817 摩擦力顕微鏡機構による単結晶シリコンへの3次元微細構造のマスクレス形成

Maskless Formation of Micro-structure on the Surface of Single Crystal Silicon by Friction Force Microscope

○ 徐 盛林(中国武漢江漢大) 学 陳 利益(千葉大院)
正 森田 昇(千葉大) 正 芦田 極(機械研)

Shenglin XU, Jiangnan University, Jiangda Road Hankou Wuhan P.R. China

Liyi CHEN, Graduate school of Chiba university, 1-33 Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba

Noboru MORITA, Faculty of Engineering, Chiba University, 1-33 Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba

Kiwamu ASHIDA, Mechanical Engineering Laboratory, Agency of Industrial Science and Technology

The research that micro-machining of the square on the surface (100) of single crystal silicon by the machining cantilever installed in friction force microscope is presented in this paper. It was found that the machined area is changed into striking convex after the work piece is etched by KOH solution. The relation that the height of the convex depends on the machining conditions especially on the density of KOH solution is understood. Moreover, the efficiency of ultrasonic cleaning with etching to improving the roughness and removing of the remained is confirmed. And the method of maskless formation of micro-structure as the application of the experimental results is proposed.

Key words: Friction Force Microscope, Single Crystal Silicon, KOH Etching, Ultrasonic Cleaning, Micro-structure

1. はじめに

LSIの製造にはフォトリソグラフィとエッチングを主体とした技術が多用されている。この方法では、多くの技術の蓄積により極微細な形状を再現性よく形成することが可能である。しかし、常に高価な製造設備が必要で、コスト、効率及び加工の自由度の点で課題がある。一方、近年走査型プローブ顕微鏡(SPM)による極微細加工技術が盛んに研究されている¹⁾²⁾。その中で、STMによる電気化学的な原理を用いたシリコン表面の酸化膜パターンニングなどナノメータ構造形成の研究成果が多数発表されている³⁾⁴⁾。本研究では、摩擦力顕微鏡(FFM)機構とアルカリエッチングを組み合わせることで、単結晶シリコン表面にマスクレスで直接的に微細構造を形成する手法について検討した。

2. 実験装置および方法

図1はFFM機構による加工実験の概略図である。工具として、加工用カンチレバー⁵⁾を用いる。FFMでは、カンチレバーのたわみとねじれを光でこの方式で検出し、フックの法則を用いて加工分力を算出する。たわみ量を一定に保つようチューブ型ピエゾの伸び量を制御することで、任意の垂直荷重での加工が可能になる。図2は実験方法の概略図である。まず、加工用カンチレバーを装着したFFM機構を用いて、単結晶シリコンの(100)面に対し、表1(a)に示す加工条件で正方形領域の凹み形成加工を行った。次に、この試料を表1(b)のKOH水溶液でエッチング処理した。一定時間を経過した後に流水洗浄を十分行い、表面を乾燥させ加工部形状の変化を観察用カンチレバーで観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 KOH水溶液による加工部のエッチング

図3は $15\mu\text{m} \times 15\mu\text{m}$ の正方形領域の凹み形成加工直後の加工部のAFM観察像である。加工深さ約34nmの加工痕が形成

Fig.1 Schematic diagram of experimental apparatus

Fig.2 Schematic diagram of the experimental method

Table 1 Nano-scale cutting and KOH etching conditions

(a)	Workpiece	Single crystal Si(100)
	Cutting area (μm^2)	15×15
	Cutting normal load (μN)	79 ~ 1316
(b)	KOH concentration	5wt% ~ 35wt%
	Solution temperature	24°C
	Etching time	10min ~ 20min
	IPA*	including(saturated state)

*IPA: iso-propyl alcohol

された。図4は、図3の試料を15wt% KOH水溶液で20分間エッチング処理した場合の加工部のAFM観察像である。加工部が強いマスキング作用を示しその周囲が選択的にエッチングされたため、高さ約259nmの角柱構造物が残留形成された。このことは、加工部にKOH水溶液に対して十分な耐食性をもつ加工変質層が生成されていることを示唆している。

3.2 残留形状のKOH水溶液濃度依存性

図5は残留形状のKOH水溶液濃度依存性である。エッチング処理時間は20分である。濃度15wt%までの範囲では濃度の増加とともに残留高さが増大する。15wt%以後では残留高さは減少し、20wt%の時(図中A点)、残留部は形成されない。さらに濃度23wt%(図中B点)以上では、加工部のマスキング作用が消滅し、逆に加工部のエッチレートが未加工部より大きくなって(エッチング促進作用の発現)、加工部はより深い凹形状となった。

3.3 透過型電子顕微鏡(TEM)によるFFM加工表面層の分析

図6(a), (b), (c)は、図3の試料の断面TEM像である。FFM加工方向は紙面垂直方向($\langle 110 \rangle$ 方向)であり、加工部には周期的な送りマークが観察される。FFM加工部の最表面層には厚さ約10nmの結晶性の低い層(酸化層)が形成され、その下に厚さ約50nmの転移層があることがわかった。同図(d), (e), (f)は図4の断面TEM像である。FFM加工領域の外側でエッチングが進み、段差が生じていることがわかる。エッチング処理後もFFM加工部の微構造はほとんど変化していない。このことは、FFM加工部の表面微構造が強い耐食性(マスキング効果)をもっていることを示している。

3.4 マイクロストラクチャーへの応用

エッチング処理後の表面あらさを向上するため、超音波付加によるエッチング処理を行い、マイクロストラクチャーへの応用を試みた。図7はマイクロストラクチャーの形成例である。同図(a)は、垂直荷重1316 μN で $\langle 110 \rangle$ 方向に長さ500nm~10,000nmでスクラッチ後、エッチング処理(10分間)した加工部のAFM観察像である。高さ約80nm、幅約350nmのツリー状微細パターンが形成された。同図(b)に同じ条件で放射状にスクラッチ後エッチング処理した結果を示す。高さ約130nm、幅約500nmの放射状微細パターンが形成された。また、図3試料の加工部の表面あらさRaは約8nmであるのに対し、エッチング後(20分)の図4の凸部のそれは約0.9nmに達し、非常に平坦な微細構造が形成された。

4. おわりに

FFM機構で極微細加工した単結晶シリコンをKOH水溶液でエッチング処理すると、加工部に強いマスキング作用が生じ、加工部が凸状に残留形成されることを見出した。

また、濃度の高いKOH水溶液を用いると、マスキング効果が消滅し、エッチングが促進されることがわかった。この2つ相反する化学的な効果は、断面TEM観察などの結果、最表面の酸化層とその下の転移層に起因していることがわかった。

さらに、超音波付加によりエッチング処理することで、より平坦で高精細な3次元微細構造の形成が可能であることを示した。

参考文献

1) 三宅, 金: 原子間力顕微鏡(AFM)によるシリコンのマイクロ

Fig.3 AFM image of nano-scale cutting surface

Fig.4 AFM image after KOH etching for 20 minutes

Fig.5 Residual shape dependence on KOH solution concentration

Fig.6 TEM images of cutting area

(a) Tree pattern (b) Radiate pattern

Fig.7 Application to micro structure

隆起加工, 精密工学会誌, 65, 12 (1999) 1788.

- 2) 左光: AFMによる原子スケール加工法の研究, 精密工学会誌61, 8 (1995) 1121.
- 3) J. A. Dagata et al., Appl. Phys. Lett., 56, 2001 (1990)
- 4) 江刺ほか, IEEE MEMS-97 (Nagoya) P153
- 5) 芦田, 森田, 吉田, 平井: 原子間力顕微鏡一体型加工評価装置の開発, 砥粒加工学会誌, 41, 7 (1997) 276.