

# 石英ガラスのエッチングを利用した微細パターンの作製

若林 正毅\*<sup>1)</sup>

## Micro-fabrication of fused silica glass by wet etching

Masaki Wakabayashi\*<sup>1)</sup>

キーワード：微細加工, フォトリソグラフィ, ウエットエッチング, 石英ガラス,  $\mu$ -TAS

Keywords : Micro-fabrication, Photolithography, Wet etching, Fused silica glass,  $\mu$ -TAS

### 1. はじめに

近年, Bio-MEMS 分野や環境・医療分野などにおいてマイクロ化学チップの研究開発が盛んに行われている。マイクロ化学チップは幅 100~200 $\mu$ m, 深さ 25~100 $\mu$ m 程度の微細な流路内で化学分析を行うデバイスであり, 試薬が微量で済むことや反応の高速化が可能であるというメリットがある。現在, マイクロ化学チップはガラス製や樹脂製であり, フォトリソグラフィ技術や金型を用いて作製されている<sup>(1)(2)</sup>。マイクロ化学チップの高感度・高機能化を実現するには, 一般的なガラス基板や樹脂よりも可視光・紫外光の透過性に優れる石英ガラスが有効である。一方, 石英ガラスは硬脆材料であり, チッピングや工具摩耗の観点から機械加工ではマイクロメートルオーダーの微細流路作製が難しい。

本研究では, 石英ガラスの微細加工に有効なフォトリソグラフィ関連装置を利用したフォトマスク, エッチマスク作製技術の習得を目的に, 石英ガラス表面にマイクロ化学チップ用の微細流路の試作を行った。

### 2. フォトマスクの作製

**2.1 フォトマスク作製手順** フォトリソグラフィによる加工ではフォトマスクと呼ばれる紫外線透過率を制御する基板を用いてレジストにパターンの露光を行う。図 1 にフォトマスク作製手順を示す。まず, フォトマスクとなるガラス基板全面に紫外線を遮るためのクロム膜を成膜する。その後電子線レジストを塗布・ベークし, 電子線描画装置により露光・現像を行いクロム膜上の電子線レジストにパターンニングを行う。最後に, クロム膜をエッチングで溶かし, 紫外線の透過する穴をあけ, フォトマスクが完成する。

**2.2 フォトマスク用クロム膜の作製** ECR イオンシャワー装置にて, フォトマスクに使用するクロム膜の成膜を

行った。主な加工条件を表 1 に示す。図 2 に示すように, スパッタ時間を 10min, 30min, 60min としたとき, クロムの膜厚はそれぞれ約 40nm, 約 90nm, 約 180nm となり, 成膜レートは約 2.9nm/min であった。分光光度計 (日本分光社製, V-670A) により透過率の評価を行った結果を図 3 に示す。同図より, クロム膜を 90nm 以上成膜することで紫外線領域 (250~400nm) における透過率をほぼ 0% とすることができた。従って, フォトマスクに最適なクロム膜厚は 90nm 以上であることが分かった。

**2.3 描画装置によるパターンニング** 電子線描画装置 (エリオニクス社製, EIS-3700) を用いて表 2 に示す条件で, 2液混合型のマイクロ流路形状の描画を行った。実験では, 電子線レジストの感度が低下していたため通常の 5 倍程度のドーズ量を与えて描画を行った。描画後に現像し, 完成したフォトマスクの写真を図 4 に示す。同図の白い箇所がクロム膜が除去され, 紫外線が透過可能な部分である。

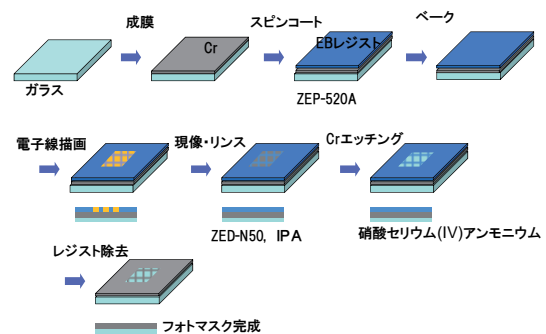


図 1. フォトマスク作製手順

表 1. クロム成膜条件

|           |                    |
|-----------|--------------------|
| 加速電圧 V    | 1800               |
| 真空度 Pa    | $1 \times 10^{-3}$ |
| Ar流量 sccm | 0.7                |
| MAGNET    | 6.7                |
| 成膜時間 min  | 10, 30, 60         |
| ワーク       | ソーダ石灰ガラス           |

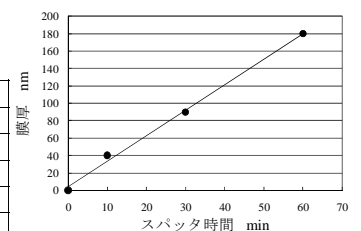


図 2. クロム膜厚とスパッタ時間の関係

\*<sup>1)</sup> エレクトロニクスグループ

### 3. 微細パターンの作製

エッチマスクの作製から微細パターンの作製まで、全体の流れを図5に示す。

**3.1 エッチマスクの作製手順** 2.3 で作製したフォトマスクを用いて、エッチマスクを石英ガラス基板上に形成した。なお、レジストの密着性を上げるため、石英ガラス基板にはあらかじめクロム膜を約90nm成膜した。紫外線レジストにはOFPR-8600を使用し、プリバーク110°C5min、露光時間5s、現像・リンス時間は各1min、ポストバーク5minの条件で成膜と露光・現像を行った。

**3.2 エッチング実験** エッチマスクを施した6枚の石英ガラス基板をBHF（パフアードフ酸）20%にて1~6時間までそれぞれエッチングした。なお、エッチングレートを均一にするため、ホットスターラーにより300rpmでの攪拌と、40°Cでの加熱を行った。主な条件を表3に示す。

**3.3 実験結果** エッチング時間ごとのそれぞれの試料の光学顕微鏡観察結果を図6に示す。エッチング時間が増加するにつれて60μmの流路幅が増大していることが分かる。図7に流路形状とエッチング時間の関係を示す。同図より、3時間エッチング後に目標とする流路形状（幅100μm以上、深さ25μm以上）が得られた。また、サイドエッチング量と深さ方向のエッチング量が約8~9μm/hとほぼ等しく、等方性エッチングの特性が得られた。図8に試作した流路形状の外観を示すが、フォトマスクと同様の微細パターンが石英ガラス表面に形成されているのが分かる。

### 4. まとめ

本研究では、フォトリソグラフィ技術の習得を行い、最終的には石英ガラス基板上に目標とする幅100~200μm、深さ25~50μmのマイクロ化学チップ用微細流路を試作した。今後はさらなる加工法の検討を行うとともに、ガラス基板上に流路と光学素子を作製し、マイクロ化学チップの高感度・高機能化を目指す。

(平成22年6月25日受付, 平成22年9月2日再受付)

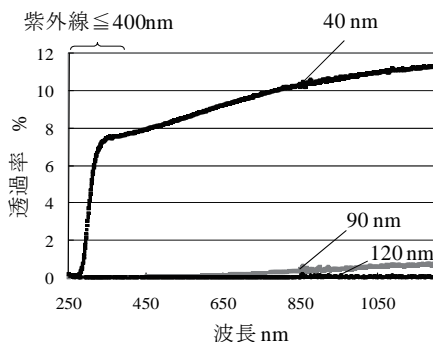


図3. クロム膜厚と紫外線透過率の関係

表2. 電子線描画条件

|            |                  |
|------------|------------------|
| ワーク        | 石英ガラス<br>t=1.5mm |
| 電子線レジスト    | ZEP-520A(ポジ)     |
| 加速電圧kV     | 30               |
| DoseTimeμs | 4                |
| プローブ電流nA   | 0.6              |
| 露光時間h      | 12               |
| 現像液        | ZED-N50          |

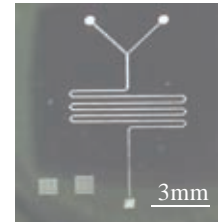


図4. 作製したフォトマスク

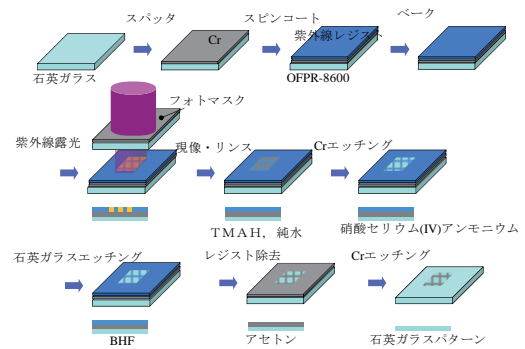


図5. 石英ガラス表面の微細パターン作製方法

表3. 石英ガラスエッチング条件

|          |              |
|----------|--------------|
| ワーク      | 石英ガラスt=1.5mm |
| エッチャント   | BHF          |
| 濃度%      | 20           |
| 温度°C     | 40           |
| 回転数rpm   | 300          |
| エッチング時間h | 1-6          |

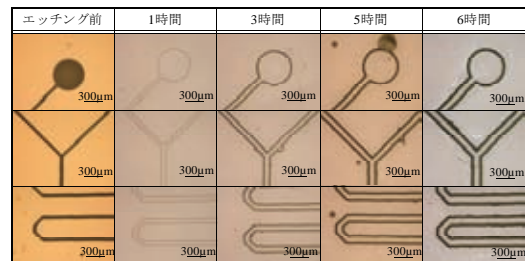


図6. 作製したマイクロ流路観察結果

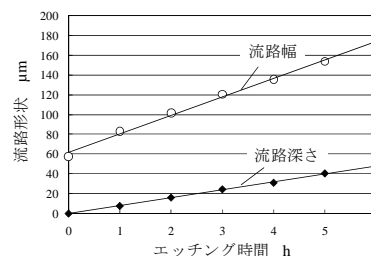


図7. 流路形状変化

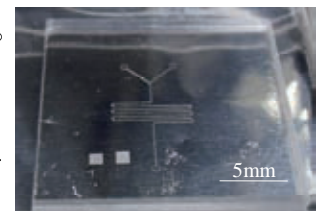


図8. 試作した流路形状

### 文 献

- (1) 藤田博之：マイクロ・ナノマシン技術入門，工業調査会，pp.113-116(2003)
- (2) 庄子習一他：ポリマーMEMSとマイクロTASへの応用，日本機械学会 2005 年度年次大会講演資料集(8)，No.5-1，pp.389-390 (2005)