

ICPエッチングダメージが単結晶シリコンのぜい性破壊強度に及ぼす影響[†]

泉 聡 志* 久保寺 裕 典** 酒 井 信 介*
宮 島 博 志*** 村 上 賢 治*** 磯 川 俊 彦****

Influence of ICP Etching Damage on the Brittle-Fracture Strength of Single-Crystal Silicon

by

Satoshi IZUMI*, Yusuke KUBODERA**, Shinsuke SAKAI*, Hiroshi MIYAJIMA***,
Kenji MURAKAMI*** and Toshihiko ISOKAWA****

Brittle strength of single crystal silicon is greatly affected by surface etching damage. ICP-etching induced notching is well-known to be most dominant damage in MEMS process. Many experimental approaches toward notching-free process have been carried out. In this study, we have proposed the bending test for evaluating the effect of notching damage on the brittle strength. The test was applied to five kinds of specimens involving identical geometry and different etching damage. Etching damage was quantified by the surface roughness which was measured by laser microscope. It was found that linear relationship between brittle strength and notching roughness can be seen and the strength increases about 200MPa as the roughness decreases 0.1 μ m.

Key words : Fracture mechanics, Brittle fracture, MEMS, Bending test, Finite element method, Weibull distribution

1 緒 言

今日、単結晶シリコンはMEMSの部材¹⁾等の幅広い用途が期待されている。単結晶シリコンのぜい性破壊強度は、ICP-RIE (Inductively-Coupled Plasma Reactive Ion Etching) プロセス等によってできる表面のエッチングダメージに大きく依存する。エッチングダメージの中でも特にノッチングと呼ばれるエッチング終端部の高ダメージ領域は強度に特に大きな影響を及ぼすといわれている。ノッチングはエッチングプロセス技術者の共通の課題であり、ノッチングダメージを緩和するノッチングフリープロセスの開発が積極的に行なわれている。^{3), 4)}

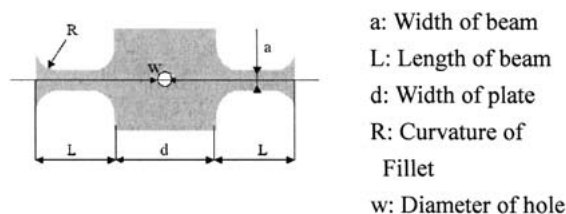
一方、このようなノッチングと強度の相関について、筆者ら⁵⁾はエッチングダメージ分布の異なる同型の2種類の試験片に対しノッチング部の強度評価を行い、さらにノッチング部の粗さと強度に線形な相関があることを示した。

本研究においては、表面のエッチングダメージ分布の異なる同型の5種類の試験片に対し簡便な曲げ試験を行うことでノッチング部の強度評価を行った。また、その結果とエッチング表面の観察による粗さ解析の結果から、定性的ダメージ指標と強度の相関について検証した。

2 試 験 方 法

2・1 試験片の準備

ノッチング部の強度を評価するために作成した試験片はFig. 1のような形状である。尚、寸法は設計寸法である。加工後の試験片の寸法を測定したところ加工誤差は1%未満であり、その影響は小さいものと考えられる。Fig. 1の中心の円孔を押し込む曲げ試験を行うことで、フィレット部のノッチング(エッチング終端部)に高応力を与えることができる。試験片はFig. 2のようにICP-RIE装置を用いたパルクマシニング技術により4インチ(100)方位SOIウェハ上に96個作成した。これにより十分な



Dimensions of specimen [mm]

L	d	a	R	w	Thickness
1.5	2	0.1	0.3	0.5	0.1

Fig. 1 Schematics of specimen for bending test.

[†] 原稿受理 平成 18 年 12 月 4 日 Received Dec. 4, 2006 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

* 正 会 員 東京大学大学院工学系研究科機械工学専攻 〒113-8656 東京都文京区本郷, Dept. of Mech. Eng., Univ. of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo, 113-8656

** 東京大学大学院工学系研究科機械工学専攻 〒113-8656 東京都文京区本郷, Dept. of Mech. Eng., Univ. of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo, 113-8656

*** オリンパス(株) MEMS 開発本部 MEMS 事業推進部 〒192-8512 八王子市久保山町, OLYMPUS Corporation, MEMS Business Development Dept., Kuboyama-cho, Hachioji, 192-8512

**** オリンパス(株) MEMS 開発本部プロセス技術部 〒399-0495 長野県上伊那郡辰野町, OLYMPUS Corporation, Micro-processing Tech. Dept., Kamiina-gun, Nagano, 399-0495

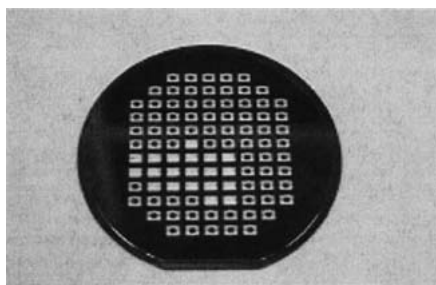


Fig. 2 Four-inch (100)-oriented wafer containing 96 test specimens.

統計データが得られる。エッチングダメージの異なる試験片のノッチングの強度を比較するために、Table 1 に示すように加工装置、またノッチング抑制条件の有無によってエッチング条件を変えた。エッチング条件は装置のデフォルトの条件である。5種類の同形状の試験片 N1, N2, N3, N4, N5 を用意した。N1 と N2 および N3 と N4 は同じ条件であるが、処理の順番が異なる。

2・2 エッチングダメージ

ICP-RIE プロセスにおいては、側壁に大きなエッチングダメージが残ることが報告されている。エッチングダメージを以下に示す3種類に大別される。⁵⁾

マスクあれは、Fig. 3 の A 部にあたるダメージでエッチングを防ぐためにウェーハ上面に塗布されたレジストマスクがエッチングにより後退してしまうことなどによりできたダメージであると考えられる。

次に側壁あれは、Fig. 3 の B 部にあたるダメージで、エッチングと側壁保護膜形成のパシペーション工程を短周期的に繰り返すことによりできる‘あれ’、部分的にエッチングが遅れることによって生ずる‘あれ’などがあると考えられる。

最後にノッチングは、Fig. 3 の C 部にあたるダメージである。SOI ウェーハ上のプラズマ中に形成されるイオ

ンシースによって、プラズマ中の電子はウェーハ上面までしか到達しない。そのため電子は幅の狭い作成パターン底部まで侵入していくことが難しい。その結果作成パターンの底部は陽イオンにより正にチャージアップされ、エッチング種であるイオンが反発し曲げられてパターン側壁に入射することでできたダメージであると考えられる。

以上のうち特にノッチングは、最も大きなダメージであり、実機の性能低下や剛性の変化をなどの問題点を引き起こすとともに強度へも大きく影響するといわれている。^{5)~10)}

2・3 曲げ試験

エッチング方向とは逆方向から試験片を押し込むことにより梁には Fig. 4 に示されるように、フィレット部に応力集中部が現れる。はり部と外壁、ミラーそれぞれとの境界部を両端としノッチング部に沿った Path A の応力分布の典型を Fig. 5 に示す。なお、横軸原点は外壁側の端部とした。この曲げ試験によって試験片は応力集中部と重なったノッチングから破壊すると考えられるため、ノッチング部の強度評価を行うことができる。

2・4 試験のセットアップ

試験には株式会社津製作所の微小強度評価試験機マイクロオートグラフ MST-1 (荷重精度最小 2mN の $\pm 1\%$ 、変位精度 0.2 μm) を使用した。試験は、破壊荷重値をロードセルで、変位を試験機内蔵のリニアエンコーダによって計測した。試験設備全体の様子を Fig. 6 に示す。試験片はウエハホルダーに置かれており、ホルダーに固定された xy ステージを動かして、位置合わせを行う。Fig. 1 に示す試験片には、正確な位置合わせを行うために、直

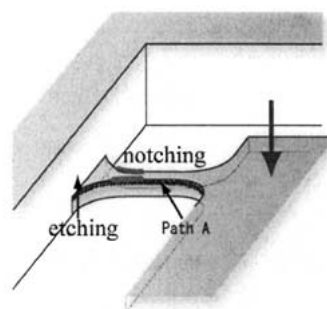


Fig. 4 Illustration of stress concentration region along the beam edge subjected to bending loading.

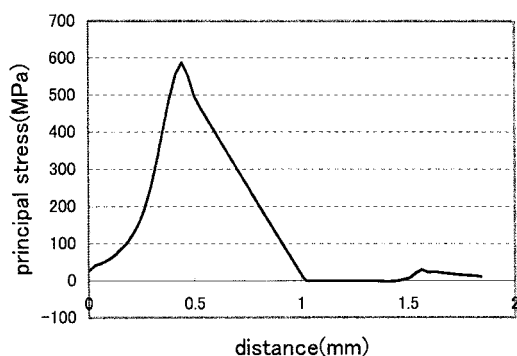


Fig. 5 A typical maximum principle stress plot along Path A.

Table 1 Details of the process to make specimens.

Specimen ID	Processing apparatus	notching-free
N1	MULTIPLEX-ICP(STS)	off
N2	MULTIPLEX-ICP(STS)	off
N3	MULTIPLEX-ICP(STS)	on
N4	MULTIPLEX-ICP(STS)	on
N5	Multiplex ASE-HRM	on
(Sumitomo Precision Products. Co., Ltd)		

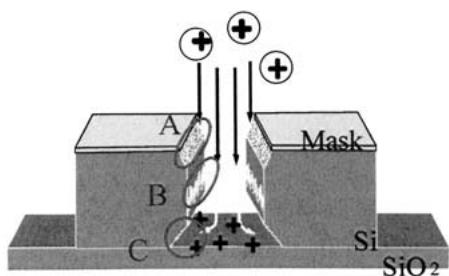


Fig. 3 Schematics of etching damage process.

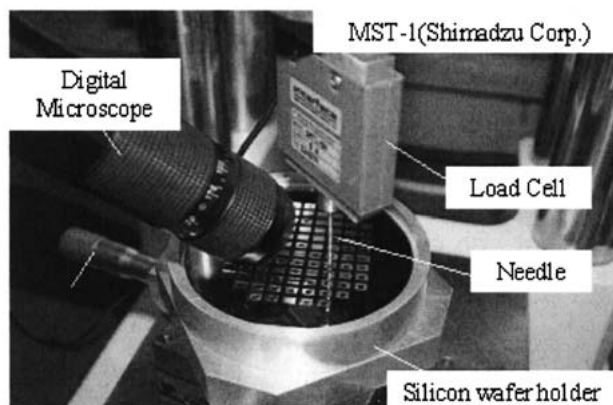


Fig. 6 Illustration of experimental setup.

径 0.5mm の穴が空いており、ニードル状の治具を押込むことにより、試験を実施する。実際に曲げ試験を行っている様子を Fig. 7 に示す。デジタルマイクロスコープの映像を液晶モニタに映し出すことによって、正確な位置合わせを行うことができる。

2・5 有限要素法による破壊応力の評価

破壊応力の推定には有限要素法 (FEM) を用いた。解析には汎用有限要素解析ソフト ANSYS8.0 を使用した。モデリングは設計寸法に従っている。実際は、設計寸法からのずれや、ノッチング部のテーパなどの形状変化があるが、それらの形状を正確に計測してモデリングを行っても最終的な応力値に及ぼす誤差は 1% 未満であった。よって、応力値の推定には設計図寸法によるモデリングで十分であるとした。また、評価する試験片は微小であるが、Fig. 6 に示したウェーハホルダーはウェーハの外周部のみ支える構造になっており、試験片の場所によっては剛性が変化してしまう。よって、これを考慮するため、ウェーハ全体を含めたサブモデリング解析を前報同様⁵⁾行った。Fig. 8 に示すようにウェーハ全体を全体モデル、試験片 1 個をサブモデルとした。全体モデルはシェル要素 SHELL93 を用いサブモデルには六面体二次要素 SOLID95 を使用した。境界条件は全体モデルにおいて周辺部分を単純支持とした。また、異方性の弾性定数を用い、幾何学的非線形弾性解析を行った。用いた弾性定数を Table 2 に示す。メッシュは解析誤差を含まないよう十分に細かくした。

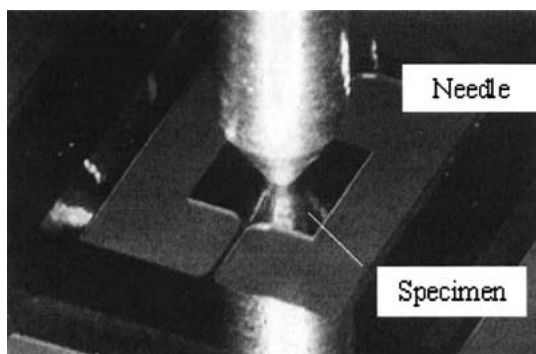


Fig. 7 Photograph of bending test.

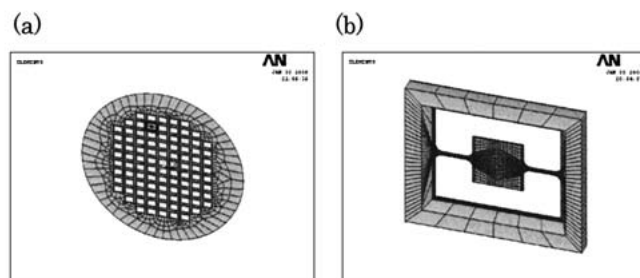


Fig. 8 FEM model [(a) : Global model (b) : Submodel].

Table 2 Young's modulus (GPa), Poisson ratio, and Shear modulus (GPa) used for FEM calculations.

E_x	E_y	E_z	ν_{xy}	ν_{xz}	ν_{yz}	G_x	G_y	G_z
168.9	168.9	130.2	0.064	0.361	0.278	50.9	79.4	79.4

同一荷重を与えた FEM モデルと試験の間では、約 90% 以上の変位の一致が見られた。これより、本 FEM モデリングは妥当なものと考えられる。ただし、一般に、応力の誤差は変位より大きいため、応力の評価には 10% 程度以上の誤差が含まれると考えられる。

2・6 試験片のダメージ観察

用意した試験片についてエッチングのダメージ状態を見るために(株)キーエンスのレーザー顕微鏡 VK-9510 を用いたプロファイル観察を行った。また、ダメージを定量的に見積もるため、梁の側壁の粗さプロファイルを取った。ここではエッチング方向に沿ってどのような粗さの相違が現れるかを評価するために Fig. 9 に示すようにエッチングと垂直方向に算術平均粗さ Ra を計算しエッチング方向に沿ってプロットした。なお、Ra を計算するにあたり、サンプルの評価方向の長さは規格の基準長さよりも短いため、高さプロファイルの両端部では元の高さプロファイルデータを対称として取り扱う対称境界条件を用いた。

3 結 果

各々の試験片について曲げ試験の結果の 2 母数ワイブルプロットを Fig. 10 に示す。ここでは、破壊強度はノッチング部における主応力の最大値で整理した。Hollander-Proschan test, Mann-Scheuer-Fertig test, Anderson-Darling

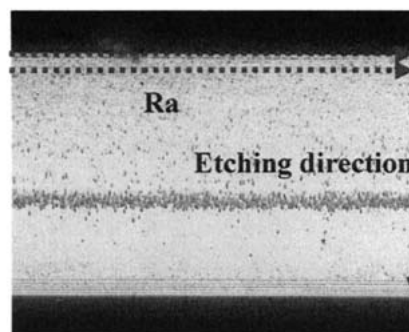


Fig. 9 Procedure for calculating the profile of average roughness Ra along the etching direction.

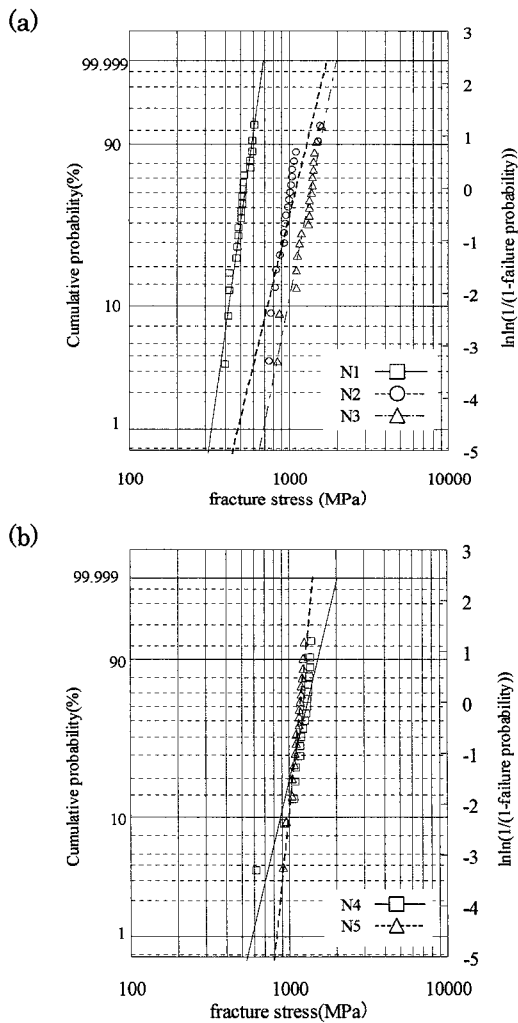


Fig. 10 Weibull plots of fracture stress.
[(a) : N1~N3 (b) : N4~N5]

test¹¹⁾の三種類のパラメトリックテストにより N1, N3, N4, N5 の強度分布はワイブル分布に適合することを定量的に検証した。N2のみワイブル分布に適合しなかった。この理由は考察で扱う。ワイブル母数は最尤法により求めた。結果をサンプル数と共に Table 3 に示す。

次に粗さプロファイルの結果得られた各試験片の粗さ分布の特色を示す。Fig. 11 はそれぞれの試験片についてマスク側端部（表面）を原点としてエッチング方向に沿って Ra 値をプロットしたものである。右端がノッチング部に相当する。Fig. 11 (a)より N1 はエッチング方向に沿って徐々にあれが大きくなっている。Fig. 11 (b)より N2 はマスク部はほとんどあれていないが、ノッチング付

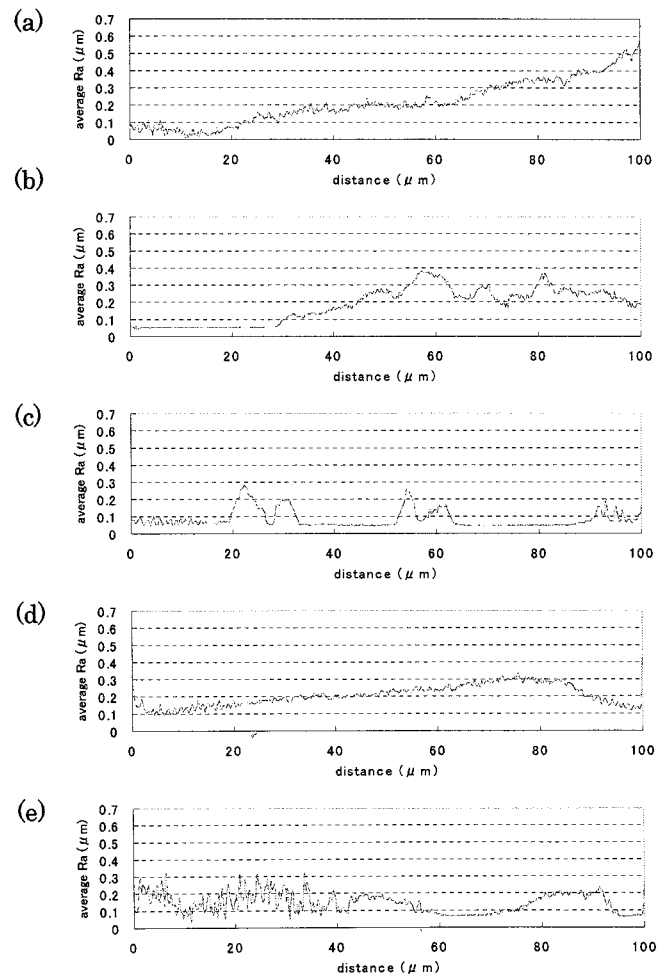


Fig. 11 Roughness profile along the etching direction.
[(a) : N1 (b) : N2 (c) : N3 (d) : N4 (e) : N5]

近の側壁が大きくあれていることがわかる。Fig. 11 (c)からわかるように N3 はダメージが小さく全体的に平坦であった。Fig. 11 (d)より N4 も N3 と同様全体的に平坦であるが、N3 に比べ、ノッチング付近の側壁あれが大きいことがわかる。Fig. 11 (e)より N5 はマスク部およびマスク付近の側壁が大きくあれている。また、Table 1 に示したように N1 と N2, N3 と N4 は製造条件が同じだが、ダメージ分布が異なっている。これは、N2 は N1 の、N4 は N3 の後プロセスであり、チャンパー内の温度分布が変化していることが要因のひとつとなっていると推測される。

4 考 察

4・1 エッチングダメージと強度

曲げ試験の結果より、エッチングプロセスの異なる各試験片の強度（ここではワイブル分布の尺度母数を強度の指標とする）には明確な差が現れた。粗さと強度の相関について考察するために、おおよそノッチングが生じている領域の粗さの平均値を求めた。幅を、前報⁵⁾と同様、Fig. 11 で示したノッチング部のエッジ（右端）から、1.1μm の領域とした。結果を前報⁵⁾と合わせて Table 4 に示す。また、ノッチングの強度値に相当する尺度母数およびその 95% 信頼区間をあわせて示す。N2 については

Table 3 Shape and scale parameters.

	#sample	Shape parameter	Scale parameter(MPa)
N1	20	9.53	531
N2	19	4.56	1106
N3	19	8.44	1364
N4	19	10	1272
N5	18	15.3	1171

Table 4 Averaged roughness values of notching and scale parameters.

	Scale parameter (MPa)			Average Ra(μm)
		-95%LCL	+95%UCL	
N1	531	506	557	0.52
N3	1364	1289	1442	0.1
N4	1272	1214	1332	0.14
N5	1171	1134	1208	0.2
M2	1148	1064	1238	0.25
M3	1353	1254	1460	0.13

ワイブル分布に適合せず、ノッチング部の強度評価が行えなかったと見なし省いた。

尺度母数とノッチングの粗さの関係を Fig. 12 に示す。ノッチングの粗さと強度の関係には線形な相関が見られた。本研究で用いた粗さ測定法は、破壊起点である応力集中部の粗さを直接測定していない、特定の方向の粗さプロファイルであるなどの問題が含まれ、この結果の取り扱いには十分な注意が必要であるが、定性的な強度と粗さの相関は示しており、今後のノッチフリー対策の一つの指標となると考えられる。

4・2 破壊起点の競合 (N2)

N2の結果のみワイブル分布に適合しなかった。ワイブル分布に適合しない理由としてノッチング部以外の破壊起点が存在している可能性が考えられる。破壊モードの競合の有無を確認するため、レーザー顕微鏡で破断面観察を行い、破壊起点の特定を行った。破断面画像の一例を Fig. 13 に示す。き裂の発生場所は平らで（ミラー）、起点を離れるにつれて粗くでこぼこになる（ハックル）。これに従えば Fig. 13 はノッチング側のエッジから 15 μm 程離れた側壁から破壊しており、実際にノッチング部から以外の破壊起点が存在していることを確認できた。

次にノッチングとノッチング付近の側壁とで破壊モードの競合が起きた原因について考察する。Fig. 15 は Fig. 14 に示す Path A と Path B の Path A の最大主応力値で規格化された応力分布を示す。Path A は 2.3 で設定したものである。Path B は Path A と平行で 16.7 μm 離れた箇所

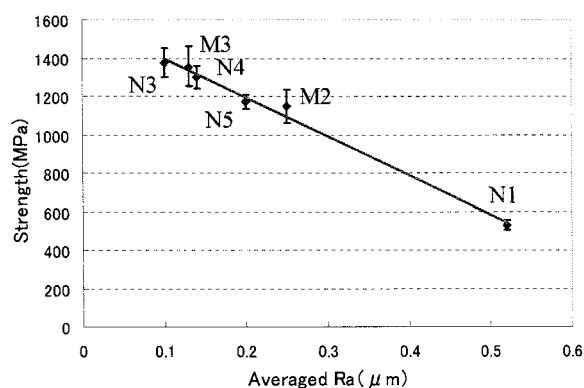


Fig. 12 Relationship between scale parameter and roughness of notching region.

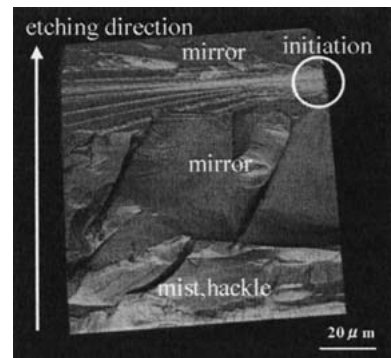


Fig. 13 Photograph of fracture surface of N2.

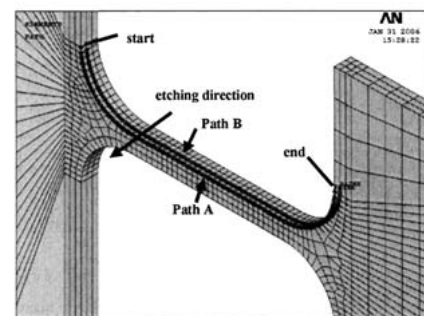


Fig. 14 Illustration of Path A and Path B along the beam.

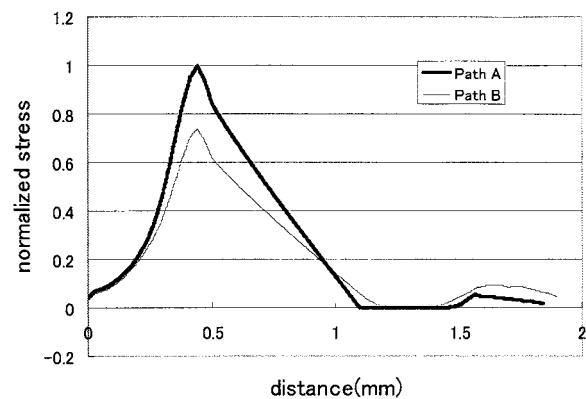


Fig. 15 Normalized stress distributions along Path A and Path B.

に設定した。この応力分布から、ノッチング付近の側壁にはノッチングの 0.7 倍程度の応力が加わっていることがわかる。一方、N2 試験片は Fig. 11 の粗さプロファイルからわかるようにノッチング付近の側壁が大きくあれており、ノッチングに比べ強度が低下していると推測される。このため、ノッチング部の 0.7 倍程度の応力でも破壊に至ったと考えられる。これは、試験片に対し一定の荷重形態を負荷した場合でも、ダメージ分布の様相によっては破壊起点の候補が複数となり破壊モードの競合が起こることを意味している。

5 結 言

エッチングダメージ分布の異なる同型の 5 種類の試験片に対し、曲げ試験によって強度評価を行なった。また、試験片の梁側壁の表面観察による粗さ解析の結果から、ノッチングの粗さと強度には線形な相関が見られ、粗さ

が $0.1\mu\text{m}$ 改善すると強度は 200MPa 上昇するという結果が見られた。

参 考 文 献

- 1) H. Miyajima, N. Asaoka, T. Isokawa, M. Ogata, Y. Aoki, M. Imai, O. Fujimori, M. Katashiro and K. Matsumoto, "A MEMS electromagnetic optical scanner for a commercial confocal laser scanning microscope", J. Microelectromech. Syst., Vol.12-3, pp.243-251 (2003).
- 2) T. Yi and C. Kim, "Measurement of mechanical properties for MEMS material", Meas. Sci. Technology, Vol.10, pp.706-717 (1999).
- 3) T. Nozawa, T. Kinoshita, T. Nishizaka, A. Narai, T. Inoue and A. Nakaune, "The electron charging effects of plasma on notch profile defects", Jpn. J. Appl. Phys., Vol.34, pp.2107-2113 (1995).
- 4) K. Ichihara, C-F. Yung, A. Ayon and M. Schmidt, "An inertial sensor thecnology using DRIE and wafer bonding with interconnecting capability", J. Microelectomech. Syst., Vol.8-4, pp.403-408 (1999).
- 5) S. Izumi, C. W. Ping, M. Yamaguchi, S. Sakai, A. Suzuki and Y. Ueda, "Developing of specimen and test method for strength analysis of MEMS", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.72-717, pp.720-727 (2006).
- 6) T. Nozawa, T. Kinoshita, T. Nishizaka, A. Narai, T. Inoue and A. Nakaue, "The electron charging effects of plasma on notch profile defects", Jpn. J. Appl. Phys., Vol.34, pp.2107-2113 (1995).
- 7) K. Ichihara, C-F. Yung, A. Ayon and M. Schmidt, "An inertial sensor technology using DRIE and wafer bonding with interconnecting capability", J. Microelectomech. Syst. Vol.8-4, pp.403-408 (1999).
- 8) J. Li, Q. Zhang, A. Liu, W. Goh, J. Ahn and J. Vac., "Technique for preventing stiction and notching effect on silicon-on insulator microstructure", Sci. Technol. B21 (6), pp.2530-2539 (2003).
- 9) J. Kim, S. Park, D. Kwak, H. Ku, W. Carr, J. Buss and D. Cho, "Robust SOI process without footing and its application to ultra high-performance microgyroscopes", Sensors and Actuators A114, pp.236-243 (2004).
- 10) A. Ayon, R. Broff, C. Lin, H. Sawin and M. Schmidt, "Characterization of a time multiplexed inductivity coupled plasma etcher", J. Electrochem. Sioc., Vol.146 (1), pp.339-349 (1999).
- 11) STATISTICA Users Manual, StatSoft Inc..