

# フッ硝酸選択エッチングを用いたスティッキング防止処理

藤塚徳夫，坂田二郎

## A New Processing Technique to Prevent Stiction Using Silicon Selective Etching for SOI-MEMS

Norio Fujitsuka, Jiro Sakata

### 要 旨

SOI基板を使い，長さ数mmと極めて長いカンチレバーを実現できる新しいスティッキング防止処理を開発した。従来のフッ酸を用いた犠牲層エッチング後に，シリコン選択エッチングを1工程追加するだけで，カンチレバーのスティッキング限界長を従来の10倍以上にすることができた。このスティッキング防止処理は特殊装置を必要とすることなく，多くのSOI-MEMSの作製に容易に適用することが可能である。

#### キーワード

フッ硝酸，選択エッチング，スティッキング，SOI，MEMS

### Abstract

A new processing technique to realize an extremely long cantilever structure having a length of a few mm using a silicon-on-insulator(SOI) wafer has been developed. By adding only one Si selective wet etching process after the usual HF sacrificial layer etching, the detachment length of a cantilever became at least 10 times longer than that formed using conventional method. This technique is easily applicable to the fabrication of various SOI-MEMS without the use of any special apparatus.

#### Keywords

HF-HNO<sub>3</sub>-CH<sub>3</sub>COOH, selective etching, stiction, SOI, MEMS

#### 1. はじめに

近年，容量型加速度センサ，振動型角速度センサなどSOI基板のサーフェスマイクロマシニングによる多くのセンサが報告されている<sup>1)</sup>。SOI-MEMSはポリシリコンのサーフェスマイクロマシニングに比べ，数 $\mu\text{m}$ ～数百 $\mu\text{m}$ までの大膜厚の使用が可能，構造体が単結晶シリコンであるため材料の信頼性が高くシミュレーションとの整合性・プロセス再現性が良好，加えて信号処理回路との集積化が容易である等の利点を持つ。しかし，直接接合により作製可能なSOI基板の埋め込み酸化膜厚の上限は4 $\mu\text{m}$ 程度と

薄いため，犠牲層エッチングにより作製されるSOI層から成る可動部と支持基板間のギャップが4 $\mu\text{m}$ 程度と狭くスティッキングしやすい。加えて犠牲層エッチングにより分離され対向する可動部下面と支持基板表面が共にミラー面であるため，一度スティッキングすると構造体を破壊することなく分離することは極めて困難であるという問題があった。

なお，スティッキングには，可動部と支持基板を分離する犠牲層エッチング時に発生するリリーススティッキングと，分離後，衝撃や静電気などで起こる2次的スティッキングの2種類あることが知られている。リリーススティッキングを防ぐために，昇華<sup>2)</sup>，

超臨界<sup>3)</sup>、フォトレジストアシスト<sup>4)</sup>などの乾燥法や、ペーパーHFエッチング<sup>5)</sup>といったドライエッチングが報告されている。しかし、これらの技術はリリーススティッキング防止には有効であるが、2次のスティッキング防止に対して効果を持たない。一方、SAM (Self-assembled monolayer)<sup>6)</sup>、フロロカーボンポリマー<sup>7)</sup>等の低エネルギー膜の成膜は2次のスティッキング防止に効果を持つが、処理が複雑で、低エネルギー膜の耐熱性、長期信頼性という問題がある。さらに、これらのスティッキング防止法はいずれも特殊装置や特殊材料を必要とするものであった。

我々は、リリーススティッキング防止、2次のスティッキング防止共に有効で、耐熱性、長期信頼性にも問題なく、加えて特殊装置や材料を一切必要としない低コストで容易なスティッキング防止法を提案する。

## 2. スティッキング防止処理

フッ酸、硝酸、酢酸を1:3:8で混合したエッチング液でのシリコンエッチングレートの抵抗率依存性をFig. 1に示す<sup>8)</sup>。抵抗率0.068Ωcm以上のシリコンは全くエッチングされず、それ以下の抵抗率では0.7~3.0μm/minと抵抗率に依存した大きなエッチングレートを持つ特性が知られている。

提案するスティッキング処理のプロセスフローをFig. 2に示す。本スティッキング防止処理は前述フッ硝酸選択エッチング技術をSOI-MEMSプロセスに適用したもので、可動部と支持基板を分離する犠牲層エッチング後、可動部をエッチングすることなく可動部下の支持基板のみを選択的に等方性エッチングするものである。

具体的には、可動部となるSOI層を選択エッチン

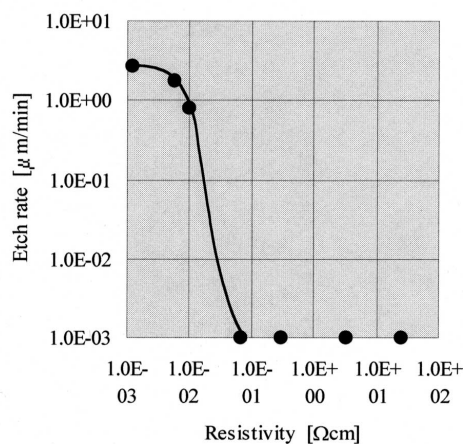


Fig. 1 Resistivity dependence of Si etch rate.

グによりエッチングされない抵抗率のシリコン、支持基板をエッチングされる抵抗率のシリコンとしたSOI基板を用いてSOI-MEMSを作製し、通常の犠牲層エッチング後に前述のフッ硝酸選択エッチングを行うことで、可動部をエッチングすることなく、可動部下の支持基板のみを選択的に等方性エッチングするものである。選択エッチング後は、先に述べた特殊な乾燥法の必要はなく、純水あるいはイソプロパノールやヘキサン等の置換からの自然乾燥を行っている。

## 3. 特徴

我々の実験で用いたSOI基板の仕様をTable 1に示す。SOI層と支持基板の抵抗率は、それぞれ2-4Ωcm、0.01-0.02Ωcmとした。

本スティッキング防止法は以下の3つの特徴を持つ。

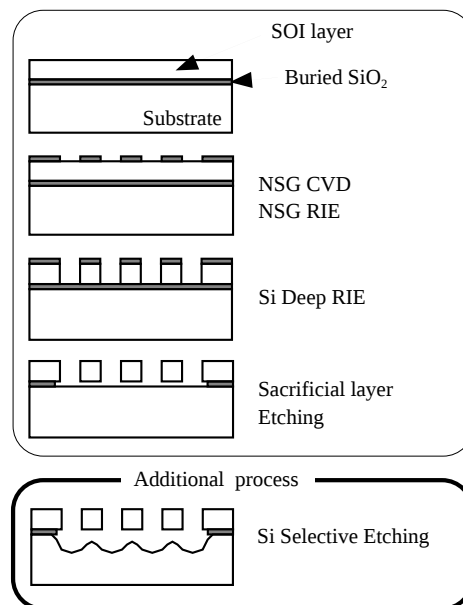


Fig. 2 Process sequence.

Table 1 Specification of SOI wafer.

|                         |                  |
|-------------------------|------------------|
| SOI layer               |                  |
| Thickness               | 10μm             |
| Resistivity             | 2-4Ωcm (P)       |
| Buried SiO <sub>2</sub> |                  |
| Thickness               | 2μm              |
| Substrate               |                  |
| Thickness               | 525μm            |
| Resistivity             | 0.01-0.02Ωcm (N) |

### 3.1 支持基板の面あれ

可動部を形成するSOI層にダメージを与えることなく、支持基板表面だけを面あれさせ、支持基板表面を疎水性にできる。Fig. 3はSOI層と支持基板の水接触角 $\theta$ のエッチング時間依存性を示したものである。支持基板の接触角 $\theta$ はエッチング時間45秒以上になると、急激に増加し $120^\circ$ 以上の接触角が得られた。60秒のフッ硝酸選択エッチング前後での、支持基板表面のAFM像をFig. 4に、接触角をFig. 5に示す。リリーススティッキングは $\cos\theta$ に比例するキャピラリーフォースによって引き起こされるため、接触角 $\theta$ を $90^\circ$ 以上にすることで、リリーススティッキングを防ぐことができる。

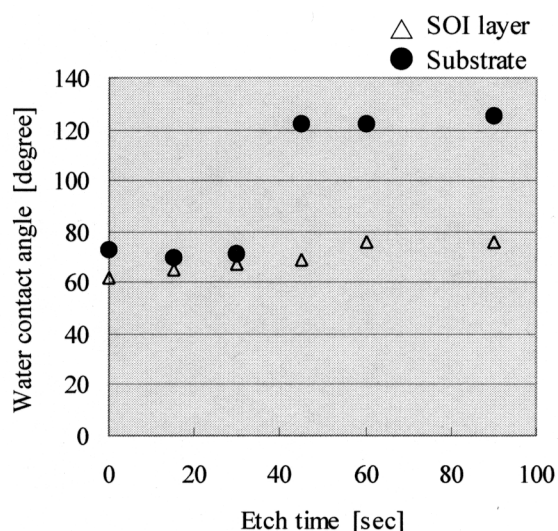


Fig. 3 Etch time dependence of water contact angle.

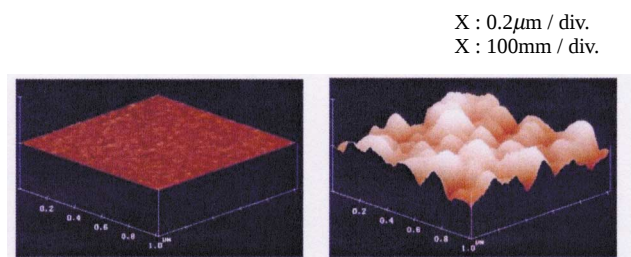


Fig. 4 AFM image of substrate surface. (a) Before selective etching. (b) After selective etching of 60 sec. The rms roughness is 0.7 nm and 50 nm, respectively.

### 3.2 支持基板表面の突起形成

可動部下の支持基板表面に突起を形成し、可動部と支持基板が接触する際の接触面積を大幅に減少できる。支持基板の選択エッチングはエッチング液がエッチングホールからギャップに入って起こる等方性エッチングなので、エッチングホール下と可動部下ではエッチングに時間差ができる。その結果、支持基板表面に可動部パターンに依存した高さの突起が形成される。Fig. 6は、スティッキング防止処理により支持基板表面に形成された突起高さのビーム幅依存性を示したものである。埋め込み酸化膜厚 $2\mu\text{m}$ のSOI基板では、ビーム幅 $3\mu\text{m}$ 以上で突起が形

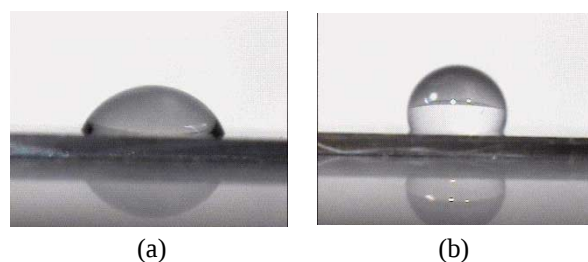


Fig. 5 A water contact angle with substrate. (a) Before selective etching. (b) After selective etching of 60 sec.

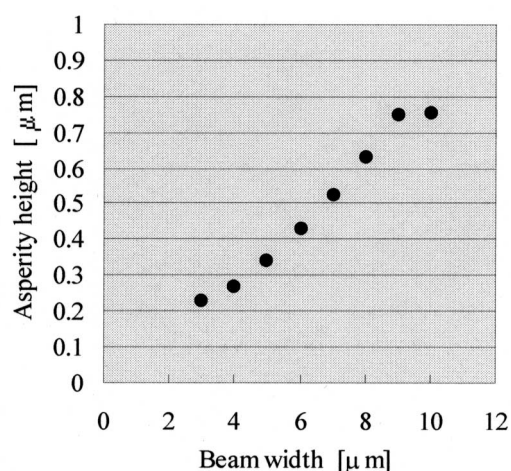


Fig. 6 Beam width dependence of asperity height.

成され、突起高さはビーム幅と共に増加した。Fig. 7 はリリースされたビームと支持基板表面に形成された突起の断面SEM写真である。

また、通常多くのセンサの可動マスは、犠牲層エッチングのためのエッチングホールが必要なためメッシュ構造となっている。それゆえ、メッシュ交差点下の酸化膜のエッチングが犠牲層エッチングでは最後になる。

Fig. 8のように、メッシュ交差点下の酸化膜を残して支持基板の選択エッチングを行うことで、可動マス下の支持基板表面にマイクロピラミッドを形成することができる。60秒の選択エッチングにより形成されたマイクロピラミッドのSEM写真をFig. 9に示す。

### 3.3 ギャップの増加

可動部と支持基板間のギャップを増加できる。Fig. 10は60秒の選択エッチング前後でのSOI基板断面SEM写真である。可動部のない大きな開口部では、

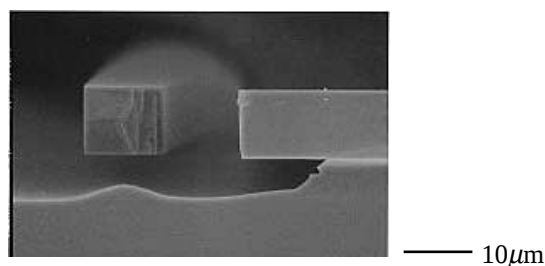


Fig. 7 Cross-sectional view of the asperity and the released beam (10  $\mu\text{m}$  in width).

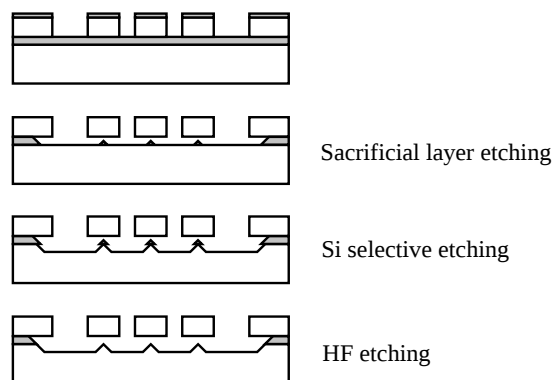


Fig. 8 Process sequence.

可動部と支持基板間ギャップが60秒の処理により、2 $\mu\text{m}$ から6 $\mu\text{m}$ に増加した。

これらの3つの効果により、リリーススティッキングと2次のスティッキングの両スティッキングを有効に防止させることができる。

### 4. カンチレバー

スティッキング防止効果の定量的な評価を行うために、前述SOI基板を用いて作製したカンチレバーを使ってスティッキング限界長さを評価した。

従来のウェット処理でリリース可能なカンチレバー長さの上限は約200 $\mu\text{m}$ と、Prof. Mastrangelo等の理論値<sup>9)</sup>と同等であったが、本手法により2mmと従来の10倍の長さを持つカンチレバーのリリースに成功した。Fig. 11は本手法によりスティッキングすることなくリリースされた長さ2mmのカンチレバー先端のSEM写真である。

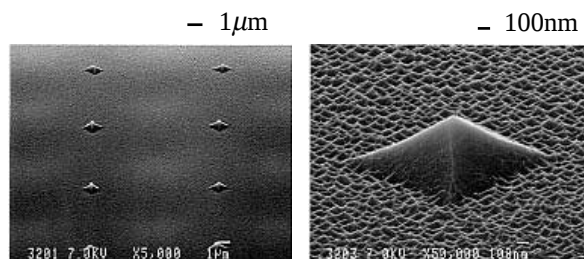
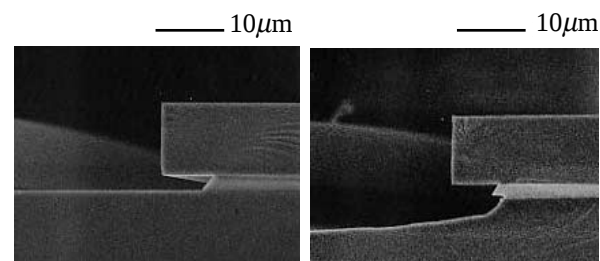


Fig. 9 SEM image of the micro pyramids. (after selective etching of 60 sec)



(a) Before selective etching. (b) After selective etching.

Fig. 10 Cross-sectional view of an SOI structure.

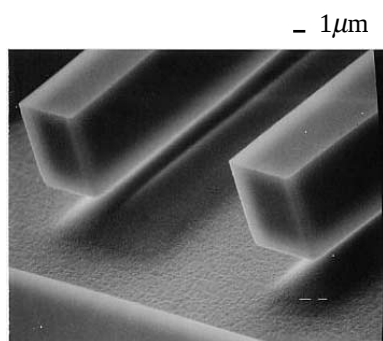
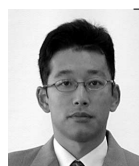


Fig. 11 SEM image of the end of released cantilever (2 mm in length).

## 著者紹介



藤塚徳夫 Norio Fujitsuka  
 生年：1967年。  
 所属：集積化デバイス研究室。  
 分野：シリコンマイクロセンサ，マイクロマシニング。  
 学会等：電気学会会員



坂田二郎 Jiro Sakata  
 生年：1954年。  
 所属：半導体デバイス研究室。  
 分野：センサ，薄膜物性評価・制御。  
 学会等：応用物理学会，日本化学会会員。  
 1998年R&D100Award受賞。  
 工学博士。

## 5. まとめ

フッ硝酸選択エッチングを用いたSOI-MEMSのリリーススティッキング防止，2次的スティッキング防止共に有効な新しいスティッキング防止法を考案し，その効果を検証した。

60秒の選択エッチングで，支持基板の水接触角を $120^\circ$ 以上にし，可動部下の支持基板表面に可動部パターンに依存した突起を形成して接触面積を大幅に減少させ，可動部と支持基板間ギャップを約 $4\mu\text{m}$ 増加させることができた。その結果，カンチレバーのスティッキング限界長さを，従来の10倍以上にできた。

本手法は，耐熱性，長期信頼性にも問題なく，加えて特殊装置や材料を一切必要としない低コストで容易なプロセスであり，多くのSOI-MEMSの作製に適用することができる。

## 参考文献

- 1) Matsumoto, Y., et al. : The 8th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators, and Eurosensors IX, (1995), 550-553
- 2) Kim, C. J., et al. : Sensors and Actuators, A64(1998), 17-26
- 3) Mulhern, C. T., et al. : The 7th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators, (1990), 296-299
- 4) Kobayashi, D., et al. : Jpn. J. Appl. Phys., 32(1993), 1642-1644,
- 5) Lee, J. H., et al. : Sensors and Actuators, A64(1998), 27-32
- 6) Houston, M. R., et al. : Solid-State Sensors and Actuator Workshop Hilton Head, South Carolina, June 2-6(1996), 42-47
- 7) Mann, P. F., et al. : Proc. IEEE Workshop on MEMS96(1996), 55-60
- 8) Sumitomo, Y., et al. : Electrochem. Soc. Extent. Abstr., 72-1(1972), 74-77
- 9) Mastrangelo, C. H., et al. : J. Microelectromechanical Systems, 2-1(1993), 33-43