

## マイクロ金型による微細転写加工技術に関する研究（第1報）

山田博之・西村通喜・小松利安\*1・萩原義人\*1・石黒輝男\*1・宮川和幸\*1・勝又信行\*1・佐野正明\*1・吉田善一\*2・寺田信幸\*2

### Study on Transcription Molding of Micro-pattern using Microdie (1st Report)

Hiroyuki YAMADA, Michiyoshi NISHIMURA, Toshiyasu KOMATSU\*1, Yoshihito HAGIHARA\*1, Teruo ISHIGURO\*1, Wako MIYAGAWA\*1, Nobuyuki KATSUMATA\*1, Masaaki SANNO\*1, Yoshikazu YOSHIDA\*2 and Nobuyuki TERADA\*2

#### 要 約

マイクロ関連部品は材料への直接加工によって小ロット製造されている場合が多く、製造コストが高くなるため、今後は微細転写加工のような量産化技術が必要になると考えられる。しかし、実用化にはまだ多くの課題が残っている。そこで、本研究では、グラッシーカーボンを用いたマイクロ金型の作製、および金属製薄板を積層させた転写加工実験用マイクロ金型の作製を検討し、樹脂フィルムへの転写加工を試みた。その結果、グラッシーカーボンへのエキシマレーザ加工面は、加工によって大きく変質してしまうことはないと考えられる。さらに、アノード酸化処理によるアルミ薄膜をレーザ加工用ハーフトーンマスクとし、20~30 $\mu\text{m}$ の複数の立体的な微細形状をグラッシーカーボンに加工できた。また、薄板積層金型を用いて、樹脂フィルムに幅20~100 $\mu\text{m}$ 、深さ100 $\mu\text{m}$ 、ピッチ20~100 $\mu\text{m}$ の複数の微小溝を同時に転写可能であることがわかった。

#### 1. 緒 言

近年、マイクロテクノロジーは様々な分野への応用が期待されている。しかし、多くのマイクロ部品は、各種微細加工機を用いた小ロット加工によって製造されている場合が多く、材料を直接除去加工するため製造コストが高くなってしまふ。そこで、今後は微細転写加工のような量産化技術の必要性が高くなると考えられる。現在、半導体製造技術を応用したマイクロ金型の作製技術に関する研究、ホットエンボス法やインプリント法などの転写加工技術に関する研究が盛んに行われている<sup>1)3)</sup>。しかし、実用化にはまだ多くの課題が残っている。代表的な課題として、転写加工用マイクロ金型の作製に適した加工技術と材料の選定、マイクロ金型の品質(耐久性、離型性など)の向上、材料に応じた転写加工条件の最適化とタクトタイムの向上などがあり、これらの課題を解決する必要があると考えられる。

本研究では、数十 $\mu\text{m}$ から数百 $\mu\text{m}$ の微細形状を有するマイクロ流体デバイスや光学フィルタなどのようなマイクロ部品の加工を主な目的とした。はじめに、マイクロ金型の材料として、耐熱性や耐薬品性に優れているが、一般的に切削などの機械加工が難しいグラッシーカーボン(ガラス状炭素材料)を用いた。そこで我々は、これまでにエキシマレーザによるグラッシーカーボンへの微細加工を試み、基本的な加工条件の検討を行った<sup>4)5)</sup>。本研究では、転写加工時にマイクロ金型に熱や圧力が加わるため、グラッシーカーボンのレーザ

加工面の評価を行った。さらに、フォトリソグラフィとアノード酸化処理によるアルミ薄膜をハーフトーンマスクとし、立体的な微細形状のレーザ加工について検討を行った。さらに、レーザ加工によって試作したマイクロ金型を用いて樹脂フィルムへの転写加工を試みた。一方、リブや溝などの微細形状と転写加工性との関係を調べることを目的として、金属製薄板を積層させることによって複数の微小リブと微小溝を形成できる転写実験用マイクロ金型を作製し、樹脂フィルムへの転写加工実験を試みたので報告する。

#### 2. グラッシーカーボン製マイクロ金型の作製

##### 2-1 実験方法

型材料であるグラッシーカーボン(ガラス状炭素材料)には、東海カーボン(株)製 GC-20SS を用い、表面を研磨加工によって鏡面に仕上げた材料をレーザ加工実験に用いた。レーザには、アブレーション加工が可能でマイクロ加工に適した紫外レーザのエキシマレーザを用いた。ビームは光学系にアパーチャマスクを挿入して成形し、縮小光学系レンズによって集光した。マイクロ金型には転写加工時に熱や圧力が加わるため、グラッシーカーボンにレーザ加工を行った加工表面について変質の有無を確認した。表1に示す加工条件で、グラッシーカーボンに穴を加工し、穴底面であるレーザ加工面について、ラマン分光法、X線回折法、押し込み硬さ試験によって加工面の評価を行った。ラマン分光では RENISHAW(株)製 inVia Microscope を用い、X線回折では(株)リガク製 Ultima IV を用い、押し込み硬さ測定では Agilent Technologies(株)製

\*1 山梨県工業技術センター

\*2 東洋大学 理工学部

Nano Indenter G200 を用いた。押し込み硬さの測定では ISO-14577 規格に準拠し、最大荷重 50mN で測定を行った。

次に、立体的な微細形状の作製を目的として、フォトリソグラフィとアノード酸化処理によるアルミ薄膜<sup>6),7)</sup>をレーザ加工用ハーフトーンマスクに応用することを試みた。フォトリソグラフィ、アノード酸化、化学エッチングを組み合わせたアルミ薄膜形成プロセスを図 1 に示す。一辺が約 200 $\mu\text{m}$ 、高さが約 12 nm の四角錐に近い形状のアルミ薄膜を光学石英ガラス板上に成膜したマスクを作製し、そのマスクを用いてエキシマレーザの強度分布を変化させることによって、グラッシーカーボンに立体的な微細形状を加工することを検討した。表 2 に示す条件でレーザ加工を行った。

## 2-2 結果および考察

図 2 はエキシマレーザでグラッシーカーボンに 1mm $\times$ 1mm の穴を加工したサンプルの電子顕微鏡観察写真であり、図 2(a) はレーザ照射回数が 20pulses の場合、図 2(b) は 500pulses の場合である。フルエンスは 5.0 J/cm<sup>2</sup> である。次に、穴底面であ

表 1 レーザによるグラッシーカーボンへの穴加工条件

レーザ加工機	Exitech 社製 エキシマレーザ加工機 PS2000
波長	248 nm
繰り返し周波数	50 Hz
フルエンス	1, 2, 3, 4, 5, 6 J/cm <sup>2</sup>
照射パルス数	10, 20, 50, 100, 500 pulses

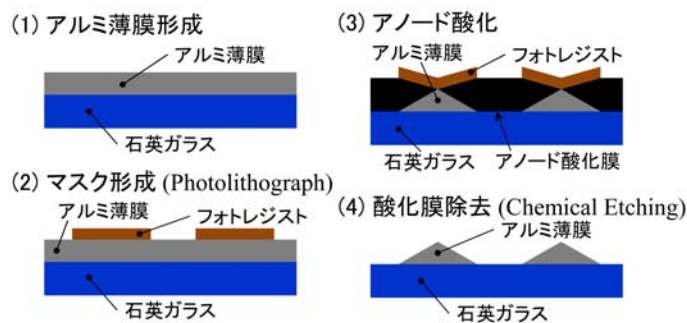


図 1 アルミ薄膜形成プロセス

表 2 ハーフトーンマスクによるレーザ加工条件

基板	光学石英ガラス
マスク材質	アルミ薄膜
マスク形状	四角錐 (幅:200 $\mu\text{m}$ , 高:約 12nm)
縮小光学系倍率	$\times 10$ (縮小倍率: 1/10)
フルエンス	5.0 J/cm <sup>2</sup>
照射パルス数	10, 20, 30, 40, 50, 100, 200, 300, 400, 500 pulses

るレーザ加工面について、ラマン分光法、X線回折法によって加工表面を測定した結果を図 3、図 4 にそれぞれ示す。未加工面である鏡面研磨面と比較した結果、加工による構造の乱れが少し起こるが、グラッシーカーボンの特性を示しており、加工によって大きく変質することはないと考えられる。また、押し込み硬さ試験によって加工表面を測定した結果を図 5 に示す。最大荷重を 50mN とした場合、表面からの押し込み深さは 1 $\mu\text{m}$  前後であった。未加工面およびレーザ加工面ともに押し込み硬さ  $H_{IT}$  は 3.5~4 GPa であり、測定ばらつきを考慮すると、加工によって変質して表面付近の硬さが大きく変化してしまうことはないと考えられる。これらの結果から、エキシマレーザで加工したグラッシーカーボンは微細転写加工用のマイクロ金型として適用可能であると考えられる。

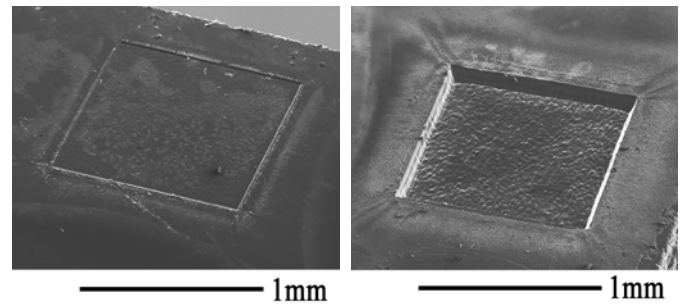


図 2 レーザによるグラッシーカーボンへの穴加工

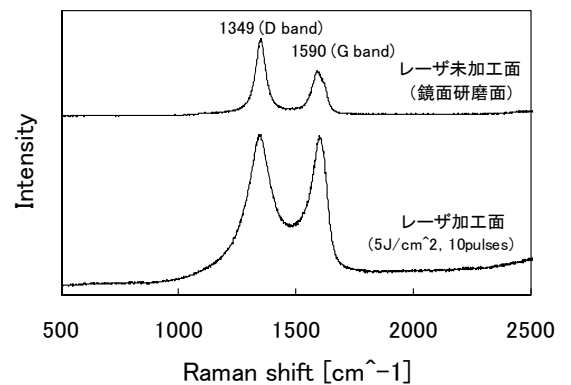


図 3 ラマン分光法によるレーザ加工面の測定結果

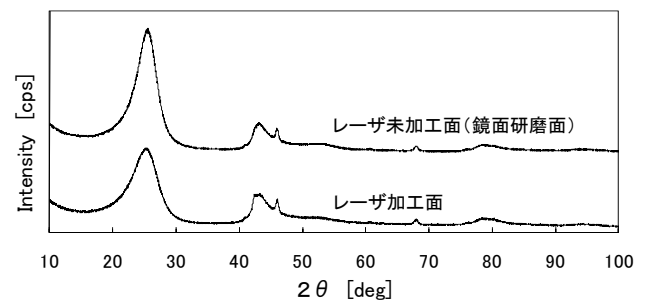


図 4 X線回折法によるレーザ加工面の測定結果

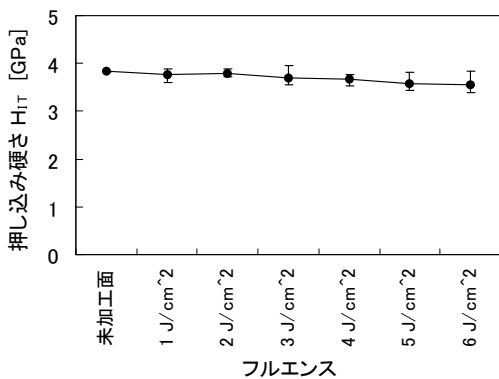


図5 押し込み硬さ試験によるレーザ加工面の測定結果

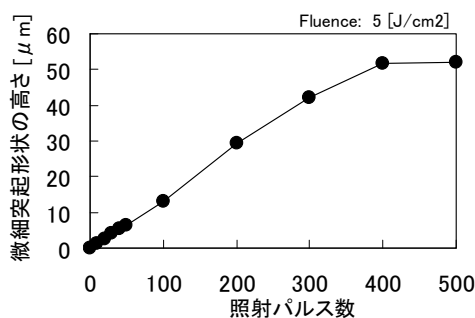
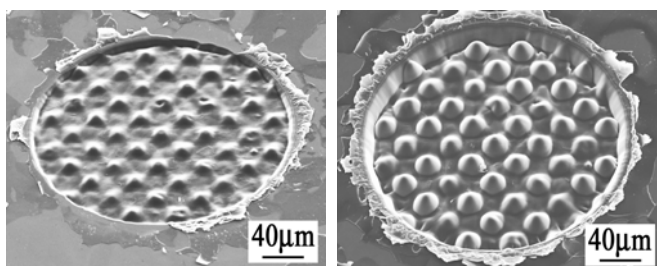


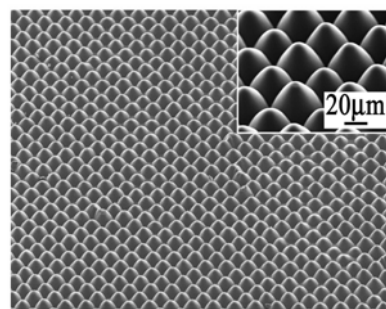
図6 微細突起形状の高さとレーザ照射パルス数との関係



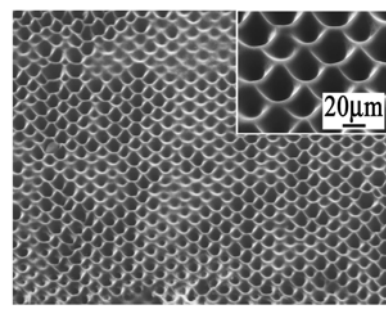
(a) 30 pulses (b) 100 pulses

図7 ハーフトーンマスクを用いたレーザ加工例

次に、図1に示すプロセスで成膜したアルミ薄膜をエキシマレーザ加工用のハーフトーンマスクとし、立体微細形状のレーザ加工を試みた。フルエンスを  $5 \text{ J/cm}^2$  とした場合のレーザ照射パルス数と加工部高さとの関係を図6に示す。レーザ照射パルス数が 30, 100 pulses の場合の加工部を電子顕微鏡で観察した結果を図7(a), (b)に示す。幅  $20\sim 30\mu\text{m}$ 、高さ  $50\mu\text{m}$  以下の複数の立体微細形状をグラッシーカーボンに加工することができた。照射パルス数と加工部高さとの関係は 400pulses までは比例関係となるため、高さを制御可能であると考えられる。しかし、400pulses 以上では加工底面が形成されなくなり加工除去量が低下するが、立体形状の先端部は加工されてしまうため、微細形状の高さが最大値  $50\mu\text{m}$  になってしまうと推測される。また、ハーフトーンマスクのレーザ照射方向の投影パターンは四角形であるが、パルス数が多い 100 pulses での加工形状は円錐状になることがわかった。



(a) グラッシーカーボン製マイクロ金型



(b) 樹脂フィルムへの熱転写加工結果

図8 広範囲への立体微細形状の加工例

次に、ビーム形状を  $1\text{mm}\times 1\text{mm}$ 、照射パルス数を 300pulses として、より広範囲に複数の立体微細形状を加工した例を図8(a)に示す。立体微細形状の転写性を調べるために、精密ホットプレス(新東工業(株)製 CYPT-L)を用いて熱転写加工を試みた。厚さ  $200\mu\text{m}$  のポリスチレンフィルムに、ステージ温度を  $105^\circ\text{C}$ 、圧力を  $2.5\text{MPa}$  として転写加工を行った例を図8(b)に示す。型の形状を転写できた部分とそうでない部分があり、圧力等の加工条件が面内で均等ではないことが推測されるため、均一な転写加工が今後の課題である。

### 3. 金属製の薄板積層金型による微細転写加工

#### 3-1 実験方法

マイクロ流体デバイスなどで利用される微小溝を有した部品を転写加工によって作製することを最終的な目標とした。本報では、リブや溝などの微細形状と転写加工性との関係を調べることを目的として、転写加工実験用マイクロ金型の作製を試みた。図9に示すように、金属製薄板を積層させることによって、複数の微小リブと微小溝を形成する方法とした。薄板の材質は SUS304H で、厚さは 20, 50,  $100\mu\text{m}$  の3種類を用いた。薄板はワイヤー放電加工で切断した。加工条件を表3に示す。また、放電加工面の表面粗さが転写加工時に影響を及ぼすことが予想される。そこで本研究では、核(コア径:  $0.2\sim 0.5\text{mm}$ )となる弾性体の表面に研磨微粉を付着させた表面積層型の弾性研磨材を用いて加工物表面を乾式の擦過現象によって研磨加工することができるブラスト加工

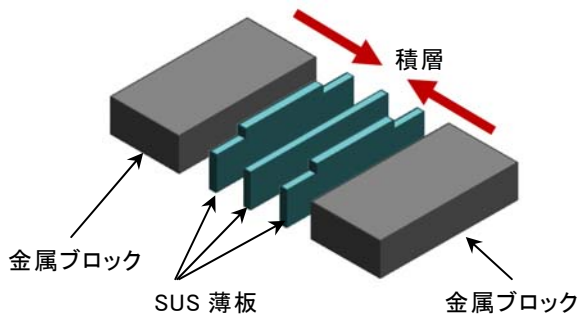


図9 金属製薄板の積層によるマイクロ金型の概念図

表3 ワイヤ放電加工条件

加工装置	(株)牧野フライス製作所製 ワイヤ放電加工機 UPH-1
ワイヤ材質	高張力ピアノ線 (表面処理：黄銅メッキ)
ワイヤ径	0.1 mm
工程数 (電気条件数)	4 工程 (荒)1st→2nd→3rd→4th(仕上)

表4 ブラスト加工条件

加工装置	東洋研磨材工業(株)製 鏡面ブラスト加工機 SMAP-II
砥粒	仕上げ加工メディア SP-F100D (#10000 ダイヤモンド砥粒)
インパクタ周波数	50 Hz
加工送り	手動
加工時間	4 min

機を用いて、リブ・溝を形成する薄板の切断面を研磨加工した。ブラスト加工条件を表4に示す。

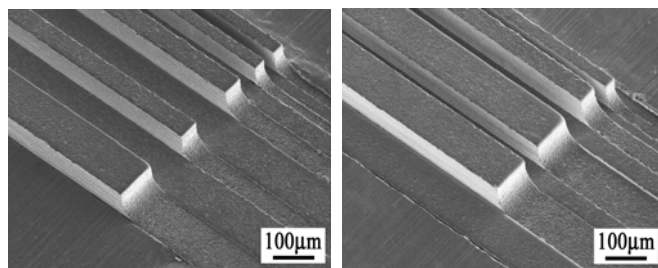
### 3-2 結果および考察

本報では金型形状として、高さが 100 $\mu\text{m}$  で、幅がそれぞれ 100 $\mu\text{m}$ , 50 $\mu\text{m}$ , 20 $\mu\text{m}$  の微小リブを形成し、リブ間隔が 100 $\mu\text{m}$ , 50 $\mu\text{m}$ , 20 $\mu\text{m}$  となるような薄板の形状を加工した。9 枚の薄板を積層することによって作製した転写加工実験用マイクロ金型の電子顕微鏡観察写真の例を図 10 に示す。リブ端部において放電加工のワイヤ径に起因する R50 $\mu\text{m}$  の形状ができるが、角RやスミRは小さく、また表面粗さもリブの寸法に対して小さいので、転写性を検討する転写加工実験用マイクロ金型として利用できると考えられる。次に、作製した金型を用いて樹脂フィルムへの熱転写加工を試みた。表 5 に示す加工条件で、厚さ 300 $\mu\text{m}$  のポリカーボネートフィルムに熱転写加工を行った結果を図 11 に示す。図 10(a)に示す金型形状を転写した結果が図 11(a)であり、図 10(b)に示す金型形状を転写した結

果が図 11(b)である。また、コンフォーカル顕微鏡で断面形状を測定した結果を図 12 に示す。電子顕微鏡観察写真と断面形状測定結果から、角やバリ等における測定ノイズと考えられる形状部分を除いて評価すると、厚さ 300 $\mu\text{m}$  のフィルムに、リブ高さ 100 $\mu\text{m}$  の金型形状を転写でき、金型の表面状態も転写できている。また、幅 100 $\mu\text{m}$ , 深さ 100 $\mu\text{m}$  の溝と、幅 20 $\mu\text{m}$ , 深さ 100 $\mu\text{m}$ , ピッチ 20 $\mu\text{m}$  の複数溝が同時に転写できている。しかし、寸法の転写精度が低い部分があり、また、薄板積層の隙間に対応するバリが転写加工サンプルに発生している。これら原因として、加工温度や圧力が高いことなどが推測されるが、温度や圧力が小さくなると型形状が正確に転写されないことも考えられるため、今後は材質、形状、寸法に対する最適加工条件を検討することが必要である。

表5 微細転写加工条件

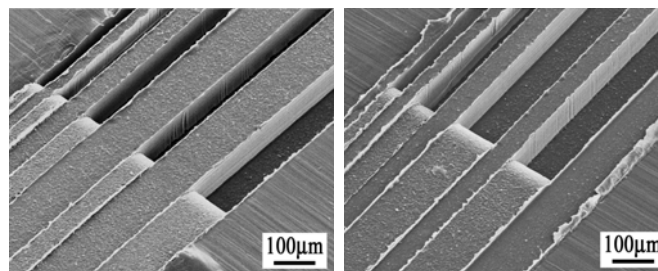
加工装置	新東工業(株)製 精密ホットプレス CYPT-L
ステージ温度	185 $^{\circ}\text{C}$ (離型時温度 100 $^{\circ}\text{C}$ )
転写圧力	1st STEP : 0.30 MPa 2nd STEP : 0.44 MPa
保持時間	1st STEP : 240 sec 2nd STEP : 300 sec
冷却時間	300 sec
サンプル材質	ポリカーボネート
サンプル厚さ	300 $\mu\text{m}$



(a) 金型作製例 1

(b) 金型作製例 2

図 10 薄板積層による転写加工実験用マイクロ金型



(a) 金型例 1 の転写結果

(b) 金型例 2 の転写結果

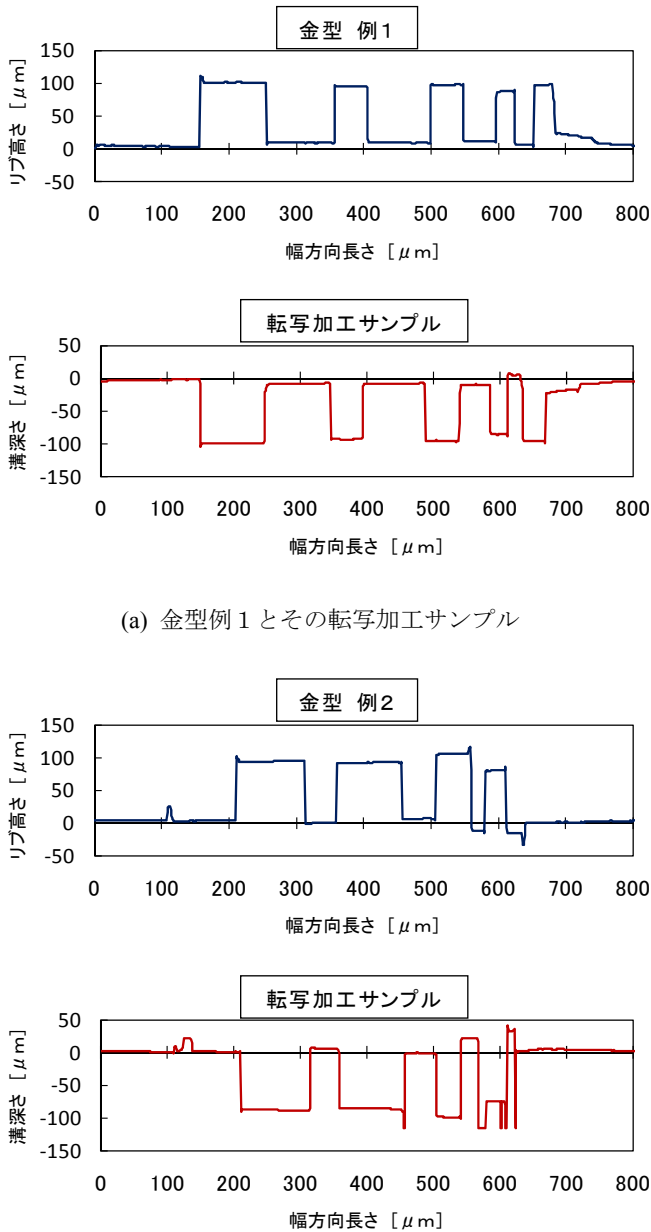
図 11 樹脂フィルムへ熱転写加工を行った結果

制御可能であることがわかった。

- (2) 薄板積層金型を作製し熱転写加工実験を行った。幅100 $\mu\text{m}$ 、深さ100 $\mu\text{m}$ の溝と、幅20 $\mu\text{m}$ 、深さ100 $\mu\text{m}$ 、ピッチ20 $\mu\text{m}$ の複数溝が同時に転写可能であった。ただし、適切な加工条件ではないと考えられ、今後は最適加工条件の検討が必要である。

### 参考文献

- 1) (社)高分子学会編：微細加工技術 [応用編]，(株)エヌ・ティー・エス，P.147 (2003)
- 2) 早乙女康典：マイクロ塑性加工-マイクロ塑性加工技術の現状と展望-，精密工学会誌，Vol.69，No.9，P.1221 (2003)
- 3) 前田龍太郎ら：ナノインプリントのはなし，日刊工業新聞社，(2005)
- 4) 山田博之，小松利安，岩間貴司，勝又信行，宮川和幸，萩原 茂，木島一広，吉田善一：金型加工技術・微細転写加工技術とその応用に関する研究(第1報)，山梨県工業技術センター研究報告(2009)，No.23，P.113 (2009)
- 5) 山田博之，小松利安，岩間貴司，勝又信行，宮川和幸，萩原 茂，木島一広，吉田善一：金型加工技術・微細転写加工技術とその応用に関する研究(第2報)，山梨県工業技術センター研究報告(2009)，No.23，P.113 (2009)
- 6) 勝又信行，石田正文，斎藤 修：フォトリソグラフィとアノード酸化を利用した Al 薄膜の表面加工，表面技術，Vol.59，No.5，P.333 (2008)
- 7) 勝又信行，石田正文：3次元立体アルミニウムマスクを用いたシリコン基板の反応性イオンエッチング加工，J. Vac. Soc. Jpn.，Vol.52，No.8，P.29 (2009)



(a) 金型例1とその転写加工サンプル

(b) 金型例2とその転写加工サンプル

図12 微小リブと微小溝の断面形状測定結果

## 5. 結 言

グラッシーカーボンを用いたマイクロ金型の作製，および金属製薄板を積層させた転写加工実験用マイクロ金型の作製を検討し，樹脂フィルムへの転写加工を試みた。得られた結果は以下のおとりである。

- (1) グラッシーカーボンへのエキシマレーザ加工面について評価を行った結果，加工によって大きく変質してしまうことはないと考えられる。次に，フォトリソグラフィとアノード酸化処理によるアルミ薄膜をレーザ加工用ハーフトーンマスクとし，複数の立体的な微細形状をグラッシーカーボンに加工することができ，最大50 $\mu\text{m}$ までの高さを