

# 単結晶シリコンウエハの高温破壊靱性評価

## Evaluation of Fracture Toughness under High Temperature Condition on Single Crystal Silicon Wafer

古賀 由泰<sup>1)</sup>, 山口 礼奈<sup>1)</sup>, 白木 雄大<sup>2)</sup>  
指導教員 立野 昌義<sup>3)</sup>

- 1) 工学院大学 工学部学部機械工学科 材料力学研究室
- 2) 工学院大学大学院 工学研究科機械工学専攻
- 3) 工学院大学 工学部機械工学科

キーワード：破壊靱性値，脆性材料，表面き裂，残留応力

### 1. 緒言

単結晶シリコンを微小構造体材料として実用化するにあたりウエハから製造する過程での発熱やマイクロマシンの動作に伴う発熱といった高温環境下での使用を想定した材料特性を明確にする必要がある。

本研究では単結晶シリコンウエハから切り出した小型板状試験片を対象として、単結晶シリコンのへき開面(110)の常温破壊靱性値および破壊靱性値の雰囲気温度依存性を明らかにする。主要面(110)のダイヤモンド製圧子を導入後に確認できる表面き裂形状と破断強度を CSF (Controlled Surface Flaw Method) 法において用いられる評価式<sup>(1)</sup>に代入して得られる破壊靱性値および破壊靱性値の雰囲気温度依存性を明らかにする。本実験では、高温で小型試験片の曲げ試験が可能となる高温強度評価システムを構築した。事前検討にて、常温における表面き裂導入時に誘発される残留応力の適正表面除去量や試験片角部面取り加工による測定精度向上に関する考察を行う。上記結果に基づき、単結晶シリコンウエハの高温破壊靱性値を求めた。

### 2. 実験方法

高温で小型試験片の曲げ試験が可能となる高温強度評価システムを構築した。本実験用にて構築した高温強度評価システムの概略図を図1示す。

このシステムは表面き裂を導入した小型短冊状試験片を対象として高温四点曲げ試験が実施可能となる。不活性ガス環境下における加熱炉内で設定温度(常温 $\leq T \leq 600^{\circ}\text{C}$ )まで昇温させた条件にて四点曲げ試験を行い、破壊強度を評価した。四点曲げ試験における上部および下部支点間距離はそれぞれ2.5mm, 7.5mmであり、負荷速度1mm/minにおける破断荷重を求め、破断応力 $\sigma_f$ を求めた。

破壊靱性値を算出する際、単結晶シリコンを対象とした規格は存在していないため、ガラスやセラミックスを対象とした破壊靱性値評価法の一つであるCSF法評価式を用いた。本実験では、Vickers圧子およびKnoop圧子を用いて表面き裂を導入し、破壊靱性値を求めた。

供試材として、対象材には株式会社松崎製作所製の単結晶シリコンウエハ(主要面{100}, 直径50mm, 厚さ0.300mm)を用いて、ダイシングマシン(株式会社ディスコ製DAD522)にて、長手方向11.5mm, 幅方向5.0mmに切り出した短冊状試験片を用いた(図2)。

応力集中源となる試験片表面へのき裂の導入には、超微小硬さ試験機(株式会社マツザワ製MMT-1)を用い、主要面(100)に対して垂直方向<100>からKnoop圧子(またはVickers圧子)を用いて圧子を試験片中央部に1箇所を導入し、圧痕頂角から進展するき裂がへき開面{110}に沿うようき裂を導入した。この時の圧子圧入条件は、圧痕導入荷重 $P=980\text{mN}$ , 保持時間を5sec以内とした。

レーザー顕微鏡(株式会社オリンパス製OLS3000)による観察画像から、破断面(110)上の表面き裂 $c$ とき裂深さ $d$ を測定し、CSF法の評価式<sup>(1)</sup>に代入することにより $K_{IC}$ を算出する。

### 3. 実験結果と考察

KnoopおよびVickers圧痕が導入された試験片の表面き裂と常温破壊試験後に観察される破断面上のき裂の代表例を図3に示す。この結果、Vickers圧子により生成される表面き裂は、圧痕頂角から<110>方向にき裂が真っ直ぐに進展し、各方向に対するき裂長さはほぼ同等になり、互いに直交する表面き裂は対称性が確保できている。Knoop圧子に関しては、

圧痕の観察が可能であるが、表面き裂は目視では確認できにくい。

次に破断面上から観察できるき裂は、いずれも半楕円形状き裂と仮定できることを確認した。しかしながら、その形状は使用する圧子により、異なる値特徴を示した。Vickers 圧子を導入した試験片の表面き裂にはラテラルクラックや剥離が生じ、それらが表面き裂に干渉することが確認できる。それに対して、Knoop 圧子の場合、ラテラルクラックは確認されず、剥離なども最小限に抑えることができることを確認した。これらのき裂の生成の違いは圧子形状により圧痕導入周辺への影響度の差によるものと考えられる。

上記表面き裂の違いが破断強度にどう影響するかを明らかにするため、Vickers および Knoop 圧痕が導入された試験片を対象として、常温曲げ試験を行い、破断強度を比較した。破断強度と表面き裂深さとの関係を図 4 に示す。Knoop 圧痕が導入された試験片の破断強度およびそのバラツキは Vickers 圧痕が導入されたそれらとほぼ同等であった。ただし、表面き裂深さは Vickers 圧子で導入した方が 3-5 $\mu\text{m}$  程度小さくなる傾向となる。上記結果を CSF 法の評価式に代入して得られる両者の  $K_{IC}$  を比較すると、Knoop 圧子導入により得られた  $K_{IC}$  の平均値と Vickers 圧子導入により得たそれとほぼ同等となった。この結果と表面き裂の観察結果を対応させることにより、Vickers 圧痕が導入された試験片の表面き裂およびその近傍に生じるラテラルクラックは  $K_{IC}$  の測定結果に大きく影響を与えていないことが考えられる。

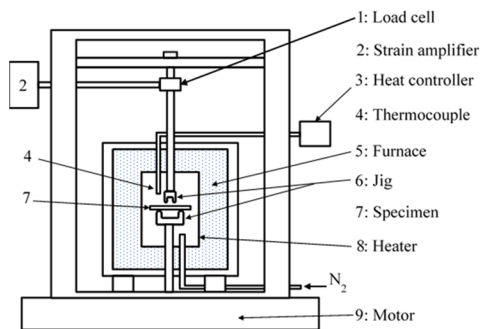


Fig. 1 Contents of evaluation system

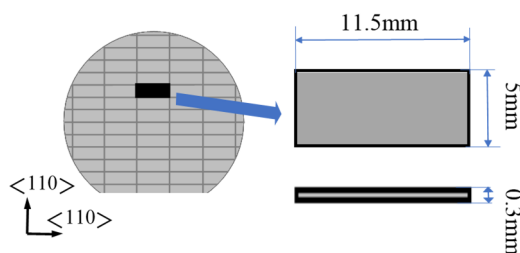


Fig. 2 Test pieces

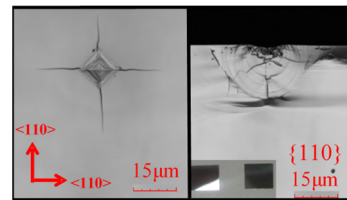
この傾向は、 $100^\circ\text{C} \leq T \leq 400^\circ\text{C}$ においても Vickers および Knoop 圧子を導入した試験片の表面き裂形状および強度評価結果は常温の結果と同様な傾向を示した。

$500^\circ\text{C} \leq T \leq 600^\circ\text{C}$ においては、雰囲気温度の上昇に伴い破壊靱性値は上昇する。約  $400\text{-}500^\circ\text{C}$ において延性-脆性遷移温度となることが知られていることから、この温度領域に関しては、材料の降伏応力や延性が関与している可能性がある。破壊靱性値の平均値の比較では、Vickers 圧痕が導入された試験片から導かれる  $K_{IC}$  の平均値は、Knoop 圧痕が導入された試験片のそれらよりも大きい。このことから延性-脆性遷移温度以上の温度領域における Vickers 圧痕が導入された試験片および Knoop 圧痕が導入されたその強度特性を明確にすることができた。

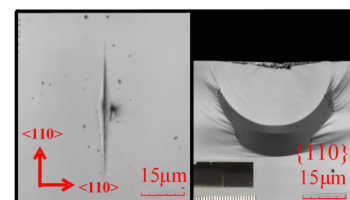
#### 4. 結論

本研究では、Knoop 圧子を用いた破壊靱性評価システムの構築をした後、Knoop 圧子を用いて高温環境下で破壊靱性値を算出し、この結果と Vickers 圧子の結果とを比較した。上記の結果に基づき高温環境下での破壊靱性値の圧子依存性を明らかにした。

#### 5. 参考文献 省略



(a) Vickers



(b) Knoop

Fig. 3 Fracture surface profiles for changes in crack depth

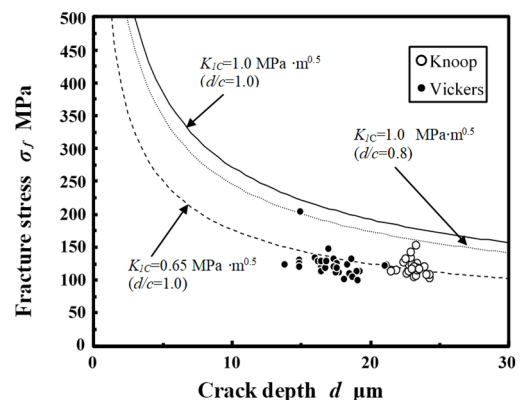


Fig. 4 Relationship between fracture stress and crack depth