

シリコン単結晶の室温における静的曲げ及び疲労

Bending and fatigue of silicon single crystal at room temperature

高木 誠[†], 松室 昭仁[†], 岩田 博之^{††}, 坂 公恭^{†††}

Makoto TAKAGI, Akihito MATSUMURO, Hiroyuki IWATA, Hiroyasu SAKA

Abstract The static four-point and three-point bending tests and the fatigue test of the silicon single crystal wafer specimens were carried out at room temperature. After the tests, the specimens were investigated by the cross-sectional TEM observations in order to clarify the microstructural change. The cross sectional TEM observations indicated that the residual strain was caused in all of the specimens, and the dislocations were also observed after the fatigue tests.

1. 緒言

環境・エネルギー問題や高齢化社会の到来といった時代背景のなか、従来にない高機能や省エネルギーを実現する、マイクロシステム(MEMS)の開発が進められている。現在、その技術は種々の小型で高機能なセンサーやアクチュエータ等に応用されてきているが、より広範な分野に応用するうえで、それらを構成する構造材料の性能が一つの鍵になる。

MEMS用構造材料としては、微細加工技術が普及しているシリコン単結晶が主に使用される。ところがシリコン単結晶は電子材料として従来使用されてきたため、構造材料として使用するうえで重要な、室温付近の機械的性質やその発現機構には未解明な点が多い。さらにそれらに及ぼす様々な使用環境の影響も明らかになっていない。具体的には、シリコン単結晶が金属的な延性挙動を示す700°Cを超える高温の変形特性や、その発現機構は既に解明されている。しかし、実用上重要な室温付近の機械的性質、なかでも構造材料として応用する際に耐久面で重要な疲労をはじめとして、その特性や微視的な発現機構は解明されていない。

こうした背景から、シリコン単結晶について、室温付近の機械的性質とその発現機構、及びそれに及ぼす様々な使用環境の影響を解明することは、MEMSを含め構造材料としてシリコン単結晶を使用し、時代のニーズに応える高度で広範な応用を実現していくうえで極めて重要である²⁾⁴⁾。

そのため、シリコン単結晶の未解明な機械的性質のなかでも、特に構造材料として重要な、室温における変形破壊挙動、および耐久性に関わる疲労について研究した。具体的には、シリコン単結晶ウエハを試料として、室温大気中で4点曲げ疲労試験を実施して疲労特性を測定するとともに、試験前後の内部構造変化をX線トポグラフィーで巨視的に調べ、さらにミクロな微構造変化を透過型電子顕微鏡(TEM)により観察した。

[†] 愛知工業大学 工学部 機械学科 (豊田市)

^{††} 愛知工業大学 工学部 電気学科 (豊田市)

^{†††} 愛知工業大学 総合技術研究所 (豊田市)

2. 実験方法

(1) 静的曲げ試験

Si(111)単結晶ウエハ(片面研磨、厚さ約0.63 mm)を、長手方向が(110)になるように幅10 mm×長さ30 mmに無歪み切断機(ISOMET LAW SPEED SAW)を用いて切断し、試験片を作製した。作製した試験片を、インストロン型材料試験機を用いて、図1(a)および(b)に示す4点曲げおよび3点曲げの静荷重試験を、Si単結晶の研磨面を引張側及び圧縮側にしたそれぞれの場合について、クロスヘッド速度を0.05, 0.5, 1 mm/minに変化させて行い比較した。

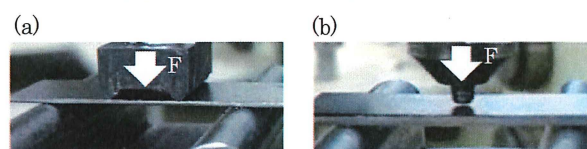


図1 静的曲げ試験における荷重作用部の写真
(a) 4点曲げ試験 (b) 3点曲げ試験

次に、上記曲げ試験で破壊した試験片の破面付近をマイクロスコプで観察した。さらに、破壊直前および破壊後のSi単結晶の微構造変化を調べるために、TEM(JEM-2010、日本電子株式会社製)を用いて観察した。尚、TEM観察用の試料は、研磨面を圧縮側にして3点曲げを行ったSi単結晶試験片の、荷重を加えた表面及び破面から、集束イオンビーム装置(FIB: SII社製、SMI2050)により薄片試料を作製した。

(2) 疲労試験

Si単結晶の疲労特性を調べるために疲労試験機を新たに製作して、片振り4点曲げ疲労試験を静的曲げ試験時と同一形状の治具を用いて行った。Si単結晶試験片は静的曲げ試験時と同一形状で、研磨面を引張側にして、周波数3 Hzで荷重振幅を変化させて行った。

疲労試験に伴うSi単結晶の構造変化を調べるために、マクロな構造変化をX線トポグラフィーにより、ミクロな構造変化をTEMにより調べた。

3. 実験結果及び考察

(1) 静的曲げ試験とそれに伴う構造変化

静荷重による4点曲げ試験及び3点曲げ試験で得られた破壊荷重-クロスヘッド速度の関係を図2に示す。

静荷重による4点曲げ試験では、研磨面を引張側にした場合の方が、研磨面を圧縮側にした場合より破壊荷重が高いことがわかる。引張側が平滑な研磨面の場合には、応力集中が小さくなり、破壊荷重が高い結果が得られたと考えられる。

一方、静荷重による3点曲げ試験では、研磨面を圧縮側にした場合でも引張側にした場合でも破壊荷重にあまり大きな変化は見られなかった。今回の3点曲げ試験では試料に一点で荷重を作用しているため、そこが破壊の起因になり、研磨面が圧縮側でも引張側でも破壊荷重に大きな差は生じなかったものと考えられる。

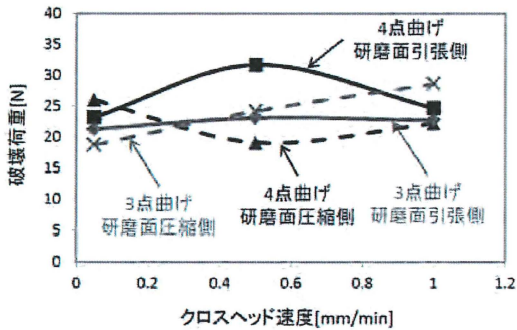


図2 破壊荷重-クロスヘッド速度の関係

静荷重による3点曲げ試験において、破壊荷重直下の20 N及びその約半分の10 Nを荷重した試料のTEM像を、図3(a)及び(b)にそれぞれ示す。荷重10 Nまで荷重した場合は、残留ひずみが局所的に発生するがその量は少なく、破壊荷重直下の20 Nまで荷重した場合には、残留ひずみが大きくより広範囲に発生している。

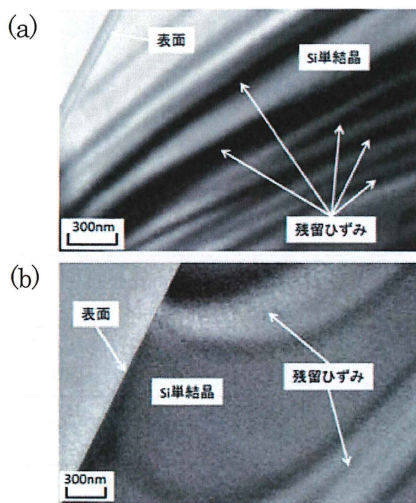


図3 静的3点曲げ試験後のSi単結晶のTEM像
(a) 荷重20N、(b) 荷重10N

研磨面を圧縮側にして、クロスヘッド速度0.05 mm/minの静荷重による3点曲げ試験により破壊した、Si単結晶試験片の外観写真を図4に示す。試験片は、その中心の荷重作用部付近で破壊した。

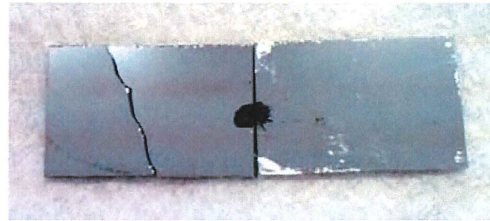
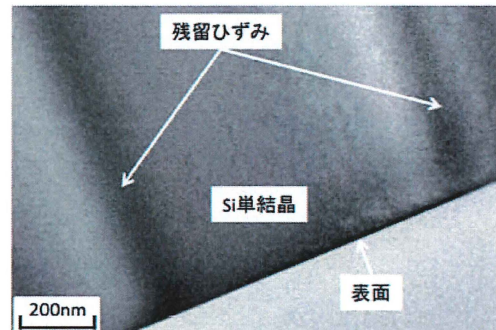


図4 3点曲げ試験により破壊したSi単結晶試験片の外観

静荷重による破壊後のSi単結晶の微構造変化を調べるために、破壊した試料の研磨面側の荷重作用治具との接触部(荷重作用部)をTEM観察した。静荷重による3点曲げ試験において、クロスヘッド速度0.05 mm/minで破壊した試料のTEM像を図5に示す。

残留ひずみが発生しているが転位は発生していないことがわかる。残留ひずみは表面付近よりも内部に多く発生しているが、これは試料が破壊したことにより、表面付近の残留ひずみが解放され、緩和したためと考えられる。

(a)



(b)

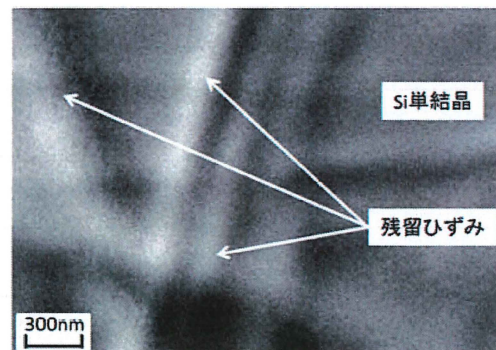


図5 クロスヘッド速度0.05 mm/minの3点曲げ試験で破壊した試験片の荷重作用部のTEM像

(a) 表面付近 (b) 内部

静荷重による3点曲げ試験によって破壊したSi単結晶の破面をマイクロSCOPEで観察した。図6に破面のマイクロSCOPE像を示す。破面には段差が発生している(111)面で破壊している。

次に、図6中の丸で囲った部分をTEM観察した。図7に破面のTEM像を示す。残留ひずみが発生しており、転位は発生していない。残留ひずみは、破面の表面付近よりも内部に多く発生している。これは、試料が破壊したことにより、破面の表面付近の残留ひずみが解放され、緩和したためと考えられる。

以上より、破壊したSi単結晶では、荷重作用部表面と同様の微構造変化が、破面においても起こっているといえる。

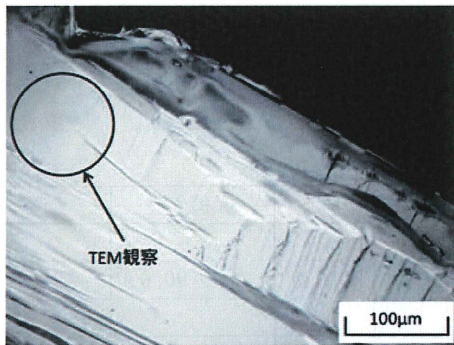


図6 3点曲げ試験後の破面のマイクロSCOPE像

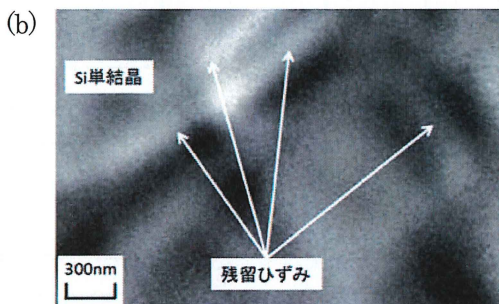
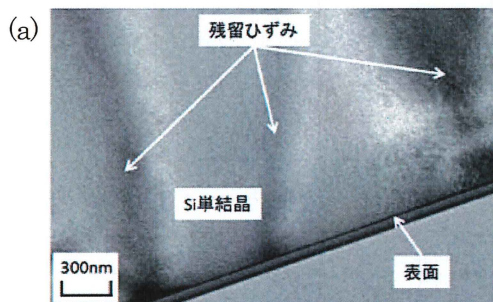


図7 3点曲げ試験で破壊した試験片の破面のTEM像
(a)表面付近 (b)内部

結晶方位の異なるSi(100)単結晶を用いて同様の4点曲げ試験を行った。Si(111)単結晶は荷重約20N~24Nで破壊したのに対して、Si(100)単結晶は荷重18N~25N程度で破壊した。したがって、破壊荷重には結晶方位による顕著な差は見られなかった。

(2) 疲労試験とそれに伴う構造変化

疲労試験は、静荷重試験と同様のSi(111)単結晶を用い、静荷重試験において破壊荷重が高く比較的ばらつきが小さかった、研磨面を引張側とした片振り4点曲げで行った。Si(111)単結晶の4点曲げ疲労試験の結果を図8に示す。疲労特性には荷重振幅と繰返し回数をとっており、○印は未破壊を示し、×印は、Si(111)単結晶が静荷重試験で破壊した荷重を示している。この静荷重試験の結果には若干ばらつきはあるものの、それをもとに疲労試験を行った。静荷重試験では荷重23N~30Nで破壊しているのに対し、4点曲げ疲労試験を行うと、荷重振幅25Nまでは繰返し回数 10^6 回まで破壊しない試験片があった。実際、試験片を疲労試験装置に装着して荷重振幅を設定する際に、静荷重試験における破壊荷重付近の22Nを越える値では、設定時に破壊してしまうケースもあった。これは、静荷重試験で破壊荷重にばらつきが生じたように、試験片のばらつきによるものである。しかし結果的に、荷重振幅設定時に破壊しなかった試験片は、全てその荷重振幅で繰返し回数 10^6 回まで破壊しなかった。

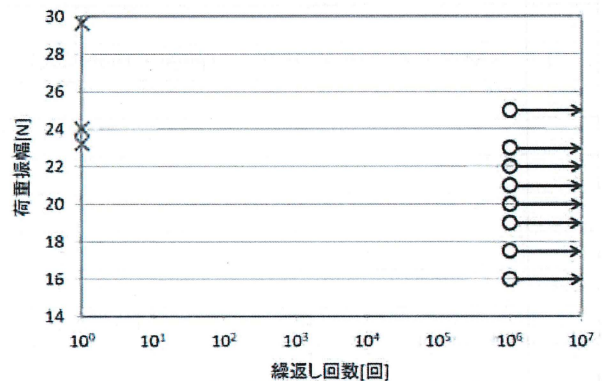
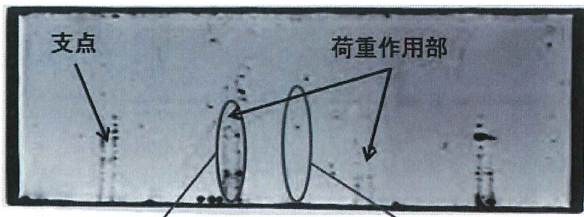


図8 Si(111)単結晶の4点曲げ疲労試験結果

荷重振幅17.5Nで疲労試験を行った試験片について、X線トポグラフィでマクロな構造変化を調べた。そのX線トポグラフィ像を図9に示す。疲労試験時に試験片と治具が接触する荷重作用部と支点の四箇所には線状の明瞭なコントラストが現れているほか、試験片の所々に微小なコントラストが現れている。この像をもとにして、荷重作用部と荷重作用部間からTEM試料を作製してTEM観察を行った。図10(a)、(b)に荷重作用部・引張側のTEM像を、図11(a)、(b)に荷重作用部間・引張側のTEM像を示す。荷重作用部・引張側では、図10(a)のように激しい残留ひずみのみが発生している場所や、図10(b)のように残留ひずみと転位が発生している場所があった。転位が発生しているところの周辺は残留ひずみが緩和されているように見える。荷重作用部間・引張側は、図9のX線トポグラフィ像をもとに、8箇所からTEM試料を作製してTEM観察した。そのうち7箇所は図11(a)のように複雑な残留ひずみのみが発生していたが、1箇所だけ図11(b)のように残留ひずみだけではなく転位が発生していた。この場合も転位が発生すると残留ひずみが若干緩和されているように見える。



荷重作用部・引張側 荷重作用部間・引張側
 図 9 荷重振幅 17.5 N で疲労試験後の X 線トポグラフ像

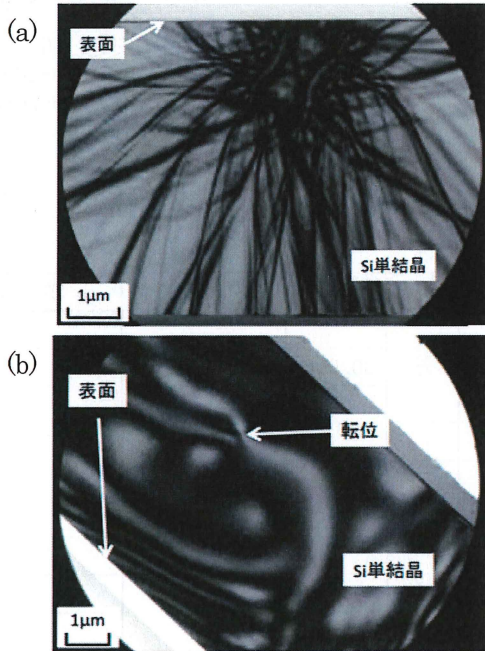


図 10 荷重振幅 17.5 N で疲労試験後の荷重作用部・引張側の TEM 像

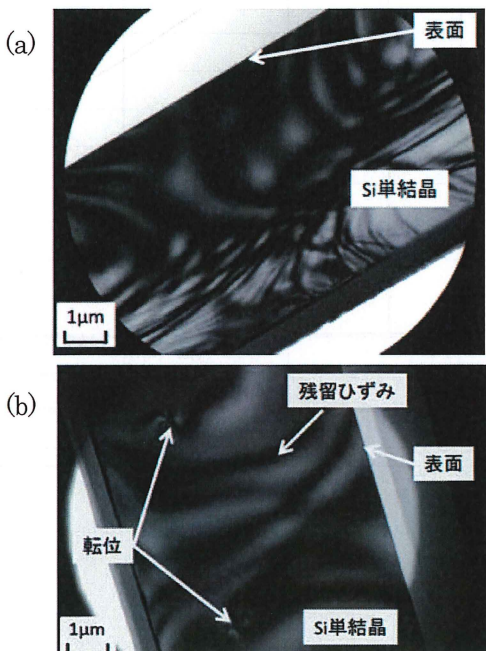


図 11 荷重振幅 17.5 N で疲労試験後の荷重作用部間・引張側の TEM 像

静的な破壊荷重直下の荷重振幅 22 N で疲労試験後の X 線トポグラフ像を図 12 に示す。荷重振幅 17.5 N の像 (図 9) と比べ、荷重作用部と支点のコントラストがはっきりしていることがわかる。図 13 に荷重作用部・引張側の TEM 像を、図 14 に荷重作用部間・引張側の TEM 像を示す。荷重作用部・引張側からは 3 箇所観察し、そのうち 2 箇所は図 13(a)のように複雑な残留ひずみのみが発生していた。残り一箇所は図 13(b)のように残留ひずみとともに転位が発生していた。このように静的な破壊荷重直下の荷重振幅 22 N の荷重作用部・引張側では、残留ひずみや転位が発生し、転位が発生した周辺では残留ひずみが緩和されていた。荷重作用部間・引張側は、図 12 の X 線トポグラフ像をもとに 10 箇所から TEM 試料を作製して TEM 観察した。観察した 10 箇所全てにおいて、図 14(a)、(b)のような複雑な残留ひずみが発生していたが、転位は観察されなかった。

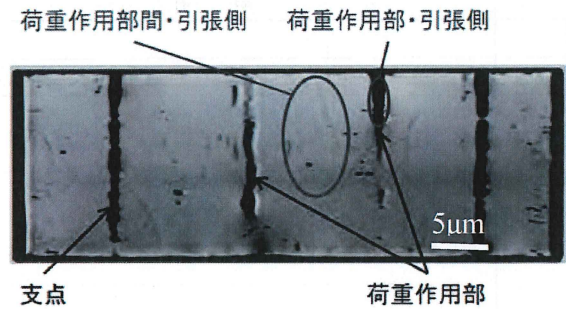


図 12 荷重振幅 22 N で疲労試験後の X 線トポグラフ像

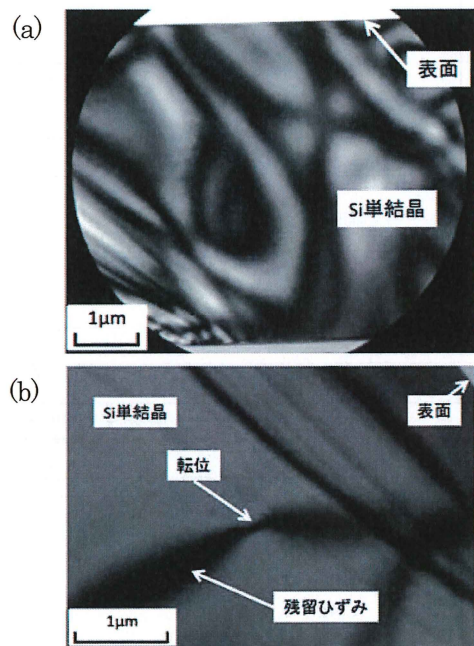


図 13 荷重振幅 22 N で疲労試験後の荷重作用部・引張側の TEM 像

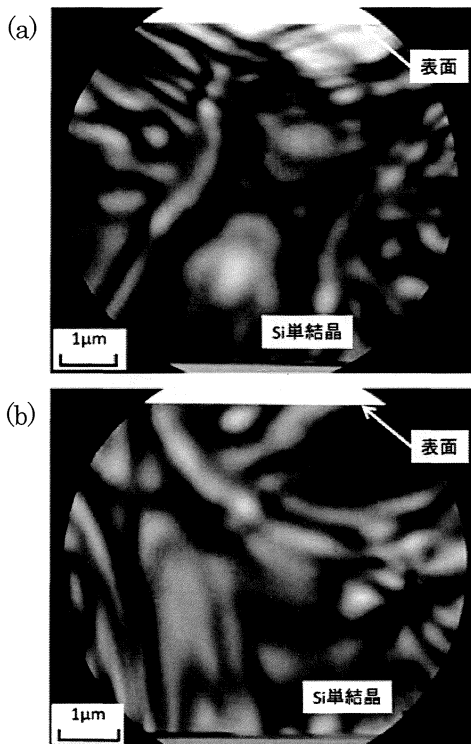


図 14 荷重振幅 22 N で疲労試験後の荷重作用部間・引張側の TEM 像

以上の結果から、Si(111)単結晶の 4 点曲げ疲労試験を行うと、残留ひずみが発生し、それは静荷重に比べて複雑且つ広範囲に発生する。また、荷重作用部・引張側及び荷重作用部間・引張側においては、残留ひずみとともに転位が発生する場合があります、転位が発生するとその周囲の残留ひずみは緩和されると言える。

4. 結言

静荷重による 3 点曲げ試験の結果、Si 単結晶は荷重を加えると残留ひずみが発生し、荷重が破壊荷重直下になると残留ひずみは大きく広範囲に分布するようになる。さらに荷重を増加させて破壊した Si 単結晶では、表面及び破面に残留ひずみが発生し、それらの内部ほど残留ひずみは広範囲に分布する傾向がある。また、静荷重による 4 点曲げ試験で破壊直下まで荷重を加えると、3 点曲げ試験と同様、広範囲に均一に残留ひずみが発生する。なお、上記の静荷重による各試験後に、転位の発生は観察されなかった。

4 点曲げ片振り疲労試験において、静荷重における破壊直下の荷重を 10^6 回繰り返して作用させても破壊は生じず、残留ひずみが静荷重に比べて複雑且つ広範囲に発生する。また、残留ひずみとともに転位が発生する箇所もあり、その場合には転位の周囲の残留ひずみは緩和される。

参考文献

- 1) Dislocations in Silicon at High Stress, J.Rabier et. al., Dislocations in solid Vol.6, 2010 Elsevier B.V.
- 2) 駒井謙治郎、箕島弘二、井上茂道、藤井秀敏：Si 単結晶マイクロエレメントの破壊・疲労特性評価と水環境効果、日本機械学会論文集（A 編）62 巻 596 号(1996-4).
- 3) 駒井謙治郎、箕島弘二、俵秀男、井上茂道、砂子勝好：微小材料機械的特性評価試験機の試作とシリコン単結晶微小素子の破壊特性評価、日本機械学会論文集（A 編）60 巻 569 号(1994-1).
- 4) 落合雄二：単結晶シリコンの加工と破壊強度、秋田高専研究紀要第 46 号 60-65(2011-2).