

# 温度履歴に伴う圧痕周辺の力学的特性

Mechanical properties around the indentation due to thermal history

木村 基<sup>1)</sup>, 今井 要<sup>2)</sup>

指導教員 立野 昌義<sup>1)</sup>

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

キーワード：熱処理、残留応力、圧痕深さ

## 1. 諸言

ガラスやセラミックスの破壊靭性値を評価する方法の中に Controlled Surface Flaw Method(CSF 法)<sup>(1)-(2)</sup>がある。この方法は、高硬材料の圧子により導入された半楕円状き裂を起点として生じる破壊強度とき裂形状やき裂形態に基づき評価する方法である。ただし、圧子導入時に形成される圧痕周辺には残留応力も同時に生成され、これらが破壊強度に影響を及ぼす可能性があり、破壊試験を行う前には試験片表面をエッティングあるいは適切な熱履歴を与えることで残留応力の影響を最小限にしておく必要がある。

本研究では単結晶シリコンウエハ小型試験片を対象として、き裂を導入後の試験片を加熱処理し、加熱前後での圧痕およびき裂形状の変化の有無を確認することを試みた。この結果と破壊強度を比較することで、加熱の履歴が表面強度特性へ及ぼす影響を明らかにすることを試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1 圧痕深さ変化からの残留応力変化量推定

Lawn ら<sup>(3)</sup>の提唱する圧痕深さによる残留応力推定式<sup>(3)-(5)</sup>を基に、残留応力変化量を推定する。圧子導入による残留応力の発生メカニズムの概略図を以下に示す。圧子導入により高密度化する体積収縮が生じる箇所については、加熱により緩和し圧痕深さが回復すること<sup>(4)</sup>がガラスにて確認され、その回復量と残留応力量における関係性<sup>(4)</sup>については式(1)のように整理されている。

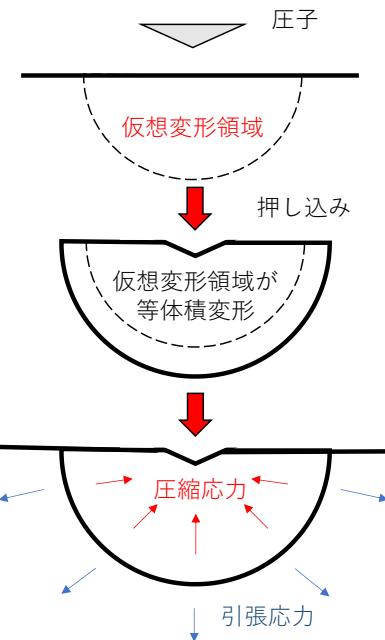


図 1 残留応力の発生メカニズム概略図

なお式(1)内の  $\Delta\sigma_{rs}$  および  $K$  は圧痕深さ  $d^v$  の変化量に対する残留応力の変化量および体積弾性率を示す。  $A$  は圧痕対角長さの半分に相当する。

$$\Delta\sigma_{rs} = 0.319K \frac{\Delta d^v}{A} \quad (1)$$

本研究では、上記の関係性が単結晶シリコンへの適用性や温度履歴の変化による残留応力量の変化を評価することを試みた。加熱前後の観察画像から圧痕周辺の形状および破断面(110)上の圧痕対角長さ  $2A$ 、圧痕深さ  $d^v$  を測定し、圧痕深さの変化量を式(1)に代入することで算出する。

この結果から得られた  $\Delta\sigma_{rs}$  の値を表面除去を行った際の強度特性と比較し考察する。

## 2.2 試験片形状および圧子導入条件

株式会社松崎製作所製の単結晶シリコンウエハ(主要面 {100}, OF {110}, 直径 50 mm, 厚さ 0.300 mm)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 11.5 mm, 幅方向 5.0 mm に切り出した試験片を使用した。応力集中源となる試験片表面へのき裂導入には微小硬さ押し込み試験機(株式会社マツザワ製:MMT-1)を用い、主要面 (100) に対して垂直方向 <100> から Vickers 圧子を用いて圧子を試験片中心部 1箇所に導入し、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 5[sec]とした。

## 2.3 熱処理前後の強度特性変化

熱処理には加熱炉(サーマル製金属熱処理炉 TL-4XT)を使用し、 $100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 700^{\circ}\text{C}$ で 30[min] 加熱保持後、炉冷を行った。なお熱処理による強度の改善効果は熱処理前後の破断強度に基づき予測するため、四点曲げ試験により破断強度を評価し、破壊靭性値を CSF 法<sup>(1)-(2)</sup>に基づき評価した。試料を破断した際の試験片の破断面をレーザー顕微鏡(株式会社オリンパス製 OLS-3000LS)により観察した。

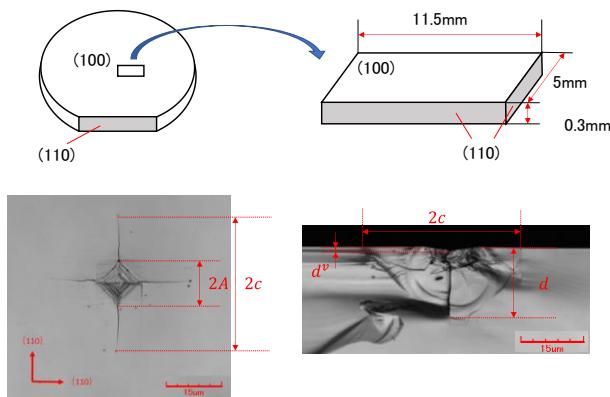


図 2 試験片形状とき裂の各値の位置

## 3. 実験結果と考察

図 3 には測定結果の代表例として、 $600^{\circ}\text{C}$ で加熱前後の圧痕表面と圧痕深さの断面輪郭を示した。

加熱前後の圧痕形状の変化をレーザー顕微鏡の計測モードにより計測し、加熱前後の形状の比較結果から、圧痕およびき裂周囲の形状が変化して

いる様子が確認できる。圧痕周囲の高さや圧痕深さも特定の温度域で加熱保持することで変化していることが分かった。単結晶シリコンを加熱することにより圧痕周辺の高密度化を緩和する可能性を確認できた。

熱処理に伴い強度特性についても考察を行った。

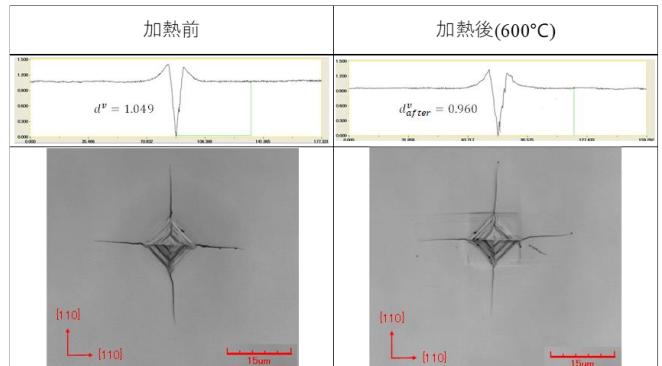


図 3 加熱した試験片表面と圧痕深さ

## 4. 結論

本研究では、単結晶シリコンの温度履歴が表面強度特性へ及ぼす影響を明らかにすることを試みた。特定の温度域での加熱により、圧痕深さの回復など圧痕周辺の形状変化を明確にできた。

## 5. 参考文献

- (1) 林國郎, 辻本真司, 岡本泰則, 西川友三, 単結晶 Si の破壊じん性, 材料, Vol. 40, No. 451, pp. 405-410 (1991)
- (2) 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, 99. 488-494 (1992)
- (3) B. R. Lawn, A. G. Evans, and D. B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.*, 63, (1980) 574.
- (4) 加藤嘉成, ビッカース圧子押し込みによるガラスのクラックの発生しやすさの研究 NEW GLASS Vol. 26 No. 2 p26-29 (2011)
- (5) Yoshinari Kato, Hiroki Yamazaki, Satoshi Yoshida, Jun Matsuoka, Effect of densification on crack initiation under Vickers indentation test, *Journal of Non-Crystalline Solids* 356 (2010) 1768-1773