

第四章 實驗結果與討論

4-1 XRD 鑑定

利用 XRD 做 PLLA 及 HA/PLLA 之成分分析，角度由 3° 至 70° 。圖 4-1 為 PLLA 之 XRD 圖[29]；圖 4-2 為 HA/PLLA 之 XRD 圖；圖 4-3 為兩者之比較圖，由圖 4-3 可看出當 HA 加入 PLLA 後於 $2\theta=38^{\circ}$ 、 45° 、 65° 出現了三根 Peak，由此可初步得知混合後 HA 已均勻分佈於 PLLA 中。

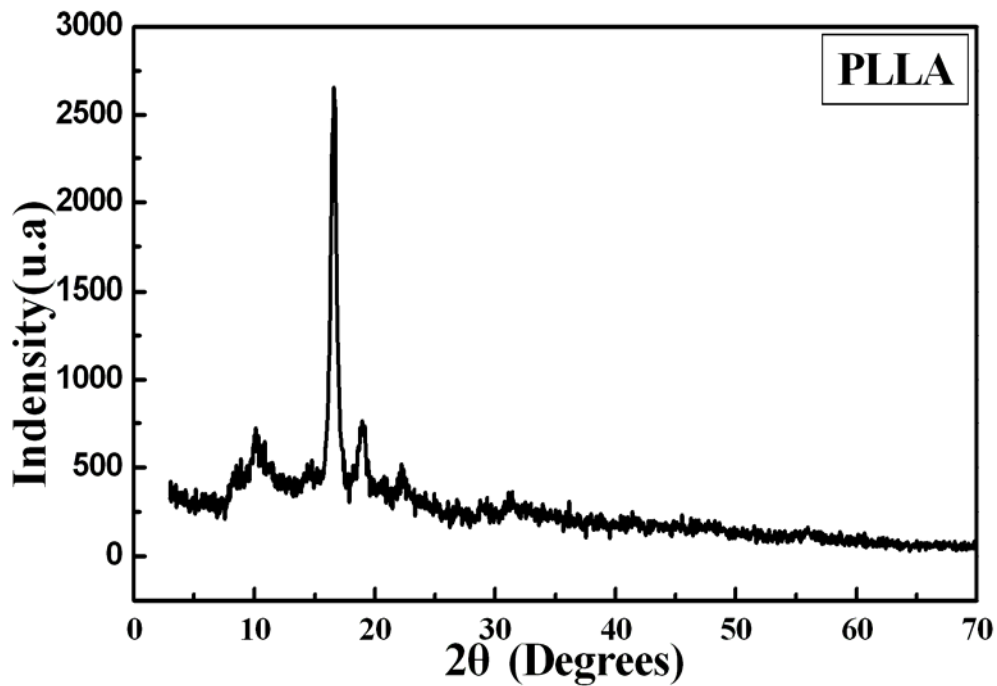


圖 4-1 PLLA 之 XRD 圖

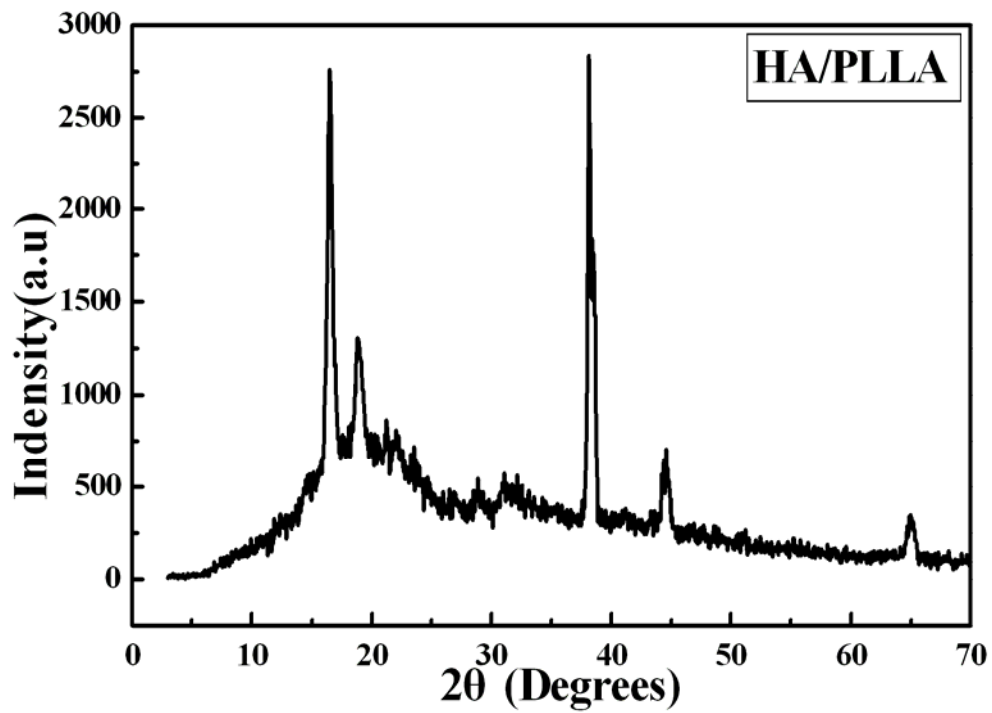


圖 4-2 HA/PLLA 之 XRD 圖

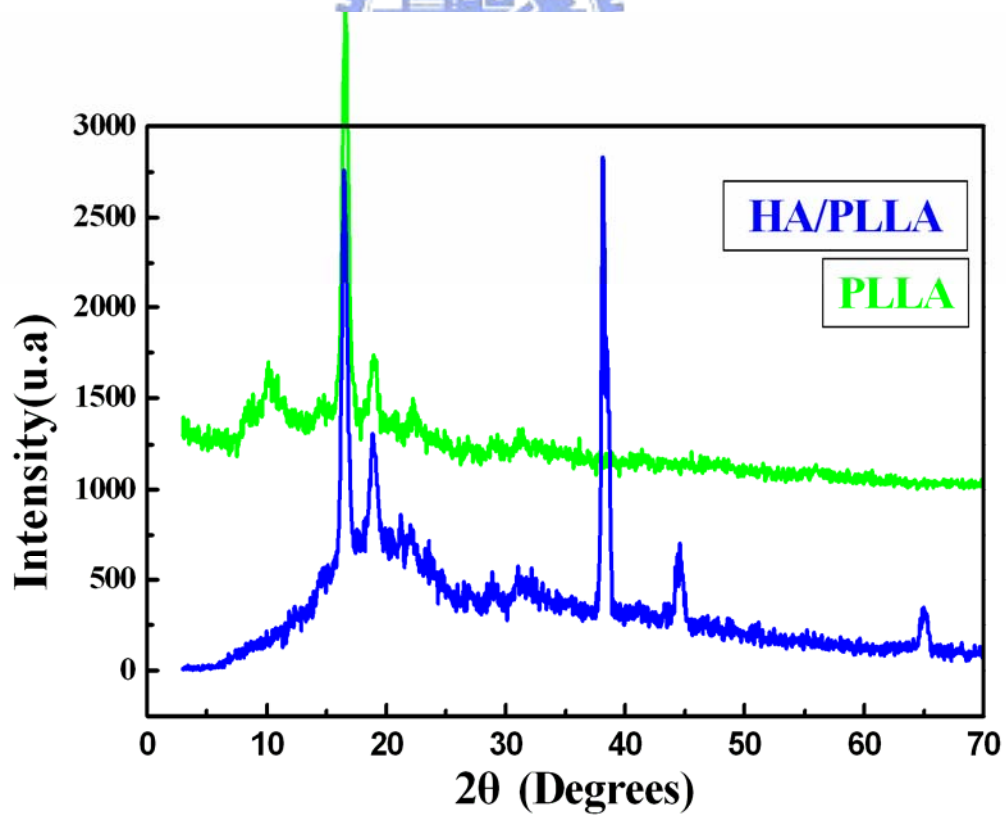


圖 4-3 PLLA 與 HA/PLLA 之 XRD 比較圖

4-2 FTIR 鑑定

利用FTIR來檢測官能基，圖 4-4 為PLLA之官能基分佈圖，由圖中可看到PLLA之特徵官能基 CH_3 約落在 1093cm^{-1} 處，而CO約落在 1045cm^{-1} 及 1446cm^{-1} 處；圖 4-5 為HA之官能基分佈圖，圖中可看到HA之特徵官能基 CH_3 約落在 1155cm^{-1} 、NH約落在 3287cm^{-1} 處。

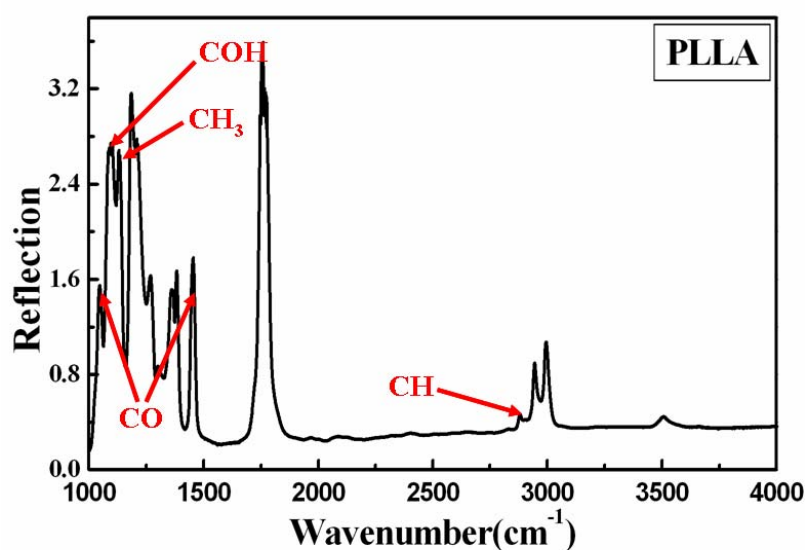


圖 4-4 PLLA 之官能基分佈圖

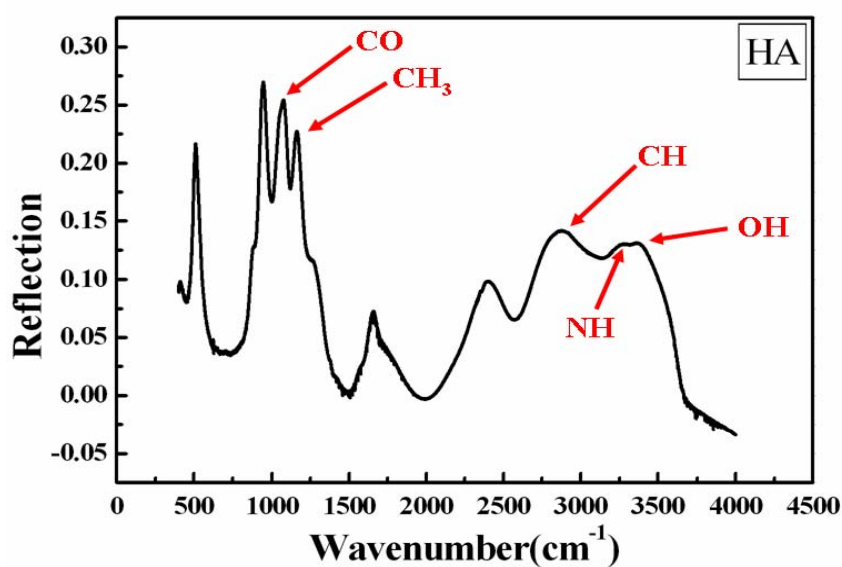


圖 4-5 HA 之官能基分佈圖

4-3 製備之微模具

設計之模仁圖形為線寬 $50\mu\text{m}$ 、間距 $50\mu\text{m}$ 之圓，其模仁尺寸為 $2\text{cm}\times 2\text{cm}$ 。經由旋塗負光阻(NEB-22)、E-Beam曝光、顯影、金屬層蝕刻、ICP蝕刻、再一次金屬層蝕刻等製程，製備出矽晶圓圓柱陣列模仁。圖 4-6 為經由 ICP-RIE後之模仁SEM圖，由於通入之氣體 SF_6 具有高選擇比，所以可看到圖中之鋁擋層幾乎未被蝕刻，故可用來製作較高深寬比之模具；圖 4-7 為模仁進行第二次金屬層蝕刻，將鋁擋層蝕刻掉之SEM圖，圖中可看到模仁上端 $1/3$ 處有Overcut的情形出現；圖 4-8 為模仁之SEM上視圖，從圖 4-7 及圖 4-8 可看出經由ICP蝕刻後之模仁頂部線寬約為 $33\mu\text{m}$ 、底部線寬約為 $40\mu\text{m}$ 、圓柱高度約為 $100\mu\text{m}$ ；圖 4-9 為放大倍率 400 倍之模仁SEM圖；表 4-1 為 ICP-RIE之低溫製程參數。



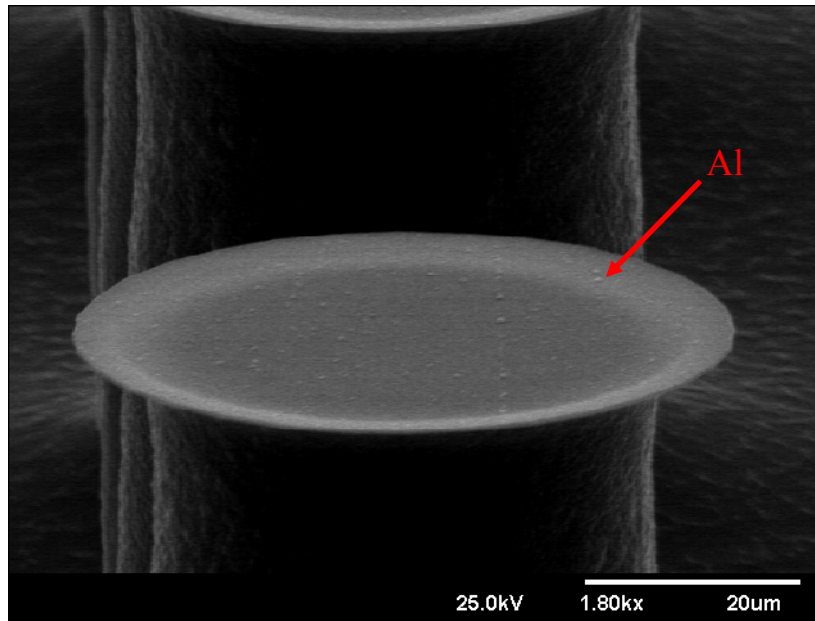


圖 4-6 模仁未經第二次金屬層蝕刻之 SEM 圖，圖中可看到模仁表面還留有一層鋁

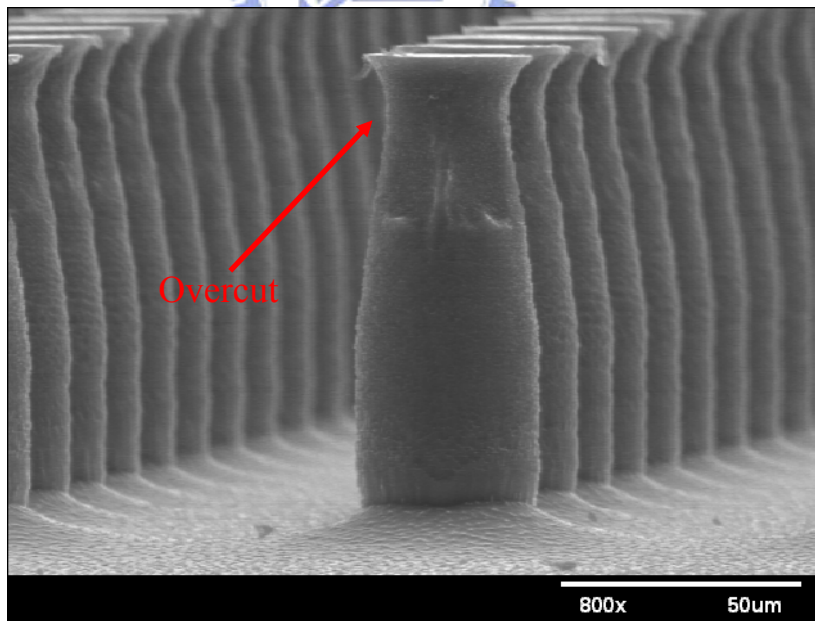


圖 4-7 模仁經過金屬層蝕刻後之 SEM 圖，上端 1/3 處有 Overcut 的現象產生

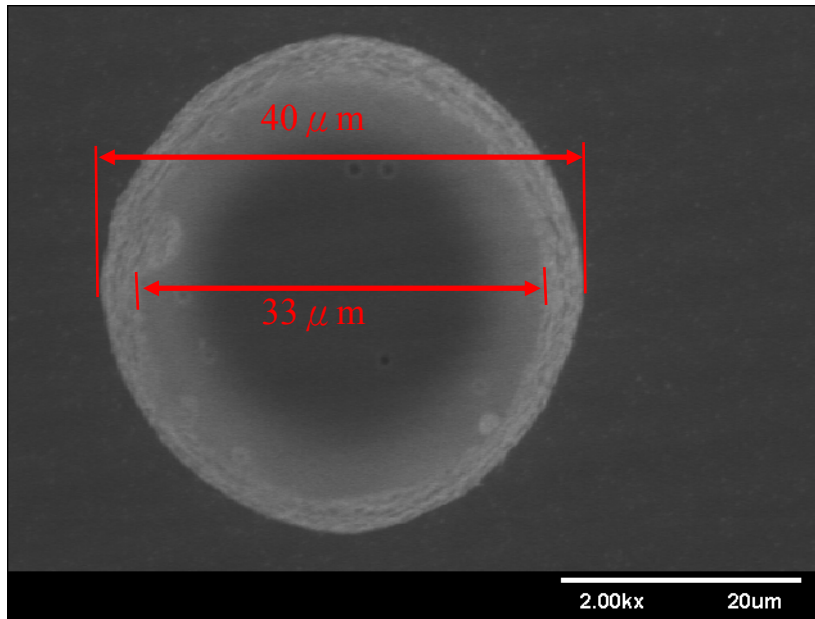


圖 4-8 模仁經過金屬層蝕刻後之表面 SEM 圖

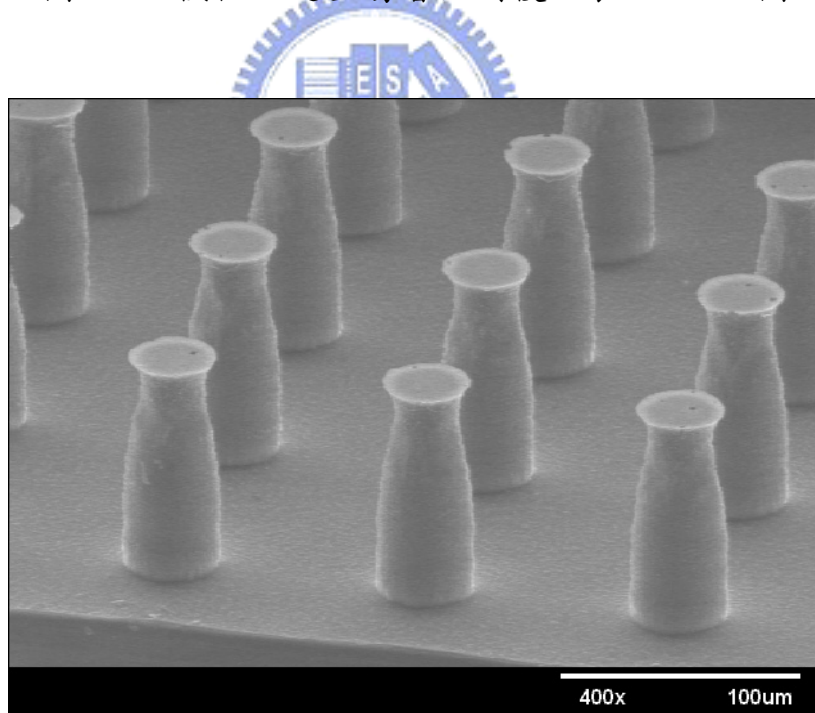


圖 4-9 放大倍率 400 倍之模仁 SEM 圖

	Time (sec)	He (Torr)	RF Power (W)	ICP Power (W)	O ₂ flow (sccm)	SF ₆ flow (sccm)
Step 1	30	10				
Step 2	10	15	40	2000		
Step 3	5	15	20	2000		
Step 4	5	15	20	1500		
Step 5 (Etching)	3000	15	6	1500	9	100

表 4-1 ICP-RIE 之低溫製程參數表

*Chamber Pressure : 10 mtorr ; Temperature : -100°C



4-4 微熱壓製備多孔性 HA/PLLA 薄膜

將高分子溶液旋塗於矽晶圓表面，其薄膜厚度約為 25 μm ，將製備好之矽晶圓模仁放置上面，於矽晶圓模仁背面墊一片矽膠模板，其用意為使壓力均勻分散，並以此當緩衝降低矽晶圓模仁之損壞。待就緒後即進行壓印動作，以製備多孔性高分子薄膜，表 4-2 為微熱壓之製程參數，Step1 為預壓(Pre-Embossing)過程，Touch Force 為 200N；Step2 為預熱(Heating)過程，設定之上、下兩加熱板之表面溫度為 71 $^{\circ}\text{C}$ ，而設定與上、下加熱板接觸之矽晶圓與矽晶圓模仁表面溫度為 67 $^{\circ}\text{C}$ ；Step3 為加壓(Embossing)過程，待加熱達設定溫度後即進行加壓，設定之壓力為 500N，下壓速度為 0.5mm/min，而保壓時間為 90sec；Step4 為冷卻(Cooling)過程，同 Step2。待冷卻至設定溫度 33 $^{\circ}\text{C}$ 後，上加熱板即往上升，完成壓印的動作。圖 4-10 至 4-12 為壓印後經脫模之薄膜 SEM 圖，由圖 4-12 可看到壓印之薄膜為盲穴薄膜即未穿孔之薄膜，其厚度約為 10 μm 。



	Temperture(°C)		Force (N)	Holding-Time (sec)	Velocity (mm/min)
	Top	Bottom			
Step0	Evacuate Chamber				
Step1			200	90	
Step2	71	67			
Step3			500	90	0.5
Step4	33	33		90	

表 4-2 微熱壓之製程參數表

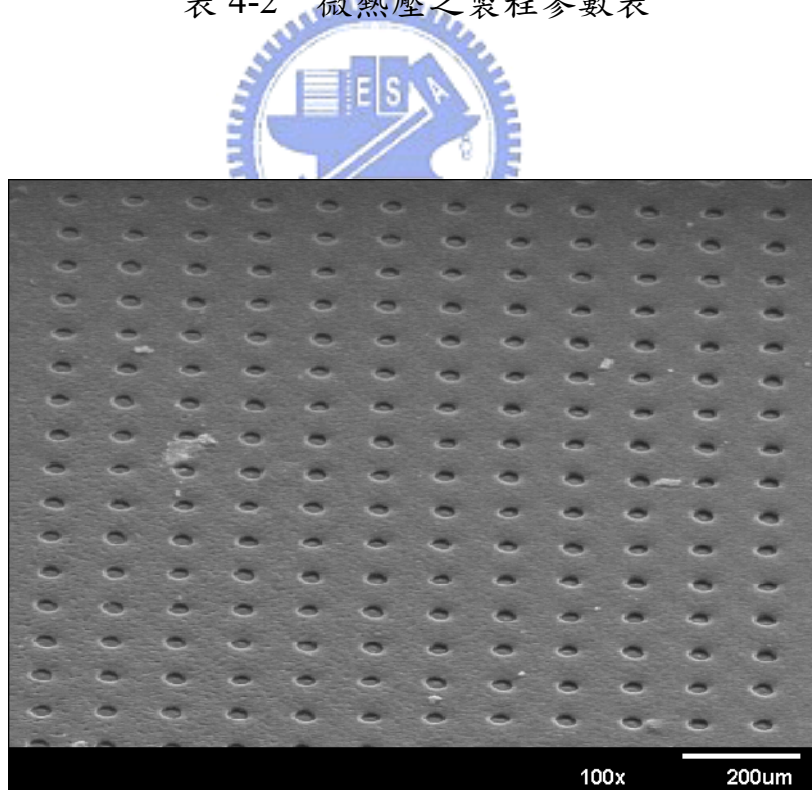


圖 4-10 微壓印後之 HA/PLLA 薄膜表面結構 SEM 圖

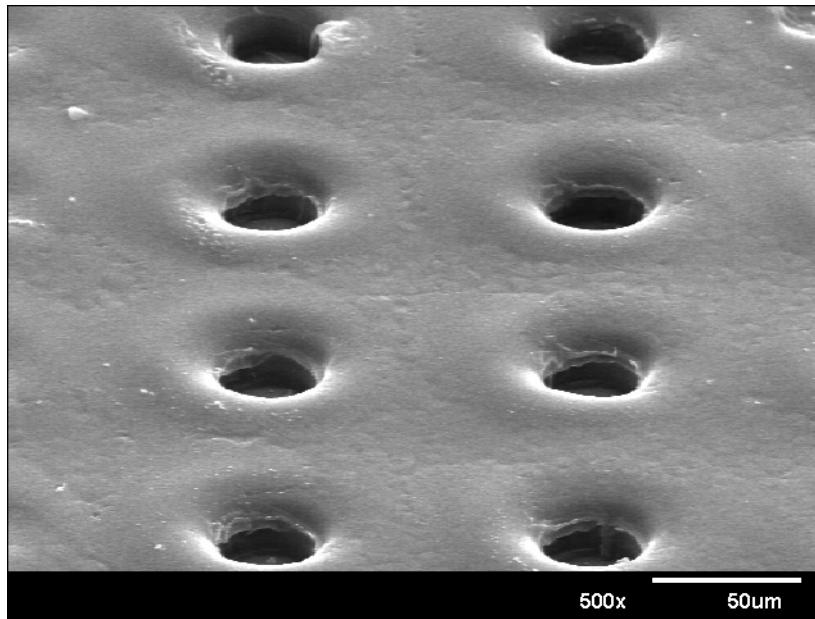


圖 4-11 微壓印後之 HA/PLLA 薄膜表面結構 SEM 放大圖

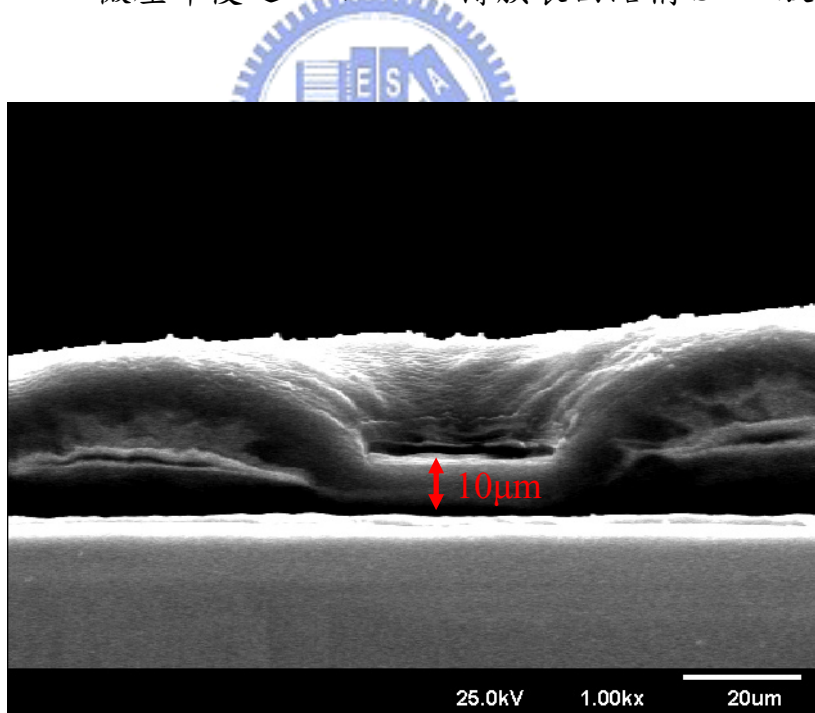


圖 4-12 壓印後之薄膜為未穿孔之薄膜，其厚度約為 10 μ m

4-5 利用 RIE 進行薄膜穿孔處理

由於進行熱壓後薄膜呈現盲孔狀態，為了達到通孔之目的，所以再進一步以RIE方式，將剩餘未穿孔之薄膜吃穿，藉由通入O₂ 5sccm及 10sccm；ICP Power 500w；Bais Power 100w，蝕刻時間為 60、90、120、140、160sec，圖 4-13 與圖 4-14 為O₂ 10sccm、時間 60sec之SEM圖，圖中可以看到由於O₂ 流量過高，導致蝕刻效果不彰；圖 4-15 與圖 4-16 為蝕刻 90sec之薄膜SEM圖，由圖來看薄膜因蝕刻時間不足而未通孔；圖 4-17 與圖 4-18 為蝕刻時間 120sec之薄膜SEM圖，薄膜較 90sec來的薄些；圖 4-19 與圖 4-20 為蝕刻時間 140sec之薄膜SEM圖，由圖來看，薄膜已接近穿孔；圖 4-21 至圖 4-23 為蝕刻時間 160sec之薄膜SEM圖，由圖 4-21 及 4-22 可看出薄膜之盲穴已經由蝕刻為通孔，並可算出蝕刻率約為 $10\mu\text{m} / 160\text{sec} = 0.0625\mu\text{m}/\text{sec}$ 。



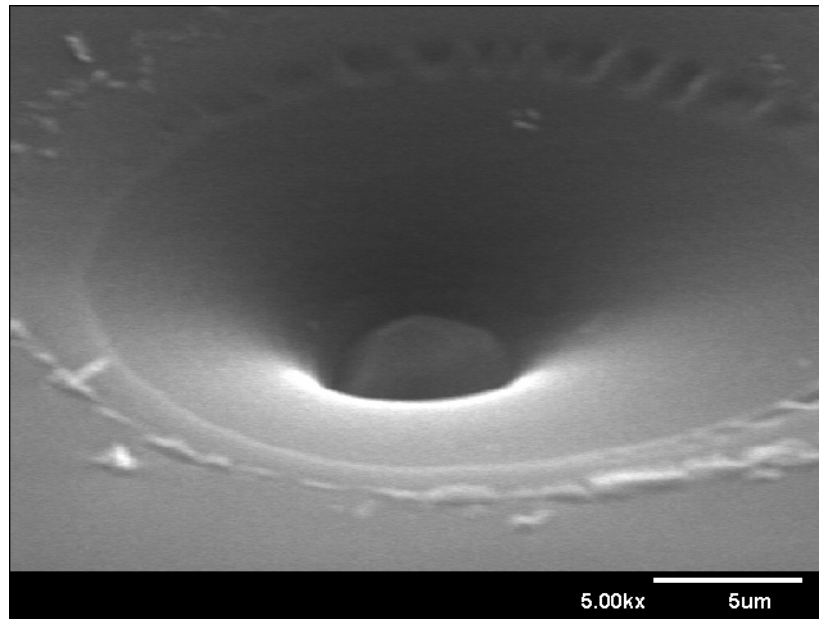


圖 4-13 O_2 10sccm、蝕刻時間 60sec之薄膜SEM圖

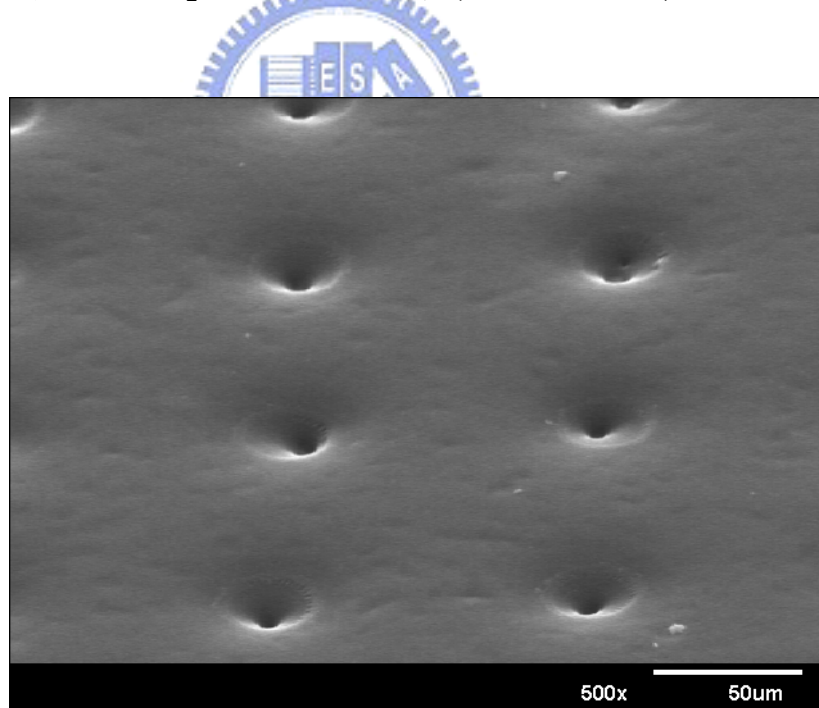


圖 4-14 O_2 10sccm、蝕刻時間 60sec之薄膜結構SEM圖

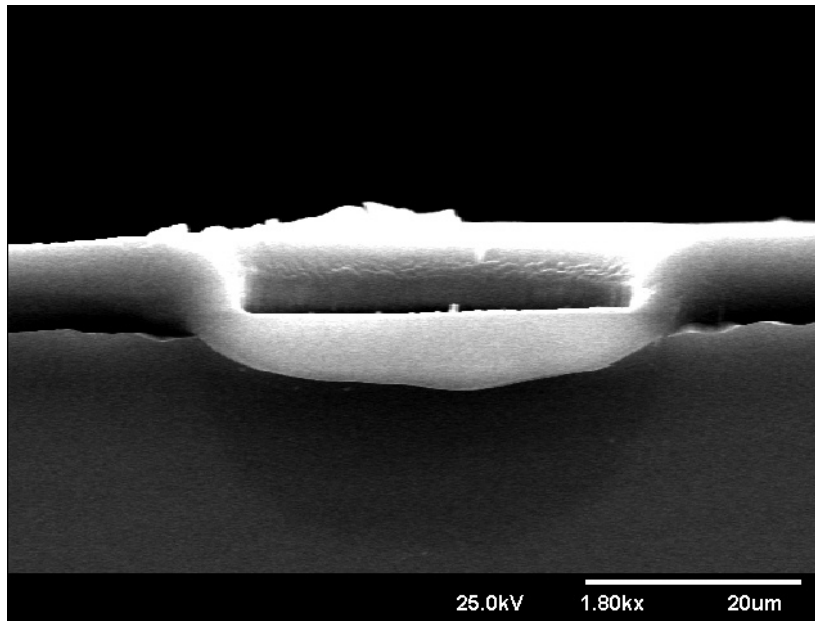


圖 4-15 O₂ 5sccm、蝕刻時間 90sec之SEM側視圖

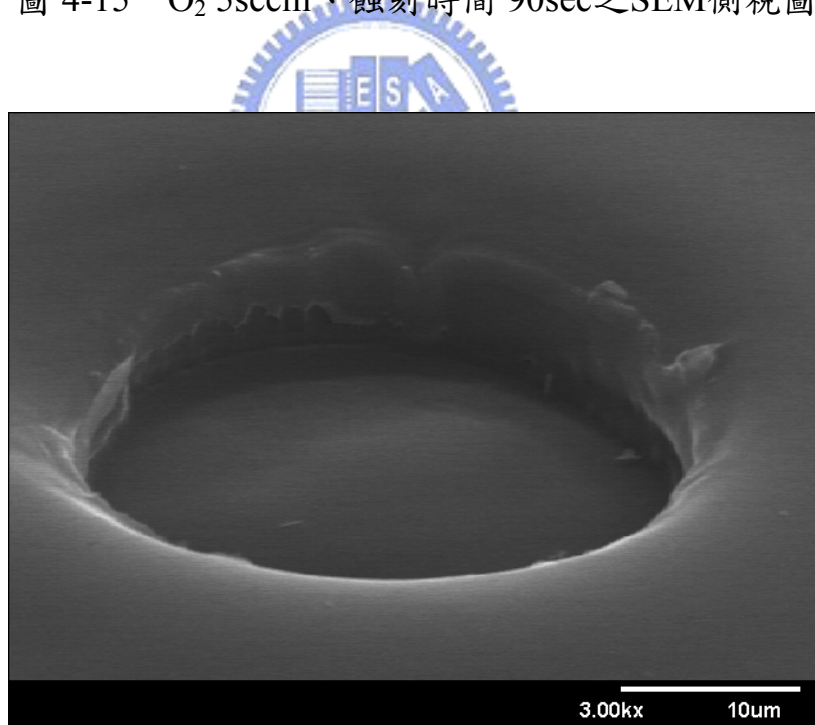


圖 4-16 O₂ 5sccm、蝕刻時間 90sec之孔洞結構SEM圖

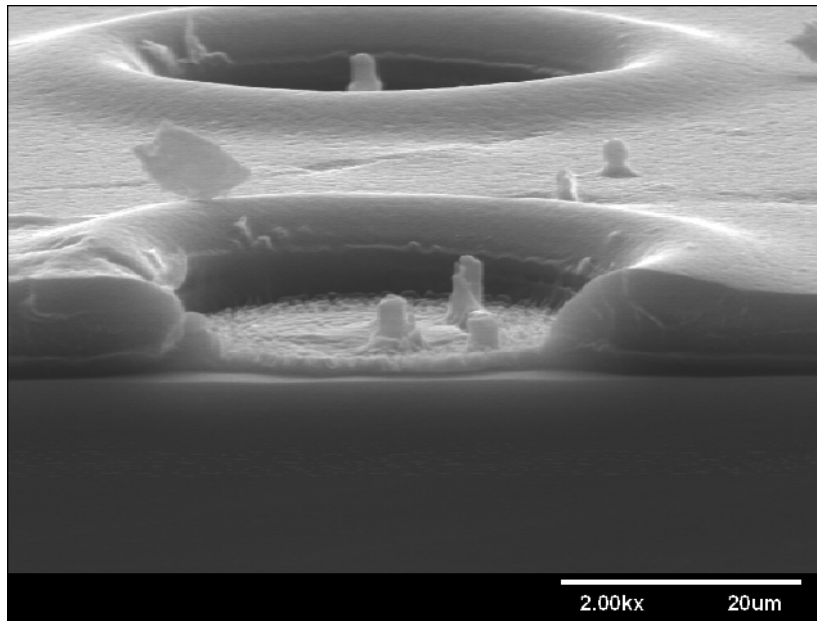


圖 4-17 O₂ 5sccm、蝕刻時間 120sec之SEM側視圖

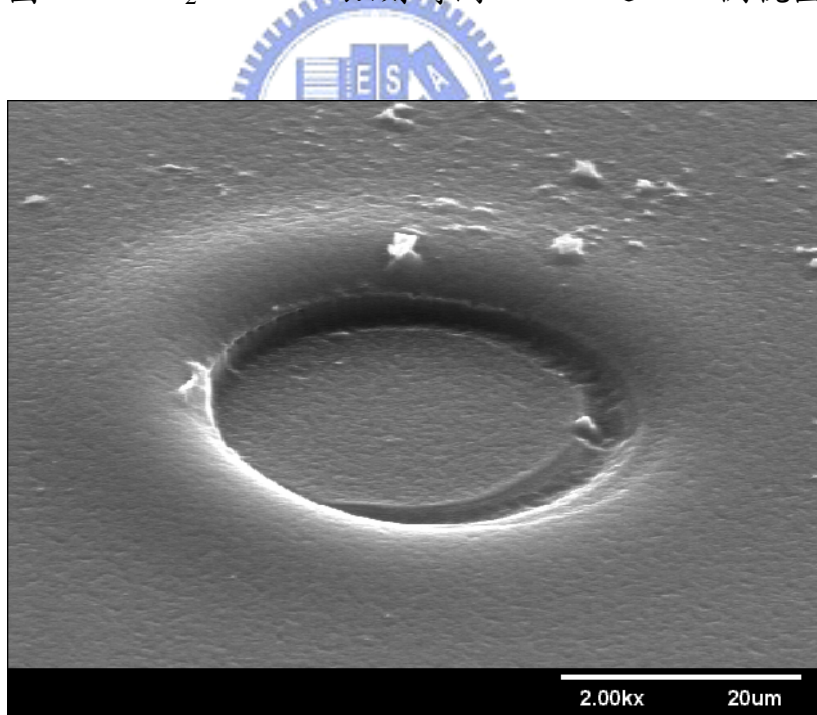


圖 4-18 O₂ 5sccm、蝕刻時間 120sec之孔洞結構SEM圖

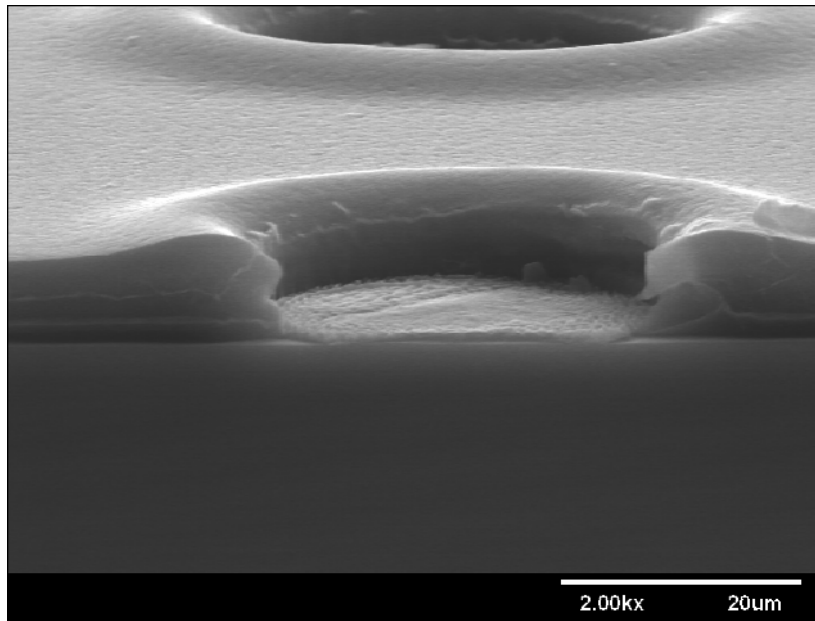


圖 4-19 O_2 5sccm、蝕刻時間 140sec之SEM側視圖

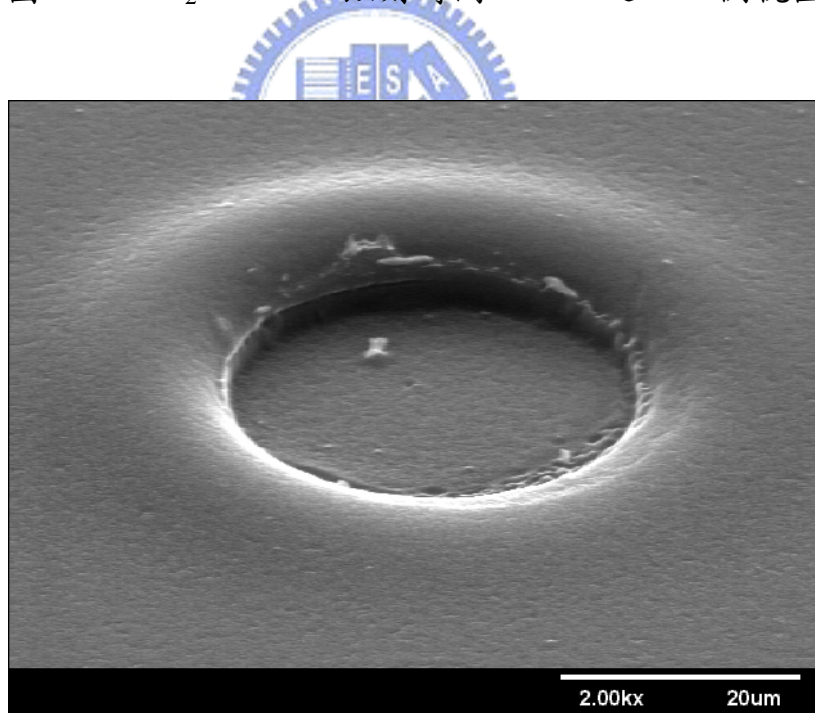


圖 4-20 O_2 5sccm、蝕刻時間 140sec之孔洞結構SEM圖

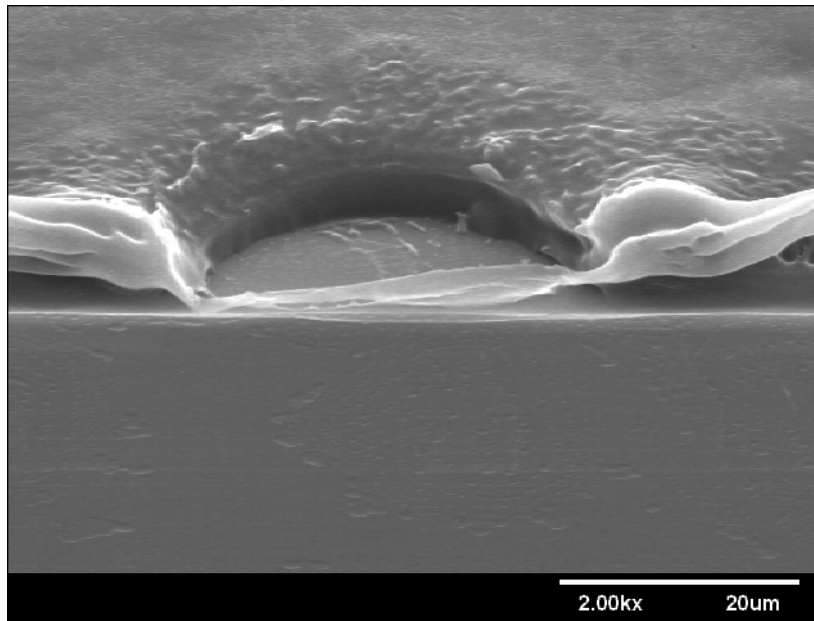


圖 4-21 O_2 5sccm、蝕刻時間 160sec之SEM側視圖

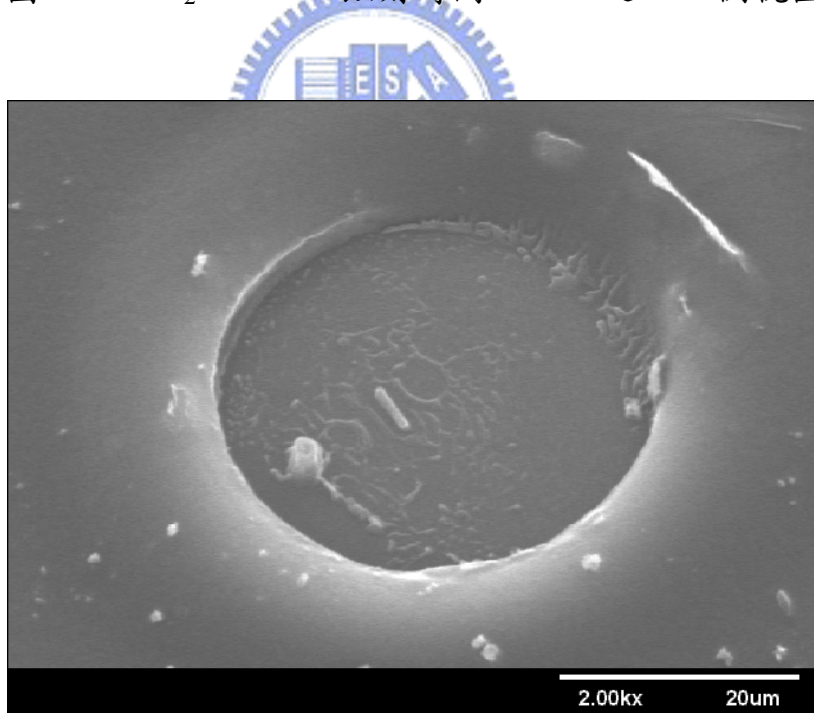


圖 4-22 O_2 5sccm、蝕刻時間 160sec之孔洞結構SEM圖