# ドライプロセスを利用した硬脆材料の欠陥検出法

窪田 真一郎・横溝 精一・河合 成樹 \* Shinichirou KUBOTA, Seiichi YOKOMIZO and Seiki KAWAI

キーワード ドライプロセス/反応性イオンエッチング/マイクロクラック/検出 KEYWORDS Dry process /RIE /Micro crack /Detecting

## 1 緒 言

近年、「産業の米」と言われている単結晶シリコ ンや水晶、セラミックス等に代表される硬脆材料 に対して従来技術すなわち機械加工技術を利用し た高品質な加工の確立が強く求められている。し かし材料の「硬く脆い」という特徴から、加工部 においては微細な欠け(マイクロクラック)が生 じやすく、これは欠陥として製品の品質に悪影響 をおよぼす。そのためマイクロクラックの評価は 加工品質の向上や品質管理を行う上で非常に重要 である。

硬脆材料におけるマイクロクラックの検出は、 エッチング液によってクラック部を腐食させる ウェットプロセスで可能となる。しかしながら ウェットプロセスに使用するエッチング液は重金 属を含むものが多く、廃液の処理が不可欠である。 またエッチングが等方性であることからクラック 部以外においても同時に腐食される可能性がある。 そこで、ウェットプロセスよりもエッチング条件 の制御が容易であり、評価対象物へのダメージを 少なくできる可能性がある反応性イオンエッチン グ(RIE) を利用したマイクロクラックの検出を試 みた<sup>(1)</sup>。

### 2 実験方法

RIE は、装置に導入した反応性ガスに高周波電 力を印加してプラズマ状態とし、そこで生じた + イオンを加速して材料に対して垂直に衝突させて、 その部分での化学反応を促進させながらエッチン グを行うものである<sup>(2)</sup>。ガスの圧力を数 Pa(数十 m Torr)以下にすると、イオンの運動方向が揃う ため、基板に垂直な方向に加工することが可能で ある。これを異方性エッチングと呼び、半導体の

\* 株式会社化繊ノズル製作所

微細加工には不可欠な方法である。

図1は、装置の概観を示したものである。RIE 装置は、SAMCO製 RIE-10NRを使用した。本装 置では、反応性ガスに13.56MHzの高周波を印可 してプラズマを発生させている。本実験では、厚 さ6mmの単結晶シリコンに対してφ0.45mmの 貫通穴加工が行われたものを観察用試料とし、穴 の近傍に発生しているクラックの検出を試みた。

図2に観察試料の作製工程を示す。まず穴加工 を行った試料に対して断面が観察できるように、 砥石を用いて切断した。次に切断面が鏡面になる までダイヤモンド砥粒ならびにコロイダルシリカ による研磨を行った。研磨剤としては粒径が6、 3、1µmのダイヤモンド砥粒を使用した。また1µ m砥粒による研磨後、必要に応じてコロイダルシ リカによる研磨も行った。研磨作業が完了した後、 観察面に対して、RIE 装置によるエッチングを行っ た。エッチングした試料等の観察は適宜光学顕微 鏡、電子顕微鏡により行った。

#### 3 実験結果

最初に以下のような観察面を作製し RIE による エッチングの効果を検討した。切断砥石による分 割後、粒径 6 $\mu$ m のダイヤモンド砥粒による研磨は 行わず、3 $\mu$ m  $\rightarrow$  1 $\mu$ m  $\rightarrow$  コロイダルシリカによる 研磨によって加工変質層を残した状態で鏡面を作 製した。

図3は、加工変質層を残した状態の鏡面に対し てRIEによるエッチングを行った面の光学顕微鏡 写真である。図3(a)において、図中右側の黒色 部はドリル穴であり、白色部は研磨面である。本 実験では、反応性ガス CF4、流量 20sccm、RF 出 力 200W、真空度 13.3Pa の条件で 30 分間行った。 図 3(a)は RIE エッチング前の面である。図から明 らかなように、顕著な条痕等は観察されていない。



図1 RIE 装置の概観

一方、図 3(b) は、RIE によるエッチング後の同じ 箇所を観察したものである。エッチング前の状態 と比較して、穴部近傍のみならずそれ以外の場所 においても多数のクラックや欠陥が観察される。 さらに図 3(c) では、エッチング前において鏡面状 熊に研磨した面においても広範囲にわたって多数 の欠陥が観察された。これらの欠陥は切断加工時 の加工変質層が研磨によって見かけ上消失するが、 RIEによるエッチングによって、変質層が再び検 出されることを示していると考えられる。このよ うに、加工変質層が存在する研磨面に対して RIE によるエッチングを行った場合、欠陥部が顕在化 されることが明らかとなった。またこれらのこと から本実験では、切断砥石による加工変質層の影 響を除くために、粒径 6μm のダイヤモンド砥粒に よって 40um 以上除去することとした。

図4は RIE 装置によるエッチング後の穴近傍に おける光学顕微鏡写真である。エッチング時間は 10 分間とした。ここでは、切断砥石による加工変 質層は完全に除去した状態で鏡面を作製している。 図から明らかなように、穴近傍にクラックと思わ



図2 観察試料の作製行程

れる欠陥が検出された。また穴近傍以外の面にお いては図3(c)のような欠陥は観察されない。検 出されたクラックはドリルの進行方向に対して斜 め前に向かって進展している。また図から明らか なように穴加工の初期、すなわち穴の入り口では クラックの発生はほとんど見られず出口に近づく につれて発生が顕著となっている。

このように観察面を鏡面まで仕上げ、RIE によるエッチングを行うことによって、クラックの検 出を行うことが可能であることがわかった。

次に穴の軸方向に対して水平方向での断面観察 を行い、穴周辺の欠陥検出を行った。ここでは、 クラックの発生が顕著であった出口付近について 試料を作製し観察を行った。

図5はエッチング前と後における加工穴周囲の 光学顕微鏡写真である。図から明らかなように、 エッチング前の研磨面において穴周囲にクラック 等の欠陥は観察されない。そのような面に対して、 反応性ガス CF4、流量 20sccm、RF 出力 200W、 真空度 13.3Pa の条件で 20 分間エッチングを行っ た。その結果、穴周囲にクラック等の欠陥が検出



図3 加工変質層を含んだ研磨面に対する RIE 処理

- 72 -



図4 RIE によって検出した加工穴近傍のクラック

された。このように縦断面や水平断面においても 欠陥観察は可能であり、両方向で見られた特徴も 一致している。

そこで、エッチング前後のクラックの形状変化 を観察した。被加工物である単結晶シリコン表面 にビッカース硬度計を用いて荷重 1.96N(0.2kgf) の条件で圧痕を作製した。硬脆材料の場合、圧痕 の周囲にはクラックが発生する。このクラックに 対して RIE によるエッチングを行い、クラックの 形状の変化を観察した。

図6はRIE処理前後のクラック形状のSEM写 真である。図から明らかなように、処理前の圧痕 先端部は非常に細く、その溝幅は約10nmである。 このクラックに対してRIE処理を行った。一方、 本実験におけるエッチング条件によるクラックの 形状は、溝幅では約2.5µmであり、初期クラック と比較してエッジのだれも顕著である。RIEを行 うことによって、試料表面に内在するクラック等 の欠陥を検出できるが、処理条件によってはクラッ クの形状が大きく影響を受けると考えられる。高 品質な検出には処理条件の検討が必要であると考 えられる。



図5 RIEによって検出した加工穴周囲のクラック



Gas:CF4, RF Power:200W, Flow rate:20sccm Pressure:13.3Pa, Etching time:20min. 図 6 RIE 前後における圧痕先端のクラック形状の変化

#### 4 結 言

本研究では、RIE 装置を用いたドライエッチン グによる単結晶シリコンの欠陥検出法について実 験的検討を行った。その結果、欠陥が存在する観 察面をダイヤモンド砥粒等によって鏡面程度まで 研磨した後、所定の条件で RIE によるエッチング を行うことによって、機械加工等で発生した材料 内部の欠陥を検出することが可能であることが明 らかとなった。今後、ウェットエッチングとの比 較を行い、分解能の高いエッチング条件の探索に ついて検討を行う予定である。

#### 参考文献

 1) 横溝ほか:反応性イオンエッチングを利用したマイ クロクラックの検出法、2003 年度精密工学会岡山地方 学術講演会講演論文集、(2003)、5

2) 徳山巍:半導体ドライエッチング技術、産業図書、 (1992)、81