

単結晶シリコンの高温加熱後の強度特性

Strength after Heat Treatment on Single Crystal Silicon

古賀 由泰¹⁾, 今井 要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，熱処理

1. 緒言

脆性材料における破壊靱性値評価法の一つである Controlled surface flaw method (CSF 法)⁽¹⁾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導入した表面き裂形状に関する因子および表面き裂を応力集中源とした破壊強度から破壊靱性値を得ることができる。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、表面き裂周辺部に引張りの残留応力が生じ、適切な評価が行えない⁽²⁾。そこで熱処理による残留応力除去を検討する必要があるが、厚さが微小サイズとなる単結晶シリコンウエハを対象として、表面き裂周辺に生じる残留応力およびその適切除去条件について明確にされていないのが現状である。

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、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、熱処理による残留応力除去の影響について考察を試みた。

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を熱処理を施し、破壊靱性値に及ぼす影響を明らかにする。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（株式会社ディスコ製 DAD522）にて，長手方向 11.5mm，幅方向 5.0mm に切り出した試験片を使用した（図 1 参照）。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 熱処理と破壊強度の評価

熱処理には加熱炉 (TL-4XT) を使用し， $100 \leq T \leq 700^\circ\text{C}$ で熱処理を行った。引張試験機（株式会社イマダ製：縦型電動計スタンド：MX-500N）を用いて支点間距離を上部 2.5[mm]，下部 7.5[mm] にし，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。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_{1C} を算出する⁽³⁾。

$$K_{1C} = 1.03\sigma_f \left(\frac{\pi d}{Q}\right)^{0.5}$$

$$Q = 1 + 1.465 \left(\frac{d}{c} \right)^{1.65}$$

3. 実験結果と考察

3.1 試験片表面および破断面観察

常温破断試験結果を含む熱処理温度設定条件ごと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代表例を図2に示す。なお曲げ試験における破断は圧痕導入後の熱処理温度を600℃以下に設定した試験片においては、き裂を起点として破断していた。圧痕導入後の熱処理温度を700℃に設定した試験片は、破断時に複数の小片になり飛散し、破断面観察を行えなかったため含めていない。画像から、圧痕の頂角からき裂が進展している様子が確認できた。圧痕導入後の破断面から観察される圧痕直下に形成されえるき裂は半楕円形状に近似できる。また熱処理前後のき裂形状に大きな違いは見られなかった。破断面は圧痕導入面は直交し、破断面はへき開(110)面となり、へき開面に沿って導入した表面き裂を応力集中源として曲げ試験によりへき開面に沿ってき裂が進展したと推測される。

3.2 破壊靱性値と熱処理温度の関係

圧痕導入後の熱処理温度を常温 $\leq T \leq 300^\circ\text{C}$ に設定した試験片の破壊試験後に観察されるき裂形状および破壊強度は圧痕導入後の熱処理温度によらずほぼ一定となり、破壊靱性値も一定となった。圧痕導入後の熱処理温度を400℃以上に設定した試験片の破壊試験後に観察される断面き裂形状に変化は無いものの圧痕導入後の熱処理温度の上昇に伴い破壊強度が上昇し、破壊靱性値も上昇した。この現象から熱処理による圧痕周辺に形成される応力の除去効果について考察を行った。

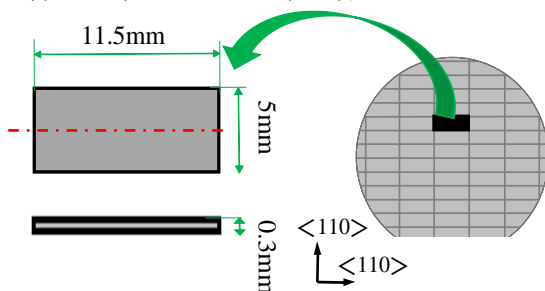


図1 試験片

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、破壊靱性値を求め、熱処理による残留応力除去の影響について考察を試みた。

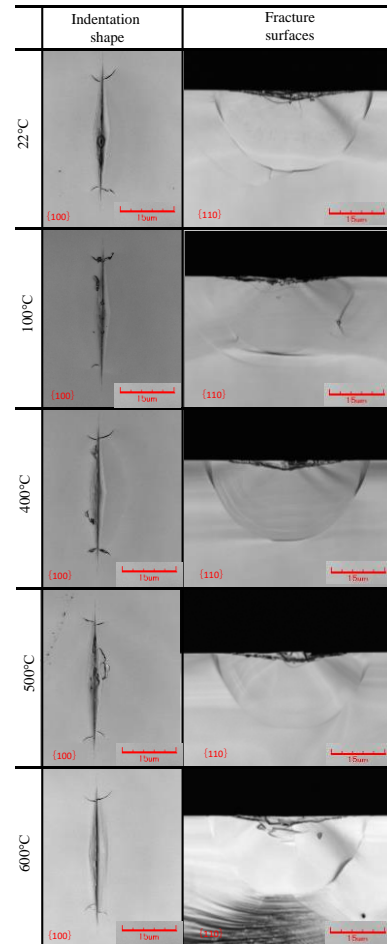


図2 圧痕および破断面

5. 参考文献

- (1) 三好俊郎, 佐川暢俊, 佐々 正 “構造用セラミックスの破壊じん性評価に関する研究” 日本機械学会論文集 (A 編) 51, no.471(1985):2489-2497.
- (2) 三好俊郎, 海老原理徳, 佐々 正 “構造用セラミックスの強度評価に関する研究” 日本機械学会論文集 (A 編) 52, no.476(1986):1177-1182.
- (3) SHIROKI Yudai, IIDA Kazuki, SUTO Satoshi, TATENO Masayoshi, ”Effects of temperature conditions on fracture toughness of single crystal silicon wafer” Mechanical Engineering Journal 6(4)(2019), 19-00062-19-00062