

要 旨

サーフェスマイクロマシニングによるセンサを実用化するためには微小機械構造体すなわち 薄膜の信頼性を評価,制御することが不可欠である。新規に開発した静電力チャックを用いた 薄膜引張試験装置によって統計的解析に必要な多数の試験片を測定し,微小構造体の信頼性評 価が可能であることを明らかにした。試験部の寸法を長さ30-300µm,幅2-5µm,膜厚2µmに加 工した多結晶シリコン薄膜の引張強度を評価した。引張強度の平均値は試験片の寸法に依存し, 2.0-2.8GPaであった。引張強度の寸法効果から破壊の起点を予測し,破断面の観察結果と一致す ることを確認した。

Abstract

A new tensile tester using electrostatic force grip was developed to evaluate the tensile strength and reliability of thin film materials. The tester was constructed in a SEM chamber for *in-situ* observation, and was applied to the tensile testing of polycrystalline silicon (poly-Si) thin films with dimensions of 30-300 μ m in length, 2-5 μ m in width and 2 μ m in thickness. It was found that the mean tensile strength was 2.0-2.8 GPa depending on the length of the specimens, irrespective of the specimen width. These size effects on the tensile strength showed that the location of the fracture origin was on the edge of the specimen, which was identified by the SEM observation of the fracture surface of the thin films.

キーワード 薄膜,機械物性,引張試験,静電力チャック,寸法効果,ワイブル係数

1.はじめに

微細化が進んだ半導体デバイスプロセス技術を 応用して,基板のシリコンウエハや薄膜に微小な 構造体を作製するマイクロマシニング技術が広く 研究されている。これを用いて作製した微小な電 子機械システム(Micro Electro Mechanical Systems; MEMS)は微小なセンサ,さらに機械 (マイクロマシン)実現の可能性を開いている。

このMEMSデバイスでは薄膜を単独で構造材料 として用いているため,これらデバイスの設計の ためには薄膜の機械的物性値が必要となる。これ までにデバイスの特性に直結する弾性率や内部応 力についてはさまざまな方法が検討されてきてい る。一方で同様に重要な機械的物性であり,信頼 性や長期安定性に関わる強度や疲労の特性は測定 例が少なかった。近年,これらのデバイスの実用 化が始まっている中で薄膜の信頼性に関する物性 値,特に機械強度の測定は不可欠なものになって いる。

従来,薄膜の強度評価法として基板上の薄膜へ のインデンテーション試験による破壊靭性の評価 が行われているが,基板の影響などがあり信頼で きる評価法とは言えない。また,ヤング率測定の ー手法である薄膜メンブレンを作製し,印加圧力 とメンブレンたわみの関係を測定するバルジ法を 用い,メンブレンが破壊するまで加圧して強度試 験する方法¹⁾や,片持ち梁形状をした薄膜の先端 に荷重を印加して曲げ試験をする方法²⁾が報告さ れているが,メンブレンのエッジや片持ち梁の根 元の応力集中による影響が大きく正確な評価が難 しい。

基板の影響や形状効果を避けるためには,より 直接的な強度評価の手法である単軸引張試験が不 可欠である。しかし,薄膜で作製した試験片は微 小であり,そのハンドリングやチャッキングが困 難である。このため,試験片を引張試験装置に接 着剤で固定して引張試験する方法³⁾や,試験片が 壊れないようにフレーム付きのまま装置に固定し てからフレームを破壊して試験する方法4)が開発 されているが, 接着時やフレーム破壊時の試験片 へのダメージや試験後の試験片の交換が困難であ るという問題がある。特にシリコン膜やシリコン 酸化膜(SiO₂)のような脆性材料と考えられる材料 の強度評価には多数の試験片の強度を測定し,統 計的解析を行うことで破壊のメカニズムを明らか にすることができる。しかし,上記の方法は多数 の試験片を試験するのには向かない。このため、 試験片のハンドリングが容易で試験片へのダメー ジが少ない薄膜試験片用のチャッキング方法が求 められている。

そこでわれわれは新しい薄膜引張試験方法とし て,静電力によるチャッキングシステムを開発し, 装置を走査電子顕微鏡(SEM)の試料チャンバーの 中に試作し,多結晶シリコン薄膜の引張試験を行 った⁵⁾。本研究報告ではこの静電力チャックを用 いた薄膜引張試験装置を示し,多結晶シリコン薄 膜の引張強度を測定した結果とそこから得られた 多結晶シリコン膜の強度特性について報告する。

2. 薄膜引張試験装置

2.1 静電力によるチャッキング

薄膜引張試験装置はすでに述べたように薄膜試 験片のハンドリングとチャッキングを容易にする 静電力によるチャッキングが特徴である。静電力 チャックを用いた引張試験の原理をFig.1に示す。 シリコンウエハ上にサーフェスマイクロマシニン グを用いて片持ちの状態で作製した試験片の自由 端を静電力によってプローブに固定する。引張試 験の手順をFig. 2に示す。試験片が載ったチップ を装置に固定し,プローブである絶縁膜を形成し たシリコンウエハを近づける。プローブと試験片 との間に電圧を印加することで両者の間に静電力 が発生し,試験片の自由な一端は吸着,固定され る。この状態で基板に対してプローブを送ると試 験片はプローブ表面との摩擦力によって保持さ れ,試験片に引張荷重が印加,最終的に破断に至 る。さらに,試験片には破断後も電荷が残ってい るので基板とプローブの間に逆電圧を加えること で破断した試験片を取り除くことができる。

静電力は弱い力であるが,マイクロマシンのサ イズの微小な試験片を固定するのに必要な力とし ては十分である。また,電圧のオン/オフで力の 発生を制御できるので試験片へのダメージが少な い。また,電圧印加を工夫することで破断した試 験片の交換が容易にできる。このように,この方 法は多数の薄膜の試験片を連続で試験するのに適



Fig. 1 Schematic drawing of tensile testing using electrostatic force grip.

している方法と言える。

2.2 SEM中試験装置

この原理を用いた引張試験装置をSEMの試料チ ャンバーに作製した (Fig. 3)。SEMの試料ステー ジ上に取り付けた,圧電素子により駆動される試 料微動ステージは引張荷重を与える送りを発生す る。プローブは引張荷重測定のためのロードセル に取り付けられている。引張試験においては微動



Fig. 2 Procedure of tensile test of thin film using electrostatic force.



Fig. 3 Thin film tensile tester.

ステージを送りながらこの送り量とロードセルで 測定した引張荷重を記録し,破断したときの引張 荷重を破断荷重として強度を求めた。

3.多結晶シリコン薄膜の強度評価

3.1 試験片作製プロセス

多結晶シリコン薄膜は非晶質膜から結晶化した 膜を用いた。この"結晶化"多結晶シリコン膜は 内部応力が表面型センサに適した引張応力であ る。試験片は標準的な表面マイクロマシニングプ ロセスで作製した (Fig. 4)。LPCVD (low pressure chemical vapor deposition) で形成した Si₃N₄膜(膜 厚 0.2µm: 絶縁層), プラズマCVDで形成した nondoped silicate glass (NSG)膜(膜厚2µm:犠牲層) を成膜した基板上にLPCVDでSi₂H₆(ジシラン) をソースガスとし520°Cで非晶質膜を成膜した。 その後,窒素(N2)中で1000°Cでアニールし結晶化 した。この膜の粒径は0.3µm,膜厚1.8µm,ヤン グ率163GPa,内部応力76MPaである。試験片形 状に加工した後に固定端には電極取り出し用のア ルミ(Al)パッドを形成した。試験片の自由端側は 犠牲層エッチングの時間を短縮するために微小な エッチングホールが形成してある。最後に犠牲層 であるNSG膜をフッ酸でエッチングし,片持ち梁 形状の試験片を作製した。犠牲層エッチングの後 の乾燥工程では試験片の基板への付着(スティッ キング)を防止するためにp-ジクロロベンゼンを



Fig. 4 Fabricating process of specimen. a) depositing films, b) patterning poly-Si and Al films, c) sacrificial etching to release poly-Si film.

27

用いた。

3.2 引張試験

Fig. 5に引張試験時のSEM像を示した。このようにその場での破断の観察が行われている。試験 片とプローブは静電力で吸着された後,引張試験 時には表面の摩擦力で保持される。電極面積2 × 10⁻⁷m²,150~200Vの印加電圧で約0.1N(10g)程度 の引張荷重を保持できている。

試験片の形状をFig. 6に示した。試験片の長さL は30,100,300µm,幅Wは2,5µmの計6種類に ついて,それぞれ約20点の試料の引張試験を実施 し,引張強度と試験片寸法の関係を調べた。

4. 結果と考察

4.1 多結晶シリコン薄膜の引張強度

多結晶シリコンの試験片は脆性破壊した。試験 中,荷重は送りに対して線形に増加し,降伏点な しに突然破断した。破断した試験片にはくびれや 塑性変形の跡はなく,試験部の任意の位置で破断 している。

Table 1はそれぞれの寸法の試験片についての 測定結果を測定した試料数とともに示した⁶)。 Fig. 7には平均強度と測定値の最大値と最小値を



Fig. 5 SEM micrograph of tensile testing.

示した。平均引張強度は2.0-2.8GPaであり,試験 片の寸法への依存が見られ,試験片が長くなると 減少している。

破断時の振る舞いは多結晶シリコン薄膜が脆性 材料であることを示している。また,試験部の任 意の位置で破断していることから試験片には応力 集中などによる影響がほとんどないことがわかっ た。このことから,この引張試験で測定した多結 晶シリコン薄膜の引張強度は正確な値であると考 える。引張強度の平均値は単結晶シリコン片持ち 梁の曲げ強度とほぼ同じ値であり,単結晶シリコ

 Table 1 Tensile strength of poly-Si thin film against the specimen size.

Width (µm)		2			5	
Length (μ m)	300	100	30	30	100	300
Sample number	11	14	17	13	18	17
Mean strength (GPa)	2.8	2.3	2.2	2.7	2.4	2.0
Std. Dev. (GPa)	0.61	0.52	0.45	0.48	0.44	0.45
Weibull modulus	5.3	6.0	6.0	6.9	6.3	5.4



Fig. 7 Tensile strength of poly-Si thin film.



Fig. 6 Thin film specimen for tensile test.

ンの理論強度の6-8%と、かなり高い値である。

4.2 強度の試験片寸法効果

詳しく試験片寸法の影響を見るため, Fig. 8に 幅 $w = 5\mu$ mの試験片について印加応力に対する破 壊確率のプロットの試験片長さ依存性と, L =300 μ mの試験片について破壊確率の試験片幅依存 性を示した。長い試験片はより低い応力で破壊確 率が高い, すなわち強度が低くなっている。一方, 試験片の幅はほとんど強度に影響を及ぼしていな い。これらの印加応力 σ に対する破壊確率Fはワ イブル確率分布に従うとされている。

$$F = 1 - \exp\left\{-\frac{\sigma^m}{\alpha}\right\} \tag{1}$$

ここに, mは測定値のばらつきを示すワイブル 係数,αは定数である。式(1)にフィッティングし た曲線をFig.8に同時に示した。ワイブル係数m は5.3-6.9でばらつきが大きいことを示している。

強度の試験片寸法効果は長さにのみ現れ,幅は



Fig. 8 Measured fracture probability as a function of tensile stress. The curve is fitted to Weibull distribution function.

強度に影響を与えていない。このことから,多結 晶シリコン膜の強度の寸法効果は体積や全表面積 ではなく,試験片の長さか試験片の側面の表面積 に対して現れている。つまり,多結晶シリコン薄 膜の破壊の起点は試験片の側面か稜線上にあると 考えることができる。強度の測定結果から破壊の 起点を最終的に推定するためには膜厚と強度の影 響についての検討が必要となる。

上記の推定を確認するためにFE-SEMによる破断面の観察を行い,破断面をFig.9に示した。破断面には右上の角付近を中心として放射状に模様があり,このあたりが破壊の起点であることが推察される。試験片の表面には微小なエッチピットのようなくぼみがあり,これが試験片の角にある場所から破壊が発生していると考える。これらは上記の寸法効果とよく一致している。

4.3 考察

多結晶シリコン薄膜の引張強度は表面に傷の少 ないように作製した単結晶シリコン片持ち梁の曲 げ強度とほぼ同じであり,高い値であった。しか し,測定値は大きくばらついていた。実際のデバ イスにおける構造体の信頼性を評価するためには このばらつきを考えに入れる必要がある。例えば, ばらつきの指標であるワイブル係数が5のとき破 壊確率を100万分の1以下とするためには印加応 力を平均強度の6.8%以下にしなければならない。 もし,ばらつきを小さくすることができれば平均 強度を上げるよりも効果が大きい。すなわち,ワ イブル係数を10にあげることができれば印加応力 は平均応力の26%とすることができ,平均強度を



Fig. 9 Fracture surface of poly-Si specimen.

4倍にしたのと同じ効果を得ることができる。今 回測定した多結晶シリコン膜の試験片の場合,破 壊の起点である試験片表面のエッチピットの生成 制御が重要である。このエッチピットについては 試験片の上面にも側面にも存在するため,フッ酸 による犠牲層エッチング時に酸素析出物や粒界を 核として生成すると考えている。

5.まとめ

サーフェスマイクロマシニングによるセンサを 実用化するためには微小機械構造体すなわち薄膜 の信頼性を評価,制御することが不可欠である。 新規に開発した薄膜引張試験装置を用いて統計的 解析に必要な多数の試験片を測定し,微小構造体 の信頼性評価が可能であることを明らかにした。 今回は,多結晶シリコン薄膜の引張強度を評価し, 強度の寸法効果から測定データの統計的解析を用 いて破壊の起点を予測し,観察結果と一致するこ とを確認した。

薄膜の機械的信頼性評価はここ数年応用デバイ スの研究開発が盛んになるとともに急速に関心が 高まっている。強度評価については絶対的な評価 基準として方法と試験片の標準化が必要である。 さらに,SiやSiO2膜は雰囲気による腐食疲労が懸 念され,疲労破壊が発生することも予想される。 今後は長期信頼性の確認のために薄膜材料の疲労 特性の測定が必要であると考える。

参考文献

- Beams, J. W. : The Structure and Properties of Thin Films, Ed. by Neugebauer, C. A., Newkirk, J. D. and Vermilyea, D. A., (1959), 183, Wiley, New York.
- Johanson, S., Schweitz, J.-Å., Tenerz, L. and Tirén, J. : "Fracture Testing of Silicon Microelements in situ in a Scanning Electron Microscope", J. Appl. Phys., 63-10(1988), 4799-4803
- Koskinen, J., Steinwall, J. E., Soave, R. and Johnson, H. H.
 "Microtensile Testing of Free-standing Polysilicon Fibers of Various Grain Sizes", J. Micromech. Microeng., 3-1(1993), 13-17
- Sharpe, Jr.,W. N., Yuan, B. and Vaidyanathan, R. : "New Test Structure and Techniques for Measurement of Mechanical Properties of MEMS Mateials", SPIE Proc., 2880(1996), 78-91
- 5) Tsuchiya, T., Tabata, O., Sakata, J. and Taga, Y.: "Tensile Testing of Polycrystalline Silicon Thin Films using Electrostatic Force Grip", Trans. IEEJ Sensors and Micromachines Soc., 116-E-10(1996), 441-446
- Tsuchiya, T., Tabata, O., Sakata, J. and Taga, Y. : "Specimen Size Effect on Tensile Strength of Surface Micromachined Polycrystalline Silicon Thin Films", J. Microelectromechanical Syst., 7-1(1998), 106-113

著者紹介

土屋智由 Toshiyuki Tsuchiya
 生年:1968年。
 所属:機能デバイス研究室。
 分野:シリコンマイクロマシニングとその応用デバイス,薄膜機械物性評価。
 学会等:電気学会,日本金属学会,IEEE
 会員。

1998 R&D100 Award受賞。