シリコンセンサデバイスの材料技術*

土屋智由**

Material Technologies of Silicon Sensor Devices / Toshiyuki TSUCHIYA

Key words: silicon sensor, surface micromachining, thin film mechanical properties

1. はじめに

シリコンセンサとは半導体プロセス技術により作製され、シリコンウエハあるいはウエハ上の薄膜からなる微小な機械構造を物理量の測定に用いるデバイスである。これはセンシング部の微小化によるセンサの小型化と検出・信号処理回路の同一ウエハ上への集積化によって、低価格で高精度なセンサデバイスが実現できる。特にウエハ上の薄膜を機械構造体として用いる表面型シリコンセンサはLSIプロセスとの整合性が高いため、将来のセンサデバイスとして有望である。すでに、加速度センサや赤外線センサが実用化され始めており、近年では角速度センサ（ジャイロ）の研究開発が盛んである。これらシリコンセンサデバイスの実用化のためには、高い信頼性を有するデバイスの開発が必要である。

高信頼デバイス開発には、プロセス技術の向上とデバイスの信頼性評価、制御が求められる。このため、半導体プロセス技術の応用で主に半導体材料を用いて実現されたシリコンセンサデバイスであるが、高い生産性を目指し、機能性材料を用いた専用のプロセス技術の研究開発が行われている。また、微小な機械構造体を有するデバイスの信頼性評価に不可欠な薄膜材料の機械的物性評価の研究も盛んである。本稿ではこれら技術の最近の研究報告について解説する。

2. プロセス技術

2.1 表面マイクロマシニング

表面型センサを作製する表面マイクロマシニングの基本的なプロセスを図1に示す。ウエハ上にまず犠牲層と呼ばれる薄膜を成膜、加工する。これは、基板と構造体とのギャップとなる。次に構造体となる薄膜を成膜、加工する。電極などを形成した後に犠牲層をエッチングで取り除き、基板から浮いた構造体を作製する。犠牲層エッチングの前まではLSIプロセスと同じ手法で作製される。

構造体の材料は構造体に求められる機械的、電気的物性と半導体プロセスとの適合性から決まり、犠牲層の材料は犠牲層エッチングにおいて構造体との選択比の高い加工法がある材料が使われる。表1に代表的な構造体と犠牲層、犠牲層エッチング法、応用デバイスをまとめた。表面マイクロマシニングにおいてもプロセスの気相プロセス化が盛んで、犠牲層エッチングを気相プロセスで行う試みが報告されている。SiO₂ 犠牲層に対してはふっ酸蒸気¹⁾や無水ふっ酸ガスにアルコールを混合したガスによるエッチング、Si 犠牲層に対してはXeF₂²⁾やBrF₃ガス³⁾を用いたエッチングが提案されている。

図1 表面型センサ形成プロセス

* 原稿受付 平成 11 年 2 月 15 日

** 豊田中央研究所（愛知県愛知郡長久手町長湫横道 41-1）

1993 年東京大学大学院工学系研究科修士課程精密機械工学専攻修了。同年(株)豊田中央研究所入社。現在に至る。1998 年「薄膜引張試験装置」で R & D 100 Awards 受賞。研究分野：薄膜の機械的物性評価、表面マイクロマシニングとその応用デバイス

表1 表面型センサに用いられる材料

構造材	犠 牲 層	エッチャント	応用デバイス
単結晶 Si poly-Si	SiO ₂	ふっ酸	加速度センサ ジャイロ
SiO ₂ Si ₃ O ₄	poly-Si	アルカリ溶液 (KOH, TMAH)	赤外線センサ
金 属 (Al, Ni)	樹 脂 (ポリイミド)	O ₂ プラズマ	ディスプレイ

犠牲層エッチング→水洗

図2 スティッキング

2.2 スティッキング防止

犠牲層エッチングのプロセスでは図2に示すように水洗してそのまま乾燥させると水が蒸発していく過程でその表面張力によって構造体が基板に引き寄せられ、基板に付着（スティッキング）する。いったんスティッキングした構造を電磁気力や加熱によって切り離す方法も試みられているが、回復させるのは困難である。このため、スティッキングの防止はプロセス上重要な技術である。主として接触が発生しないようにする方法と接触しても付着力が弱く元に戻るような表面処理の方法が検討されている。

接触を発生させないための方法としては、構造の復元力より表面張力が小さくなる有機溶剤を用いる方法や、溶媒を凝結し昇華させる方法^{4)~6)}、CO₂などの超臨界状態を利用する乾燥法⁷⁾などが試みられてきている。また、犠牲層エッチングで溶液を用いない方法、すなわち前記の気相ふっ酸による方法、あるいは犠牲層酸化膜を一部エッチングし、そこに樹脂を流し込んでから残りの酸化膜をエッチングし、最後に樹脂を酸素プラズマでエッチングする方法⁸⁾なども試みられている。気相エッチングの手法はデバイスの実用化においては比較的信頼性の高い方法といえる。

これらの接触を起こさない方法は加工時のスティッキング対策であるが、使用中にも構造体が表面電荷や衝撃などによって基板と接触すると付着してしまう。このため、スティッキングの根本的な原因である付着力の低減方法が試みられている。多結晶シリコンの表面はそのまま放置す

図3 有機シリル化剤による表面処理

ると水の吸着によって表面に水酸基が形成され、接触によって容易に他の部材と凝着する。これを防ぐため NH₄F で安定な水素終端処理を行う方法⁹⁾や表面エネルギーを低下させる表面処理法が提案されている。表面処理法として、直鎖アルキルシリル化剤を用いた方法¹⁰⁾が提案されている。これは図3のように基板表面のシラノール基とシリル化剤が反応することで表面にアルキル基が1分子層並んだ層を形成する。これにより表面が疎水性になることで間に水が入っても反発力として働く、また表面エネルギーが小さいので付着しても復元力で元に戻る。同様の考え方で DLC¹¹⁾、SiC、テフロン¹²⁾を表面にコーティングして付着力を低減する方法や、構造に突起¹⁾や、面荒れ¹³⁾を形成し接触面積を低減する方法なども検討されている。実用的にはこれらの表面処理とスティッキングしない犠牲層エッチングプロセスの組合せが必要である。

3. 機械物性評価

表面型センサの一例として振動型ジャイロの基本構造を図4に示す。薄膜からなる振動子は表面マイクロマシニングで基板上に浮いた構造として形成される。図の振動子は基板と水平方向に振動し、振動方向と基板上で直行する軸周りの回転角速度を基板と垂直方向に発生するコリオリ振

図4 振動型ジャイロの基本構造

動として検出する。デバイス設計においては構造材である薄膜の機械的物性の測定と制御が必要である。例えばセンサ特性を予測するためには薄膜材料の弾性定数が必要である。また、基板から浮いた薄膜構造体は外力を受け、ひずみ（応力）が加わり破壊の危険がある。十分な信頼性を確保するためには薄膜の機械的な強度や繰返しのひずみによる疲労特性の把握が不可欠である。

3.1 弾性的性質

単結晶 Si においてはヤング率はバルク材料の値を用いることでほぼ問題ないと考えられるが、多結晶シリコンや SiO_2 , SiN などはバルクと構造が異なるためにどのような値を用いるべきなのかさえ不明であった。このような観点の下にいろいろな方法でヤング率が測定されている。薄膜で作製したメンブレンの圧力印加によるたわみからヤング率と内部応力を測定する方法は、試料作成が容易で多層膜の測定も可能である¹⁴⁾¹⁵⁾。また、これまであまり測定されていなかったポアソン比の測定もいくつか試みられている¹⁶⁾¹⁷⁾。

薄膜材料ではしばしば基板上に拘束されているために主に成膜時の温度や反応に起因する内部応力が発生する。反りを用いた測定方法が一般的であるが¹⁸⁾、より局所的な応力を評価するための応力測定用のパターンが提案されている¹⁹⁾。膜の内部応力はしばしば構造の機械特性、すなわちセンサとしての感度に大きく影響を与える。また、膜厚方向に応力が分布を持つと膜に反りが発生し期待したような構造が作製できないという致命的な問題もあり、内部応力の測定と制御は重要である。

3.2 強度

薄膜の強度の評価法としては古くからインデンテーションを用いた方法があるが、基板の影響が考えられ、マイクロマシンの構造の強度評価法としては適切ではないと考える。そこで、基板から浮かせた構造での強度評価として、メンブレンの加圧による破壊（バルジ法²⁰⁾）や片持ちはりの曲げ試験²¹⁾²²⁾が行われ、強度が報告されている。しかし、これらの方法は曲げ荷重であるために、ほとんどの破壊が試験片の形状の影響を受けやすいメンブレンのエッジやはりの根元で発生している。このため応力集中や形状効果の影響を評価しなければならず、信頼のおける測定方法であるとは言えない。

材料強度の評価法としては引張試験がもっとも基本的でかつ信頼性の高い方法であるが、壊れやすい薄膜を引張試験片の形状にするとそのハンドリングや引張試験装置への固定（チャッキング）が難しい。これを克服する手法がいくつか提案され、引張強度が評価されている^{23)~29)}。試験片をシリコンウエハの枠に固定し、そのまま引張試験装置に固定してから枠を破壊して試験する方法²⁹⁾や、表面の試験片に引張荷重を加える構造をシリコンウエハに加工する

方法²⁴⁾、静電力で試験片をチャッキングし、試験片へのダメージを少なくする方法²³⁾などが提案されている。

3.3 疲労

振動型ジャイロのような共振振動を長期間継続するデバイスでは振動による繰返し荷重が構造体に印加される。このため、デバイスの信頼性確認のためには薄膜材料の疲労現象の有無を明らかにしなければならない。単結晶シリコンの構造体について、繰返しの曲げ荷重による疲労試験がいくつか報告されている³⁰⁾³¹⁾。これらによれば水（湿度）が疲労に大きく影響を与えることが理解されている。多結晶シリコンの構造体についても報告があり³²⁾、同様の傾向を示している。

疲労破壊の発生する荷重はセンサデバイスで実際に印加される応力よりもはるかに大きく、疲労破壊の発生を問題とする必要はないと考えられているが、低荷重においても振動体の共振周波数すなわち弾性定数の変化が観察される場合があり、疲労現象の解明は重要である。

3.4 摩擦、摩耗

マイクロマシンの世界ではスティッキングのように摩擦力が質量や慣性力に対して大きくなるため、しゅう動部や接点³³⁾のある構造は影響が大きくあまり良い構造ではない。これらはスティッキング対策と同じように摩擦面の表面エネルギーを小さくすることで、ある程度の低減が期待でき、回転体の摩耗の低減を目指した表面処理³⁴⁾が検討されている。

4. 将来の課題

4.1 プロセス

プロセス技術は今後パッケージングの技術が重要になってくると考える。振動型ジャイロなどの共振型センサは高い振動 Q 値を得るために真空中での動作が必要である。しかし、メタルパッケージでの真空封止やガラスキャップの陽極接合などの方法では信頼性や小型化に限界があると考えられる。表面マイクロマシニングプロセスで薄膜構造の真空チャンバを作製する研究³⁵⁾が報告されている。

また、表面型プロセスにおいては構造体の寸法に対する寸法精度が $1/10$ ないし $1/100$ 程度しか期待できず、 $1/1000$ 以下の寸法精度が可能なマクロの世界の機械には及ばない。これは加工だけでは期待したデバイス特性にばらつきがあったり、誤差が発生する可能性があるということであり、完成後に必要な特性に調整する必要がある。

4.2 材料物性

機械的な物性の測定においては標準化が重要な課題である。たとえば引張強度については同一材料に対していろいろな方法で測定されているが、それらの測定値の比較が十

分なされていない。現状では、測定したい寸法、測定したい材料に応じて測定方法が開発されている。同一材料に対する異なる測定方法による物性値の比較を通じて、再現性の高い、標準的な測定方法の研究開発が必要である。

これらの機械物性の測定値についてデータベース化が望まれる。しかし、同一の手法で成膜した膜が、装置によってヤング率や内部応力が異なることがしばしばある。また、多結晶シリコン膜については不純物添加によって物性が大きく変化することが予想される。下地膜や成膜後の熱履歴などの影響もあり、現実的にはそのものを作製してその物性を測定しないと設計には使用できないことが多い。機械物性の理論的な考察も重要であると考えられる。

5. ま と め

表面型シリコンセンサデバイスはすでに実用化が始まっており、将来、光デバイスなど広範囲な応用が行われると予想されている。各種材料技術を用いたプロセス開発や材料特性の評価研究が行われているが、上に述べたようにまだまだ研究の余地は多数あると考える。さらなる研究の発展を期待している。

参 考 文 献

- 1) 吉田隆司, 宮崎俊一, 池田恭一: マイクロマシンにおける付着防止法, 電気学会研究会資料, SMP 96-3, (1996).
- 2) F. Chang, R. Yeh, G. Lin, P. B. Chu, E. Hoffman, E. J. J. Kruglick, K. S. J. Pister and M. H. Hecht: Gas-Phase Silicon Micromachining with Xenon Difluoride, *Proc. SPIE*, **2541**, (1995) 117.
- 3) X.-Q. Wang, X. Yang, K. Walsh and Y.-C. Tai: Gas-Phase Silicon Etching with Bromine Trifluoride, *Tech. Digest 9th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Chicago, IL, (1997) 2 D 3-02.
- 4) H. Guckel, J. J. Sniegowski, T. R. Christenson and F. Raissi: The Application of Fine-grained, Tensile Polysilicon to Mechanically Resonant Transducers, *Sensors and Actuators*, **A 21**, (1990) 346.
- 5) N. Takeshima, K. J. Gabriel, M. Ozaki, J. Takahashi, H. Horiguchi and H. Fujita: Eletrostatic Parallelogram Actuators, *Tech. Digest 6th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, San Francisco, CA, (1991) 63.
- 6) 田中稔彦, 森上光章, 老泉博昭, 阿刀田伸史, 内野正市, 小川太郎, 曾我隆司: 現像工程で発生するレジストパターン倒れの原因とその対策, 信学技報, SDM 94-108, (1994) 37.
- 7) G. T. Mulhernm D. S. Soane and R. T. Howe: Supercritical Carbon Dioxide Drying of Microstructures, *Tech. Digest 7th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Yokohama, Japan, (1993) 296.
- 8) T. A. Core and R. T. Howe: Method for Fabricating Microstructures, US Patent # 5,314,572 (1994).
- 9) M. R. Houston, R. Maboudian and R. T. Howe: Ammonium Fluoride Anti-Stiction Treatment for Polysilicon Microstructures, *Tech. Digest 8th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Stockholm, Sweden, (1995) 210.
- 10) M. R. Houston, R. Maboudian and R. T. Howe: Self-Assembled Monolayer Films as Durable Anti-Stiction Coatings for Polysilicon Microstructures, *Tech. Digest of Solid-State Sensors and Actuators Workshop*, Hilton Head, SC, (1996) 42.
- 11) M. R. Houston, R. T. Howe, K. Komvopoulos and R. Maboudian: Diamond-like Carbon Films for Silicon Passivation in Microelectromechanical Devices, *MRS Symp. Proc.*, **383**, (1995) 391.
- 12) F. Kozlowski, N. Lindmair, Th. Scheiter, C. Hierold and W. Lang: A Novel Method to Avoid Sticking of Surface Micromachined Structures, *Tech. Digest 8th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Stockholm, Sweden, (1995) 220.
- 13) Y. Yee, K. Chun and J. D. Lee: Polysilicon Surface Modification Technique to Reduce Sticking of Microstructures, *Tech. Digest 8th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Stockholm, Sweden, (1995) 206.
- 14) E. I. Bromley, J. N. Randall, D. C. Flanders and R. W. Mountain: A Technique for the Determination of Stress in Thin Films, *J. Vac. Sci. Technol.*, **B 1**, 4, (1983) 1364.
- 15) O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama and I. Igarashi: Mechanical Property Measurement of Thin Films Using Load-Deflection of Composite Rectangular Membranes, *Sensors and Actuators*, **20**, (1989) 135.
- 16) O. Tabata and T. Tsuchiya: Poisson's Ratio Evaluation of LPCVD Silicon Nitride Film, *Trans. IEE Japan*, **116-E**, 1, (1996) 34.
- 17) V. Ziebart, O. Paul, U. Münch and H. Baltes: A Novel Method to Measure Poisson's Ratio of Thin Films, *MRS Symp. Proc.*, **505**, (1998).
- 18) D. W. Burns and H. Guckel: Thin Films for Micromechanical Sensors, *J. Vac. Sci. Technol.*, **A 8**, 4, (1990) 3606.
- 19) H. Guckel, D. Burns, C. Rutigliano, E. Lovell and B. Choi: Diagnostic Microstructures for the Measurement of Intrinsic Strain in Thin Films, *J. Micromech. Microeng.*, **2**, (1992) 86.
- 20) A. J. Griffin, Jr., F. R. Brotzen and C. F. Dunn: Mechanical Properties and Microstructures of Al-1% Si Thin Film Metallizations, *Thin Solid Films*, **150**, (1987) 237.
- 21) S. Johanson, J.-Å. Schweitz, L. Tenerz and J. Tirén: Fracture Testing of Silicon Microelements in situ in a Scanning Electron Microscope, *J. Appl. Phys.*, **63**, (1988) 4799.
- 22) T. P. Weihs, S. Hong, J. C. Bravman and W. D. Nix: Mechanical Deflection of Cantilever Microbeams, *J. Mater. Res.*, **3**, (1988) 931.
- 23) T. Tsuchiya, O. Tabata, J. Sakata and Y. Taga: Specimen Size Effect on Tensile Strength of Surface Micromachined Polycrystalline Silicon Thin Films, *J. Microelectromechanical Systems*, **7**, 1, (1998) 106.
- 24) K. Sato, M. Shikida, M. Yamasaki and T. Yoshioka: Micro Tensile-Test System Fabricated on a Single Crystal Silicon Chip, *Tech. Digest of 9th Int. Workshop on Microelectromechanical Systems*, San-Diego, CA, (1996) 360.
- 25) J. Koskinen, J. E. Steinwall, R. Soave and H. H. Johnson: Microtensile Testing of Free-standing Polysilicon Fibers of Various Grain Sizes, *J. Micromech. Microeng.*, **3**, 1, (1993) 13.
- 26) C. T. Rosenmayer, F. R. Brotzen and R. J. Gale: Mechanical Testing of Thin Films, *MRS Symp. Proc.*, **130**, (1988) 77.
- 27) S. Greek, F. Ericson, S. Johansson and J.-Å. Schweitz: In Situ Tensile Strength Measurement of Thick-Film and Thin-Film Micromachined Structures, *Tech. Digest 8th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Stockholm, Sweden, (1995) 56.
- 28) W. N. Sharpe, Jr., B. Yuan and R. Vaidyanathan: New Test Structure and Techniques for Measurement of Mechanical Properties of MEMS Materials, *SPIE Proc.*, **2880**, (1996) 78.
- 29) H. Ogawa, K. Suzuki, S. Kaneko, Y. Nakano, Y. Ishikawa and T. Kitahara: Measurement of Mechanical Properties of Microfabricated Thin Films, *Tech. Digest of 10th Int. Workshop on Micro Electro Mechanical Systems*, Nagoya, Japan, (1997) 430.
- 30) J. A. Connally and S. B. Brown: Slow Crack Growth in Single-Crystal Silicon, *Science*, **256**, (1992) 1537.
- 31) T. Tsuchiya, A. Inoue, J. Sakata, M. Hashimoto, A. Yokoyama and M. Sugimoto: Fatigue Test of Single Crystal Silicon Resonator, *Tech. Digest of 16th Sensor Symp.*, Kawasaki, Japan, (1998).
- 32) S. Brown, W. V. Arsdell and C. L. Muhlstein: Materials Reliability in MEMS Devices, *Tech. Digest 9th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Chicago, Illinois, (1997) 591.
- 33) A. P. Lee and A. P. Pisano: Repetitive Impact Testing of Micromechanical Structures, *Sensors and Actuators*, **A 39**, (1993) 73.
- 34) B. K. Smith, C. D. Brownm, G. LaVigne and J. J. Sniegowski: Thin Teflon-Like Films for MEMS; Film Properties and Reliability Studies, *Proc. SPIE*, **3511** (1998) 114.
- 35) L. Lin, K. McNair, R. T. Howe and A. P. Pisano: Vacuum-Encapsulated Lateral Microresonators, *Tech. Digest 7th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators*, Yokohama, Japan, (1993) 270.