

高温雰囲気における単結晶シリコンウエハの強度特性

Strength Characteristics of Single Crystal Silicon Wafer under High Temperature Condition

古賀 由泰¹⁾

指導教員 立野 昌義²⁾

1) 工学院大学大学院 工学研究科機械工学専攻

2) 工学院大学 工学部機械工学科

キーワード：脆性材料，破壊靱性値，残留応力，高温環境下

1. 緒言

半導体デバイスや微小要素の基盤材料として単結晶シリコンウエハが用いられる場合も多く，ガラスなどの複合化には，陽極接合など高温を伴う接合処理技術などにも適用される場合も想定される．さらに，MEMS などの主構造材料として単結晶シリコンが適用される場合には，単結晶シリコンの強度特性に及ぼす周辺温度の影響を十分に把握しておく必要がある．

単結晶シリコンの高温特性は，構造寸法や変形速度などに依存するなどの報告¹⁾もあり，小型試験片を対象とした単結晶シリコンの破壊靱性値と雰囲気温度との関連を明確にしておく必要がある．

脆性材料における破壊靱性値評価では，セラミックスやガラス材料で実績のある Controlled surface flaw method(CSF 法)が適用される報告は多数ある．CSF 法では，硬さ試験機に取り付けられているダイヤモンド製圧子を試料表面上に押し付けることにより，表面き裂を導入し，これを応力集中源として曲げ強度試験を行うことで破壊靱性値を得る方法である．しかしながら，セラミックスやガラスなどをこの方法で評価する場合，導入された表面き裂周辺部に引張りの残留応力が生じることが明らかにされている．このため，表面き裂周辺に生じる表面残留応力を評価し，これらを適切に除去する必要がある．しかしながら，単結晶シリコンにおいては，表面き裂周辺に生じる残留応力およびその適切除去量に関して未だ明確にされていないのが現状である．

本研究では，まず小型単結晶シリコンの小型試験の破壊靱性値を評価するために，表面き裂と強度特性との関連を明らかにする上で必須となる高温強度評価装置を改良・構築し，これに基づき高温雰囲気における曲げ強度を測定した．

一連の結果に基づいて，単結晶シリコン小型試験サイズにおいて，き裂を導入した表面除去量と高温強度および破壊靱性値との関係，これらの雰囲気温度依存性を評価した．表面除去後のき裂と破壊靱性値との関連から残留応力に相当するパラメータを明確にすることを試みた．

2. 実験方法

表面き裂を導入した単結晶シリコンウエハ短冊状試験片表面を系統的に除去し，高温破壊靱性値に及ぼす試験片表面除去量の影響を明らかにした．以下に実験方法の概略を記述する．

2.1 試験片形状および圧子圧入条件

本実験では単結晶シリコンウエハ（株式会社松崎製作所製，主要面{100}，直径50mm，厚さ0.300mm）をダイシングマシン（株式会社ディスク製 DAD522）にて，長手方向11.5mm，幅方向5.0mmに切り出した．応力集中源となる試験片表面へのき裂の導入には，微小押し込み硬さ試験機（株式会社マツザワ製：MMT-1）を用いて，主要面(100)に対して垂直方向<100>からKnoop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}に沿うようにき裂を導入した．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。

2.2 表面除去と破壊強度の評価

表面除去加工には ECR イオンシャワー装置 (EIS-200ER) を使用した。高温四点曲げ試験では引張り試験装置に雰囲気炉を取り付け、不活性雰囲気 (窒素) を炉内雰囲気として、炉内に試験片をセットした。荷重センサーが加熱炉の影響を受けないよう、加熱炉上側とセンサー間には熱を遮蔽するように工夫し、加熱時に荷重センサーが正常動作するよう改良した。炉内雰囲気温度を試験片にごく近傍に配置した熱電対を用いて炉内雰囲気温度を制御した。温度調整は PID 式温度調節計により所定の温度まで昇温し、測定系全体が均一になるように 30 分間保持した後に破断試験を行った。

上部治具を 1.0mm/min の速度で降下させ、試料を破断した際の最大破断荷重から破壊応力を求めた (Fig.1)。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

3.1 試験片表面および破断面観察

Fig.2 に Knoop 圧痕導入後の試験片表面き裂および破壊試験後に観察される破断面上のき裂のイオンシャワー照射時間による変化の代表例を示す。この結果から圧痕導入直後の表面き裂は、[100] 方向から見て、[110] 方向に進展しており、圧混直下のき裂は半楕円形状として取り扱うことができることが確認できた。イオンシャワーの照射時間が増えることで圧痕直下の表面き裂は半楕円形状を保ったままき裂深さと表面亀裂長さが減少した。

3.2 破壊靱性値と表面除去量の関係

常温の場合、表面除去 Δd が $0 \leq \Delta d \leq 1.5 \mu\text{m}$ の範囲では、表面除去量 Δd の増大に伴い破壊靱性値 K_{Ic} が上昇し、 $\Delta d > 1.5 \mu\text{m}$ では K_{Ic} が Δd によらずほぼ一定値に収束した。

同様な実験を各温度雰囲気で行った結果、一定破壊靱性値となる表面層の温度依存性を把握できた。本実験結果に基づけば、高温環境下での残留応

力パラメータおよび残留応力が分布する表層部を推測することが可能となった。

4. 結論

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、試料表面に半楕円状表面き裂を含む力学的モデルを想定し、高温破壊靱性値と残留応力の及ぼす表面層の状態を明らかにした。

5. 参考文献

1) 上杉, 安富, 平井, 土屋, 田畑, 赤外光集光加熱を用いた単結晶シリコンマイクロ構造体の真空中高温引張試験, 日本機械学会 2014 年度年次大会講演概要集 (2014)。

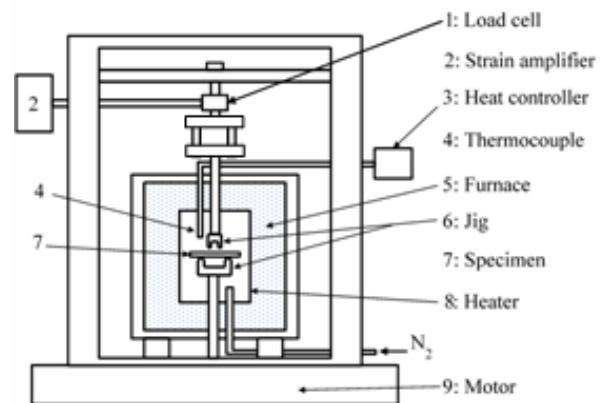


Fig.1 Contents of evaluation system

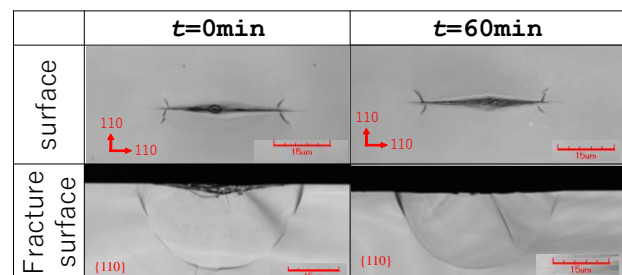


Fig.2 Typical images of surface cracks before or after removal surface