

SR光プロセスによるFEPの高精度ドライエッチング



藤谷海斗¹、鈴木哲¹、天野壮¹、山口明啓¹、内海裕一¹
¹兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所
 E-mail: utsumi@lasti.u-hyogo.ac.jp



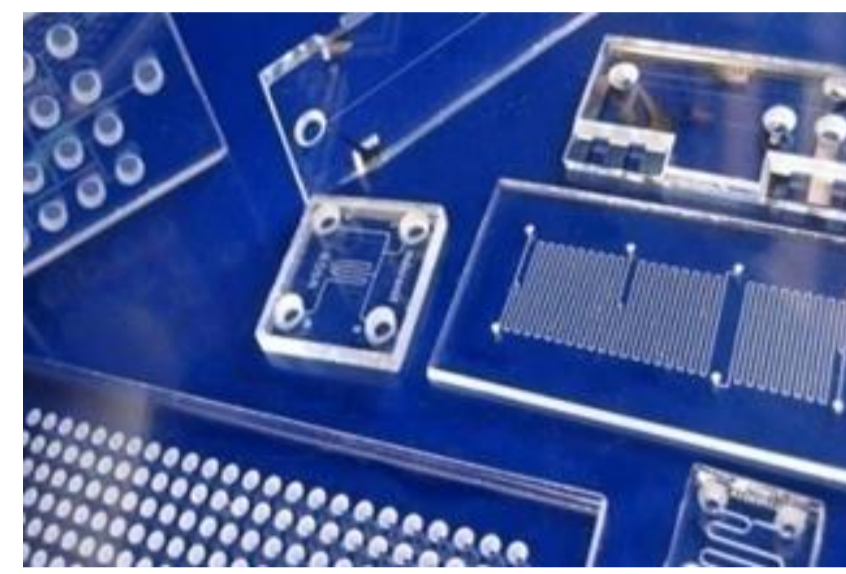
1. はじめに

フッ素樹脂 FEP (Fluorinated ethylene propylene) は、耐薬品性や耐熱性、光透過性といった優れた特性を有する材料である。これらの特性は、PCRなどの生化学操作や高温処理を伴う Lab on a chip (マイクロメートルサイズの流路を用いて化学操作を自動化するデバイス) に大変適した材料といえる。同時に難加工材料としても知られており、同デバイスを作る上で有利となる高アスペクト比 (高さ÷幅) な微細加工が困難である。この課題に対し、我々の研究グループは放射光を用いた高精度ドライエッチング法を開発した。本手法は、放射光を真空・室温下で照射し、オープンによる加熱で照射部のエッチングを行うプロセスである。以下、加工方法及びエッチングメカニズムを中心に紹介する。

2. 背景&エッチング法

○ Lab on a chip (Laboratory on a chip)

- ◆ 1mm以下の微細な流路(マイクロチャネル)を用いて、液体・気体を操作するマイクロシステム。
- ◆ 混合、反応、濃縮、抽出などの単位化学操作をチップ上に集積し、化学操作を自動化。

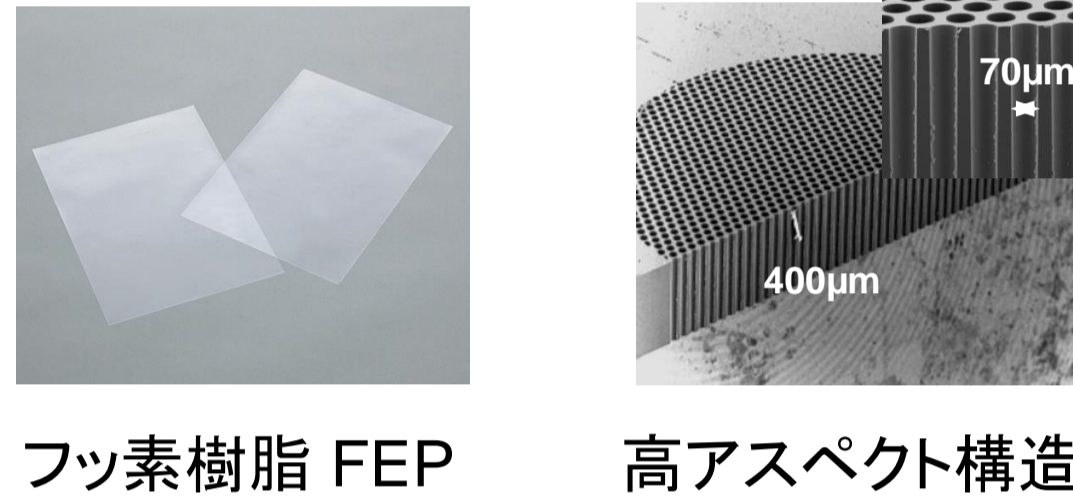


Lab on a chip の構造例

- ✓ PCR検査やELISA(酵素免疫測定法)などの臨床診断検査機器への応用
- ✓ 薬剤の高速合成 / 新薬開発に向けたスクリーニングシステム etc...

○ 構造材料について

- ◆ 耐熱性、光透過性、化学的安定性を有するFEPは構造材料として最適
- ◆ 高アスペクト構造により比表面積が増大 高感度・高効率化が期待



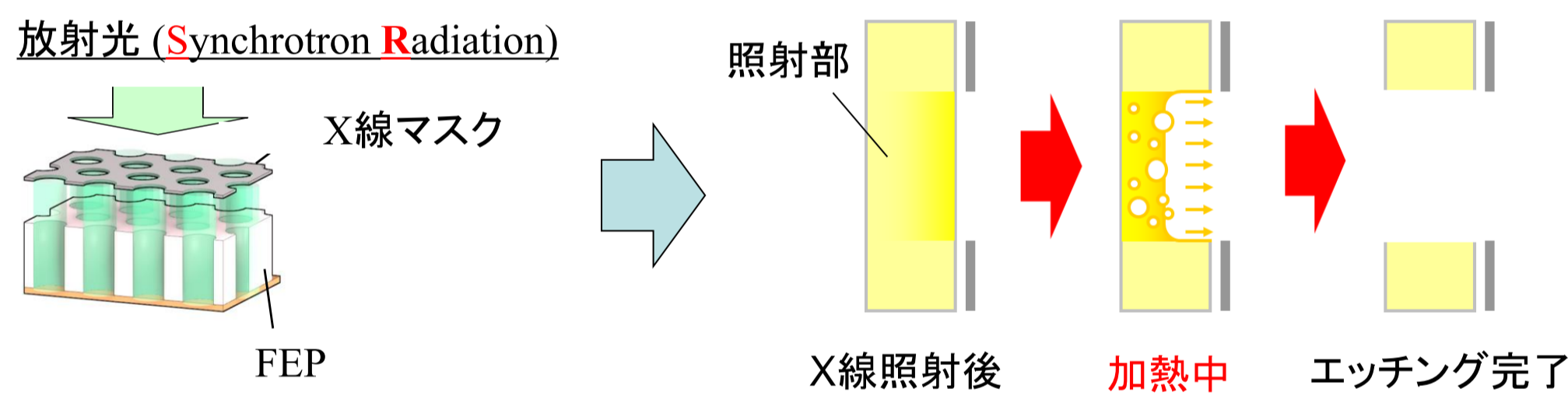
フッ素樹脂 FEP 高アスペクト構造

しかし、従来の加工法では高アスペクト比微細加工が困難...

- ✗ 機械加工 ✗ レーザー加工 ▲ ホットエンボス加工

New Method: 「放射光照射による異方性熱エッチング」の開発

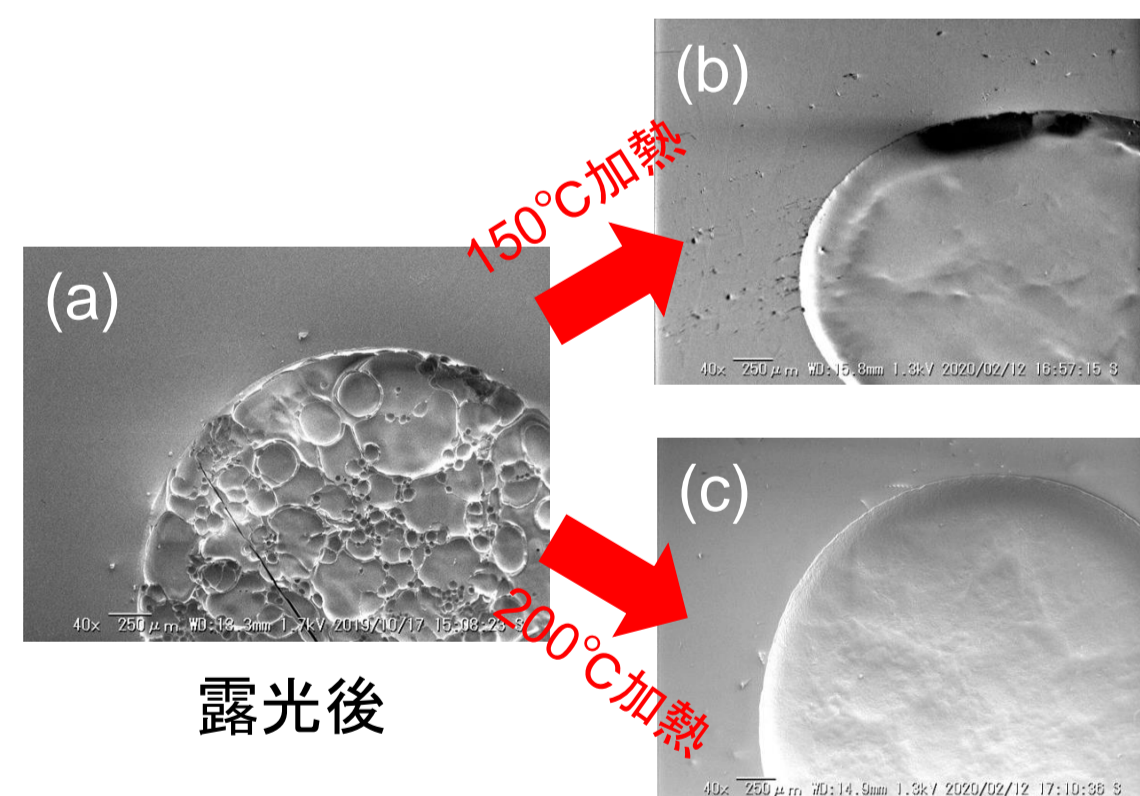
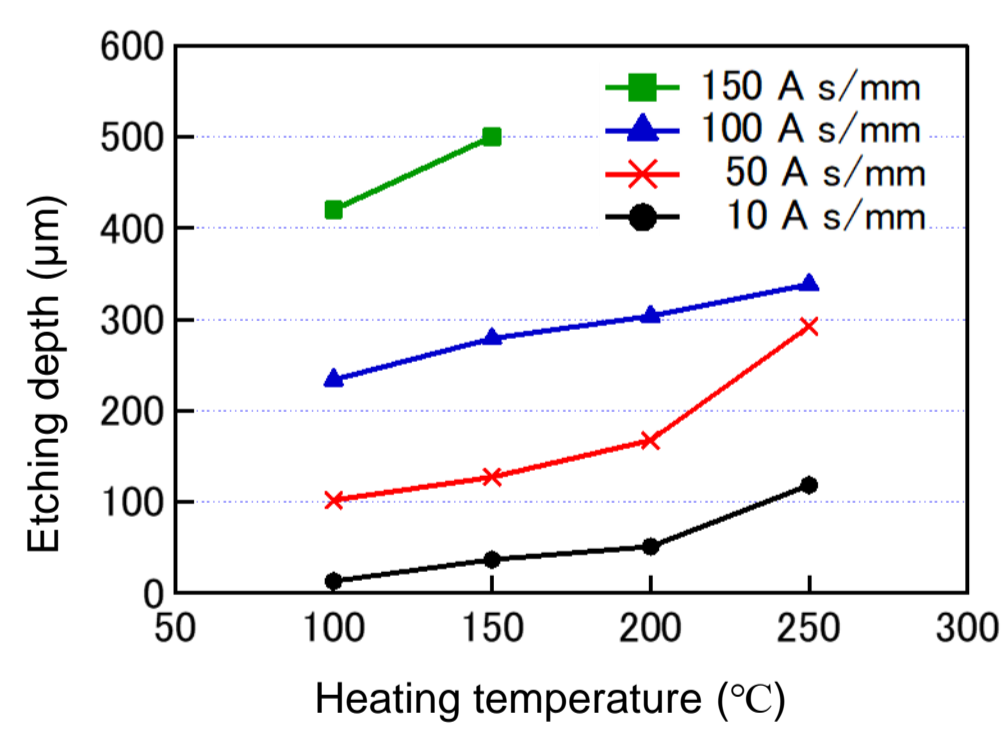
放射光 (Synchrotron Radiation) の照射 & 加熱によるエッチングにより微細加工



常温・真空中で高エネルギーX線を照射し、オープンによる加熱で照射部を除去

- X線照射後、純水による超音波洗浄により残渣の除去
- 電気炉による融点(260°C)以下の加熱でエッチング
- 照射部のエッチングが完了

4. 異方性熱エッチングの評価

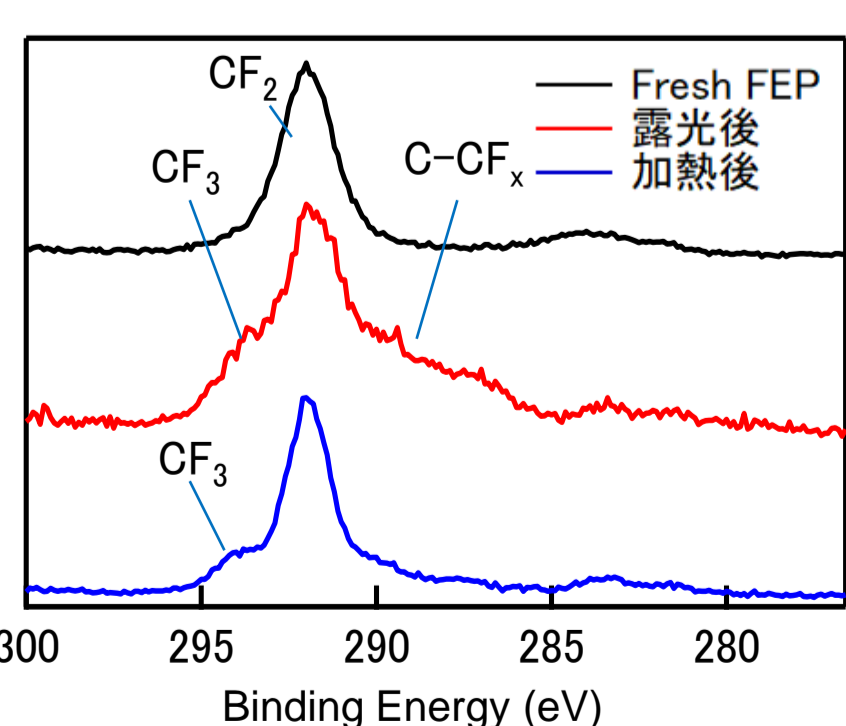


露光後

加熱温度・露光量による加工特性

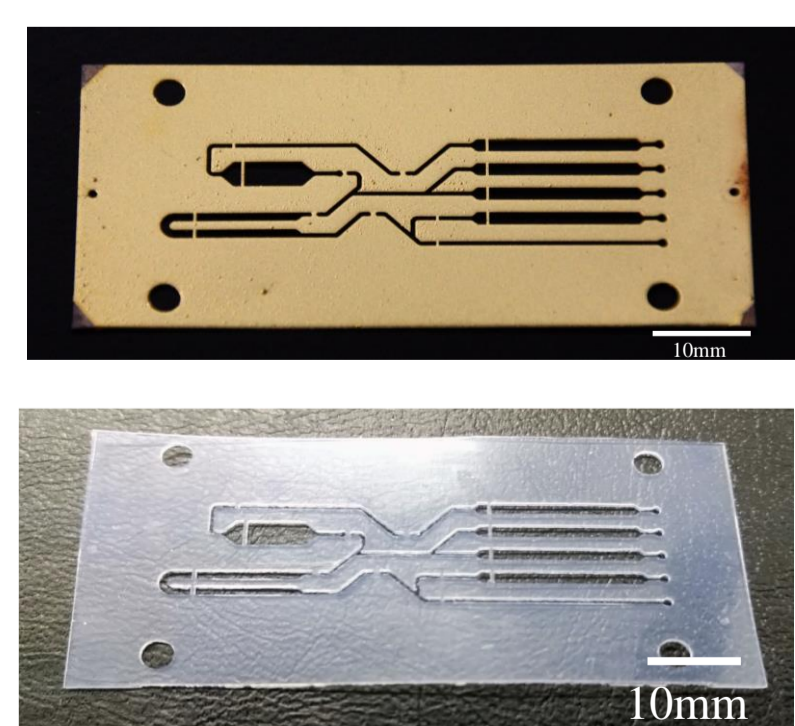
SEMIによるエッチングの評価

- ◆ 露光量及び加熱温度の増加とともに、より深部までエッチングされる。500μm厚のFEPシートを貫通することができた。
- ◆ (b)の低温加熱では表面が平滑な構造であるが、(c)の高温加熱では側壁がFEPの加工面に対して垂直にエッチングされている。



X線光電子分光法(XPS)による表面分析

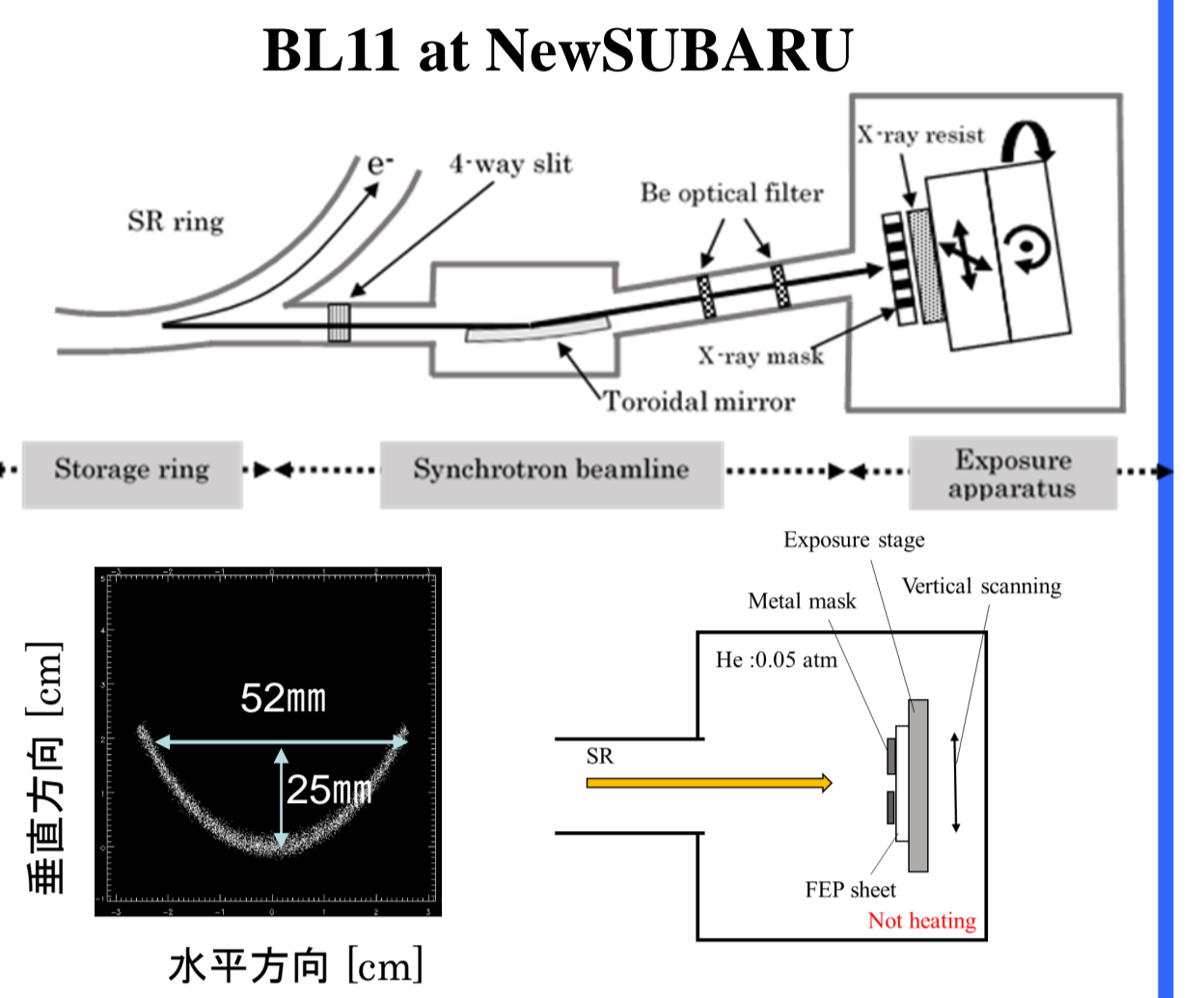
- ◆ XPSによる測定では、放射光の照射後はC-CFx及びCF₃のピークが観測され、照射部の加熱後はC-CFxのピークが減少した。X線照射により分子鎖の切断が生じ、加熱により切断されたフラグメントが蒸発していると推察。
- ◆ 右の図は500μm厚のFEPシートへ流路のパターニングを行ったときの図である。目標寸法に対し、約3%の誤差でパターニングを行うことができた。また最大アスペクト比10 (線幅: 50μm, 高さ: 500μm) のパターニングも実現した。



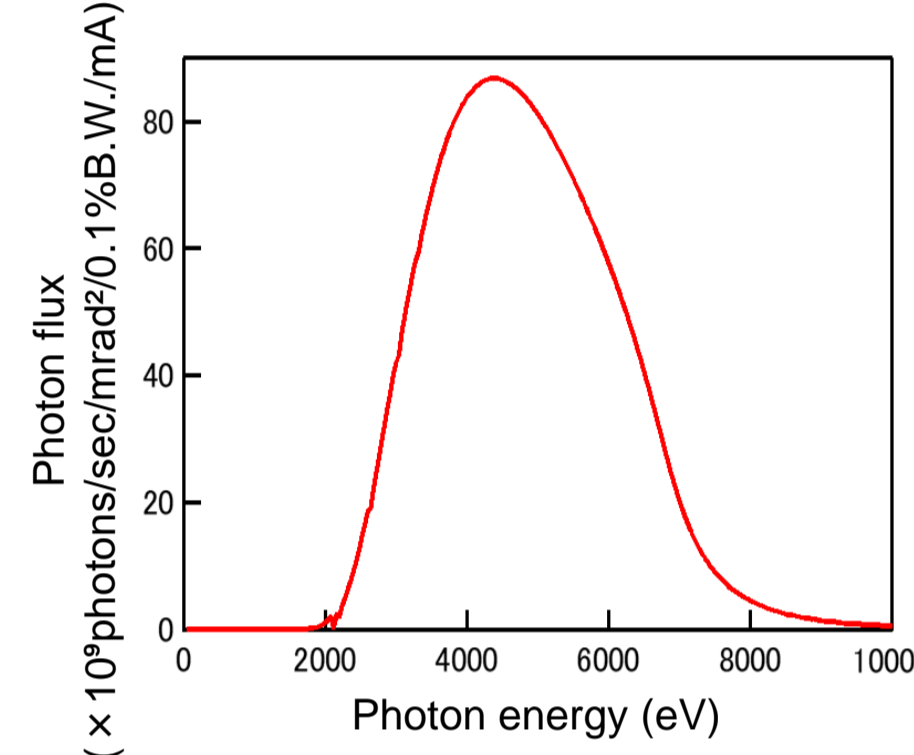
3. 放射光施設 NewSUBARU



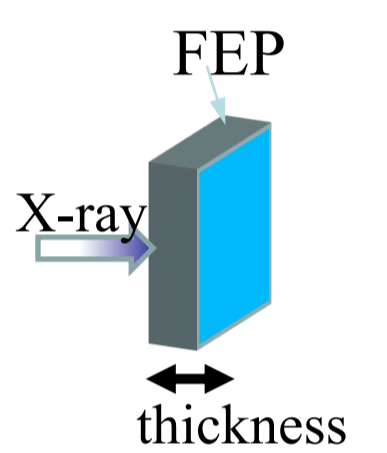
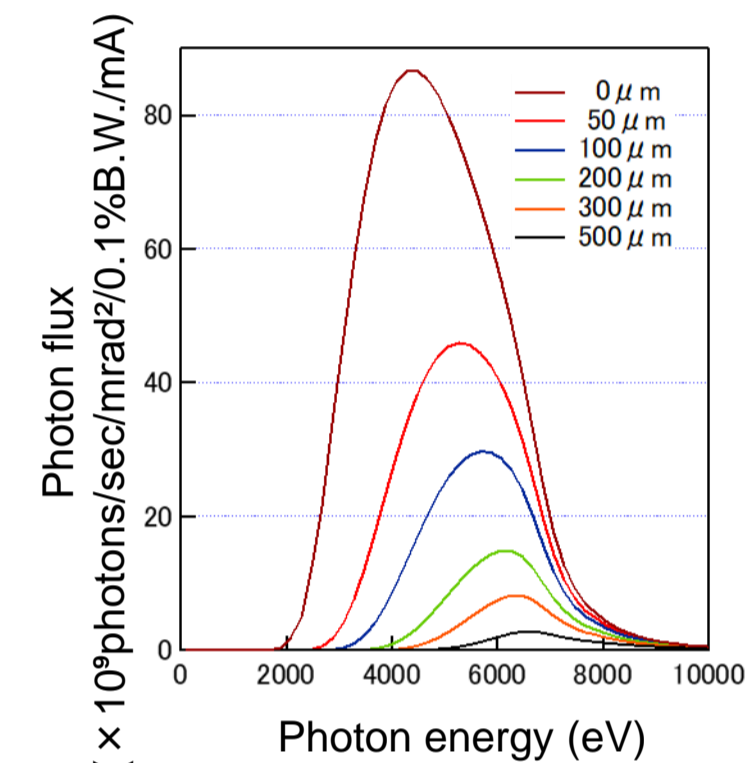
兵庫県赤穂郡上郡町光都1-1-2



X-ray spectra of BL11 at NewSUBARU



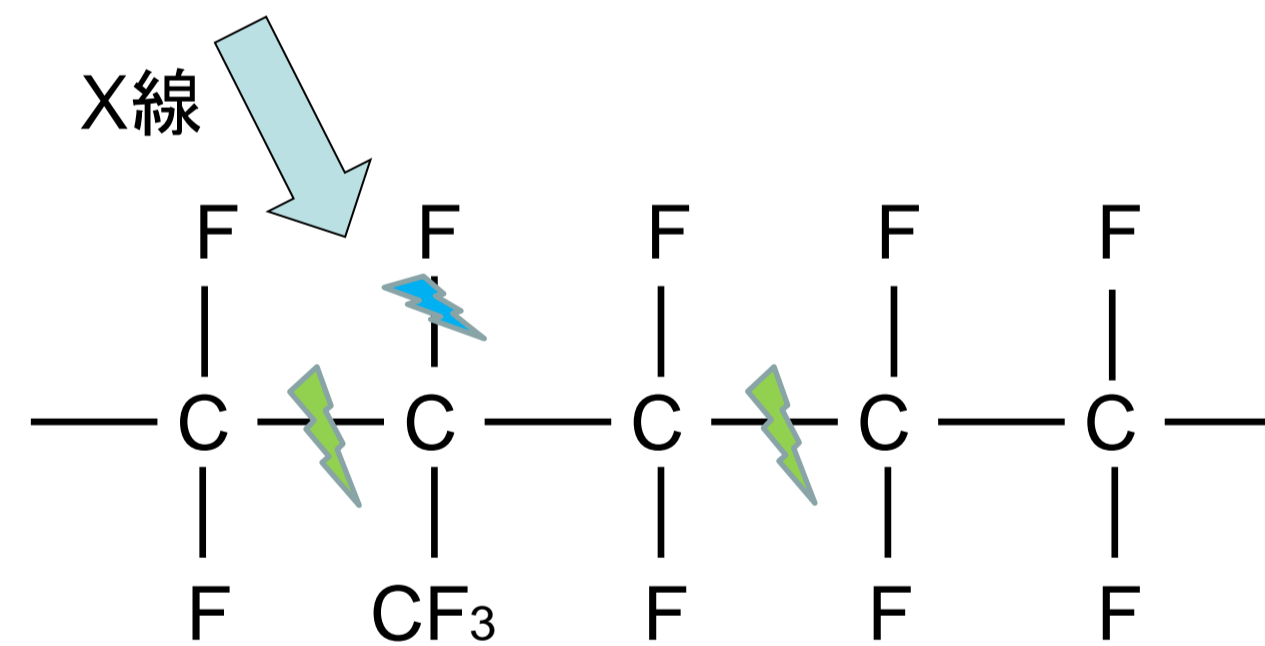
Photon flux transmission through



放射光の照射は、兵庫県立大学所有のNewSUBARU放射光施設BL11により実施した。左の図は、1.5GeVモード時の光子密度であり、露光位置でのスペクトル強度である。この時の蓄積電流値は300mAである。また右図は、各膜厚での光子密度であり、照射面から深部に行くほど、ピークが高エネルギー側へシフトする。

5. 熱エッチングのメカニズム

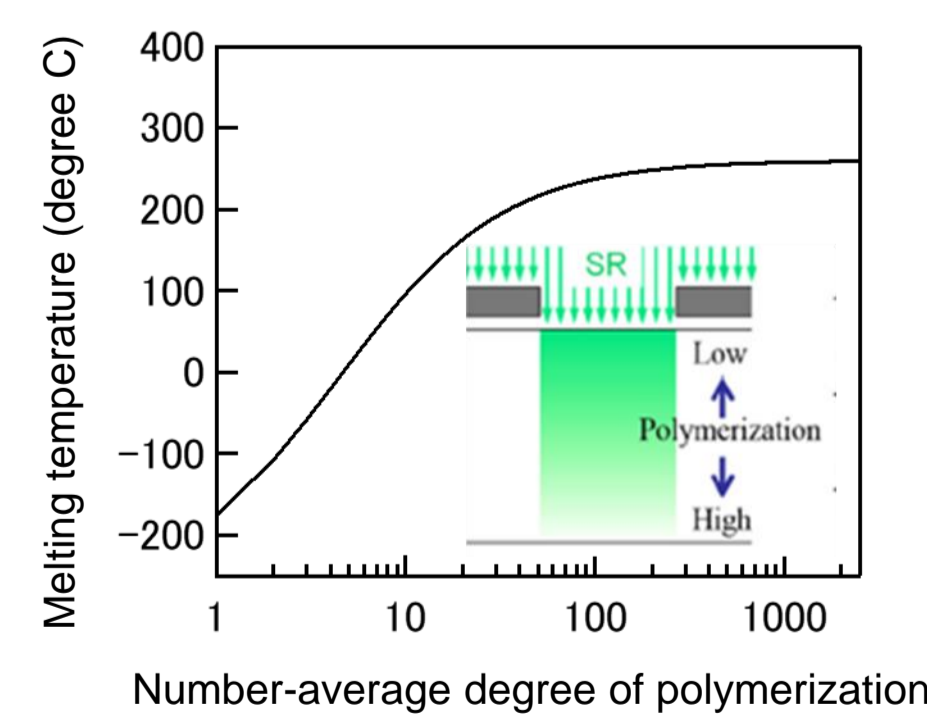
○ 高エネルギーX線の照射によるFEP表面の影響



X線照射により主鎖であるC-C及び側鎖のC-Fが切断される。また一部のフラグメントが再結合し、CF₃が生成する。結果的に、数平均重合度(モノマーあたりの分子量)は低下する。

数平均重合度が低下することで、ポリマーの融点は降下する。その結果、X線の照射部は元の融点以下の温度で加熱することにより、エッチング除去が可能となる。

○ 数平均重合度と融点の関係式



$$\frac{1}{T_m} - \frac{1}{T_0} = \frac{2R}{\Delta H_m \cdot x_n}$$

T_m 、 T_0 (= 260°C) は、融解温度と融点
 R 、 ΔH_m 、 x_n は、気体定数、エンタルピー変化、数平均重合度 ($R = 8.31446 \text{ J/mol}$, $\Delta H_m = 3420 \text{ J/mol}$)

- ◆ 光子数と数平均重合度はFEPの深さに依存

より深部までエッチングを行うためには加熱温度を上げる必要がある

6. Summary

- 異方性熱エッチングによるFEPの微細加工プロセスを開発し、エッチングメカニズムをXPS、SEM及び理論式から解析した。
- このプロセスはFEPの高アスペクト比なマイクロ加工を広い面積で高精度に行えることから、Lab on a chipへの応用だけでなく、高周波回路素子やマイクロギアといったマイクロ部品、光学素子など幅広い用途への展開が期待される。