MEMS プロセス技術の開発研究（第２報）

坂井　朋之*　宮口　孝司*　佐藤　健*

Development of MEMS Process Technology 2nd Report

SAKAI Tomoyuki*, MIYAGUCHI Takashi* and SATOU Takeshi*

抄　　録

昨年度に続き，MEMS プロセス技術の開発を進めている。基本プロセスである微細パターン描画技術やエッチング加工技術の確立に加え，新たに MEMS 製品の要素部品の設計・試作を行った。光通信部品については専用 CAD を用いて設計を行った。回折格子の試作では 90nm ピッチの溝パターンを形成した。スパッタリング装置により，アルミナ基板上に酸化スズを成膜し，ガスセンサを試作した。また，生体材料であるチタンの金属片表面に微細加工を施すプロセスも開発した。

1．緒　　言

「MEMS」は Micro Electro Mechanical Systems の頭文字を並べたもので，「微小電気機械システム」と訳される。MEMS では，数 mm 四方のシリコンチップ表面に，機械要素と制御用電子回路が，半導体製造技術などの微細加工技術によって作り込まれている。

この構造は，各種センサに有効である。圧力や加速度を検知する機械要素と，データを処理して信号を出す電子回路を一体的，かつ超小型に製造できるので，様々な製品への設置が容易である。

例えば，自動車は安全な走行を確保するために，油圧，水圧，ステアリング回転状態や車体の傾斜を検知し，制御する必要がある。このために各種の MEMS センサが利用され始めている。なかでも衝突時にエアバッグを膨らませるための衝突センサ（加速度センサ）は非常に有名である。今後も新機能を持ったアプリケーションの開発が期待されている。

また，携帯電話ではフルブラウザ用のポインティングデバイスを始め，様々な機能を付与するための位置・高度・加速度センサの利用が始まっている。

MEMS の市場規模はすでに 8 千億円を超え，2010 年には数兆円になると予測されているが，高額な初期投資が必要なことと，プロセス装置・技術が特殊であるという理由から，新潟県内で MEMS の製造を行う企業は少なく，生産量も限られたものになっている。また，県内大学における研究活動もあまり活発とは言えない状況にある。

そこで，本研究は MEMS のプロセス技術を開発し，県内企業へ移転，普及することを目的としている [1),2)]。平成 17 年 4 月には，（財）にいがた産業創造機構が，ナノテク研究センターを設立し，MEMS 装置を導入した。当所では，これら装置の立ち上げを行うと同時に，本研究を進めてきた。

図 1 に当センターの機器を利用して，最初に試作した「マイクロ流路」を紹介する。これはバイオチップや DNA チップの要素部品となるものである。

シリコンを 10μm 深さでドライエッチングし

* 研究開発センター
レーザー・ナノテク研究室

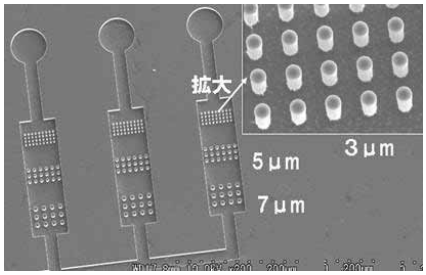


図 1　マイクロ流路

ており，幅 20μmの流路と 70μmのカラムで構成され，カラムにはそれぞれ直径 3，5，7μm 径のマイクロフィルタを形成している。

2．新規 MEMS 製品の設計・試作

2.1　光導波路

次世代光ファイバー通信技術の基盤技術と考えられている光集積回路を構成するシリコン導波路の試作を行った。図 2 に光集積回路の一例を示す。この素子は，制御光 1 および 2 によって，信号光を高速スイッチングすることができる。回路中にある SOA（半導体光アンプ）は，制御光によってキャリア量が変化し，屈折率が増減することにより，方向性結合器から出る光を，任意の方向へ導くことができる。

2.1.1　実験方法

この素子は，方向性結合を構成する必要がある。光導波路は，SiO_2 の上に Si 膜が形成された SOI（Silicon On Insulator）で作製する必要がある。光は，シリコン導波路中を伝播するが，シリコンは，光の閉じ込めが強く，マルチモード化しやすい。マルチモードでは，光が急激に減衰するため，減衰の小さい導波路を設計する必要がある。そこで，光伝播シミュレーターを用いて，適切なシリコン導波路の設計を行った。

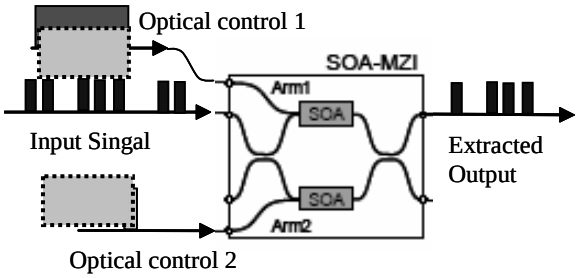


図 2　全光スイッチの構成例

東京工業大学　小林功郎氏

モデルは，SiO_2 に相当する屈折率 1.44 の層の上に，屈折率 3.48 のシリコン導波路が形成されていると仮定し，導波路の幅と高さを 0.3, 0.4，0.5μmと変化させたときの TE 偏光の各モードにおける実効屈折率を計算した。実効屈折率の虚数成分は，減衰の大きさを表す。

また，SOI 上に形成する導波路の作製条件を検討するため，単結晶シリコンウェハ上に，シングルモード導波路のレジストパターンを作製した。使用したレジストは ZEP520A で，膜厚は 500nm である。電子線描画には，日立ハイテクノロジーズ製 SEM(S-4300SE)と東京テクノロジーズ製描画制御装置(Beam Draw)で構成された装置を使用した。なお，描画フィールドの大きさは 200μm×200μm である。

2.1.2　実験結果および考察

シリコン導波路の幅（高さ）と実効屈折率の計算関係は表 1 のようになった。実効屈折率の Re は実数部，Im は虚数部を表す。幅（高さ）が 0.3μm のとき，実効屈折率の実数部は，1.8 であり，光が，主にシリコン導波路の外を伝播することが分かる。また，比較的大きな減衰が生じることから導波路には適さない。

幅が 0.4μm では，減衰が生じることなく伝播するモードがあり，より高次のモードでは減衰が生じることから，適切な形状であることが分かる。幅が 0.5μm では，減衰の無いモード

表 1　導波路の幅(高さ)と実効屈折率の関係

幅(高さ) (μm)	実効屈折率		
	Mode0	Mode1	Mode2
0.3	Re 1.80 Im1.21e-8	Re 1.28 Im1.35e-6	—
0.4	Re 2.57 Im 0	Re 1.69 Im1.74e-10	—
0.5	Re 2.90 Im 0	Re 2.26 Im 0	Re 1.90 Im 0

が少なくとも 3 つ存在し，各モード間で光の分散が生じるため，信号波形が崩れることから適当ではない。

これらの結果から，シリコン導波路の幅は 0.4μm が適切である。図 3 は，幅（高さ）が 0.4μm のシリコン導波路の基底モードのプロファイルである。ビームエネルギのほとんどが，シリコン導波路を通り，大きさはφ0.4μm 程度である。光ファイバーの径は 6～10μm なので，光ファイバーとの接続には工夫が必要である。

図 4 にシリコン上に形成した全光スイッチのレジストパターンを示す。パターンは，幅 0.1μm であり，適切な導波路の幅より細いが，全面に渡って均一なパターンが形成できており，SOI 上に同様のパターンを形成し，SF_6 によるドライエッチングを行うことで，シリコン導波路パターンを形成することができる。

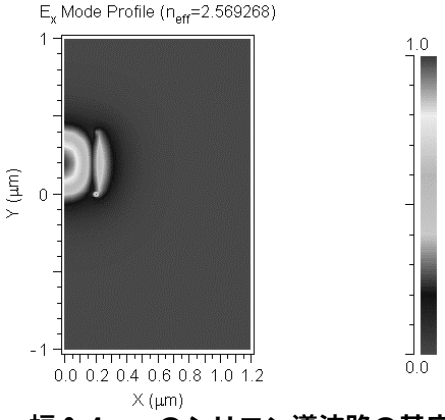


図 3　幅 0.4μmのシリコン導波路の基底モードのプロファイル

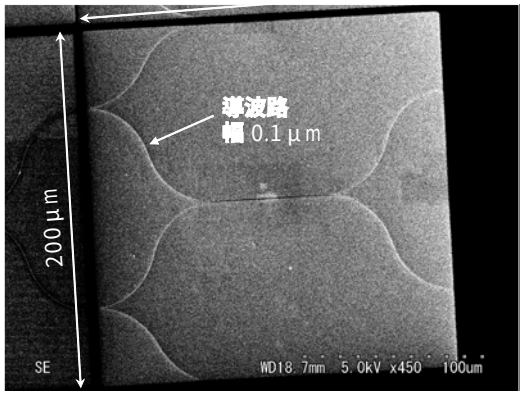


図 4　シリコン上に形成した全光スイッチのレジストパターン

2.2　偏光素子回折格子

液晶パネルなど，ディスプレーの品質管理上，画像の輝度ムラ，色分布の計測が必要である。

この計測には，CCD に偏光フィルムを貼り付けた素子を用いるが，検査装置の高度化のためには，偏光フィルムに形成する回折格子ピッチの微細化が必要となる。偏光フィルムは，溝を形成したシリコン基板の型に UV 硬化樹脂などをインプリントして作製する。

本実験では，シリコンの型作製に必要なレジストマスクを，電子線描画装置を使用して試作した。なお，溝ピッチは 60nm を目標とした。

2.2.1　実　　験

レジストは日本ゼオン製 ZEP520A-7 を専用溶剤 ZEP-A で 2.4 倍に希釈したものを用い，シリコン基板上に塗布した。プリベーク後の厚さは約 100nm であった。次に電子線描画装置を用いて露光した後，専用現像液 ZEP-N50 を用いて 50s 間現像し，溝パターンを形成した。

レジストの塗布とパターニング条件を表 2 に示す。

2.2.2　実験結果及び考察

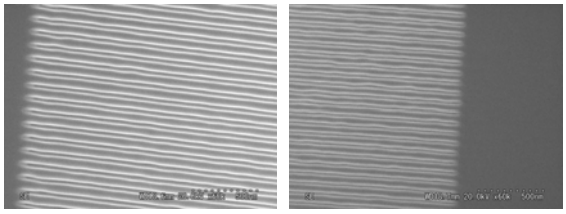
図 5（a）～（c）にそれぞれ 120，90，60nm ピッチで溝パターンを描画し，現像した後の形状を SEM で観察した結果を示す。描画の際の照射量は 136μC/cm^2 とした。

図より 120，90nm ピッチの溝は解像しているが，60nm ピッチでは解像できずにレジストの大部分が消失する結果となった。

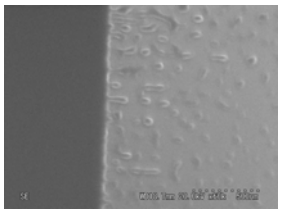
これは，60nm ピッチという微細なパターンに対して，設定した照射量が過剰であったと考えられる。次に 60nm ピッチのパターンについ

表 2 レジストの塗布とパターニング条件

スピン塗布	3000RPM-2min
プリベーク	180℃-3min
加速電圧	20kV
電流値	97pA
ワークディスタンス	10.8mm
描画ライン幅	10nm
照射量	136,116,78 μC/cm2

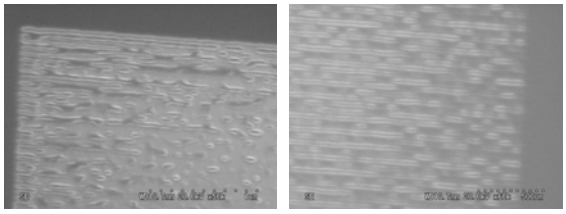


(a)120nm　　(b)90nm



(c) 60nm

図 5　溝ピッチが異なる場合の解像状態



(a) 116μC/cm²　　(b) 78μC/cm²

図 6　照射量が異なる場合の解像状態

て照射量を 116，78μC/cm^2 に減少させてパターニングした。

結果を図 6（a），(b）に示す。

図より，照射量を減少させることにより溝の形状が，より明確に形成される傾向にあるが，十分に解像されなかった。

この結果より，60nm ピッチのパターンを解像するためには，照射量の調整では不十分で，レジスト厚さなど，他のパラメータも考慮して，最適化する必要があると考えられる。

次年度は，パターニングの最適化を引き続き行うと共に，樹脂への形状転写を行う予定である。

2.3　ガスセンサ

一酸化炭素やメタンなど，可燃性ガスの検出方式の一つに，酸化物半導体セラミックスを利用したものがある。これは，半導体表面でガス

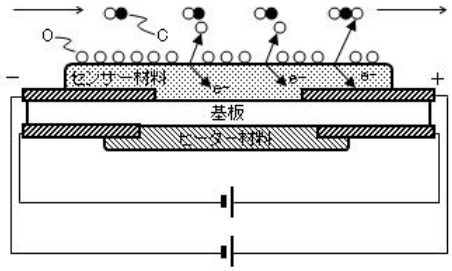


図 7 ガスセンサの原理図 [3)]

が吸着反応することにより生じる電気抵抗変化を利用している。

図 7 の原理図に示すように，センサ材料を高温に保持した状態では，表面に酸素が吸着されており，可燃性ガスが流入してくると，この吸着酸素が除去されて電気抵抗が変化する。この変化率は，ガスの濃度に依存する。

市販されているセンサの多くは，酸化スズ等の半導体粒子をペースト化し，電極間に塗布，焼結するというプロセスで作製されている。一般的にセンサの特性は，酸化物半導体の粒子径に依存する。

本実験では，上記プロセスと比較して，膜厚や形状の制御が，より容易と考えられる薄膜プロセス（スパッタリングやエッチングなどを利用したプロセス）を利用して，可燃性ガスセンサを試作することを目的とした。

2.3.1　実　　験

厚さ 1mm のアルミナ基板に芝浦メカトロニクス製スパッタリング装置 CFS-4EP-LL を用いて，表 3 のスパッタリング成膜条件で電極と抵抗体を作成した。

なお，電極間隔と抵抗体幅はそれぞれ 2mm とした。試作したセンサの外観を図 8 に示す。

次に，管状炉（いすず製作所製 EPKRO-

表 3　スパッタリング成膜条件

	電極	抵抗体1	抵抗体2
材質	Pt	SnO2	SnO2
Ar流量(sccm)	25	25	25
出力(W)	250	100	100
時間(min)	10	7.5	15
膜厚(nm)	300	100	200

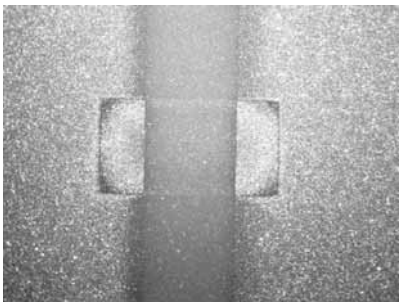


図 8　試作したセンサの外観

14K）を用い，空気中で 500℃-2hour の加熱をしてセンサを作製した。

試作したセンサの背面にセラミックヒータを取付け，表面温度が 350℃になるように加熱し，所定濃度の一酸化炭素雰囲気で抵抗値を測定した。抵抗値は，6ms のパルス電圧 2.5V を 1s 周期で印加することにより測定した。

また，これと同様に，酸化スズをセンサ材料として使用している市販品（フィガロ製 TGS-2442）をリファレンスとした。なお，このセンサの加熱及び抵抗値測定は，メーカーの推奨条件に従った。

2.3.2　実験結果及び考察

図 9 に一酸化炭素濃度とセンサ抵抗の関係を示す。

リファレンスに使用したセンサは，濃度の上昇と共に大きく抵抗値が減少しているが，試作したセンサは，濃度変化に対して抵抗値がほとんど変化しなかった。

原因はまだ明らかにできていないが，今後さらに検討を進める。

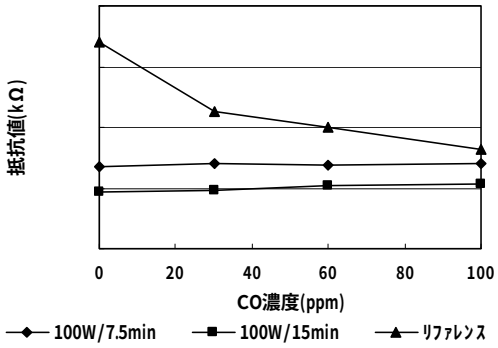


図 9　一酸化炭素濃度とセンサ抵抗の関係

2.4　チタンエッチング

チタンは，比重が鉄の 60%，濃硝酸にも侵されず，耐腐食性に優れ，比強度は鋼を上回り，アルミニウムの 3 倍に達する。優れた特性を有するチタンは，構造体として，宇宙航空，生体材料など，さまざまな分野で応用されている。

反面，微細加工を行う際には，レジストのエッチング耐性が問題になる。本節では，純チタン 10mm×10mm×厚さ 2mm の表面に微細エッチングを行う条件について検討した。

2.4.1　実験方法

純チタンは，ふっ化水素酸（ふっ酸）10wt%と濃硝酸 90wt%の溶液を用いると，比較的良好なエッチング面が得られる [4]。本実験では，比較のため，ふっ酸 1.5wt%水溶液を用いた条件でのエッチング実験を併せて行った。エッチングのパターンは，5μm のラインアンドスペース（L/S）である。

始めに，クロムのフォトマスクを作製した。厚さ 1mm の石英ガラスにクロムをスパッタリング装置で厚さ 200nm に成膜し，EB レジスト ZEP7000-22 を約 500nm の厚さでスピンコートした後，ホットプレート上で 180℃-5min のベークを行った。このガラス基板に，電子線描画装置を用いて，上記微細パターンを露光し，現像，リンス，エアブロー後，180℃-5min のポストベークを行い，レジストの強度を高めた。クロムのエッチングには HY 液（和光純薬工業㈱）を用いた。

純チタンには，CMP（Chemical Mechanical Polishing）にて鏡面研磨を行ったものを用いた。用意した純チタンに紫外線フォトレジスト OFPR800 を 1900rpm-20s でスピンコートし，ホットプレートで 110℃-5min のベークを行った。

作製したフォトマスクをマスクアライナに取り付け，用意した純チタン試料に露光，現像後，ホットプレートで 110℃-15min ベークを行った。さらにふっ酸およびふっ酸，硝酸の混合溶液でエッチングした後，目視および SEM にてエッ

チング面を観察した。

2.4.2　実験結果および考察

図 10 にふっ酸 1.5wt%によるエッチング面の SEM 像を示す。この条件では，チタンの結晶粒界によるエッチングの異方性が大きく，エッチング面に大きな凹凸が現れた。また，粒界に沿ってエッチングが進行したため，レジストで保護された部分にも，侵食されている箇所が見られた。表面を目視で観察すると粒界の異方性に起因した凹凸による光の散乱で曇りが生じていた。

ふっ酸 10wt%と濃硝酸 90wt%溶液でエッチングを行うと，レジストがエッチング直後に剥離した。硝酸の酸化作用が強すぎるため，レジストが耐えられなかったと考えられる。しかし，エッチング面は，若干の曇りは認められるものの，ほぼ鏡面を保っていた。そこで，この溶液を純水で質量の 2 倍に希釈することにより，硝酸の酸化作用を低下させ，レジストの剥離を減少させることを試みた。

図 11 にふっ酸 10wt%と濃硝酸 90wt%を質量で 2 倍に純水希釈した液のエッチング面の SEM 像を示す。結晶粒界に伴う若干の凹凸は認められるものの，レジストで保護された部分の侵食は無く，エッチング面の曇りもほとんど無い。

実験の結果、L/S が 5μm のパターンを 10mm×10mm のほぼ全面に形成することができた。

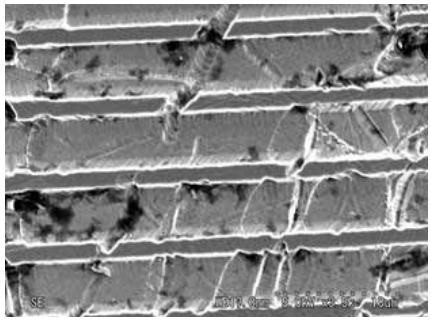


図 10　ふっ酸によるエッチング面の SEM 像

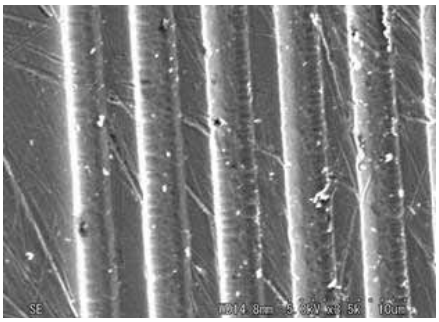


図 11　ふっ酸 10wt%と濃硝酸 90wt%を質量で 2 倍に純水希釈した液のエッチング面

3．結　　言

(1) 次世代光ファイバー通信の基盤技術と目されている光集積回路の一種である全光スイッチを実現するための SOI によるシリコン光導波路の最適な形状について，光波の有限要素法を用いた光伝播シミュレーションを用いて検討し，理論上損失が無く，他モードによる分散の影響が少ない形状を決定した。また，光集積回路のレジストパターンを電子線描画装置によって作製し，最適な形状より，さらに細いパターンを描画することが可能であることを示した。

(2) 偏光素子用回折格子を作製するための微細溝形状のマスク形成を検討し，電子線描画装置により，溝ピッチ 90nm のレジストマスクを試作した。

(3) 可燃性ガスのセンサーをスパッタリング装置を利用した薄膜プロセスにより試作したが，ガスに対する感度が得られず，今後の検討課題となった。

(4) フォトリソグラフィープロセスにより，純チタンの微細形状パターンを創製する条件を検討し，5μm の L/S 形状を 10mm×10mm 角の面に形成することができた。

4．謝　　辞

本研究の試作実験を行うにあたって，東京工業大学小林教授には，光導波路の設計についての御指導を頂きました。ここに，感謝の意を表します。

参考文献

1) 坂井，宮口，佐藤，“ MEMS プロセス技術の調査研究 ”，工業技術研究報告書，33，2004，p.97-103.
2) 渡邊，坂井，長谷川，佐藤，“ MEMS プロセス技術の開発研究（第 1 報） ”，工業技術研究報告書，34，2005，p.17-22.
3) フィガロ技研株式会社ホームページ http://www.figaro.co.jp/tec2.html
4) 都市エリア産学官連携促進事業（新潟エリア）「安全、高機能、低価格を実現するナノメディスン産業の創出と発展」報告書