

# 圧痕直下に形成されるき裂形態の予測に関する基礎検討

Prediction of Crack Configuration under Indentation Mark

山田 啓聖<sup>1)</sup>, 大谷 健貴<sup>1)</sup>

指導教員 立野 昌義<sup>2)</sup>

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：単結晶シリコン、き裂形態、破壊靱性値

## 1. 緒言

単結晶シリコンは、半導体技術が適用可能であるため、微小構造体（マイクロマシン）の構成材料として期待がされている<sup>1)</sup>。しかし、単結晶シリコンは脆性材料であり、き裂や割れによる破壊強度への影響が大きいことから、安全性が要求される微小構造体や強度特性の予測はMEMSなどの設計において重要である<sup>2)</sup>し、設計・製造へ応用するためには、破壊靱性値を評価することが破壊予測に有効と考えられる。単結晶シリコンの破壊靱性値を評価する際に、試験片表面にダイヤモンド製圧子を圧入にて圧痕を導入し、き裂形状や材料物性値から評価する方法である圧子圧入法（IF法：Indentation Fracture Method）<sup>3)-8)</sup>がある。

本研究では、き裂形態の遷移予測手法<sup>8)</sup>を用いてき裂形態を予測する。その後、破断試験を行い破断面の観察から、き裂形態と予測されたき裂形態との比較を行う。また、その時の荷重やき裂長さ、き裂形状などの因子を用いて、因子毎のき裂形態の推移を明確にする。加えて、その時のき裂形態と破壊靱性値 $K_C$ の対応関係の明確化を試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1. 試験片形状及び圧子圧入条件

単結晶シリコンウエハ（株式会社松崎製作所製、主要面{100}, 0F{110}, 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）を用いて、長手方向11.5mm、幅方向5.0mmに切り出したものを試験片として用いた。Fig.1に試験片概要図を示す。この試験片に、ダイヤモンド製Vickers圧子を用いて圧子圧入を行った。なお、この時の圧子圧入条件は、超微小押し込み硬さ試験機（株式会社エリオニクス製：ENT-1100a）を用いて圧子圧入荷重 $P = 60, 120, 245, 490, 980$ [mN]で圧子圧入した。

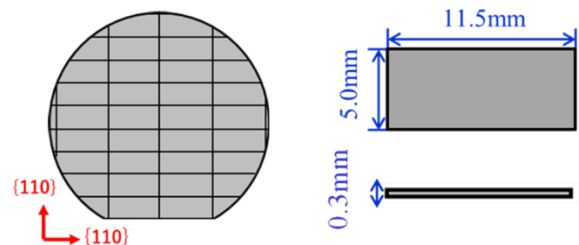


Fig.1 試験片概要図

### 2.2. き裂形態予測方法

Fig.2のようなき裂形態である、Median Crack<sup>7)8)</sup>及びPalmqvist Crack<sup>7)8)</sup>の遷移の予測は、ガラス材料を対象として明らかにされており、セラミックスやガラスを対象として、破壊靱性値 $K_C$ を求めるための複数の評価式が提案されている<sup>3)-8)</sup>。ガラスを対象として、核き裂形態に対して、式(1)から式(3)が成立することが報告されている。

$$c = BP^{\frac{2}{3}} \quad (1)$$

$$l = AP \quad (2)$$

$$c = \frac{a}{2} + l = AP + DP^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

Fig.3 より,  $P$ は圧痕導入荷重[N],  $2a$ は平均圧痕対角長さ[m],  $2c$ は平均き裂半長 [m]を表している.

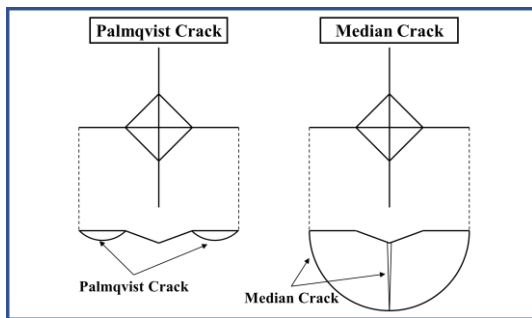


Fig.2 き裂形態

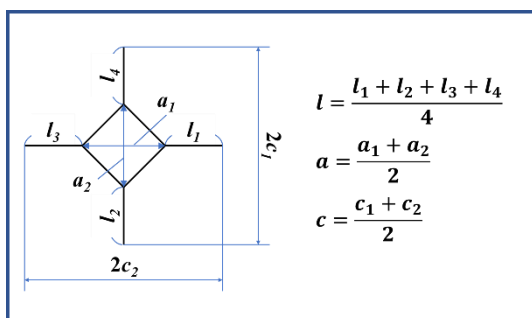


Fig.3 圧痕計測項目

### 2.3. 破壊靱性値評価 (IF 法)

圧子圧入を行った試験片に対して, 走査型共焦点レーザー顕微鏡 (株式会社オリンパス製 OLS3000-LS) を用いて圧痕を導入し, 表面き裂長さ $c$ と圧痕対角長さ $a$ を計測する. 既報の研究<sup>4)</sup>に基づき評価を行った.

$c/a > 2.3$ の時,

$$K_C = 0.036E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7} \left(\frac{c}{a}\right)^{-1.5} \quad (4)$$

$c/a < 2.3$ の時,

$$K_C = 0.0114E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7} \left(\frac{c}{a} - 1\right)^{-0.5} \quad (5)$$

### 3. 実験結果及び考察

圧子圧入後の試験片表面観察結果から, 圧痕内に形成される対角面は互いに直交し, ほぼ同等な長さとなった. 基準面 OF と対角面とは平行もしくは垂直に形成され, 四角錐圧子の側稜がへき界面に一致した. 圧痕頂角から四方にき裂が進展した試験片に関しては, ほぼ対称に進展し, 圧痕対角線に沿って進展した. これらの試験片を圧痕直下に形成されるき裂形態の予測に用いた. 各荷重域で得られた実測表面き裂長さ及び圧痕対角長さに基づき,

式(1)~(3)内の未知数 $A, B, D$ を算出した.

これらの荷重依存性を比較し, 各き裂形態の特徴を有する荷重領域を明確にした. その結果から, 式(1)と式(3)で近似できる領域の交点を明らかにすることを試みた.

上記推定結果と破断面から得られる圧痕直下のき裂形態とを対応させ, き裂推定結果の妥当性を明確にした. さらに式(4), (5)に基づき破壊靱性値 $K_C$ を求め, この荷重依存性を明らかにした.

### 4. 結論

本研究では, 単結晶シリコンにおいて圧子圧入法による評価を行う際に重要となる圧痕直下に形成されるき裂形態の予測に関する検討を行った. この結果と破断面からき裂形態を確認し, 破壊靱性値 $K_C$ との対応関係を明らかにした.

### 5. 参考文献

- 1) Y. SHIROKI, et al, Effect of temperature conditions on fracture toughness of single crystal silicon wafer, Mechanical Engineering Journal, Vol.6, No.4, pp.19(2019).
- 2) 上杉晃生ほか, (100)単結晶シリコン薄膜引張破壊特性に及ぼす表面形態及び結晶方位の影響, 日本機械学会論文集(A編), 79巻804号, (2013-8).
- 3) McLaughlin, J.C and Willoughby, A.F.W., Fracture of Silicon Wafers, Journal of Crystal Growth, Vol.85(1987), pp.83-90.
- 4) 林國郎ほか, 単結晶 Si の破壊じん性, 材料, Vol.40, No.451(1991), pp.405-410.
- 5) D.B.Marshall and A.G.Evans, ibid., 64, C-182(1981).
- 6) K.Niihara, et al, 64, C-182(1981).
- 7) 石川博幸, 新開紀彦, ガラスの KIC とピッカーズ押し込みにおける垂直割れ目の発生について, 材料, Vol.30, No.337, pp1025-1031(1981).
- 8) 酒井達雄ほか, 圧子圧入法によるファインセラミックスの残留応力測定法に関する一研究, 材料, Vol.53, No.5, pp.546-552(2004).