イメージリバーサルレジストを犠牲層とした 付着の少ない表面マイクロマシン作製プロセス

正 員 川田 博昭* 非会員 安田 雅昭*

Fabrication Process for Surface Micromachine with Small Sticking Problem by Use of Image Reversal Resist as Sacrificial Layer

Hiroaki Kawata*, Member, Masaaki Yasuda*, Non-member

A new process is developed for a surface micromachine fabrication with a small sticking problem. Electroplated Ni film is used as micromachine material and a resist for the image reversal process is used as a sacrificial layer. The processes for the image reversal are carried out before making movable structures. The resist is developed after making movable structures. Movable structures are fixed by small resist columns when the development of the sacrificial layer resist is finished. Finally, the small columns are removed by O₂ plasma. Cantilevers with long and wide beam are fabricated by the new process. The cantilever with 1000 μ m length and 100 μ m width beam can be fabricated without the sticking problem. The mechanical properties of the electroplated Ni film are examined. It is found that the mechanical properties of the electroplated Ni film is almost same as those of a bulk Ni.

キーワード：表面マイクロマシン，イメージリバーサルレジスト，スティッキング

Keywords : surface micromachine, image reversal resist, sticking

1. はじめに

表面マイクロマシンは比較的作製が容易なため、マイクロマシンの主流の一つとなっている。作製においては、プロセス中は可動部を犠牲層で固定しておき、プロセスの最後に犠牲層を除去して可動部が動くようにする。犠牲層除去は通常ウェットプロセスで行われるが、最終的に薬液を除去するために洗浄を行なう。それを乾燥させるときに表面張力により可動部が基板に付着してしまい、可動部が動かなくなるスティッキングが大きな問題となる⁽¹⁾。このため、乾燥時に起こるスティッキングを防ぐための多くの方法が提案されている^{(2)~(3)}。また、表面張力の問題がないドライプロセスを用いた方法も提案されている⁽⁴⁾。

フォトリジストを利用して、露光、通常のウェット現像により可動部を固定するために必要な部分以外を取り去り、残されたわずかな部分のみを酸素プラズマで除去するプロセスが提案されている⁽⁵⁾。これにより、最終的な犠牲層の除去はドライプロセスとなり、スティッキングの問題は

大幅に改善される。さらに、残されたわずかな部分のみを酸素プラズマで除去するだけであるので、ダメージが心配されるプラズマ処理の時間も短い。前回、このようなフォトリジストを犠牲層とするプロセスを提案した。そのプロセスでは、犠牲層であるフォトリジストにあらかじめ小さな支柱パターンを露光してから Ni メッキで可動部を作製し、フォトリジストを現像する。現像後、可動部は小さなレジストの支柱群で支えられており、最後に酸素プラズマでこの支柱群を除去する⁽⁶⁾。この方法は単純な露光プロセスを追加するだけで、任意の可動部の形状に対して適用可能な方法であり、しかも、110℃以上の高温を全く使用しないプロセスであった。しかし、犠牲層としてネガ型のフォトリジストを用いたため、完成したマイクロマシンの固定部はレジスト上にあり、固定部の強度、種々の環境に対するレジストの耐性が懸念される構造であった。そこで、本研究では犠牲層としてイメージリバーサル用のレジストを用いた新しいプロセスを提案し、完成後には部材となる金属薄膜だけで構成されるマイクロマシンを作製した。

2. 実験および結果

〈2-1〉 作製プロセス 本研究ではカンチレバーを作製した。図 1 に作製するカンチレバーの概略図を示す。カ

* 大阪府立大学大学院工学研究科電子物理工学分野
〒599-8531 大阪府堺市学園町 1-1
Department of Physics and Electronics, Graduate School of
Engineering, Osaka Prefecture University
1-1 Gakuenchou, Sakai city, Osaka 599-8531

ンチレバーおよび支持台（Base 部）は Ni メッキで作製する。支持台の厚さは約 $4\mu\text{m}$ である。レバーの長さは $L=100\sim 1000\mu\text{m}$ ，レバーの幅は $100\mu\text{m}$ とした。このように，長さが長く，幅が広いレバーは基板に付着しやすく，リリースしにくい構造であるため作製が容易でない。本プロセスで最も重要な犠牲層はイメージリバーサル用のレジストを用いた。図 2 にイメージリバーサル法のプロセスを示す⁽⁷⁾。イメージリバーサル用のレジストは通常のポジ型のフォトリソグ（東京応化製，OFPR-800）にジエチルアミンを 1 重量% 混入させたものを用いた。まず，作製したいパターンを露光する（図 2，(a)）。ここでは通常のポジ型フォトリソグであるので，図 2 (a) の A の部分が現像液に可溶となる。次に， 95°C ，30 分間オープンでベーキングする（図 2，(b)）。このベーキングで露光によりレジスト内にできたカルボン酸とジエチルアミンが反応して現像液に不可溶な反応生成物が生成される。この後，全面露光（図 2，(c)），現像（図 2，(d)）を行うと B の部分は現像液に可溶であるが，A の部分は現像液に不可溶となっているため，最終的に最初に露光された A の部分が残る。このように，イメージリバーサル法はポジ型レジストをネガ型レジストのように使う方法である。このプロセスの大きな特徴は次の 2 点である。(i)ベーキングする前はポジ型レジストとして利用できる，(ii)全面露光後に露光されても問題はない。本プロセスはこのようなイメージリバーサル法の特長をうまく利用する。

カンチレバーの作製プロセスを図 3 に従って説明する。(a)約 $0.5\mu\text{m}$ の SiO_2 を付けた，大きさ約 $30\times 40\text{mm}$ Si を基板とする。カンチレバーの支持台およびレバーを駆動する電圧を印加するための対向電極の部分をリフトオフ法により作製する。蒸着は Cr, Au の順に行い，薄膜の厚さは合わせて約 $0.15\mu\text{m}$ とした。(b)犠牲層として約 $4\mu\text{m}$ の厚さのイメージリバーサル用レジストを塗布する。支持台の部分の露光，現像し，支持台の部分となるレジストを除去する。本実験では露光時間は 30 秒，現像時間は約 4 分であった。(c) 支持台を Ni 電解メッキで作製する。メッキ浴は通常のスルフォミン酸ニッケル浴を用いた。メッキ厚さはメッキ時間にほぼ比例することが確かめられた。1 回目のメッキ終了後，水洗してから続けて 2 回目のメッキを行い，2 回目のメッキも 1 回目とほぼ同じ速度でメッキできることがわかった。これより，繰り返してメッキをすることが可能であることが確かめられた。本実験では支持台とレジストの段差を干渉顕微鏡で測定しながら繰り返してメッキを行い，支持台とレジストの高さがほぼ同じになるようにした。メッキであるので再メッキもあまり手間を必要としない。このようにして基板内に作られた支持台とレジストの段差を最大で $0.5\mu\text{m}$ 以下にすることができた。(d)周期 $20\mu\text{m}$ で $5\mu\text{m}$ 角の支柱となる部分を露光する。露光時間は 45 秒とした。周期的なパターンを露光するので可動部の形状に関係なく，位置合わせも必要ない。パターン露光後，ベーキング，全面露光を行い反転処理を行う。これにより

図 1 作製するカンチレバーの概略図
Fig. 1. Schematic view of fabricated cantilevers.

図 2 イメージリバーサルプロセス
Fig. 2. Process flow of image reversal method.

図3 作製プロセスの流れ図

Fig. 3. Flow chart of fabrication process.

現像後は $5\mu\text{m}$ 角の小さな支柱群のみが残る。全面露光の露光時間は 50 秒とした。

(e)カンチレバーをメッキするときの電極となる Cu を電子ビーム蒸着する。蒸着するさいレジストはフィラメント光に照射される。前回提案したプロセスではレジストが露光されないように注意を要したが、本プロセスではイメージレバーサルレジストが全面露光された後なので問題は全くない。Cu 上にポジ型のフォトレジストを塗布し、この上層レジストにカンチレバーのパターンを形成した後、Ni メッキを行う。全面露光を行い、上層レジストを現像液で除去する。(f) 5%の過硫酸アンモニウム水溶液にアンモニア水を 20%混合したエッチング液で Cu をエッチングする。このエッチング液では Ni はほとんど溶けず、Cu だけをエッチングすることができる⁽⁸⁾。次に、イメージリバーサルレジストの現像を行う。静置して現像を行ったときに、露出部の現像が完了する時間を T_0 とする。本実験では $T_0=12$ 分となった。図 3(b)の反転する前のレジストの現像時間は 4 分であったので、ここでの現像時間はその 3 倍要している。イメージリバーサルレジストは現像するまでに何回もベーキングされているため、現像されにくくなったと考えられる。この現像後、Ni を除去する前、およびレジストの状態を見るため Ni を除去した後の試料の光学顕微鏡写真を図 4(a)に示す。露出部の現像は完了し、支柱のパターンがきれいに残っているが、レバーの下部分のレジストはほとんど現像されていないことがわかる。レバーの幅は $100\mu\text{m}$ で

図4 現像直後の状態（左）と残存レジストの状態（右）

Fig. 4. Top views after development (left) and after Ni etching (right).

あるので、両サイドから $50\mu\text{m}$ 現像する必要がある。 $4\mu\text{m}$ のレジストを現像するのに要する時間が T_0 であるから、現像時間は $12.5T_0$ と見積もられる。 $15T_0$ 現像したときの試料を図 4(b)に示す。露出部およびレバー外周部の支柱パターンは消失しているが、レバー中央部のレジストはまだ未現像で残っていることがわかる。これは露出部に近いレジスト支柱群は徐々に現像され、レバー中央部のレジストの現像速度は遅くなることを示す。このように露出部の支柱群が現像されることは本実験のように可動部の幅が全て同じである場合にはあまり問題ない。しかし、異なる幅の可動部をもつマイクロマシンを作製するには一番小さなパターンの下支柱パターンが消失する前に、一番大きなパターンの下部分の現像も完了しなければならない。このため、露出部の支柱パターンが消失する前に大きな幅の下部分の現像も完了することが望ましい。そこで、超音波処理を援用して現像時間の短縮を試みた。連続的に超音波処理を行うと、レバーの下支柱パターンの消失の方が顕著であり、静置現像よりも悪い結果となった。そこで、まず、 $1.2T_0$ 間は静置現像を行い、露出部の現像が完全に完了した後、2分毎に約1秒間、間歇的に超音波処理しながら現像を行った。 $7T_0$ での試料を図 4(c)に示す。露出部の支柱パターンは残っており、レバー中心部のわずかな部分に未現像の部分が認められるが、現像はほぼ完了している。このように間歇的な超音波処理で現像の状態はかなり改善され、現像時間も短縮されることがわかった。 $7T_0$ ではまだわずかに未現像の部分が残るので、本プロセスでは間歇的な超音波処理を援用した現像の時間を $8T_0$ とした。(g)酸素プラズマのアッシングで支柱群を除去した。誘導結合型のプラズマ装置を用い、プロセスガスは $\text{O}_2 + 2\%\text{CF}_4$ とした。通常の半導体のプラズマプロセスとは異なり、プラズマと接触しないレバー下のレジストを除去するため、サイドエッチングの大きいプロセスが望まれる。このため、圧力 13.3Pa 、試料台に高周波バイアスを印加せず、等方的にエッチングが進むと考えられる条件でアッシングを行った。露出部のレジスト除去に要する時間は 3.5 分であった。支柱パターンがなく、レバー下全面にレジストがある場合、このレバー下のレジストを除去するのに要する時間は 90 分であった。支柱パターンがある場合に 20 分間アッシングしたときのレバー下のレジストの状態を図 5 に示す。アッシング開始前の状況は図 4(c)Ni 除去後で見られるレジスト形状とほぼ同じである。アッシングにより大部分の支柱群が除去されていることがわかる。 30 分のアッシングで支柱群の除去は完了した。このように支柱群を設けて、アッシングされるレジストの部分を大幅に減少させることでアッシングの時間を $1/3$ に減少させることができた。以上のプロセスで対向電極が基板上にあり、レバーと対向電極のギャップが約 $4\mu\text{m}$ のカンチレバーが作製できる。

図 6 に完成した長さ $1000\mu\text{m}$ のカンチレバーの先端の SEM 写真を示す。先端が基板に接触していないことがわ

図 5 アッシング後のレバー下のレジスト状態

Fig. 5. Remaining resist under the lever after ashing.

図 6 長さ $1000\mu\text{m}$ のカンチレバーの先端

Fig. 6. Beam top of $1000\mu\text{m}$ length cantilever.

図 7 共振時の印加電圧と PSD 出力波形

Fig. 7. Applied voltage and PSD output waveforms at resonant frequency.

かる。

〈2・2〉 振動特性の測定 カンチレバーと対向電極の間に正弦波電圧を印加して、カンチレバーの振動実験を行った。レバーの先端に波長 670nm の半導体レーザーを照射し、その反射光を 1 次元の半導体位置検出素子 (Position Sensitive Detector, PSD, 浜松フォトニクス製 S3931) で検出した。レバーの振動に応じて反射光の位置が変化するため、PSD の出力電圧はレバーの振動に対応した振動波形を示す。二現象のオシロスコープを用いて印加電圧波形と PSD の出力電圧波形を同時に測定した。印加電圧は対向電極から測ったカンチレバーの電圧とする。PSD の出力電圧はカンチレバーが基板に近づいたとき負電圧となった。PSD の出力電圧はカンチレバーの振れの大きさに比例するが、絶対値校正はできていないので、カンチレバーの振れの大きさの絶対値を求めることはできない。まず、PSD の出力の応答を調べた。パルス駆動された発光ダイオードか

らの光を PSD に入力し、印加パルス電圧の波形と PSD の出力電圧の波形を比較した。その結果、本論文で扱う周波数 (<10kHz) では PSD からの出力電圧はほとんど時間遅れがないことがわかった。図 7 にレバー長さ $800\mu\text{m}$ 、厚さ $2.5\mu\text{m}$ のカンチレバーの振動実験の測定結果を示す。印加電圧の周波数はレバーが共振する周波数に合わせている。印加電圧は 0V を中心とした正弦波電圧であり、正電圧、負電圧のいずれのサイクルでもカンチレバーと対向電極の間には引力が働くため、カンチレバーの振動周波数は印加電圧の周波数のちょうど 2 倍になっていることわかる。これより、本プロセスで作製された長いカンチレバーの振動が確かめられた。印加電圧は 6.1V の振幅の正弦波電圧に 0.3V の正の直流電圧が重畳したものとなっており、正電圧のピークの大きさ (図 7 の A') は負電圧のピークの大きさ (図 7 の B') より大きい。カンチレバーが最も基板に近づく振動の負電圧のピークをみると、ピーク A はピーク B より大きいことがわかる。このため、ピーク A が正電圧時の引力によるものと考えられる。明らかにこのピーク A の時間は正電圧のピークである A' の時間より遅れており、その位相差は印加電圧波形に対して 41° であった。

3. 考 察

一定の電圧下でカンチレバーに印加する電圧の周波数を変化させて振動振幅の周波数特性を求めた。図 8 に長さ $800\mu\text{m}$ のカンチレバーの結果を示す。横軸は印加電圧の周波数, f_a を示す。 $f_a=1.5\text{KHz}$ でカンチレバーが大きく振動しており、レバーが共振していることがわかる。このときの印加電圧と振動波形が図 7 である。前述のように、レバーの振動周波数, f_b は f_a の 2 倍になるため、レバーの共振周波数は 3.0KHz となる。この周波数特性より振動の Q を求めると、Q の値は 7.1 となった。この Q の値はあまり大きくないが、カンチレバーの振動に空気抵抗によるダンピングが働いているためと考えられる。 $f_a=3.0\text{KHz}$ でもレバーの振動が大きくなっていることがわかる。このときの印加電圧と振動波形を図 9 に示す。 $f_a=f_b$ となっており、この周波数でもレバーの基本共振周波数の振動が励起されていることがわかる。 f_a の整数倍でこのような振動が励起されると考えられるが、大きな整数倍になるほど励起される振動の振幅が小さくなり、本実験では 3 倍以上の振動は認められなかった。

作製された長さの異なるカンチレバーについて共振周波数を求め、レバーの長さとの関係を調べた。図 10 の実験値にその結果を示す。長さ L 、厚さ t の単純なカンチレバーの共振周波数, f_0 は次式で与えられる⁽⁹⁾。

$$f_0 = 0.162 \frac{t}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 E 、 ρ はそれぞれ材料のヤング率、密度である。 E 、 ρ の値をバルクの Ni の値である 200GPa 、 8.9g/cm^3 として計算したときの f_0 を図 10 の実線で示す。実験結果と計算結

図 8 長さ $800\mu\text{m}$ のカンチレバーの周波数特性
Fig. 8. Frequency response of $800\mu\text{m}$ length cantilever.

図 9 共振周波数の 2 倍の周波数の電圧を印加したときの
印加電圧と PSD の出力波形

Fig. 9. Applied voltage and PSD output waveforms at the double resonant frequency.

図 10 レバーの長さとの共振周波数の関係

Fig. 10. A relation between beam length and resonant frequency.

果がよくあっており、本実験で作製された Ni メッキ膜の機械特性はバルク Ni のものとはほぼ同じであることがわかる。今回、長さが $400\mu\text{m}$ までのカンチレバーの共振周波数しか測定できなかった。カンチレバーの長さが短くなるほど同じ駆動電圧に対する振動の振幅が小さくなるため、短い

カンチレバーの振動を測定するには大きな駆動電圧が必要となる。一方、駆動電圧を大きくすると長いカンチレバーが対向電極に接触してしまい、カンチレバーに電圧がかかれなくなる。このため、本実験では $300\mu\text{m}$ 以下のカンチレバーの振動特性を取ることができなかった。

カンチレバーの振動は印加電圧より遅れている。この位相差の大きさはカンチレバーに働くダンピング力等の情報を含んでおり、カンチレバーの動作を解析する際に重要な量である。しかし、本論文ではカンチレバーの振動の大きさだけに注目し、共振周波数のみを議論した。今後、位相差も含めてカンチレバーの振動の解析を進めていく必要がある。

図4の現像後のNiカンチレバーの光学写真より、明らかにレバー部のNiには支柱パターンが見られる。Niは不透明であるので、支柱パターンは見えないはずである。実際に段差測定を行うと支柱部には $0.2\sim 0.3\mu\text{m}$ のくぼみがあることがわかった。このくぼみはイメージリバーサルレジストの反転プロセス(図2(d))が終了した時点でできており、反転プロセス中にレジストが収縮したことがわかる。共振周波数の測定結果より、本実験ではこの程度のくぼみはNiメッキ膜の機械特性にほとんど影響しないことがわかる。しかし、薄膜の厚さが薄くなると、このようなくぼみの影響が出てくると思われるので注意を要する。

通常のウェットプロセスにより犠牲層除去を行い、本プロセスとの比較を行った。犠牲層として通常のポジ型フォトリソを用い、露光後犠牲層の上にカンチレバーのパターンを作製した。その後、現像液で犠牲層を完全に除去し、水洗、乾燥させてカンチレバーを作製した。この場合、長さ $200\mu\text{m}$ 以上のカンチレバーは全て基板に付着した。本プロセスでは長さ $1000\mu\text{m}$ のカンチレバーの動作も確認できているため、本プロセスにより犠牲層除去時に起きる可動部の基板への付着を大幅に低減できることがわかる。

4. まとめ

イメージリバーサルレジストを用いた新しい表面マイクロマシン作製プロセスを提案した。このプロセスではイメージリバーサル処理後のレジストは露光されても問題ないので、プロセスの制約を少なくすることができる。この方法を用いて金属薄膜のみで構成されるカンチレバーを作製した。レバーの幅が $100\mu\text{m}$ 、長さが $1000\mu\text{m}$ 、基板とのギャップが $4\mu\text{m}$ のカンチレバーを作製し、その動作を確認した。カンチレバーを電氣的に駆動して、その振動特性よりNiメッキ膜の機械的性質を評価したところ、バルクのNiとほとんど同じであることがわかった。

イメージリバーサルされたレジストを長時間現像すると、残存部のレジストも徐々に減少していくので、種々の幅のパターンが混在するマイクロマシンを作製するには問題が生じる。今後、反転プロセスの最適化を行い、残存部のレジストの現像速度が最小となる条件を見つける必要がある。

可動部の幅が $100\mu\text{m}$ の構造のマイクロマシンまでは問題なく出来ることが確認できた。通常のマイクロマシンでは可動部の幅が $100\mu\text{m}$ 以下の場合が多いので、このプロセスで任意の形状の可動部を持つマイクロマシンが低温で作製できると考えられる。

(平成15年3月31日受付, 平成15年9月26日再受付)

文 献

- (1) C. H. Mastrangelo and C. H. Hsu : "Mechanical Stability and Adhesion of Microstructures Under Capillary Forces - Part I: Basic Theory", *J. MEMS*, Vol.2, No.1, pp.33-43 (1993)
- (2) J. Y. Kim and C.-J. Kim : "Comparative Study of Various Release Methods For Polysilicon Surface Micromachining", *Proc. MEMS-97*, Nagoya, Jan., pp.442-447 (1997)
- (3) G. T. Mulhern, D. S. Soane, and R. T. Howe : "Supercritical Carbon Dioxide Drying of Microstructures", *Proc. Transducers '93*, Yokohama, June, pp.296-299 (1993)
- (4) Y.-I. Lee, K.-H. Park, J. Lee, C.-Su Lee, H. J. Yoo, and C.-J. Kim : "Dry Release for Surface Micromachining with HF Vapor-Phase Etching", *J. MEMS*, Vol.6, No.3, pp.226-233 (1997)
- (5) D. Kobayashi, C.-J. Kim, and H. Fujita : "Photoresist-Assisted Release of Movable Microstructures", *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol.32, Part 2, No.11A, pp.L1642-L1644 (1993)
- (6) H. Kawata, J. Tabata, T. Matsunaga, M. Yasuda, and K. Murata : "Long Ni Cantilever Fabrication with New Sacrificial Process", *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol.41, Part 1, No.6B, pp.4327-4331 (2002)
- (7) H. Moritz : "Optical Single Layer Lift-Off Process", *IEEE Trans. ED*, Vol.ED-32, No.3, pp.672-676 (1985)
- (8) T. Matsunaga, K. Kondoh, M. Kumagae, H. Kawata, M. Yasuda, K. Murata, and M. Yoshitake : "Fabrication of a New Electrostatic Linear Actuator", *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol.39, Part 1, No.12B, pp.7115-7119 (2000)

川 田 博 昭

(正員) 1954年11月19日生。1983年8月大阪府立大学大学院電子工学専攻博士課程修了。同助手などを経て、1998年同助教授、現在に至る。現在、反応性プラズマ、微細加工、マイクロマシンの研究に従事。工学博士。

安 田 雅 昭

(非会員) 1965年12月30日生。1994年3月大阪府立大学大学院電子工学専攻博士課程卒業。同年同助手を経て、現在に至る。現在、電子ビームを用いた微小分析のシミュレーション、微細加工の研究に従事。工学博士。