

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 18 日現在

機関番号：32657

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26390040

研究課題名(和文)小径円筒面への光リソグラフィを応用した医用・バイオ用マイクロ部品製作技術の研究

研究課題名(英文) Research on technology for fabricating medical and biochemical micro-parts using optical lithography onto cylindrical surfaces of small-diameter pipes

研究代表者

堀内 敏行 (HORIUCHI, Toshiyuki)

東京電機大学・工学部・教授

研究者番号：00297582

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：小径のステンレス管をリソグラフィとエッチングの組み合わせにより微細加工し、医用・バイオ用のマイクロ部品を製作する技術を開発した。リソグラフィとは感光性樹脂(レジスト)を塗布して所定の形状に光を当て、現像して感光部または未感光部に相当するレジストの模様(パターン)を形成する技術である。また、エッチングはレジストパターンがない部分の金属を薬液で溶かして加工する技術である。直径2mmおよび100 μ mのステンレス管を用い、閉塞寸前の血管を内側から補助する医用部品、バイオ流体内の物質や細胞をふるい分ける多孔管・網目管等を高精度に製作する新技術、歯科用等高速スピンドル空気軸受溝の観察技術を開発した。

研究成果の概要(英文)：New technologies for fabricating micro-parts used in medical and biochemical fields were developed by combining lithography onto stainless steel pipes with small diameters and etching. The lithography is a technology for printing fine patterns by exposing to light and developing sensitized parts of a resist film. The etching is a technology for dissolving parts of materials without covered by the resist patterns. After coating stainless-steel pipes with diameters of 2 mm and 100 μ m, fine patterns were printed or delineated on the resist film, and the pipes were etched by using the resist patterns as etching masks. As a result, fine micro-parts imitating medical stents used for reinforcing half damaged blood vessels, fine pipes with multi-holes or multi-slits for the use of filtering or selection of bio-materials were fabricated. Technology for non-destructively inspecting air-bearing grooves fabricated on inner surfaces of pipes aiming dental high-speed spindles was also developed.

研究分野：光リソグラフィ

キーワード：光リソグラフィ 同期走査回転投影露光 レーザ走査露光 ステンレス管 ウェットエッチング マイクロ部品 ステント マルチスリット管

1. 研究開始当初の背景

リソグラフィは感光性樹脂膜を所望の形状に感光させ、現像を経て微細パターンを得る技術である。半導体集積回路の極微細パターン形成の中心技術として活用されているが、各種のMEMS (Micro Electro Mechanical Systems)やその構成部品の製作技術としても重要である。MEMS への新たな適用対象として、平面基板以外の被加工物へのリソグラフィが求められている。

研究代表者は平成 17~18 年度に、テーマ「軸対称回転体の側表面上への光リソグラフィ技術に関する研究」で科学研究費 基盤研究(C)の交付を受け、直径 100 μm ~数 mm の円柱、円筒、円錐試料の表面にパターン形成する技術を研究した。そして、パターン寸法と被加工試料の寸法に応じてレーザ走査露光とランプ投影露光の双方を試み、ライン&スペースパターンや螺旋パターンなどが形成できることを示した。

また、その後、受託研究 2 件に対し、レーザ走査露光装置とランプ投影露光装置の設計製作技術を技術移転した。また、螺旋パターンをマスキング材として、銅パイプをエッチングしてマイクロコイルスプリングを製作する技術、ステンレス鋼線に螺旋パターンを形成してスペース部にニッケルめっきを施し、ステンレス鋼線を引き抜いてマイクロコイルスプリングを製作する技術を検討した。そして、これらの技術を基として、受託研究先のメーカから集積回路検査装置用プローブピンに内蔵するマイクロコイルスプリングが発売されるに至った。

その後、独自に研究を進め、レーザ走査露光で形成したレジストパターンをマスキング材とした電解エッチングを用い、より高精度に外径 100 μm 、肉厚 20 μm のステンレス管を微細加工する技術を開発した。また、レーザ走査露光は一筆書き描画のため、露光に時間がかかることから、平面レチクル上の原画パターンを外径 2mm のステンレス管にランプ光源により回転走査投影露光する方法を開発した。

2. 研究の目的

前項の背景に鑑み、本研究では、外径 100 μm のステンレス微細管表面へのレーザ走査リソグラフィおよび外径 2mm の小径ステンレス管表面への紫外可視ランプ光源を用いた走査投影露光リソグラフィにより形成したレジストパターンをマスキング材として薄肉管をエッチングし、医用・バイオ用のマイクロ部品を製作することを目的とした。

微細血管用のステント(閉塞寸前の血管を内側から補助し詰まらないようにする医用部品)、注射器に接続してバイオ流体内の物質や細胞をふるい分ける多孔管・網目管、歯科治療用高速スピンドルなどの内面溝型空気軸受の開発と内面に形成したパターンの検査技術の開発、などを目指した。

3. 研究の方法

(1) 高精度円筒面走査投影露光装置を開発した。外径2mmの円筒試料外面に線幅25~200 μm の任意パターンを、平面レチクルを原画として走査投影露光する装置を自作開発した。平面レチクルを直線走査するのに同期させて円筒試料を1回転させ、平面レチクル上のパターンを円筒試料の表面に塗布したレジストに転写できるようにした。

(2) 外径2mm、内径1.9mmのSUS304ステンレス管にレジストを塗布してステントを模した伸縮可能な網目形状を有するパターンを転写した。そして、そのレジストパターンをマスキング材としてステンレス管を化学エッチングすることにより擬似ステント部品を製作した。

(3) 外径100 μm 、内径60 μm のSUS304ステンレス管にレジストを塗布して波長408nmのバイオレットレーザによりスリットパターンを多数配列して描画し、現像後のレジストパターンをマスキング材としてステンレス管を電解エッチングすることによりスリット状の小穴を多数開けた多孔管の開発を行った。

(4) 外径3mm、内径2mmの銅管の内壁にレジストを塗布し、(1)項とは別のレーザ走査内面露光装置によりヘリングボーン状の空気軸受溝パターンを描画した。続いてレジスト開口部の管内面を化学エッチングし、歯科機器用高速スピンドルなどへの適用を目指して空気軸受を製作した。性能を担保する技術として、露光光学系を利用して管内面に形成したレジストパターンやエッチング後のパターンをビデオ撮影して記録し、欠陥やパターンの良否を検討するシステムを開発した。

4. 研究成果

(1) 高精度円筒面走査投影露光装置の製作

平面レチクルのパターンを外径 2mm の小径管外面に、紫外・可視ランプ光源を用いて投影露光する装置を製作した。図 1 に製作した露光装置の構成を示す。レチクルを直線移動自動 y ステージにより等速移動させる間に試料管回転自動 θ ステージにより試料管を 1 回転させて露光するようにした。試料管側には焦点合わせおよび倍率調整のための Z ステージ、露光位置を試料の稜線上に微調整するための XY ステージ、試料を一回転したときにレチクルパターンが試料の軸方向に位置ずれなく精確に接続されるように、レチクル移動と垂直の方向に試料の軸方向を微調整するための方位微調ステージを設けた。これらはレチクルを固定すれば、以後動かす必要がないため、手動ステージとした。また、試

料管回転自動 θ ステージの回転軸と試料の軸を厳密に合わせるための、2軸偏心微調ステージ(手動)を取り付けた。このステージは、露光時に試料管と一緒に回転させた。軸が合致しているかどうかを露光前に確認するため、軸の位置をXY方向からレーザ変位計により確認した。

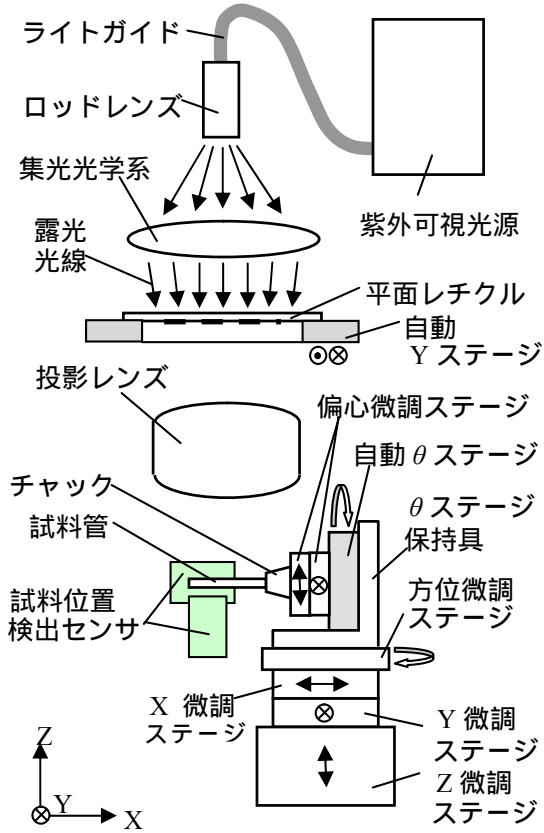


図1 製作した円筒面走査投影露光装置の構成

図2に製作した露光装置の外観を示す。大a)- ϕ きさは、正面幅約600mm、奥行約450mm、高さ約935mmである。光源は超高圧水銀ランプ(インフリッジ工業、UVB-300、中心波長:365nm)、投影レンズはカメラレンズ(シグマ50mm F2.8 EX DG MACRO)である。投影倍率は約1.0、開口数は0.09とした。

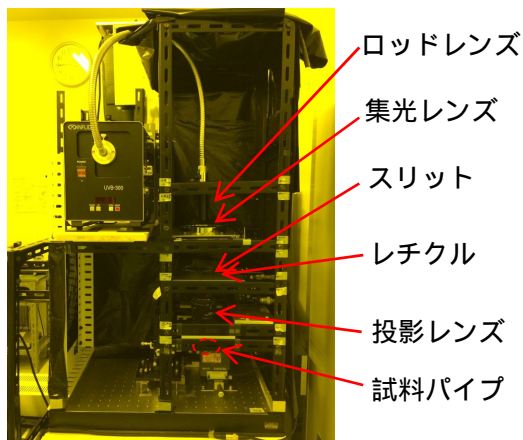


図2 製作した円筒面走査投影露光装置の外観

装置性能を確かめるため、ネガ型レジスト PMER N-CA3000 PM(東京応化工業)を10 μ m厚に塗布し、偏心量測定、偏心補正、露光、現像を行ってテストパターンを形成した。レチクルに30 μ mL&Sを傾けて使用し、螺旋パターンを形成した。1回転したときのつなぎ目が出ないようにレチクルの角度を調整した結果、図3、図4に示すように30 μ mL&Sをほぼ均一な線幅で滑らかに接続した螺旋パターンを形成することができた。

管をエッチングする際、アンダーカットが

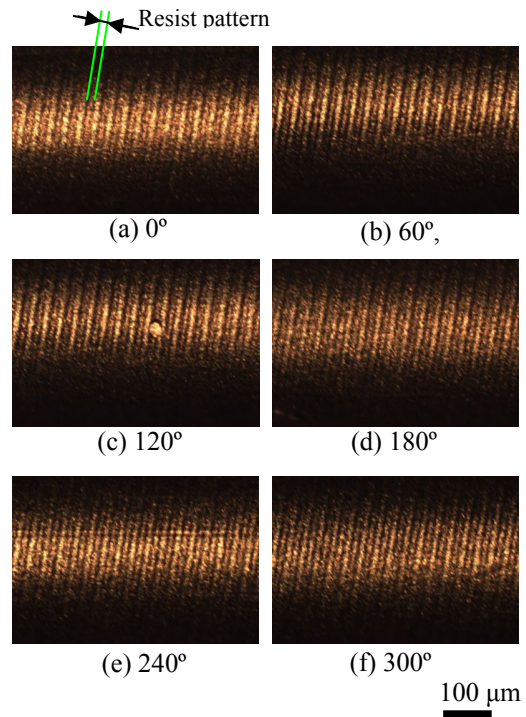


図3 円筒面に形成した30 μ mL&Sパターンの試料パイプ回転角度依存性

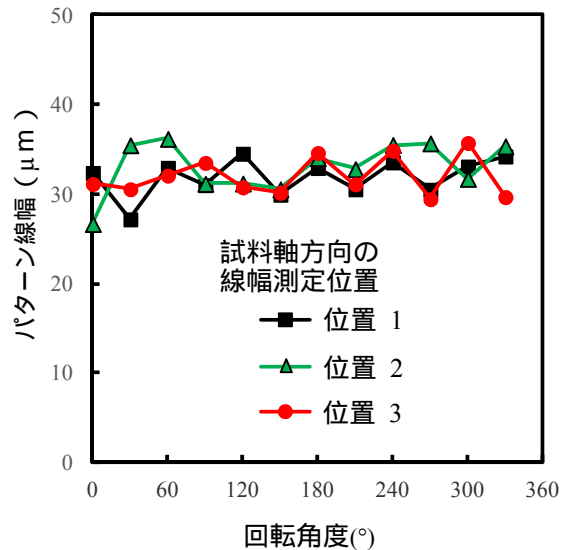


図4 円筒面に形成したL&Sパターン線幅の軸方向および円周方向ばらつき

等方的に生ずるため、管を表面から内面まで貫通してエッチングするには、肉厚の2倍以上のレジスト線幅のパターンを用いる必要がある。後述の(2)に示すように、今回用いた管は肉厚が50 μm なので、使用するパターンは線幅100 μm 以上である。上記のように30 μm L&Sパターンを高精度に形成できたことから、装置性能は十分であることを確認できた。

(2) 円筒面走査投影露光と化学エッチングによる擬似ステント部品の製作

外径2mm、内径1.9mmのSUS304ステンレス管にネガ型レジストPMER CA3000 NMを約5 μm 膜厚で塗布してステントを模した伸縮可能な網目形状を有するパターンを転写した。そして、そのレジストパターンをマスクング材として塩化第二鉄水溶液によりステンレス管を化学エッチングすることにより擬似ステント部品を製作した。エッチング温度は45-50 $^{\circ}\text{C}$ 、エッチング時間は約20minとした。図5に製作した擬似ステント部品の外観、図6に網目状部分の線幅分布を示す。平均線幅250 μm の擬似ステントパターンを形成してエッチングした結果、平均線幅230 μm の擬似ステント部品を製作することができた。

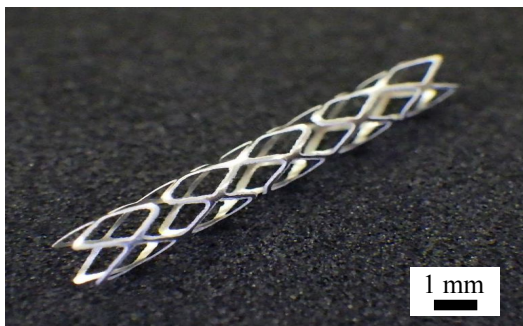


図5 製作した擬似ステント部品の外観

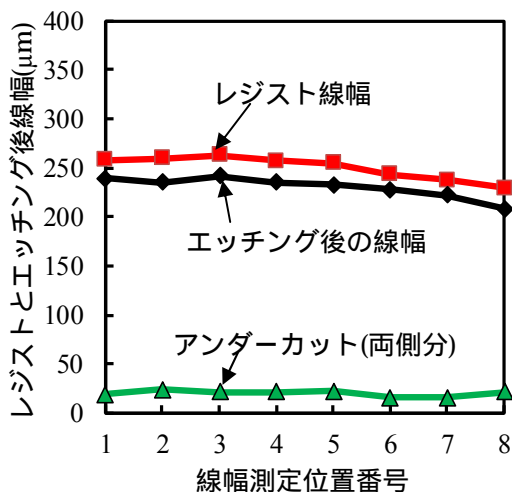


図6 擬似ステント部品の線幅測定結果

(3) レーザ走査露光と電解エッチングによるマルチスリット管の製作

外径100 μm 、内径60 μm のSUS304ステンレス管にレジストPMER LA900 PMを膜厚約5 μm に塗布し、波長408nmのバイオレットレーザによりスリットパターンを多数描画し、現像後のレジストパターンをマスクング材としてステンレス管を電解エッチングすることによりスリット状の小穴を多数開けた多孔管(マルチスリット管)を製作した。

微細管をエッチングする際、当初は塩化ナトリウム+塩化アンモニウムの水溶液を電解液とする電解エッチングを行っていた。しかし、エッチングに軸方向のむらが生じて全スリットを均一に貫通して開口することが困難であった。そこで、エッチング電流密度の分布が小さくなると言われている硝酸ナトリウムを塩化ナトリウムの代わりに用いた。すなわち、硝酸ナトリウム+塩化アンモニウムの水溶液を電解液として電解エッチングを行った。その結果、図7に示すように、円周上に90 $^{\circ}$ 毎に22個ずつ4列、計88個のスリットを全部開口することができた。一列分22個のスリットのスリット幅を測定し、均一性を調べた結果、図8に示すように、まだ改良の余地はあるが、おおむね均一にスリットが形成できることが分かった。

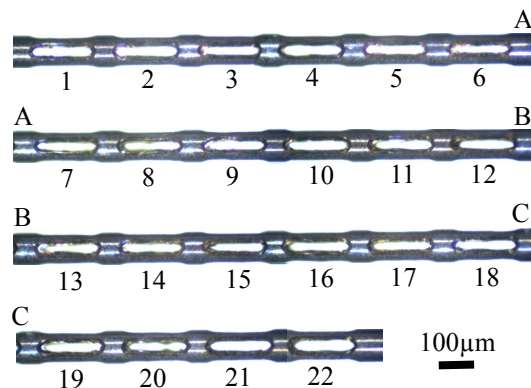


図7 製作したマルチスリット管の外観

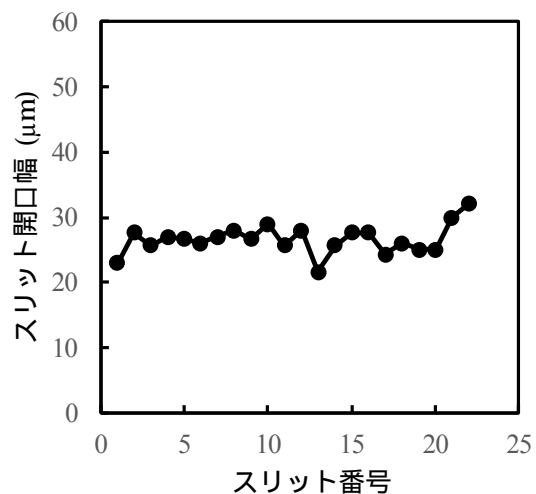
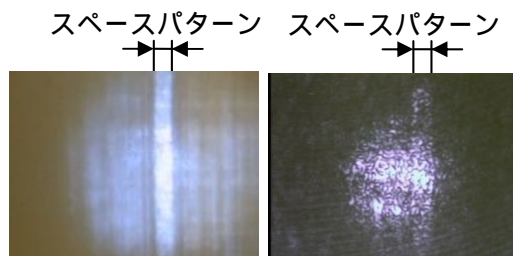


図8 マルチスリット管の線幅測定結果

(4) 小径管内面への空気軸受溝の形成と観察
 内径 2mm、外径 3mm、長さ 50mm の銅管内面にポジ型レジスト PMER P-LA900 PM を膜厚約 3.5 μm で塗布し、先端から 20mm の範囲に空気軸受溝形状のスペースパターンを形成した。そして、スペースパターンを形成した試料管にチューブポンプでエッチング液として塩化第二鉄水溶液を流し、レジストが除去されたスペースパターン部の管内面をエッチングして空気軸受溝を加工した。流量は 75ml/min (脈動流の最大値)、エッチング時間は 3min とした。

露光、現像後のレジストパターン付き試料および内面に溝加工したエッチングパターン付きの試料を再び露光装置に取り付け、露光時にビームの状態をモニタする光学系により観察した。このとき、モニタ用カメラの出力をビデオキャプチャに入れ、観察結果を動画として収録した。

図 9 にレジストスペースパターンの観察結果の例を示す。画面の中央部にレーザー光が強く当たって明るい部分があったが、パターンはかなり明瞭に観察できた。この方法で線幅を測定した後、測定した場所が残るように試料の上半分を切除し、走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) で同じ場所を観察した。SEM 観察から求めた線幅とビデオ撮影で測定した線幅との比較を図 10 に示す。線幅 25 ~ 30 μm のパターンに対して $\pm 5\mu\text{m}$ 以下の誤差で両線幅は合致した。



(a) 先端から 1mm (b) 先端から 18mm

図 9 ビデオ観察した管内面のパターン

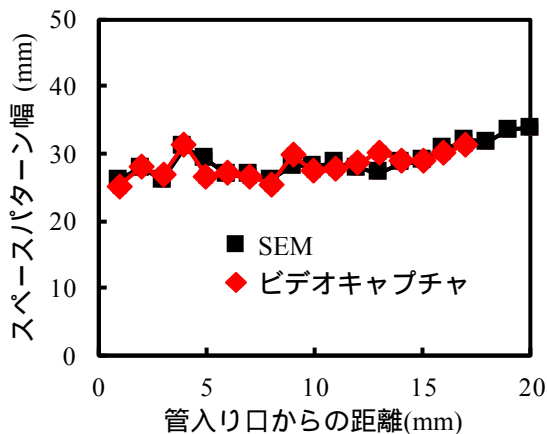


図 10 SEM 観察とビデオキャプチャ観察で測定したパターン線幅の比較

リソグラフィとエッチングにより、内径 2mm という細い管の内面に空気軸受溝を形成でき、線幅や欠陥の非破壊観察も的確に行えることを明らかにした。歯科用に高速スピンドルが使用されており、小径空気軸受は有用と考えている。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 4 件)

Toshiyuki Horiuchi, Takahiro Furuhashi, and Hideyuki Muro, Synchronous scan-projection lithography on overall circumference of fine pipes with a diameter of 2 mm, Japanese Journal of Applied Physics **55**, 06GP13, 1-6, 2016. 査読あり

Kaiki Ito, Yuta Suzuki, and Toshiyuki Horiuchi, Synchronous Scan-Projection Lithography for Fabricating Cylindrical Micro-Parts, Proc. of SPIE, Vol. 9984, 99840I, 1-6, 2016. 査読なし

Hiroshi Takahashi, Tomoya Sagara, and Toshiyuki Horiuchi, Laser-Scan Lithography onto Ultra-Fine Pipes 100 μm in diameter, Proc. of SPIE, Vol. 9984, 99840J, 1-6, 2016. 査読なし

Toshiyuki Horiuchi, Hayato Fujii, and Kahori Yasunaga, Lithography onto Surfaces of Fine-Diameter Pipes Using Rotary Scan-Projection Exposure, Journal of Photopolymer Science and Technology, Vol. 28, 273-278, 2015. 査読あり

〔学会発表〕(計 9 件)

Kaiki Ito, Yuta Suzuki, and Toshiyuki Horiuchi, Fabrication of Cylindrical Micro-Parts Using Synchronous Scan-Projection Lithography and Chemical Etching, Digest of Papers, Photomask Japan 2016, The 24th Symposium on Photomask and NGL Mask Technology, p. 44, フォトマスクジャパン. 2017年4月6日. パシフィック横浜(神奈川県横浜市)

Hiroshi Takahashi, Tomoya Sagara, and Toshiyuki Horiuchi, Laser-Scan Lithography and Electrolytic Etching of Fine Pipes with a Diameter of 100 μm , Digest of Papers, Photomask Japan 2016, The 24th Symposium on Photomask and NGL Mask Technology, p. 45, フォトマスクジャパン. 2017年4月6日. パシフィック横浜(神奈川県横浜市)

高橋宏志, 相良友也, 堀内敏行, 外径 100 μm のステンレス微細管へのマルチスリット形状電解エッチング, 2016 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 257-258, 精密工学会. 2016年9月7日茨城大学(茨城県水戸市)

伊藤海樹, 鈴木佑汰, 堀内敏行, 同期走査投影露光と化学エッチングによるマイクロ円筒部品の製作, 2016年度第77回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集, 13a-D61-1, 応用物理学会. 2016年9月13日. 朱鷺メッセ(新潟県新潟市)

Kaiki Ito, Yuhta Suzuki, and Toshiyuki Horiuchi, Synchronous Scan-Projection Lithography for Fabricating Cylindrical Micro-Parts, Digest of Papers, Photomask Japan 2016, The 23rd Symposium on Photomask and NGL Mask Technology, p. 34, フォトマスクジャパン. 2016年4月7日. パシフィコ横浜(神奈川県横浜市)

Hiroshi Takahashi, Tomoya Sagara, and Toshiyuki Horiuchi, Laser-Scan Lithography onto Ultra-Fine Pipes 100 μm in diameter, Digest of Papers, Photomask Japan 2016, The 23rd Symposium on Photomask and NGL Mask Technology, p. 35, フォトマスクジャパン. 2016年4月7日. パシフィコ横浜(神奈川県横浜市)

Toshiyuki Horiuchi, Takahiro Furuhashi and Hideyuki Muro, Scan-Projection Lithography onto Overall Circumferences of Small-diameter Pipes, MNC 2015, 28th International Microprocesses and Nanotechnology Conference, 12P-7-104, 応用物理学会. 2015年11月12日, 富山国際会議場 (富山県富山市)

堀内敏行, 木村のぞみ, 小径管内面へのパターン形成と内面パターンの非破壊観察, 電気学会研究会資料 LAV-15-2, IM-15-2, pp. 5-9, 2015. 電気学会. 2015年2月12日(徳島県徳島市)

Toshiyuki Horiuchi, Hiroshi Sakabe, and Hiroshi Kobayashi, Patterning of Multi-slits on Pipes for Developing Fine Diameter Stents, Proceedings, BIODEVICES 2015, pp. 103-108, BIOSTEC. 2015年1月14日 (Lisbon, Portugal)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

堀内 敏行 (HORIUCHI, Toshiyuki)
東京電機大学工学部・教授

研究者番号: 0297582

(2) 研究協力者

伊藤 海樹 (ITO, Kaiki)
高橋 宏志 (TAKAHASHI, Hiroshi)
木村のぞみ (KIMURA, Nozomi)
鈴木 佑汰 (SUZUKI, Yuta)
古旗 貴大 (FURUHATA, Takahiro)
室 秀幸 (MURO, Hideyuki)
相良 友也 (SAGARA, Tomoya)
藤井 勇人 (FUJII, Hayato)
安永かほり (YASUNAGA, Kahori)