

単結晶材料における圧痕導入後の表面き裂

Surface cracks after indentation in single crystal materials

宇佐美 和真¹⁾, 今井 要²⁾, 立野昌義³⁾

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：単結晶シリコン, 破壊靭性試験法, き裂

1. 緒言

単結晶シリコンは半導体プロセスを応用できるため微小機械の構成材料として期待されている。機械の設計においては、破壊力学に基づいた設計手法が様々な分野で導入され、機械や鋼製部材の安全性を正しく評価するためには、材料の破壊特性や破壊に関連するき裂形態などを適切に評価しておくことが重要である。破壊靭性値の評価方法には、圧子圧入法(IF法)：ダイヤモンド圧子を試験片表面に押し込みことにより圧痕形状と圧痕頂角から進展するき裂に基づいて評価する方法やControl Surface Flaw Method(CSF法)：高硬材料の圧子により導入された半楕円状き裂を応力集中源とする破壊現象を基礎とし、破壊強度とき裂形狀に基づき評価する方法などがある。

しかしながら、単結晶材料である単結晶シリコンの強度特性をガラスやセラミックス材料で主に使用されている評価方法を用いる際、単結晶の結晶方位異方性などを考慮する必要性もあることから、結晶面の異方性に関してもき裂導入時の形態や評価方法が複雑になることも予想される。

本研究ではIF法において結晶方位の異なる単結晶シリコンウエハを用い、結晶学的に等価な低指數面へ導入される表面き裂を観察することを試みた。さらにこれらのき裂観察結果に基づく破壊靭

性値の比較を行い、これらの結果の妥当性に関する検討を行った。

2. 実験方法

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および株式会社フェローテックシリコン製)を用いた。用いたウエハの主要面は(100)、(110)および(111)であり、この面にピッカース圧子を垂直に押し込み、へき開面(110)および(100)、(112)における破壊靭性値をIF法に基づき求めた。評価面は図1に示す。なお、結晶学上の重要な低指數面における概略図⁽³⁾を参考にしてCADソフトで作図した(図2)。評価にはセラミックスやガラスなどの脆性材料で実績のある下記の式(1)(2)⁽¹⁾⁽²⁾を求めた。なおこれらの結果の妥当性を評価するために、CSF法を用いて破壊靭性値を評価した。

主要面	{100}	{110}	{111}
破断面	(110)	(110), (100)	(110), (112)
結晶学的に等価な面 (110)	圧子導入方向 (110) (100)面 (a) {100}面	圧子導入方向 (110) (100)面 (b) {110}面	圧子導入方向 (110) (111)面 (c) {111}面

図1. 評価面と圧子圧入方向

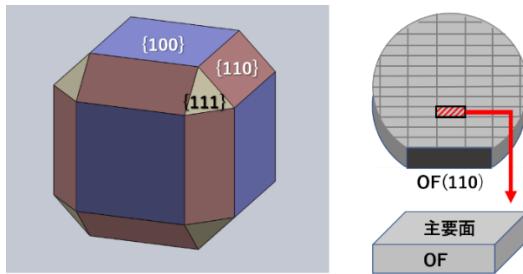


図2. $\{100\}\{110\}\{111\}$ 基本面のすべてを含む立法晶系立体模型とウエハの概略図

IF 法においてはレーザー顕微鏡(株式会社オリンパス製 OLS3000)を用いて導入した圧痕から伸びる表面き裂を観察し、表面き裂長さ c と圧痕対角長さ a を測定して IF 法評価式を用いて破壊靱性値を導出した。

(1) $c/a > 2.3$ の場合

$$K_C = 0.036E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7} \left(\frac{c}{a}\right)^{-0.5} \dots (1)$$

(2) $c/a < 2.3$ の場合

$$K_C = 0.0114E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7} \left(\frac{c}{a} - 1\right)^{-0.5} \dots (2)$$

CSF 法においては主要面に導入した圧痕を起点として引張り試験機(株式会社イマダ製: 縦型伝導系スタンド: MX-500N)にて破断させた。支点間距離を上部 2.5mm、下部 7.5mm として上部治具を 1.0mm/min で降下させ、4 点曲げによる破断を行った。破断に至った荷重から破断強度 σ_f を求め、破断面をレーザー顕微鏡にて観察し、表面き裂長さ c とき裂深さ d を測定して CSF 法評価式を用いて破壊靱性値を導出した。

$$K = 1.03\sigma_f \left(\frac{\pi d}{Q}\right)^{0.5} \dots (3)$$

$$Q = 1 + 1.465 \left(\frac{d}{c}\right)^{1.65} \dots (4)$$

3. 実験結果と考察

図3に圧痕および圧痕頂角から進展した表面き裂、および導入された圧痕直下の破断面から観察される断面き裂および試験片破断画像を示す。シリコンウエハ (111) 面にビックアース圧子の導入

によって進展した $\langle 110 \rangle$ $\langle 112 \rangle$ 方向の圧痕頂角のき裂は、き裂の進展長さに関しては大差が認められないという見方もできるが、結晶学的な等価な面である (100) 面上に進展した $\langle 110 \rangle$ に対しては、長くなる傾向を示した。この結果は、へき開面およびそれに直交する方向ではヤング率やき裂進展に関しても異なる性質を有することから、き裂の進展挙動に対称性が損なわれた可能性がある。この結果の妥当性を CSF 法を用いて考察した。

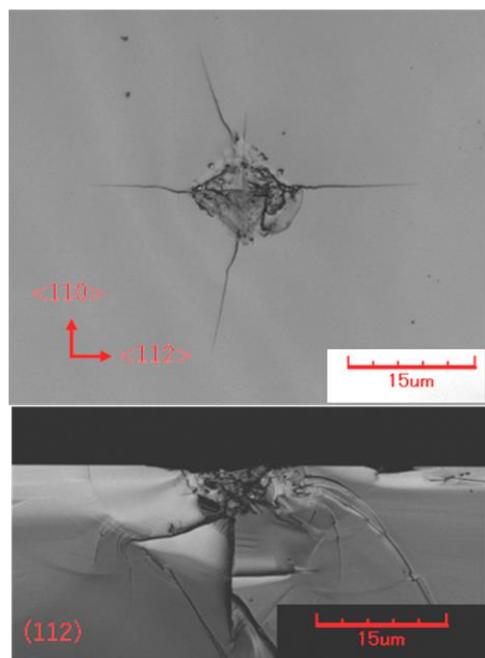


図3. 主要面(111)における表面き裂と破断面

4. 結論

Si 単結晶の四つの低指数面に対する破壊靱性 K_{IC} を、(IF)法により評価した。さらに、これらの妥当性について CSF 法で得られた K_{IC} 値と比較することを試みた。

5. 参考文献

- 1) D.B. Marshall and A.G. Evans, *ibid.*, 64, C-182 (1981).
- 2) K. Niihara, R. Morena and D.H.H. Hasselman, *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, 13 (1982).
- 3) 志村史夫”半導体シリコン結晶工学”丸善 (1993)