酸化多孔質シリコンを用いた マイクロブリッジの製作

非会員 渡 辺 一 仁 (東海大短大)

非会員 崔 一 煥 (東海大短大)

正 員 佐 藤 洋 一 (東海大短大)

正 員 飯 田 昌 盛 (東 海 大)

Fabrication of Microbridges Using Oxidized Porous Silicon

Kazuhiro Watanabe, Non-member, Il Yong Choe, Non-member, Yoichi Satoh, Member (Tokai University. Jr. College.), Masamori Iida, Member (Tokai University)

A new fabrication process of micromachines using oxidized porous silicon film has been developed. The porous silicon film with thickness of several micrometers was made from p-type silicon by anodization in 46% HF solution and at a constant current density of 30 mA/cm². The porous silicon was thermally oxidized at 1,100°C for 30 min. in dry O₂ gas. Two types of microbridges were fabricated by using oxidized porous silicon as a sacrificial layer. It is shown that thick oxide layer can be selectively formed by using the porous silicon.

キーワード：多孔質シリコン，マイクロブリッジ，犠牲層，選択酸化

1. はじめに

フッ化水素酸水溶液 (HF) 中でシリコンを陽極化成処理すると、バイアス条件と HF 濃度によってシリコン表面がエッチングもしくは多孔質化されることは古くから知られている⁽¹⁾。近年、この陽極化成法を用いたセンサや発光素子の開発が活発に行われ、シリコンデバイスの応用範囲を広げることから注目を浴びている⁽²⁾。

シリコン・マイクロマシーニングにおいては、陽極化成法を用いて不純物濃度の違いによる選択的なエッチング技術が開発され、いくつかのマイクロストラクチャが試作されている⁽³⁾。

陽極化成による多孔質層の成長速度は速く、数 μm の厚い層が比較的容易に形成できる。多孔質化したシリコンは、酸素雰囲気中で熱処理することによって酸化物に変化する⁽⁴⁾ので、厚い酸化膜が得られる (以下、この酸化膜を酸化多孔質膜という)。この性質を利用して、これまでに IC の絶縁分離層に応用した研究

や⁽⁴⁾⁽⁵⁾、酸化多孔質膜をマイクロマシーニングに応用した例も紹介されている⁽⁶⁾。本論文では、酸化多孔質層の形成条件を明らかにし、それをマイクロマシーニングの犠牲層に応用したマイクロブリッジの新しい製法について述べる。

2. 酸化多孔質シリコン膜の特徴

マイクロマシーニングの特徴的な技術の一つに犠牲層の形成とエッチングがある。犠牲層に要求される条件は数 μm の厚い膜であり、かつ、ほかの膜に影響を与えずに容易にエッチングできることである。この条件を満たすものとして、CVD により形成された酸化膜やリンガラスがよく使われている⁽⁷⁾。これらの酸化膜は基板表面より上部に形成される。熱酸化膜では、数 μm の膜は形成しにくく、また表面より 55% が上部に、残りの 45% は下部、すなわち深さ方向に形成される。

酸化多孔質膜は表面より下部方向だけに数 μm から数十 μm の厚い層を形成でき、伝導型 (p または n

型)によって選択的な多孔質化もできる特徴を有している。また、酸化多孔質層の上にほかの膜を堆積しても表面との段差なく形成することができるので、これまでの犠牲層とは違った応用が可能である。

3. 酸化多孔質シリコン膜の形成

図1に陽極化成法を示す。HF 溶液中にシリコンウェーハと白金を間隔4 cm に対向するようにピーカ中にセットし、ピーカを超音波装置の中に置く。化学反応が起きている間シリコンウェーハ表面に気泡が生じ、それが表面に付着するとその部分の反応が止まってしまうため、超音波で気泡の付着を防いでいる。また、図1のようにウェーハは表面だけで反応が促進されるように、電流供給端子の領域と表面以外はエレクトロニックワックスで保護する。電流は裏面から表面に向かって流れるようにしている。

シリコンには p 型、(1 0 0)、2~6 $\Omega \cdot \text{cm}$ の鏡面仕上げされたウェーハを用いて、裏面にボロンの熱拡散を行っている。裏面の平均比抵抗は 0.007 $\Omega \cdot \text{cm}$ になっている。HF には 5, 20, 30, 46% の溶液を用いた。

図2に多孔質化処理時間に対する多孔質層の厚みを示す。ここで、電流密度 $J=30 \text{ mA/cm}^2$ 一定にし、

HF 濃度は 46% である。また、多孔質化には正孔の存在が寄与するので、電子-正孔対を発生させる光の影響を一定とするために照明は室内光のみとした。電圧は約 0.7 V であった。厚みはスヘリカルドリル法で測定した。多孔質化のレートは約 0.4 $\mu\text{m/min}$ である。短時間に数 μm の多孔質層が形成されることがわかる。HF 濃度が 30% 以下になると電解研磨の現象が現れ表面に激しい凹凸が発生し、剝離する場合もあった。電流の増加に対してはウェーハから発生する気泡が増大し、面内で不均一が生じ剝離現象も現れる。また、低電流では多孔質化レートが低くなるので現段階では図2の条件が最適である。

図3に多孔質処理後の代表的な基板断面の SEM 写真を示す。無数の細孔がランダムに生じていることがわかる。また、孔径は数十 nm でありメソ多孔質構造(孔径 2~50 nm)になっている⁽⁸⁾。

多孔質化されたウェーハは 1,100°C、乾燥酸素中にて 30 分以上の熱処理によって酸化される。スヘリカ

(a)

(b)

図1 陽極化成法(a)とウェーハの保護(b)
Fig.1. Experimental setup (a) and wafer protection (b) for anodization.

図2 陽極化成時間に対する多孔質シリコンの厚み

Fig.2. Thickness of porous silicon versus anodization time.

図3 多孔質シリコンの SEM 写真
Fig.3. SEM micrograph of porous silicon.

(a) 多孔質処理
および酸化後

(b) エッチング後

図 4 スヘリカドリルで研磨した後の
ウェーハの顕微鏡写真

Fig. 4. Microphotograph of wafer after
polishing by spherical drill.

ルドリルで、酸化後に研磨した面と、その酸化膜をエッチングで除去した面の顕微鏡写真を図 4 に示す。(b)図で二重円の外円部分が消滅したことは酸化層が除去されたことを示している。エッチングはバッファード HF で 50 秒行い、疎水性も確認された。酸化した多孔質層は HF によるエッチングで簡単に除去され、他の報告からも酸化層であるといえる⁽⁴⁾⁽⁵⁾。

上述と同様な実験を n 型基板についても行った。実験結果によると、ごく薄く表面に多孔質層が形成されているようであるが、その厚みは測定不可能なほど薄かった。

陽極化成の反応過程にはシリコン基板内の正孔が関与するので n 型基板を多孔質化する場合、何らかの方法で正孔の注入を行わなければならない⁽⁴⁾。このことは、正孔の発生や注入がなければ多孔質化されないことを意味する。従って、p 型基板の一部に n 領域を形成した試料で、正孔の注入が起きないような条件で多孔質処理を行うと n 領域は多孔質化されないことになる。このことより、選択的な酸化多孔質膜の形成も可能である。

4. 酸化多孔質シリコン膜を用いたマイクロブリッジの製作

酸化多孔質シリコン膜の犠牲層への応用としてマイクロブリッジの試作を行った。ブリッジ部分をポリシ

図 5 マイクロブリッジの製作工程

Fig. 5. Process sequence of microbridges.

リコンで形成した場合 (ポリシリコンマイクロブリッジ) と選択的な酸化多孔質処理法でシリコン基板自体を加工して形成した場合 (n+シリコンマイクロブリッジ) の 2通りの製作方法について検討した。

図 5 に 2通りの製作プロセスを断面構造で示す。両者とも基板には第 3 章の実験と同じ p 型基板を用いた。

まず、共通の工程として、1,100°C、乾燥酸素中にて 160 分熱酸化する。フォトリソグラフィ工程で酸化膜を加工し、それをマスクとして固体拡散源を用いてリンの熱拡散を 1,100°C、60 分間行い、ブリッジの支持部となる n+領域を形成する。(a)図の場合について説明する。支持部の拡散を終えた後、裏面にボロンの熱拡散を 1,100°C、60 分間行う。そして、基板の p 領域を HF 46%、 $J=30 \text{ mA/cm}^2$ で 15 分間多孔質処理し、1,100°C 乾燥酸素中にて 30 分酸化する。その後、ポリシリコンを常圧熱 CVD で 2 μm 堆積させ、ブリッジ部分の加工を行う。最後に酸化多孔質層をエッチングして完成する。

(b)図の場合はブリッジに n+領域を用いるため、上述の支持部形成後フォトリソグラフィによる酸化膜加工後に再度リン拡散を行う。そして、裏面にボロン拡散を行った後、表面の p 領域を選択的に酸化多孔質化し、エッチングを行い完成する。

図 6 ポリシリコンマイクロブリッジの SEM 写真
Fig.6. SEM micrograph of polysilicon microbridge.

図 8 選択的な多孔質層形成によって作られた n^+ シリコンマイクロカンチレバの SEM 写真
Fig.8. SEM micrograph of n^+ silicon microcantilever made by the selective formation of porous silicon.

図 7 選択的な多孔質層形成によって作られた n^+ シリコンマイクロブリッジの SEM 写真
Fig.7. SEM micrograph of n^+ silicon microbridge made by the selective formation of porous silicon.

ポリシリコンマイクロブリッジの SEM 写真を図 6 に示す。基板とポリシリコン間に明らかな空間が生じていることがわかる。図 7 は n^+ シリコンマイクロブリッジの SEM 写真である。選択的な酸化多孔質層の形成によって加工が行われていることがわかる。

両者を比較すると、前者は従来の方式であり、犠牲層形成後にマシンの部品になる膜を積上げる。一方、後者の場合、部品の形を作っておき最後に犠牲層を形成する方式である。そして、両者とも犠牲層は基板表面より下方に位置する。

このように本論文で示した犠牲層は他の報告に比べ犠牲層の厚み、位置、選択性において異なった性質をもっていることがわかる。

選択的な酸化多孔質層形成法で n^+ シリコンマイクロカンチレバを製作した。多孔質化処理の途中の SEM 写真を図 8 に示す。ブリッジの下部にはまだ p

基板の非多孔質層が残っている状態であり、ブリッジの形状は n^+ 層で形成されたものであることがみられる。多孔質化は陽極化成時の電流方向に進行し、横方向には深さに対して 0.7~1 の比率で広がるといわれている⁽⁹⁾。この場合も写真からおおよその比率を見積ると .8~.9 である。また、図 8 は pn 接合の形状とほぼ一致することから電流は、pn 接合面に沿って、 n^+ 層を避けるように流れていることが予測できる。この結果は、犠牲層の深さを決定するときの目安になるものといえる。

5. ま と め

本研究では、シリコンを多孔質化することによって厚い酸化膜が選択的に形成できることを示した。また、この酸化膜がマイクロマシーニングの犠牲層に応用できることを明らかにした。

しかし、酸化膜エッチング後シリコン基板に凹凸が発生したり、ウェーハ内での多孔質層の厚みに不均一が生じた。この現象は、陽極化成時の電流がウェーハ内で一様に流れなかったため、改善法としてはエピタキシャル p^+ -p ウェーハを用いて裏面に電極を形成することが挙げられる。更に、HF 溶液の循環装置を導入し、ウェーハ面内で溶液の状態を一定にすることなどである。これらは今後の課題として残された。また、ブリッジを構成しているポリシリコンと単結晶シリコンでの応力、強度の違いなどについても今後の課題である。

最後に、実験に協力いただいた卒研生 伊藤克彦、歸山文國の両氏に感謝する。

(平成 4 年 3 月 25 日受付)

文 献

- (1) D. R. Turner: "Electropolishing Silicon in Hydrofluoric Acid Solutions", *J. Electrochem. Soc.*, **105**, No. 7, 402 (1958)
- (2) A. Richter, P. Steiner, F. Kozlowski & W. Lang: "Current-Induced Light Emission from a Porous Silicon Device", *IEEE Electron Device Lett.*, **12**, No. 12, 691 (1991)
- (3) C. J. M. Eijkel, J. Branebjerg, M. Elwenspoke & F. C. M. Vandepol: "A New Technology for Micromachining of Silicon: Dopant Selective HF Anodic Etching for the Realization of Low-Doped Monocrystalline Silicon Structures", *ibid.*, **11**, No. 12, 588 (1990)
- (4) 渡辺・酒井: 「高抵抗多孔質けい素膜の製作と半導体部品への応用」, 電電公社研究実用化報告, **49**, No. 11, 2101 (昭 45)
- (5) 佐藤: 「多孔質絶縁物の集積回路への応用」, 沖電気研究開発, **42**, No. 1, 199 (昭 50)
- (6) T. Yoshida, T. Kudo & K. Ikeda: "Photo-Induced Preferential Anodization for Fabrication of Monocrystalline Micromechanical Structures", *Micro Electro Mechanical Systems '92*, p. 56
- (7) 例えば, Y.-C. Tai & R. S. Muller: "IC-Processed Electrostatic Synchronous Micromotors, *Sensors & Actuators*, **20**, 49 (1989)
- (8) L. T. Canham: "Silicon Quantum Wire Array Fabrication by Electrochemical and Chemical Dissolution of Wafers", *Appl. Phys. Lett.*, **57**, No. 10, 1046 (1990)

渡 辺 一 仁 (非会員)

昭和 41 年 4 月 10 日生。平成元年 3 月東海大学工学部電子工学科卒業。同年 4 月同大学短期大学部技術員, 現在に至る。シリコンマイクロマシンの研究に従事。

事。

崔 一 煥 (非会員)

1955 年 10 月 11 日生。59 年 3 月東海大学大学院工学研究科博士課程修了。同年 7 月同大学開発技術研究所助手, 62 年 4 月同大学短期大学部講師, 現在に至る。工学博士。深い不純物準位を有するシリコンデバイス, マイクロマシンの研究に従事。応用物理学会, 電子情報通信学会, IEEE 会員。

佐 藤 洋 一 (正員)

昭和 10 年 10 月 24 日生。35 年 3 月東北大学理学部物理学科卒業。同年 4 月沖電気工業(株)入社。平成元年 4 月東海大学短期大学部教授, 現在に至る。トランジスタ, 半導体集積回路, シリコンマイクロマシンの研究開発に従事。応用科学学会, 日本 AEM 学会会員。

飯 田 昌 盛 (正員)

昭和 14 年 4 月 8 日生。44 年 10 月早稲田大学大学院理工学研究科博士課程修了。41 年 4 月東海大学工学部講師を経て, 50 年 4 月同教授, 現在に至る。工学博士。深い不純物準位を有する半導体, アモルファス半導体, ダイヤモンド半導体のデバイス化に関する研究に従事。応用物理学会, 物理学会会員。