

単結晶シリコンウェハにおける表面き裂導入に伴う表面残留応力

Residual Stress around Indentation crack on Single Crystal Silicon Wafer

細井靖子¹⁾, 古賀由泰¹⁾, 白木雄大²⁾, 飯田和樹²⁾

指導教員 立野 昌義³⁾,

1) 工学院大学 工学部機械工学科 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：破壊靭性値，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機械用材料に使用することが期待されている。その際、脆性材料である単結晶シリコンでは、破壊靭性値の評価が重要となる。

破壊靭性値は、破線形破壊力学に基づき表面き裂の幾何学条件とその表面き裂を起点とした際の破壊強度から求められ、セラミックスやガラスなどの脆性材料の強度特性を評価および強度設計する上で重要な。破壊靭性値を求める方法には様々な方法が提案されている。その中で特にCSF法(Control Surface Fracture Method)の有用性が知られており、セラミックスに用いられている⁽¹⁾。この方法では、表面き裂を導入する際にダイヤモンド製圧子が用いられることで、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、CSF法により破壊靭性値を評価する際には、試験片表面への圧痕導入に伴い表面き裂周辺に生じる表面残留応力ならびにこれらを適切に除去する必要性が指摘されている。

そこで本研究では単結晶シリコンウェ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上に半楕円状表面き裂を含む力学的モデルを想定し、表面き裂形状および常温破壊靭性値に及ぼす試験片表面除去量の影響を明らかにした。イオンシャワーを用いた表面除去に伴う計測精度を確保するための検証を行った後に、表面除去無しおよび表面除去量によらず一定値となる破壊靭性値を求めた。一連の実験結果から導かれる圧痕導入時に誘発される表面残留応力を明らかにすることを試みた。

2.実験概要と実験方法

2.1 表面除去方法および残留応力の評価

本実験には、単結晶シリコンを対象として数マイクロメートルの表面除去加工が可能であるECRイオンシャワー装置(EIS-200ER)を用いた。本装置は加速したArイオンを真空密閉容器内に設置された試料表面に照射することで基板材料表面を除去できる⁽²⁾。この装置は、プラズマ生成室から引き出される正の電荷を持つイオンは高電位差により電位の低い方へ加速されることから、イオンの運動エネルギーは、速度やエネルギーに相当する電圧、電子温度などが関連する⁽²⁾。このため、イオンシャワーの照射の長時間使用することによる表面の損傷や温度変化による表面材質や強度の変化する影響が関与する可能性もあると考えられる。このことから、精度の高い強度評価のためには、イオンシャワー照射の長時間使用による試験片の表面の状態や強度の照射時間依存性を確認しておく必要がある。

上記の観点から、予備検討では、試験片に圧子を導入する前段階で、イオンシャワー照射時間を系統的に変更し、圧子形状および破壊強度が圧子導入前段階の照射時間に対してどのように変化するかをビッカースおよびヌープ圧子を用いて明確にした。上記の結果を踏まえて、その後、表面除去無しおよび表面除去量によらず一定値となる破壊靭性値を算出し、その差を用いることで残留応力を評価した。

2.2 供試材

対象材には単結晶シリコンウェハ(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に切り出した短冊状試験片を用いた。超微小硬さ試験機(株式会社エリオニクス製ENT-1100a)を用い、試料面(100)に対して垂直方向<100>から圧子を導入し、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 以下とした。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、曲げ応力 σ_f 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 イオン照射面における試料表面

表面き裂導入前の段階の単結晶シリコン試験片を対象とし、イオンシャワー照射時間毎の表面き裂および破断面上で観察できるべき開面上での表面き裂画像の代表例およびヌープ圧子を用いた際の表面き裂幾何学形状および表面強度（破壊靱性値）に及ぼすイオンシャワー照射時間の影響を調べた。それぞれの結果を図 1 および図 2 に示す。

これら結果より、イオンシャワーの照射時間によらず表面き裂形状および破断強度はほぼ一定である。この傾向は圧子形状に依存しない。イオンシャワー照射時間を 120 分程度行うことでの、表面の状態がイオン照射による影響を受けずに、単結晶シリコン表面や強度特性に大きな影響を与えない。この傾向は、ビックカース圧子を用いた場合も同様であることを確認した。

3.2 圧痕導入に伴う残留応力値

表面き裂導入前後の加工表面で大きな変化が無いことが確認できた。したがって、次に圧痕導入による残留応力を明確化するために、圧痕導入後に表面除去無い試験片から得られた表面き裂形状と破壊強度から得られた破壊靱性値 K_{IC} および 照射時間

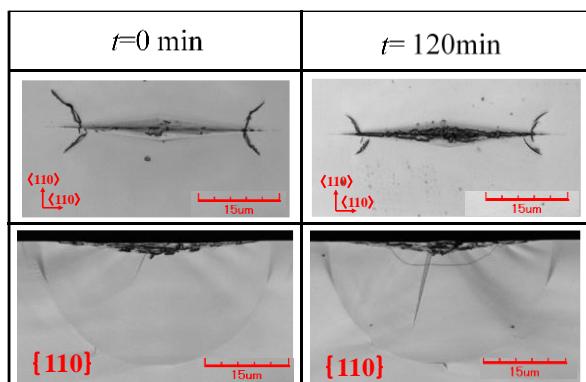


図 1 表面き裂画像の代表例

に関わらず破壊靱性値は一定の値となる K_{IC} を求める。

なお、後者の K_{IC} を得る上では、破壊靱性値に及ぼす表面除去量の影響を明らかにすることにより、明確にした。これらの結果を、図 3 に示す。以上の結果から、圧痕導入時に導入される表面残留応力を特定することが可能になった。

4.結論

本研究では、表面き裂形状および常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。イオンシャワーを用いた表面除去に伴う計測精度を確保するための検証を行った後に、表面除去無しおよび表面除去量によらず一定値となる破壊靱性値を求めた。一連の実験結果から導かれる圧痕導入時に誘発される表面残留応力を明らかにした。

参考文献

- (1) 林 國郎,辻本真司,岡本泰則,西川友三,単結晶 Si の高温破壊じん性,材料, Vol.41, No.463, pp.488-494, 1992.
- (2) 増沢隆久, イオンシャワー加工技術, 精密工学会誌, Vol.55, No.2, pp. 270-273, 1989.

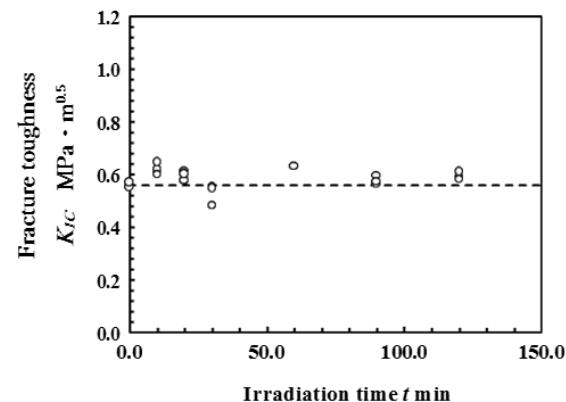


図 2 表面強度(破壊靱性値)に及ぼすイオンシャワー照射時間の影響

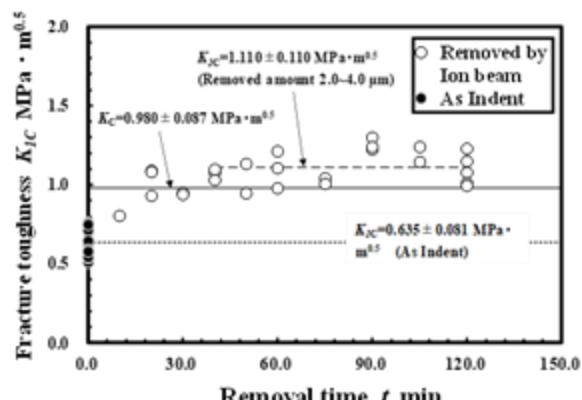


図 3 除去時間と破壊靱性値の関係