－3 事業化への見通し

ナノテク関連の国際展示会などへの出展を足がかりにして、川下企業ニーズを多く拾い出すことを今後も継続して行っていき、事業展開は幅広く、業種も色々な業種に対し、当技術をPRしていきたいと考えています。

このようなニーズ調査により、川下企業はもとより、技術や販売で提携できるようなパートナーを探すことも重要であると考えています。

すでに、ナノテクの展示会において、シンクロトン光を利用して製作する当研究のマイクロパーツ・金型の試作の問い合わせも受けており、前項の課題をクリアする目的も重要ですが、平行して事業化のための試作品受注から製品化までのスケジュールを達成できるように努力していきたいと考えています。

また、関連するニーズの一つには、医療関連機器の要求があると考えられ、現在までに地元佐賀大学医学部などの医療機関にコンタクトを取っており、様々な角度から本研究のマイクロパーツやマイクロマシンなどの部品製作や機構部品製作の可能性をさぐり、医療用マイクロマシニングへの可能性にも取り組んでいるところです。

ナノテクノロジーの市場規模は、半導体をはじめ情報機器、自動車、医療機器や製薬、エネルギー関連、食品バイオ関連、宇宙航空関連、海洋関連など、ほぼ全てのものづくりの場面で需要が生まれることは間違いなく、その総額は世界市場で100兆円にも及び、日本市場だけでも10兆円を超える市場が生まれるとの予測を経済研究所が立てています。この市場に対し、平成27年度に1億円、そして平成30年度には売上高3億円を目指して展開していきます。

この目標を達成するためにも、色々な今後の課題を一つずつ解決し、部品製造のみならず、マイクロパーツの安価な量産に向けて、当研究を進めていき、将来的には世界市場へ向けて日本初のマイクロマシンのメーカーになるという夢の実現に向けて努力していきたいと考えています。

「この報告書には、委託業務の成果として、産業財産権等の対象となる技術情報（未出願又は未公開の産業財産権等又は未公開論文）、ノウハウ等の秘匿情報が含まれるので、通例の取り扱いにおいて非公開とする。ただし、行政機関の保有する情報の公開に関する法律（平成11年法律第42号）に基づく情報開示請求の対象の文書となります。」