

平成 26 年 6 月 12 日現在

機関番号：12601

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23760145

研究課題名(和文) 極微細シリコン構造内における気体の分子流を利用した集積化ガスシステム

研究課題名(英文) Integrated Gas System Based on Molecular Flow in Ultra-Fine Silicon Structures

研究代表者

久保田 雅則 (KUBOTA, Masanori)

東京大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：80447424

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円、(間接経費) 1,020,000円

研究成果の概要(和文)：大気中の有害ガスの分析などに用いる、シリコンチップ上にガスポンプ・圧力計・ガスセンサ・制御LSIを纏めた「集積化ガスシステム」のための要素技術の研究を行った。小さなシリコンチップ上で気体分子を制御・測定するためには、幅100nm以下・深さ数ミクロンの極めて細い溝(トレンチ)構造が重要であり、従来よりも細いトレンチを形成する「シリコン深堀りエッチングと超臨界流体製膜を用いた狭窄法」を開発した。その手法を用いて「熱伝導圧力センサー」を開発した。

研究成果の概要(英文)：The author developed elemental technologies for Integrated micro gas system which consists of gas pump, pressure gauge, gas sensor and control LSI etc. for toxic gas monitoring in atmosphere. Ultra-fine trenches having less than 100 nm in width and several micron in depth play important role to actuate/measure molecules on such a small chip at atmospheric pressure. A trench fabrication method by successive process of silicon deep etching and supercritical fluid deposition was developed. A novel Thermal conductive pressure sensor was developed by utilizing the method.

研究分野：マイクロ集積システム

科研費の分科・細目：機械工学 流体工学

キーワード：熱伝導圧力センサ 極微細高アスペクト比トレンチ 集積化ガスシステム 超臨界流体製膜 集積化MEMS ステルスダイシング MEMSプローブ

1. 研究開始当初の背景

半導体集積回路の発展はシリコンを主とした半導体や金属材料を対象とした極微細加工技術(金属・絶縁物の薄膜を形成する製膜技術、その上に数十 nm 程度の微細な図形を描画する電子線描画技術や材料の不要部分を選択的に除去するエッチング技術など)の発展に支えられてきた。1970 年代からは極微細加工技術を集積回路以外に応用し、シリコン基板上に微細な立体構造を形成してセンサーやアクチュエーターとして用いる MicroElectroMechanical Systems (MEMS) の研究も始まり、1980 年代から 2000 年代にかけて大きく発展した。2010 年代に至り益々マーケットは拡大している。MEMS を構成する微細構造は髪の毛の径よりも小さい数 μm ~ 数百 μm 程度の大きさであり、加速度センサー・ジャイロスコープ・圧力センサー・モーター・アクチュエーター・マイクロ流路など多岐にわたるデバイスに応用されている。

筆者のグループでは $1\mu\text{m}$ 以下の領域で立体構造を形成するために効果的な図形描画手法・プラズマエッチングの研究を行ってきた。例えば、数百 nm 幅・数 μm 深さの溝(トレンチ)をシリコン基板上に無数に形成すると、構造の周期が可視光の波長程度になり、可視光と相互作用を起こす。同様に 1 気圧下の大気中の分子の平均自由行程は 6×10^{-8} m 程度であり、更なるトレンチの微細化が実現できれば、分子流的振る舞いを利用したデバイスの開発に繋がる。ガスセンサー・ガスポンプ・圧力計・制御 LSI などを 1cm 角程度のシリコンチップ上に集積することで、大気の実験や極微量のガスの反応などのための「集積化ガスシステム」を実現できる可能性があった。

2. 研究の目的

サブミクロンスケールの構造の中では分子の振る舞いが大気中と異なり、マクロスケールのポンプやセンサーとは異なる原理を用いることができる。まず、極微細深堀り技術などを用いてシリコンウエハー上に幅 100 ~ 200nm、深さ数 μm の高アスペクト比の溝を多数形成することで、サブミクロンスケールの溝の中で気体分子の分子流的挙動を顕現させる素地を作製する。従来、このような微細構造は薄膜の犠牲層エッチングを用いて基板に平行に作製されていたが、シリコン深堀りエッチングで同様な構造を作製できれば堅牢で面積効率に優れたものが実現できると考えられる。次に、このような構造を用いて熱伝導圧力計や熱遷移ガスポンプをマイクロスケールで開発する。制御用の LSI などを作製し 1cm 角のシリコンチップ上に集積することで、分散型の環境モニタリングに適した超小型ガス分析システムのプラットフォーム開発を目指した。

3. 研究の方法

プラズマを用いたシリコンの深堀りエッチングによって極微細トレンチを形成するために条件の最適化を行った。さらに、プラズマエッチングのみでは実現困難な 150nm 以下の開口をもつ高アスペクト比トレンチの形成のために膜の付加によるトレンチの狭窄化が可能か検討した。実現した微細トレンチを用いて大気圧でも高い感度を有する熱伝導圧力センサーの開発を行った。同様のトレンチアレイを用いて熱遷移ポンプを開発するために、テスト構造を用いた真空封止・ウエハー接合技術の検討を行った。熱伝導圧力センサーの読み出し用のアンプ回路を設計し CMOS テクノロジーで試作した。

4. 研究成果

(1)高アスペクト比のトレンチをシリコン基板上に形成するには、Bosch プロセスと呼ばれるプラズマエッチングを用いるのが一般的な手法であるが、この手法のみで幅 100 nm 以下かつアスペクト比が高い(50 や 100)トレンチを形成するのは困難である。また、原理上トレンチの側壁に凹凸が生じる。そこで筆者は超臨界流体による製膜を利用して、Bosch プロセスで形成されたトレンチの表面に銅の薄膜を堆積させてトレンチを狭窄させる手法を提案し、幅 50 nm 深さ 5 ミクロンのトレンチを形成することに成功した。図 1 に様々な幅のトレンチに対して同条件で銅の製膜を行った後のトレンチの断面写真を示す。従来、トレンチを狭窄させてナノメートルスケールのギャップを得る方法としては熱酸化によってトレンチ側壁を太らせる方法や化学的気相成長法(CVD)があったが、それらに比べると超臨界流体製膜は熱酸化よりも低温でプロセスが可能・CVD よりも膜厚の均一性が高い・様々な材料で狭窄ができるという利点がある。なお、超臨界流体製膜には東京大学大学院工学系研究科マテリアル工学専攻霜垣研究室で開発された技術を用いた。

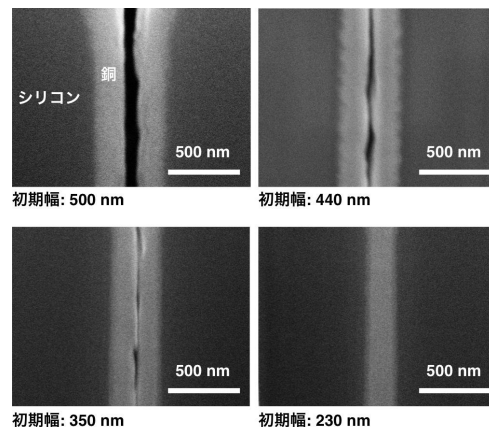


図 1. シリコン深堀りエッチング後に超臨界流体製膜で狭窄させる超微細高アスペクト比トレンチ形成手法。

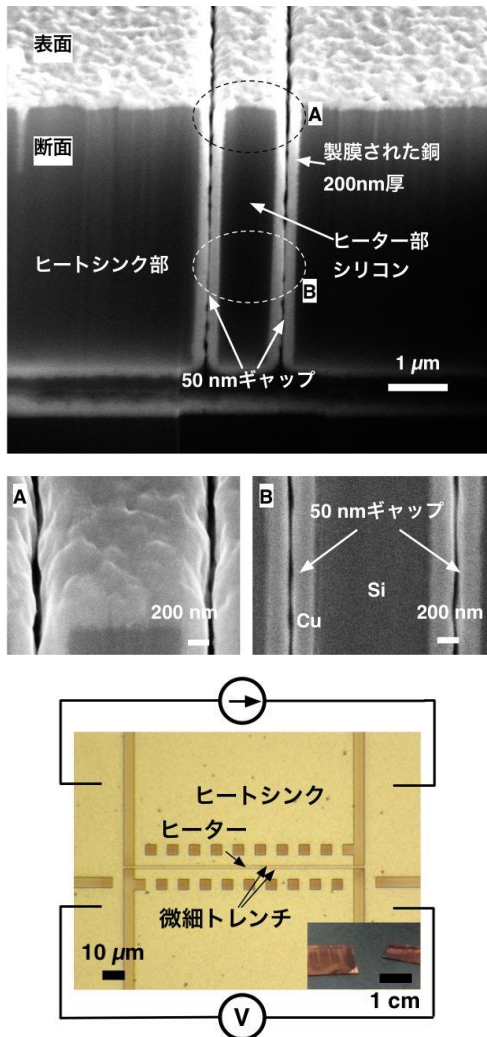


図 2. 超臨界流体製膜によるトレンチ狭窄手法で作製した熱伝導圧力センサーの断面と全体。

(2) 超臨界流体製膜を用いたトレンチ狭窄法を用いて熱伝導圧力センサーを開発した。本デバイスは極微細トレンチの中で、ヒーターで暖められた片側の側壁からもう片側へと気体分子が輸送する熱量が気体の圧力の関数となることを用いている。ヒーターの温度を抵抗値の変化として測定して圧力を知ることが出来る。この原理は Pirani 真空計と同じであるが、極微細スケールで作製することで設計の自由度が増し、大気圧を超える範囲まで動作範囲を移動させることができた。側壁の間隔は十分に小さくしなければならず、短ギャップの空間を作製する技術の革新が必要だった。従来 50nm のギャップを用いた熱伝導圧力センサーは薄膜の犠牲層エッチングで作製されたものしか無く、構造が脆弱で面積が大きいという弱点があったが、本デバイスは単結晶シリコンに銅をコーティングした堅牢な構造であり、ギャップは基板と垂直に形成することが可能となった。また、銅を製膜する工程を用いることで、抵抗率や

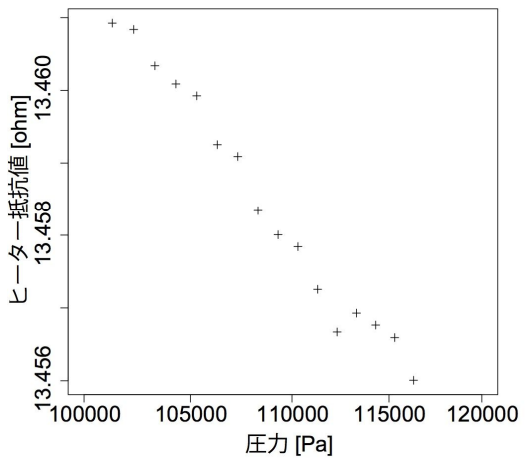
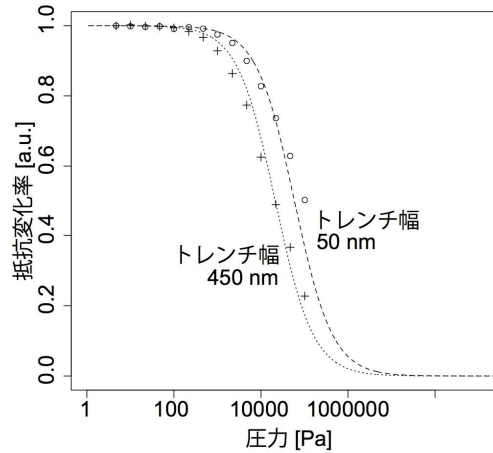


図 3. 熱伝導圧力センサーの特性。

抵抗率の温度係数の点でシリコンのみの場合より有利になった。図 2 に本デバイスのトレンチ部断面写真と全体の写真を示す。また、図 3 に本デバイスによる窒素の圧力測定グラフを示す。大気圧付近を動作範囲の中心として設計することが可能であり、中心での感度（圧力変化に対するヒーターの抵抗値変化）は 0.018%/kPa であった。

(3) 超臨界流体を用いた製膜は基板全体に行われてしまうため、素子の電氣的分離を実施する必要があった。しかし銅はドライエッチングによる除去が難しい材料であるため、新しい素子分離法としてステルスダイシングを用いて劈開線をウエハー中にあらかじめ埋め込んでおき、デバイス作製プロセス後に狙った位置で分離させる手法を提案した。

ウエハー上の劈開する予定の線上のある深さの位置に赤外レーザーの焦点を結ばせて走査し、局所的にシリコンに改質層を発生させる技術がステルスダイシングである。一般的には深さを変えて沢山の改質層を入れることでウエハーの分離を行うものである

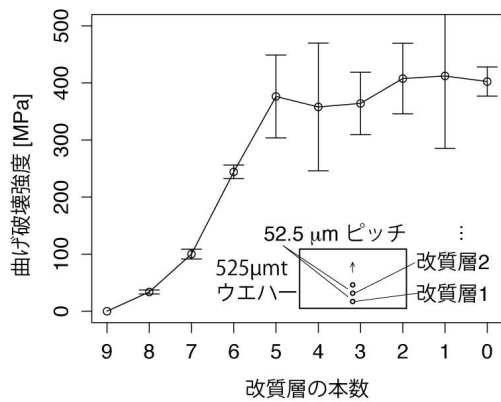


図 4. ステルスダイシングによる曲げ破壊強度の制御。

が、ある程度の強度を残すように条件を調整することで、プロセス前に改質層を入れてプロセス後に劈開で素子分離を行うことが可能であることが明らかとなった。浅い方向に向かって改質層の本数を増やし、裏から力を加えて曲げ破壊を行った実験の結果を図 4 に示す。

この手法は本研究以外の研究に波及しシリコン基板上に作製されたカンチレバープローブから不要な基板を折り取るプロセスとして発展した。MEMS プローブの脆弱なカンチレバ一部分の保護のために不要基板を使用直前まで意図的に残しておき、使用前に折り取ることで除去する方法である。このプロセスを用いて LED 測定用プローブが開発された。

(4) 極微細シリコントレンチアレイを用いた熱遷移ポンプは真空封止・ウエハー接合の問題の解決に至っておらず、実現にはまだ時間を要する。センサー読み出し用のプリアンプ回路は 0.6 μm CMOS テクノロジーを用いて SOI 基板(デバイス層 9 μm)の上に試作し、増幅動作を確認した。また、同一のウエハー上にポストプロセスで MEMS を作製し LSI-MEMS モノリシック集積を実現した。以上のように要素技術は多方面の発展が実現しデバイスの集積方法も開発されたが、気体のアクチュエーション機能を実装することが今後の課題である。

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計 11 件)

Kota Hosaka, Masanori Kubota, Yu-Tang Chen, and Yoshio Mita, "High precision measurement of on-wafer LED device by CMOS-MEMS probe card with electrical contact sensing function", 第 30 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム, 2014 年 11 月 5 日, 仙台国際センター(宮城)

施英漢, 久保田雅則, 三田吉郎, "MEMS

技術を用いた音波の熱的な検知に関する研究", 電気学会マイクロマシンセンサシステム研究会, 2013 年 8 月 8 日, 東京工科大学(東京)

Masanori Kubota, Kota Hosaka, Masakazu Sugiyama, and Yoshio Mita, "Evaluation of Silicon Fracture Strength Dependence on Stealth Dicing Layers for "Cleave-before-Use" MEMS Freestanding Cantilever Probes", The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 2013 年 6 月 16 日, バルセロナ(スペイン)

Kota Hosaka, Satoshi Morishita, Isao Mori, Masanori Kubota, and Yoshio Mita, "An Integrated CMOS-MEMS Probe having Two-Tips per Cantilever for Individual Contact Sensing and Kelvin Measurement with Two Cantilevers", 2013 IEEE International Conference on Microelectronic Test Structures, 2013 年 3 月 25 日, 大阪大学(大阪)

木原泰樹, 久保田雅則, 森下賢志, 百瀬健, 近藤愛子, 霜垣幸浩, 三田吉郎, "ステルスダイシングを利用した埋め込み式予約素子分離法", 電気学会マイクロマシンセンサシステム研究会, 2012 年 6 月 10 日, 京都大学(京都)

久保田雅則, 三田吉郎, 百瀬健, 近藤愛子, 霜垣幸浩, 中野義昭, 杉山正和, "高アスペクト比垂直ナノギャップを用いた高圧対応 MEMS ピラニーゲージ", 第 59 回応用物理学関係連合講演会, 2012 年 3 月 16 日, 早稲田大学(東京)

Masanori Kubota, Yoshio Mita, Takeshi Momose, Aiko Kondo, Yoshihiro Shimogaki, Yoshiaki Nakano, Masakazu Sugiyama, "A 50 nm-Wide 5 μm-Deep Copper Vertical Gap Formation Method by A Gap-Narrowing Post-Process with Supercritical Fluid Deposition for Pirani Gauge Operating over Atmospheric Pressure", The 25th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2012 年 2 月 2 日, パリ(フランス)

〔その他〕

久保田雅則, "Thermal Conductivity Pressure Sensors on the Basis of Ultra-Fine Silicon Structures" (超微細シリコン立体構造を用いた熱伝導圧力センサ), 東京大学博士学位論文, 2012.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

久保田 雅則 (KUBOTA, Masanori)

東京大学・大学院工学系研究科・助教

研究者番号: 80447424