

単結晶シリコンマイクロ構造の
引張強度と疲労に関する実験力学的研究

上杉 晃生

目次

第1章	序論	1
1.1	本研究の背景と目的	1
1.2	本論文の構成	3
第2章	単結晶シリコンマイクロ構造の引張破壊強度と破壊進展に及ぼす表面状態と結晶方位の影響	9
2.1	はじめに	9
2.2	実験	11
2.2.1	測定方法	11
2.2.2	試験片作製	13
2.3	測定結果	16
2.4	破断形状及び破壊の起点	18
2.5	考察	22
2.5.1	<111>引張破壊に及ぼす表面損傷の影響	22
2.5.2	<100>引張破壊に及ぼす表面損傷の影響	23
2.5.3	<110>引張破壊に及ぼす表面損傷の影響	25
2.6	まとめ	28
第3章	真空高温引張試験装置の開発とシリコン破壊挙動に周囲温度が及ぼす影響の評価	31
3.1	はじめに	31
3.2	真空高温引張試験装置の開発	32
3.2.1	試験装置概要	32
3.2.2	試験装置改良	35
3.3	(100)シリコンマイクロ構造に対する高温引張試験	38
3.3.1	試験片作製	38
3.3.2	測定結果	39
3.3.3	破断部形状と試験温度の関係	40
3.3.4	考察	43
3.4	(110)シリコンマイクロ構造に対する高温引張試験	44
3.4.1	試験片作製	44
3.4.2	測定結果	46
3.4.3	考察	47

3.5	すべりによるステップが引張強度に及ぼす影響	50
3.6	まとめ	52
第4章	ひずみゲージ集積並列引張疲労試験法の開発	55
4.1	はじめに	55
4.2	試験デバイス	57
4.2.1	試験チップの設計	57
4.2.2	集積化ひずみゲージ	58
4.2.3	試験デバイスの作製	59
4.3	測定方法	61
4.4	実験	63
4.4.1	ひずみゲージ校正	63
4.4.2	並列引張試験	64
4.5	結果	64
4.5.1	ひずみゲージ校正	64
4.5.2	並列引張試験	65
4.6	考察	69
4.7	まとめ	70
第5章	結論	73
付録		
付録A	引張試験片の作製プロセス	77
付録B	抵抗加熱を用いた高温引張試験装置の検討	81
1.	概要	81
2.	試験装置構成	81
3.	ピエゾステージへの熱伝導の影響	82
4.	まとめ	82
付録C	高温引張試験での画像相関法を用いたひずみ計測の検討	85
1.	概要	85
2.	セットアップ	85
3.	測長安定性の評価	87
4.	まとめ	88

付録 D 静電チャックによる試験片把持を用いた引張疲労試験の高速化の検討	89
1. 概要	89
2. ステージ変位振幅の周波数依存性	89
3. 高周波数での計測精度	90
4. 繰り返し負荷中の試験片把持の安定性	91
5. まとめ	92
付録 E 引張-圧縮変形の共振を用いた高速疲労試験の検討	95
1. 縦波による引張-圧縮変形の共振を用いた疲労試験	95
2. 試験片形状	96
3. 共振時の応力解析	98
4. 考察	100
5. まとめ	101
付録 F ねじれ振動子の共振を用いた高速引張疲労試験の検討	103
1. 概要	103
2. 試験デバイス	104
3. まとめ	105
本研究に関連する論文, 発表, 受賞	107
謝辞	113

第1章 序論

1.1 本研究の背景と目的

半導体微細加工技術を応用して、センサやアクチュエータ、信号処理回路などの様々な要素をシリコン基板上の微小領域に集積して機械システムを構築する MEMS (Micro Electro Mechanical System)への注目は近年ますます高まっている。MEMS デバイスは多数のデバイスを一括して作製することが可能であるため、デバイス一つ当たりの製造コストを低くすることができる。MEMS デバイスは現在広く用いられており、圧力センサ[1,2]、加速度センサ[3,4]、角速度センサ[5,6]、ミラーデバイス[7,8]などはその例である。また近年、IoT (Internet of Things)[9]やトリリオンセンサ (trillion sensors)[10]といったネットワークを介した多数のセンサの利用が提唱されており、今後、より多数の MEMS デバイスが多様な環境で用いられるようになると予想される。

MEMS デバイスには、金属材料のほか、単結晶シリコン(single crystal silicon: SCS)や多結晶シリコン(polycrystalline silicon)などのシリコンや、シリコン窒化膜やシリコン酸化膜などのシリコン化合物の薄膜構造が主に用いられ、センサやアクチュエータの可動構造にはシリコンマイクロ構造が用いられることが多い。シリコンは、原料となるケイ素が埋蔵量の多い材料であり、また精製技術も確立していることから高純度の結晶が安価に入手可能な材料である。加えて、半導体製造分野での研究・技術の蓄積から成膜及び加工法が確立されており、また、電気特性についても十分に明らかにされている。

MEMS デバイスの課題は長期信頼性の向上である。振動型角速度センサやミラーデバイスなどでは 1 kHz 以上の高い周波数の振動子を用いて動作するものも多く、可動構造に高応力の繰り返し負荷が短時間で多数かかるため、高信頼性デバイスの設計のためにはマイクロ構造の疲労特性を含めた破壊特性の把握が重要である。しかし、現状ではシリコンの破壊強度・疲労寿命の予測が難しいために極めて高い安全率が設計に用いられ、また、このことからシリコン本来の優れた機械物性を十分には活用できておらず、高性能化の妨げにもなっている。

シリコンマイクロ構造は、金属にみられるような繰り返し応力による転位が移動しないために疲労しない材料と従来は考えられてきたが、1992年に単結晶シリコンでの疲労破壊が報告[11]されて以降、多くの研究者によってマイクロ構造での疲労破壊が報告されている[12-20]。測定方法や測定雰囲気によって疲労寿命は大きく異なるが、いずれの報告においてもパリス則との整合性が良いことが示され、疲労き裂の安定成長によって疲労破壊に至ることが示されてきた[12,13]。そのため、長期信頼性の高いデバイスの設計指標の確立には、初期破壊強度の把握と S-N (stress amplitude vs. number of cycles)曲線の傾きとなる疲労き裂成長速度の支配要因の解明が重要である。

本研究は、MEMS デバイスで一般的な、UV リソグラフィと Deep RIE (reactive ion etching)を用いて SOI (silicon-on-insulator)ウエハから作製した単結晶シリコンのマイクロ構造を研究対象とし、その長期信頼性の向上に資するため、1. 初期破壊強度と破壊進展に及ぼす表面損傷と結晶異方性の影響、2. 加速試験として適用可能な温度範囲の検討、3. 新規引張疲労試験法の開発の3点についての研究を報告する。

1. 初期破壊強度と破壊進展に及ぼす表面損傷と結晶異方性の影響

単結晶シリコンのマイクロ構造の破壊の起点は、加工時に形成される表面損傷並びに欠陥であり、これが初期破壊強度を支配する。半導体微細加工で生じる表面損傷は破壊靱性試験で導入される切欠きに比べて鈍く、破壊靱性値からマイクロ構造の破壊強度を予測することは難しい。そのため、破壊強度の予測を実現するためには実際の加工で生じる表面損傷と破壊強度の関係の定量化が有効である。

本研究では、形状パターニングプロセスの加工条件を変更して表面状態に差異を持たせた試験片を面方位(100)及び(110)のウエハから異なる結晶方位を引張軸とするように作製し、室温大気解放下で引張試験による強度計測を行った。走査電子顕微鏡(scanning electron microscope: SEM)を用いた破断部の観察及び破壊の起点となった表面損傷・欠陥の計測によって、表面損傷と引張強度の関係、並びに結晶異方性が初期のき裂進展に及ぼす影響を考察する。

2. 加速試験として適用可能な温度範囲の検討

一般に疲労寿命を短時間で推定する方法として加速試験が挙げられるが、単結晶シリコンのマイクロ構造の疲労寿命計測での加速試験の方法は確立されていない。シリコンの疲労モデルの一つとして、繰り返し応力部表面での酸化膜の形成とその内部でのき裂の成長が繰り返されて疲労破壊に至るモデル(reaction layer fatigue モデル[18])が報告されており、酸化膜形成に関わる周囲温度を用いた加速試験が考えられる。

加速試験は同一のメカニズムで破壊が発生する条件下で実施する必要がある、破壊メカニズムに変化を及ぼす脆性延性遷移(brittle-ductile transition: BDT)条件を明確にする必要がある。バルクのBDT 温度は 600 °C であるが、近年 BDT 温度の寸法効果が報告され[21-25]、ナノ構造では室温での塑性変形の報告もある[25]。しかし高温でのナノ・マイクロ構造の機械物性計測の難しさから、BDT 条件は現状では十分には解明されていない。

また、周囲温度が機械物性に及ぼす影響を明らかにすることは高温苛酷環境に MEMS デバイスを応用する際の信頼性向上にも資するものである。これは例えば自動車などのエンジンルーム内での計測[26]、地下深部での計測[27]、宇宙環境での利用[28]が挙げられる。一般的な MEMS デバ

イスの動作温度範囲は 80 °C あるいは 120 °C までを想定するが、車載センサへと応用する場合には、エンジンルーム内では 500 °C、排気装置近傍では 800 °C 程度の高温環境での動作を想定する必要があり、高温下での破壊特性などの機械物性変化の把握が重要となっている。

本研究では、マイクロ構造の高温機械物性を計測するための方法として、赤外集光加熱を用いた真空高温引張試験装置を開発し、600 °C までの高温真空下で(100)及び(110)SOI ウエハから作製したマイクロ構造に引張試験を実施した。この測定結果から BDT 温度の寸法効果及び周囲温度による破壊挙動の変化を考察し、加速試験に適用可能な温度範囲を検討する。

3. 新規引張疲労試験法の開発

従来のシリコンマイクロ構造の高サイクル疲労寿命データはほとんどが曲げ共振試験で得られたものであり、他の測定方法を用いたものは少ない。MEMS デバイスの設計指標となる疲労寿命データは様々な応力比の測定方法によって提示されるのが望ましく、また H. Kahn らによって圧縮応力下での疲労き裂成長と応力比による疲労寿命の変化が報告されており [19], これを解明する上でも応力比 0 以上の引張試験で得られた寿命データとの比較は有効である。現状では曲げ試験が 10 kHz 以上での共振変形を用いて実施されるのに対して、引張試験の繰り返し負荷周波数は 100 Hz 以下であることが多く、高い繰り返し負荷回数までの疲労試験のためには繰り返し負荷周波数の向上及び測定時間の短縮が課題となっている。

本研究では引張疲労試験の開発として、集積化ひずみゲージを用いた並列引張疲労試験を提案し、試験システムの開発を行った。この過程で上述の室温・高温での計測に用いた引張試験法を疲労試験に適用した場合の高速化及び繰り返し負荷の高サイクル化の検討、超音波疲労試験を模した引張-圧縮共振変形によるマイクロ構造での疲労試験の実現可能性の検討、ねじれ振動子を用いた非圧縮疲労試験の検討も行った。

提案方法では、単結晶シリコンのピエゾ抵抗効果を利用したひずみゲージを試験片に一体化し、これらを試験チップ上に複数配置し、一括引張疲労試験を実現する。ひずみゲージ集積化による測定系の高剛性化に伴う繰り返し負荷周波数の向上及び測定の並列化によって、高サイクル試験での疲労寿命データの短時間での多数の取得をはかる。集積したひずみゲージと並列引張試験の検証実験により提案手法の実現性と課題を検討する。

1.2 本論文の構成

第1章では序論として本研究の背景及び目的について述べる。

第2章ではマイクロ構造の作製時に生じる表面損傷と結晶異方性がマイクロ構造の初期破壊強度と破壊進展に及ぼす影響を報告する。形状パターンニングプロセスの加工条件を変更することによって表面損傷に差異を持たせた単結晶シリコン試験片(試験部長さ 120 μm , 幅 5 μm , 厚さ 5 μm)を, 面方位(110)の SOI ウエハから $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ の3方位の引張軸にあわせて作製し, また面方位(100)のウエハから $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ の2方位の引張軸にあわせて作製した。室温大気解放下での引張強度を計測し, SEM 観察を用いた破断形状及び破壊起点の分析によって, 表面損傷と引張強度の関係, 並びに結晶異方性が破壊進展に及ぼす影響を議論する。

第3章では赤外光集光加熱を用いた真空高温引張試験装置の開発を報告し, 結晶方位・寸法の異なるマイクロ構造に対する 600 $^{\circ}\text{C}$ までの高温引張試験結果を, 引張強度変化と BDT によるすべりの出現に焦点を当てて考察する。引張方位を $\langle 110 \rangle$ 方位とする試験部長さ 120 μm , 厚さ 5 μm で幅 4 μm あるいは 9 μm の単結晶シリコン試験片を面方位(100)の SOI ウエハから作製して高温引張試験を行い, 試験装置の検証を行うとともに, 引張強度, 塑性変形であるすべりやくびれの現れる温度域と破壊形状について評価を行う。また, BDT 温度の寸法効果の評価方法として, 面方位(110)の SOI ウエハから幅寸法や引張方位の異なる試験片を一括して作製して測定する方法を提案し, 作製した試験部幅 2 μm と 5 μm の試験片を用いて, すべりやくびれの形状に対する結晶異方性の影響やそれらの引張強度への影響を考察する。

第4章ではナノ・マイクロ構造の引張疲労寿命データを短時間で多数取得するための集積化ひずみゲージを用いた並列引張疲労試験の開発を報告する。提案手法の概要, 試験デバイスの設計, 試験装置の構成について述べる。集積化ひずみゲージの校正実験から得られた出力の線形性・ノイズからマイクロ構造の材料試験での有効性を考察し, また準静的並列引張試験の検証実験から疲労試験時に適用可能な負荷周波数範囲と計測精度を検証し, 提案手法の課題について考察する。

第5章では本論文で得られた結論をまとめる。

付録として, 第2, 3章の測定に用いた引張試験片の作製プロセスの詳細を『付録 A 引張試験片の作製プロセス』に記し, 第3章の高温引張試験装置開発に関連する検討を『付録 B 抵抗加熱を用いた高温引張試験装置開発の検討』, 『付録 C 高温引張試験での画像相関法に基づく伸び計測の検討』に記載し, 第4章の引張疲労試験法の開発に関連する検討を『付録 D 静電チャックを用いた引張疲労試験の高速化の検討』, 『付録 E 引張-圧縮変形の共振を用いた高速疲労試験の検討』, 『付録 F ねじれ振動子の共振を用いた高速引張疲労試験の検討』で述べる。

参考文献

- [1] Tufte, O.N., Chapman, P.W., and Long, D., “Silicon diffused-element piezoresistive diaphragms”, *Journal of Applied Physics*, 1962, 33 (11), pp. 3322-3327.
- [2] Ngo, H.-D., Tekin, T., Vu, T.-C., Fritz, M., Kurniawan, W., Mukhopadhyay, B., Kolitsch, A., Schiffer, M., and Lang, K.-D., “MEMS sensor with giant piezoresistive effect using metall-semiconductor hybrid structure”, 2011 16th International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, TRANSDUCERS'11, 2011, art. no. 5969160, pp. 1018-1021.
- [3] Su, S.X.P., Yang, H.S., and Agogino, A.M., “A resonant accelerometer with two-stage microleverage mechanisms fabricated by SOI-MEMS technology”, *IEEE Sensors Journal*, 2005, 5 (6), pp. 1214-1222.
- [4] Tsuchiya, T., Hamaguchi, H., Sugano, K., Tabata, O. “Design and fabrication of a differential capacitive three-axis SOI accelerometer using vertical comb electrodes”, *IEEJ Transactions on Electrical and Electronic Engineering*, 2009, 4 (3), pp. 345-351.
- [5] Ayazi, F., and Najafi, K., “A HARPSS polysilicon vibrating ring gyroscope”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2001, 10 (2), pp. 169-179.
- [6] Acar, C., and Shkel, A.M., “Inherently robust micromachined gyroscopes with 2-DOF sense-mode oscillator”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2006, 15 (2), pp. 380-387.
- [7] Piyawattanametha, W., Barretto, R.P.J., Ko, T.H., Flusberg, B.A., Cocker, E.D., Ra, H., Lee, D., Solgaard, O., and Schnitzer, M.J., “Fast-scanning two-photon fluorescence imaging based on a microelectromechanical systems two-dimensional scanning mirror” , *Optics Letters*, 2006, 31 (13), pp. 2018-2020.
- [8] Baran, U., Brown, D., Holmstrom, S., Balma, D., Davis, W.O., Murali, P., and Urey, H., “Resonant PZT MEMS scanner for high-resolution displays”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2012, 21 (6), art. no. 6265333, pp. 1303-1310.
- [9] Atzori, L., Iera, A., Morabito, G., “The Internet of Things: A survey”, *Computer Networks*, 2010, 54 (15), pp. 2787-2805.
- [10] Bryzek, J., “Roadmap for the Trillion Sensor Universe”,
[Online] http://www-bsac.eecs.berkeley.edu/scripts/show_pdf_publication.php?pdfID=1365520205.
- [11] Connally, J.A., and Brown, S.B., “Slow Crack Growth in Single-Crystal Silicon” , *Science*, 1992, Volume 256 (5063) pp.1537-1539.
- [12] Kamiya, S., Amaki, S., Kawai, T., Honda, N., Ruther, P., Gaspar, J., and Paul, O., “Seamless interpretation of the strength and fatigue lifetime of polycrystalline silicon thin films”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, 18 (9), art. no. 095023.
- [13] Kamiya, S., Tsuchiya, T., Ikehara, T., Sato, K., Ando, T., Namazu, T., and Takashima, K., “CROSS comparison of fatigue lifetime testing on silicon thin film specimens”, *Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 2011, art. no. 5734447, pp. 404-407.

- [14] Baumert, E.K., Theillet, P.-O., and Pierron, O.N., “Investigation of the low-cycle fatigue mechanism for micron-scale monocrystalline silicon films”, *Acta Materialia*, 2010, 58 (8), pp. 2854-2863.
- [15] Hong, V.A., Yoneoka, S., Messina, M.W., Graham, A.B., Salvia, J.C., Branchflower, T.T., Ng, E.J., and Kenny, T.W., “Fatigue experiments on single crystal silicon in an oxygen-free environment”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2015, 24 (2), art. no. 6847696, pp. 351-359.
- [16] Bagdahn, J., and Sharpe Jr., W.N., “Fatigue of polycrystalline silicon under long-term cyclic loading”, *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2003, 103 (1-2), pp. 9-15.
- [17] Ikehara, T., and Tsuchiya, T., “Low-cycle to ultrahigh-cycle fatigue lifetime measurement of single-crystal-silicon specimens using a microresonator test device”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2012, 21 (4), art. no. 6193401, pp. 830-839.
- [18] Muhlstein, C.L., Brown, S.B., and Ritchie, R.O., “High-cycle fatigue and durability of polycrystalline silicon thin films in ambient air”, *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2001, 94 (3), pp. 177-188.
- [19] Kahn, H., Ballarini, R., Bellante, J.J., and Heuer, A.H., “Fatigue failure in polysilicon not due to simple stress corrosion cracking”, *Science*, 2002, 298 (5596), pp. 1215-1218.
- [20] Tanemura, T., Yamashita, S., Wado, H., Takeuchi, Y., Tsuchiya, T., and Tabata, O., “Fatigue characteristics of polycrystalline silicon thin-film membrane and its dependence on humidity”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2013, 23 (3), art. no. 035032.
- [21] Tsuchiya, T., Ikeda, T., Tsunematsu, A., Sugano, K., and Tabata, O., “Tensile Testing of Single-Crystal Silicon Thin Films at 600°C Using Infrared Radiation Heating”, *Sensors and Materials*, 2010, 22 (1), pp. 1-11.
- [22] Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., and Sato, K., “Mechanical properties of a micron-sized SCS film in a high-temperature environment”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2006, 16 (4), pp. 715-720.
- [23] Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., Sato, K., “Effect of temperature on fracture toughness in a single-crystal-silicon film and transition in its fracture mode”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, 18 (1), art. no. 015026.
- [24] Namazu, T., Isono, Y., and Tanaka, T., “Plastic deformation of nanometric single crystal silicon wire in AFM bending test at intermediate temperatures”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2002, 11 (2), pp. 125-135.
- [25] Han, X., Zheng, K., Zhang, Y., Zhang, X., Zhang, Z., and Wang, Z.L., “Low-temperature in situ large-strain plasticity of silicon nanowires”, *Advanced Materials*, 2007, 19 (16), pp. 2112-2118.
- [26] Fleming, W.J., “Overview of Automotive Sensors”, *IEEE Sensors Journal*, 2001, 1 (4), pp. 296-308.

- [27] Kähler, J., Stranz, A., Doering, L., Merzsch, S., Heuck, N., Waag, A., and Peiner, E., “Fabrication, packaging, and characterization of p-SOI Wheatstone bridges for harsh environments”, *Microsystem Technologies*, 2012, 18 (7-8), pp. 869-878.
- [28] Chakraborty, I., Tang, W.C., Bame, D.P., and Tang, T.K., “MEMS micro-valve for space applications”, *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2000, 83 (1), pp. 188-193.

第2章

単結晶シリコンマイクロ構造の引張破壊強度と破壊進展に及ぼす表面状態と結晶方位の影響

2.1 はじめに

MEMS デバイスの長期信頼性の向上のためには初期破壊強度の把握と疲労き裂の成長を定める要因を解明することが重要であり、マイクロ構造の破壊強度の定量的な予測と破壊進展メカニズムの解明が重要である。本章では、半導体微細加工によって形成される表面損傷と結晶異方性が単結晶シリコンマイクロ構造の破壊に及ぼす影響を報告する。測定対象は、SOI ウエハから Bosch プロセスによる Deep RIE を用いた形状パターニングプロセスで作製したマイクロ構造である。パターニングプロセスの加工条件を変更することによって表面損傷に差異を持たせた試験片に対し、異なる面方位・引張方位で室温大気解放下にて引張試験を行う。SEM 観察に基づくフラクトグラフィ及び破壊の起点となった表面損傷・欠陥の寸法計測によって試験片間の引張強度の差異を考察し、表面損傷が破壊強度に及ぼす影響の定量的な評価と結晶異方性が破壊進展に及ぼす影響の考察を行う。

単結晶シリコンの室温における破壊形態は脆性破壊であり、塑性変形をほとんど伴わずに突発的に破壊が生じる。この破壊形態ゆえに構造表面の欠陥や損傷によって破壊強度は大きく低下する。一般に構造のもつ欠陥に対する破壊強度の評価方法として破壊靱性試験が行われる。単結晶シリコンの薄膜構造においても集束イオンビーム(focused ion beam: FIB)を用いた切欠き形成による破壊靱性試験が報告されている[1]。しかし、微細加工で形成される欠陥の形状は切欠きに比べて鈍く、破壊靱性試験の結果から一般的な単結晶シリコン薄膜構造の強度を推定することはできていない。破壊強度の推定が難しいことから、MEMS デバイス設計においては極めて高い安全率が用いられ、現在の MEMS デバイスは単結晶シリコン本来の優れた材料特性を十分に活用できておらず、高性能化の妨げとなっている。

本研究では微細加工で形成される表面損傷を基準として破壊強度への影響の定量的な評価を目指す。これまでも微細加工プロセスが破壊強度への影響に関する研究がいくつか報告されており、T. Yi らはシリコンのウェットエッチング溶液の種類が及ぼす影響を報告しているが[2]、十分

な定量性のある報告は少ない。本研究は Deep RIE を用いたパターンニングプロセスを用いて SOI ウェハから作製したマイクロ構造を測定対象とする。SOI ウェハと Bosch プロセスは MEMS デバイスの作製で広く用いられている。Bosch プロセスを用いた Deep RIE では等方性のプラズマエッチング工程とパッシベーション膜の形成工程を繰り返すことでアスペクト比の高い構造を作製でき、デバイス作製に広く用いられている。作製した構造は特徴的な表面損傷を持ち、形成過程・位置によって次のように分類される。また図 2-1 に表面損傷の概要を示す。

- ・マスクダメージ : エッチングの進行に伴ってレジストマスクが損傷を受けて後退し、構造上面角部に損傷が生じる。
- ・スキヤロップス : 等方性プラズマエッチングと側壁保護のサイクルを繰り返すことで、そのサイクル数だけ側面に周期的な凹凸状の損傷が生じる。また、凹凸の大きさと周期数は 1 サイクルあたりのエッチング量に依存する。
- ・ノッチングダメージ : Bosch プロセスの停止層となる SiO₂ 層表面の電荷によるイオンの偏向により構造底面角部が損傷を受けることにより生じる。

これらの表面損傷はウェハ自体の持つ表面欠陥に比較してはるかに大きく、単結晶シリコンの破壊強度の支配的な要因となりうるものである。Bosch プロセスは広く用いられている加工方法であり、これらの表面損傷が単結晶シリコンの破壊に及ぼす影響についてはいくつか報告がなされている[3,4]。また、Bosch プロセスの後工程によって表面損傷をエッチングにより平滑化する手法やアニーリングにより回復させる手法も報告されている[5-7]。

本研究では、形状パターンニングプロセスによって表面損傷に差異を持たせた試験片(試験部長さ

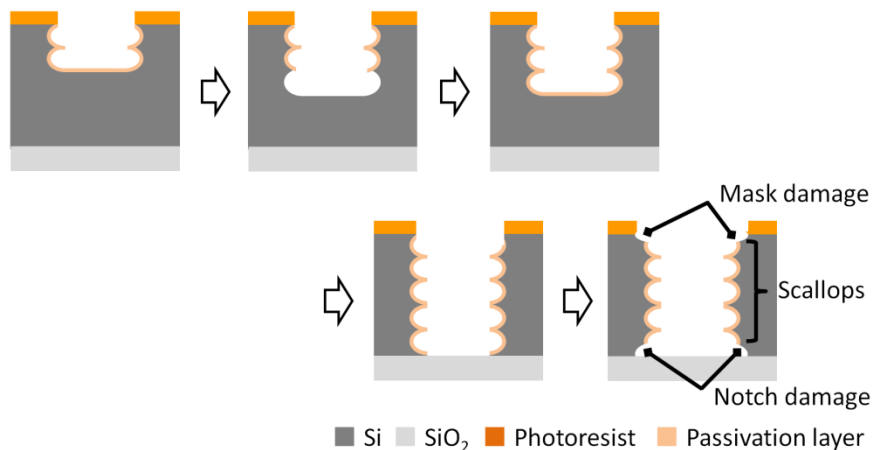


Fig. 2-1 Surface damage caused by the Bosch process.

120 μm , 幅 5 μm , 厚さ 5 μm)に対し, 異なる面方位・引張方位で室温大気解放下で引張試験を行い, 破壊強度に及ぼす表面状態・結晶異方性の評価する. 表面状態による単一の影響だけではなく, 結晶異方性の影響を含めた複合的な要因の影響を評価することで, 破壊強度の定量的な予測と初期破壊進展の解明を目指す. また SEM 観察を用いた破断形状及び破壊起点の特定, 破壊起点となった表面損傷・欠陥の寸法計測から SOI ウエハから作製したマイクロ構造の破壊強度に対する両影響を定量的に議論する.

2.2 実験

2.2.1 測定方法

破壊強度の評価方法として本研究では静電チャックを用いた単軸引張試験[8]を用いた. 引張試験は機械的特性の最も単純な評価方法であるが, 一般にマイクロ構造の強度評価では曲げ試験を用いられることが多く, これは微細な試験片構造の把持が難しいためである. しかし, 曲げ試験と引張試験とでは破壊時の応力状態が大きく異なる. 曲げ試験では変形方向に沿った応力分布が存在するため, 特定位置の表面欠陥・損傷が破壊に及ぼす影響の評価となるが, 一方で引張試験では面内・膜厚方向に存在する表面欠陥の影響を等しく評価することが可能であり, 上底面, 側面, 角部という構造表面を構成するすべての部位がもつ表面欠陥の影響を評価することが可能である. また結晶異方性の影響の評価において, 引張試験では単一の結晶方位に与えた負荷が破壊に及ぼす影響を評価することが可能である. 以上の理由から本研究では引張試験を用いて破壊強度に及ぼす表面状態及び結晶方位の影響の評価を行う.

静電チャックを用いた単軸引張試験装置の概要と諸元をそれぞれ図 2-2 と表 2-1 に示す. この試験方法では片持ち梁構造の試験片の自由端を絶縁膜(Si_3N_4)で被覆されたシリコン製プローブに把持する. プローブと試験片表面の間に直流電圧を印加することで絶縁膜を挟んでプローブと試験片自由端に正負の電荷が集められる. 試験片の把持にはこの電荷により生じる静電気力を垂直抗力とする静止摩擦力を用いる. この静止摩擦力は式(2-1)を用いて表される.

$$F_{\text{Friction}} = \mu F_{\text{Electrostatic}} = \mu \frac{\epsilon_r \epsilon_0 S V^2}{2d^2} \quad (2-1)$$

ここで F_{Friction} , $F_{\text{Electrostatic}}$ はそれぞれ試験片把持のための静止摩擦力と静電気力を表し, ϵ_0 と ϵ_r はそれぞれ真空中の誘電率と絶縁膜の比誘電率を表す. また S はプローブと試験片の接触部分の面積, V は試験片とプローブの間の印加電圧, d はプローブの絶縁膜の厚さである. この試験片把持方法の長所としては, 試験片に直接接触することなく把持できる為に試験片への損傷を低減できること, また, 試験片の把持の制御を印加電圧の制御により容易に行えることが挙げられる.

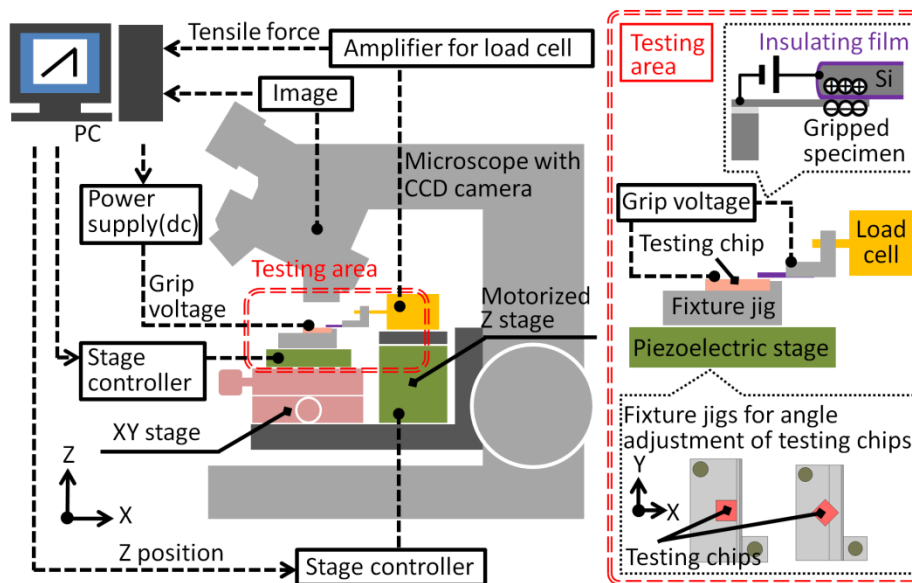


Fig. 2-2 Block diagram of tensile-testing system.

Table 2-1 Specification of testing system.

Piezoelectric stage: P-780.20 (PI)	
Maximum displacement	80 μm (static control)
Displacement measurement	Embedded LVDT sensor
Controller for stage	E-503
Load cell: LTS-50GA (Kyowa Electric Instruments)	
Load capacity	500 mN
Amplifier for load cell	WGI-300C
Motorized Z stage: OptMike SOM-B15E (SIGMA KOKI)	
Position measurement	Embedded encoder
Controller for stage	OMEC-2BF
Fixture jig of testing chip	
Control angle of testing chips	$0^\circ, 45^\circ, 54.7^\circ$

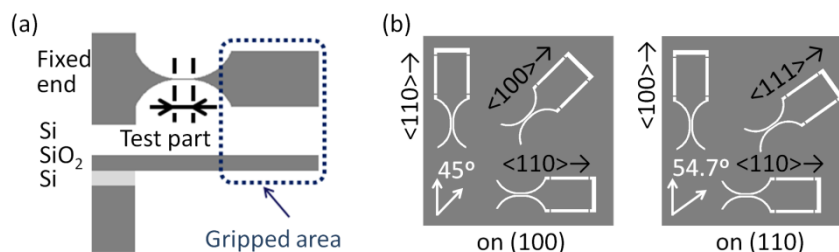


Fig. 2-3 Tensile-testing specimen designs.

(a) Top and cross sectional views of SOI specimen.

(b) Specimen arrangements for (100) and (110) testing wafers.

本章で測定対象とする単結晶シリコンのマイクロ構造における引張強度は高くとも 10 GPa 程度であると考えられる。試験片の持つ把持部および試験部断面の寸法を考慮すると、試験片とプローブの間の静止摩擦係数 μ を 0.3、プローブの絶縁膜厚を 200 nm とした場合、破壊強度評価で試験片の把持に必要な印加電圧は式(2-1)より約 40 V と見積もられる。しかし、これは試験片とプローブの接触状態が理想的な場合であり、実際には試験片やプローブの表面に存在する微細な汚れなどによって見積もった印加電圧では十分な静止摩擦力が得られず、プローブと試験片の間に滑りが生じる。印加電圧の大きさは原理上強度評価に影響を及ぼさないため、窒化シリコン膜の絶縁耐圧が室温では 230 V 程度であることを考慮して引張試験時の印加電圧は 180 V とした。

測定は CCD カメラを取り付けた光学顕微鏡下で行われ、ピエゾステージ(積層圧電素子アクチュエータ駆動ステージ)を用いて試験片の位置制御を行い、プローブを荷重計測軸に取り付けたロードセルを用いて荷重計測を行う。ピエゾステージには LVDT センサ(linear variable differential transformer(線形可変差動変圧器)センサ)が内蔵されており、そのフィードバックによってステージ変位を線形に制御し、またステージ変位量を PC に出力する。ロードセルの出力は計装用増幅器で増幅した後に PC でデータ収録を行い、ステージ変位量の情報と試験片の加わる引張荷重を同期して計測する。

プローブに対する試験片の水平位置を調整するため、ピエゾステージは水平 2 軸の手動ステージに搭載する。また、同チップに作製された異なる方位の試験片を測定するために、試験チップは高さ 0.2 mm の角度調整のためのガイドを持つ治具を用いて固定する。このガイドの角度は X 軸に対して 0°, 45°, 54.7°となっている。試験片とプローブ間の鉛直方向のギャップは自動ステージを用いてマイクロメートルオーダーの分解能で制御する。

2.2.2 試験片作製

試験片と試験チップの設計形状を図 2-3 に示す。図 2-3a に示すように試験片の作製には SOI ウェハを用いる。試験片は一端をウェハに固定された片持ち梁構造となっており、試験部(平行部)寸法は長さ 120 μm 、幅 5 μm 、厚さ 5 μm である。試験部の自由端側は静電チャックによる把持のためのパドル状の構造となっており、その寸法は長さ 930 μm 、幅 600 μm とした。この自由端側の構造は幅 10 μm の梁によって基板に支持されており、作製中に試験片が破断するのを防ぐ。これらの梁は測定の直前にレーザーシステム HL-10L-SK (HOYA CANDEO OPTRONICS)を用いて切断する。本試験片の試験部には切欠きを設計していないため、試験片作製中に形成される表面損傷が試験部の持つ最も大きな損傷となって破壊の起点となる。また、結晶異方性が破壊強度に及ぼす影響を評価する上で、ウェハ間のばらつきの影響を受けないように同一ウェハ上に異なる結晶方位を引張方位とする試験片を作製する。本研究では単結晶シリコンの主要結晶方位である

<100>, <110>, <111>の3方位について評価を行うために面方位が(110)のウエハ(以下, (110)ウエハと表す。)を用い, 引張方位を各結晶方位に対応させて試験チップを設計した。また, 面方位の差異が破壊強度に及ぼす影響を評価するため, (100)ウエハを用いて<100>, <110>の2方位に引張方位を沿わせた試験片を設計した(図2-3b)。

試験片の作製プロセスの概要を図2-4に示し, 作製に用いたSOIウエハの諸元を表2-2に示す。一般的なSOIデバイスの作製プロセスである, UVリソグラフィ(図2-4a)とBoschプロセスを用いたデバイス層シリコンに対する試験片形状のパターニング(図2-4b), Boschプロセスを用いたハンドル層シリコンに対する裏面からのパターニング(図2-4c)と埋め込み酸化膜のエッチング(図2-4d)を用いて試験片を作製した。より詳細な作製プロセスと各章で用いた引張試験片の作製プロセスの差異については『付録A 引張試験片の作製プロセス』に記載する。

本章の試験片作製では, 表面損傷が破壊強度に及ぼす影響を評価することを目的として, 試験片のパターニングプロセス(図2-4(b))で3通りの加工条件を用い, 他の工程では全て同じ加工条件を用いた。形状パターニングプロセスの加工条件を表2-3に示し, 作製した試験片をSEMを用いて伏角45度で観察した結果を図2-5に示す。試験片形状パターニングプロセスはBoschプロセスと表面残渣除去処理との2つの工程から構成される。表面残渣除去処理は酸混合液(硝酸96%+酢酸3%+フッ酸1%)によるシリコンの等方性ウェットエッチングであり, フォトリソグランドなどの残渣を取り除いてウエハ表面の均質化を行うプロセスで, Boschプロセスの前工程として行う。AとBではBoschプロセスの前工程の面残渣除去処理の処理時間を変更し, 一方でCでは表面残渣除去処理をBoschプロセスの後に行った。これはBoschプロセスによって生じる表面損傷を等方性エッチングにより除去し, 平滑化することを目的としたものである。

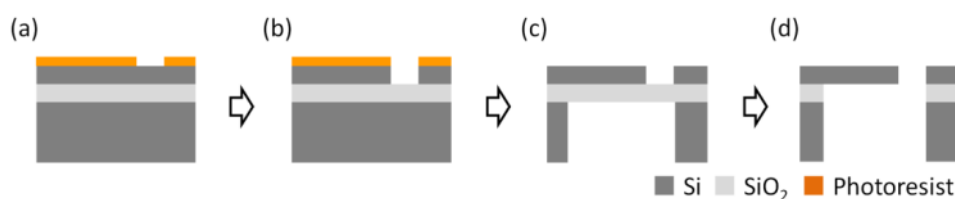


Fig. 2-4 Specimen fabrication process.

- (a) UV photolithography.
- (b) Specimen patterning.
- (c) Handle layer patterning.
- (d) Sacrificial oxide layer removal.

Table 2-2 Specification of SOI wafers used for specimen fabrication.

Surface orientation	Orientation flat	Device layer (Si) thickness	Buried oxide layer (SiO ₂) thickness	Handle layer (Si) thickness
(110)	<110>	5.0±1.0	0.5±0.05	400±15
(100)	<110>	5.0±0.5	1±0.1	400±25

Table 2-3 Processing conditions during specimen patterning.

Type	Surface orientation of SOI wafer	Processing conditions during specimen patterning	
		1st step	2nd step
A	(110)	Surface treatment* (15 sec)	Bosch process (~5 μm)
B		Surface treatment* (5 sec)	Bosch process (~5 μm)
C		Bosch process (~5 μm)	Surface treatment* (30 sec)
P	(100)	Identical conditions with type B	

* Surface treatment process with an isotropic silicon etching solution for surface residue removal.

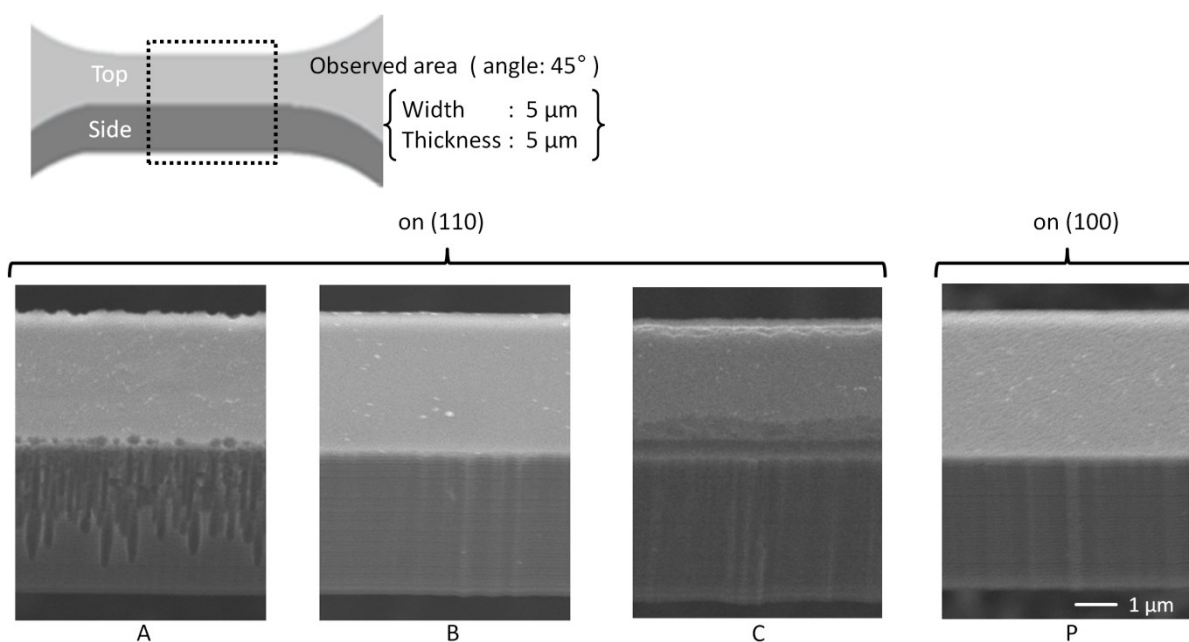


Fig. 2-5 Fabricated specimens' surface morphologies.

(110)ウエハに対してA, B, Cの3通りの加工条件を用いて試験片作製を行い, それぞれ試験片A, B, Cとした. 作製の結果, 試験片Bで最も良い表面状態が観察された. 表面残渣除去処理の時間を変更した試験片Aと試験片Bでは, 処理時間の長かった試験片Aが上面角部及び側面に大きな損傷を持っている. これは, 表面残渣除去処理が過剰であったためにレジストマスクの縁の部分までもエッチングされてしまい, この損傷を受けたレジストマスクに沿って Bosch プロセスが進行したために生じたと考えられる. また試験片Cでは, 試験片Aと比較して側面の加工状態は滑らかであるが, 上面角部に大きな損傷が見られる. これは, Bosch プロセスの際に生じた上面角部の損傷を起点に, 続く表面残渣処理の過程でエッチングが進み, 大きく除去されてしまったことによるものと考えられる. (100)ウエハを用いた試験片作製ではBと同一の加工条件を用い, これを試験片Pとした. 図2-5に示すように試験片BとPはほぼ同質の表面状態を持ち, 結晶方位の影響の比較が可能である.

2.3 測定結果

作製した4種類の試験片 A, B, C, P に対して、大気中室温で単軸引張試験を行った。図 2-6 に試験片 B の<110>方位のステージ変位-応力曲線を示す。全ての試験片の測定でステージの変位速度は $1.0 \mu\text{m/s}$ で制御し、測定データをもとに算出した負荷速度はおよそ 0.14 GPa/s であった。これは $8.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 程度のひずみ速度に相当する。図 2-6 のグラフでは、引張応力はステージ変位の増加に伴って線形に増加し、約 3.8 GPa まで増加したところで 0 GPa まで急激に低下したことを示している。この応力低下は試験片の破断を表わしており、引張応力の線形的な増加中に破断が起きるのは脆性材料の典型的な破壊の特徴を示している。

各試験片の引張強度の平均ランク法に基づいた累積破壊確率を図 2-7 に示す。図 2-7a には(110)ウエハから作製した試験片 A, B, C の累積破壊確率を示し、図 2-7b には面方位の異なるウエハから同一加工条件を用いて作製した試験片 B, P の累積破壊確率を示す。また、各引張方位・各加工条件での平均引張強度を表 2-4 に示す。本測定ではウエハ上の試験片採取位置の差異による引張強度への影響はみられなかった。試験片 P の測定数が他に比べて少ないが、これは引張疲労試験の測定に用いたためである。引張疲労試験の詳細は『付録 D 静電チャックによる試験片把持を用いた引張疲労試験の高速化の検討』に記載する。

試験片 A, B, C では表面形態の差異による引張強度への影響が顕著であり、試験片 A と B で 3 方位の平均引張強度が約 1.8 GPa から約 3.6 GPa へと 2 倍程度にまで増加している。表面状態と比較して引張方位の平均引張強度の影響は小さい。すなわち、いずれの表面状態の試験片でも平均引張強度からの各方位の平均引張強度のばらつきは 10 %以下であり、MEMS デバイスの設計で重視される<110>方位の平均引張強度を基準とした場合でも 15 %以下であった。

結晶方位の影響は表面状態により変化した。試験片 A では<110>, <111>, <100>方位の順に平均引張強度が高く、<100>と<110>方位の間で 15 %程度の差異があるのに対して、試験片 B では結晶方位間で 2 %以下の差異しかない。一方 Bosch プロセスの後に表面残渣処理を行った試験片 C では、試験片 A と試験片 B とは異なる傾向が見られた。<111>方位の平均引張強度が他方位に対して突出して高い。またもう一つの特徴として<110>方位の強度のばらつきが他に比べて大きいことが挙げられる。これらは試験片 C の上面角部の損傷が大きいことに起因するものと考えられる。

試験片 B と P では同じ表面状態を持つが、その平均引張強度は、(110)ウエハの試験片 B の方が(100)ウエハの P よりも<100>と<110>の両方位で高い。特に<110>方位の試験片では、結晶構造上は両者は等価であるにも関わらず、試験片 B の方が 13 %ほど高い。また、試験片 P は平均引張強度の引張方位間のばらつきが 14 %と大きい。

Table 2-4 Average strengths, their variations, and Weibull distribution parameters of the four types of specimens.

Type	Surface orientation	Tensile axis	Number of specimens	Average strength [GPa]		Average strength variation on each type		Weibull distribution parameters	
				Orientations	Total	from total average	from <110> strength	Scale factor σ_0 [GPa]	Weibull modulus m
A	(110)	<100>	30	1.61	1.78	-9.9 %	-14.8 %	1.70	8.94
		<110>	29	1.89		5.8 %	-	2.01	7.10
		<111>	30	1.86		4.1 %	-1.6 %	1.93	12.25
B	(110)	<100>	22	3.69	3.64	1.3 %	1.9 %	3.92	7.73
		<110>	26	3.62		-0.6 %	-	3.90	6.06
		<111>	29	3.62		-0.6 %	0 %	3.81	9.54
C	(110)	<100>	25	2.59	2.76	-6.3 %	-3.7 %	2.76	7.07
		<110>	22	2.69		-2.6 %	-	2.91	5.47
		<111>	28	3.01		8.9 %	11.9 %	3.17	9.29
P	(100)	<100>	10	2.70	2.92	-7.5 %	-14.0 %	2.84	8.61
		<110>	9	3.14		7.5 %	-	3.32	7.90

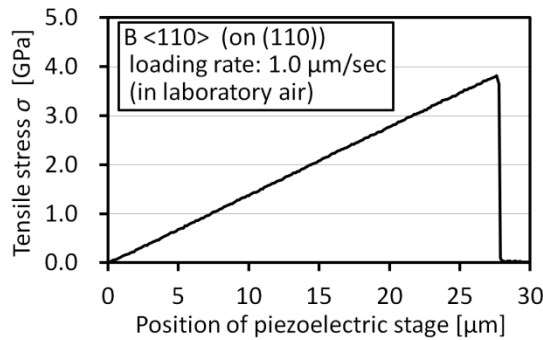


Fig. 2-6 Tensile stress as a function of position of the piezoelectric stage.

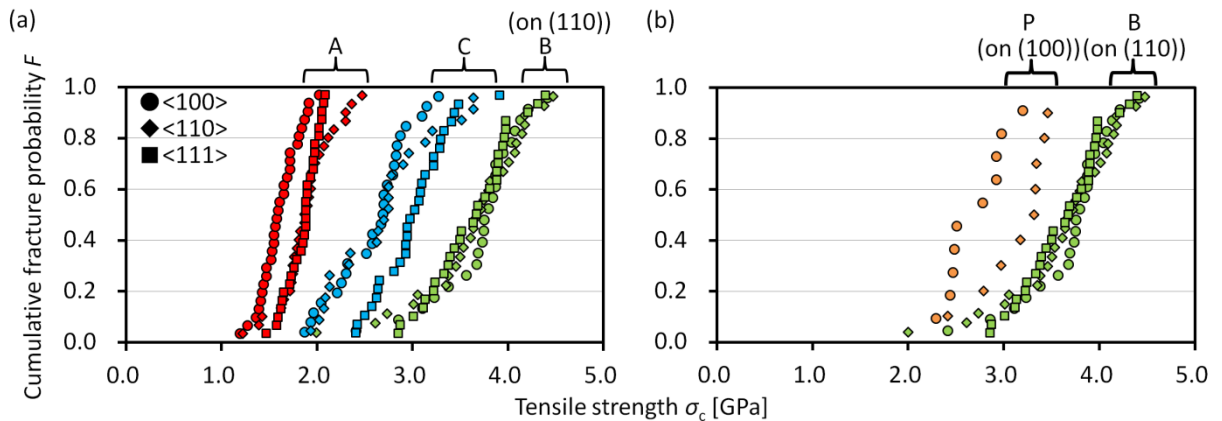


Fig. 2-7 Tensile stress as a function of position of the piezoelectric stage.

(a) (110) specimens with different fabrication conditions.

(b) (100) and (110) specimens with the identical fabrication conditions.

引張強度のばらつきはワイブル分布(Weibull distribution)[9]を用いて解析した。脆性材料の破壊強度のばらつきはワイブル分布を用いてフィッティングすることができ、破壊の原因となる損傷が1種類である場合、累積破壊確率は式(2-2)で表すことができる。

$$F = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right)^m\right\} \quad (2-2)$$

ここで F , σ_c はそれぞれ累積破壊確率と破壊強度を表し, σ_0 と m はそれぞれ尺度母数(Scale factor)と形状母数(Weibull modulus)と呼ばれるワイブル分布の分布形状を定めるパラメータである。構造強度の信頼性を考える上ではばらつきの指標である形状母数 m も重要である。形状母数 m が大きいほど破壊強度のばらつきが小さいことを表す。

測定結果に対するフィッティングで得られた尺度母数と形状母数を表 2-4 に示す。同種の試験片でも引張方位によって形状母数の大きさは変化しているが、試験片 A, B, C では加工条件の差異に関わらず、 $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ 方位の順に大きな値を持つ。(100)ウエハから作製した試験片 P についても同様に形状母数は $\langle 100 \rangle$ 方位が $\langle 110 \rangle$ 方位よりも大きい。異なる表面状態・面方位の試験片に共通した傾向が存在することから、脆性破壊に対する結晶方位の影響に起因していると考えられる。

2.4 破断形状及び破壊の起点

引張強度の差異を分析するために、破断試験片を SEM を用いて観察し、フラクトグラフィを行った。(110)と(100)ウエハから作製した試験片の破断形状の比較のため、同じ加工条件を用いて作製した試験片 B と P を真上から観察した結果を図 2-8 に示す。また試験片 A, B, C について3方位の引張方位の試験片に対して伏角 45° の方向で観察した結果を図 2-9 に示す。また、図 2-10 は試験片 B と P の観察結果をもとに作製した破断形状のモデルであり、図中の青色の着色した面は(111)面を表す。

破断試験片の破面の多くは(111)結晶面で構成されている。単結晶シリコンのへき開面は(110)と(111)面であるが、表面エネルギーは(111)面の方がより小さいことから[10, 11], (111)面に沿って破壊が進展したものと考えられる。

(110)ウエハから作製した $\langle 110 \rangle$ 方位の試験片 (以下、(110) $\langle 110 \rangle$ 試験片と表す。) の破面も大部分は(111)面で構成されているものの、端部に(110)面が存在する。これは破壊の起点近傍では(110)面に沿って進んだ破壊が、その途中で(111)面に沿うように進展方向に遷移したことを示すものである。この現象については 2.5.3 節で考察する。(110) $\langle 110 \rangle$ 試験片は表面状態に関らず破壊の起点近傍に(110)面を持つことが観察されたが、一方で面方位(100)のウエハから作製した試験片 P の

<110>方位試験片では破壊の起点付近にも SEM では(110)面は観察されず、破面のほぼすべてを(111)面が構成していた。

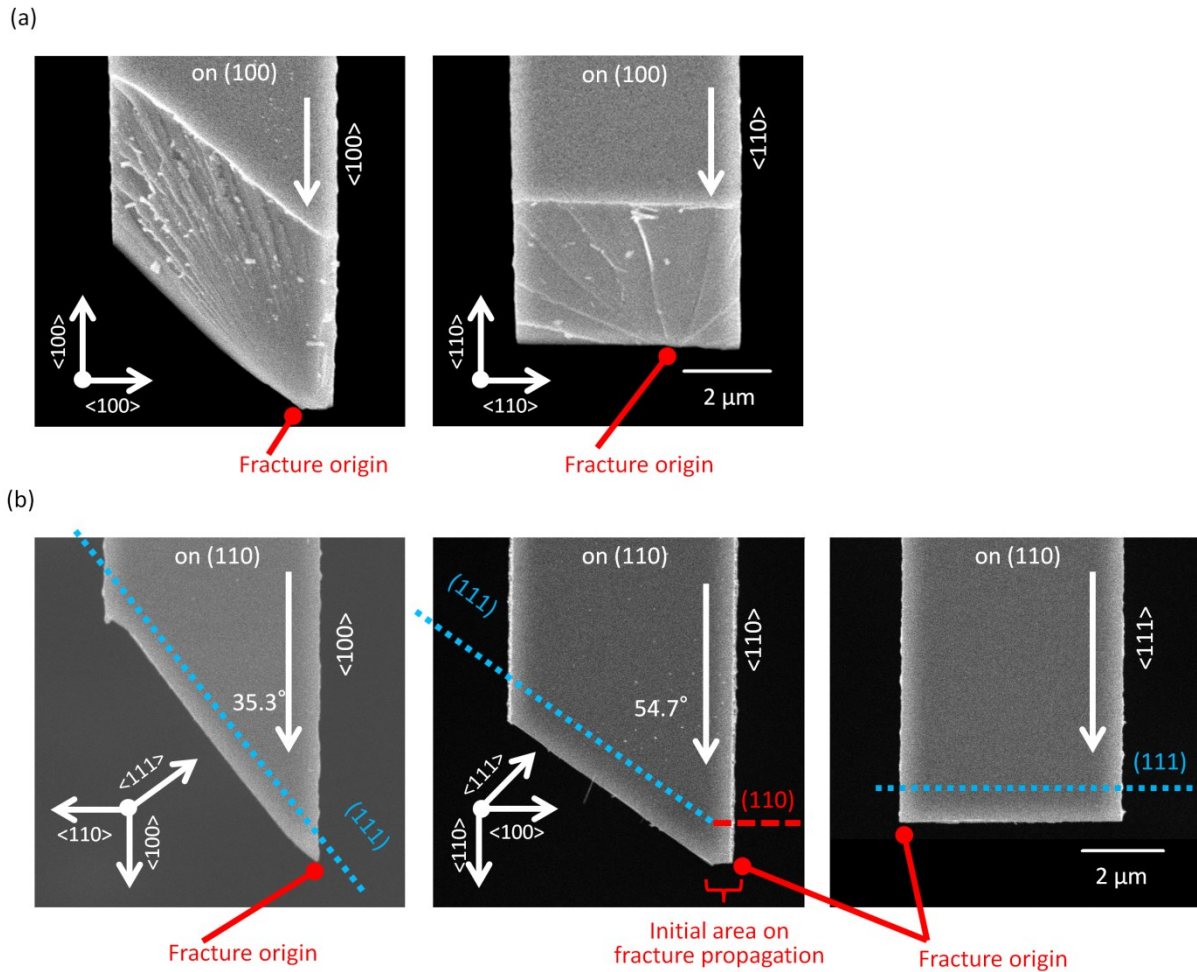


Fig. 2-8 Fracture shapes of the specimens fabricated from two types of wafers.

(a) Top views of (100) specimens (type P).

(b) Top views of (110) specimens (type B).

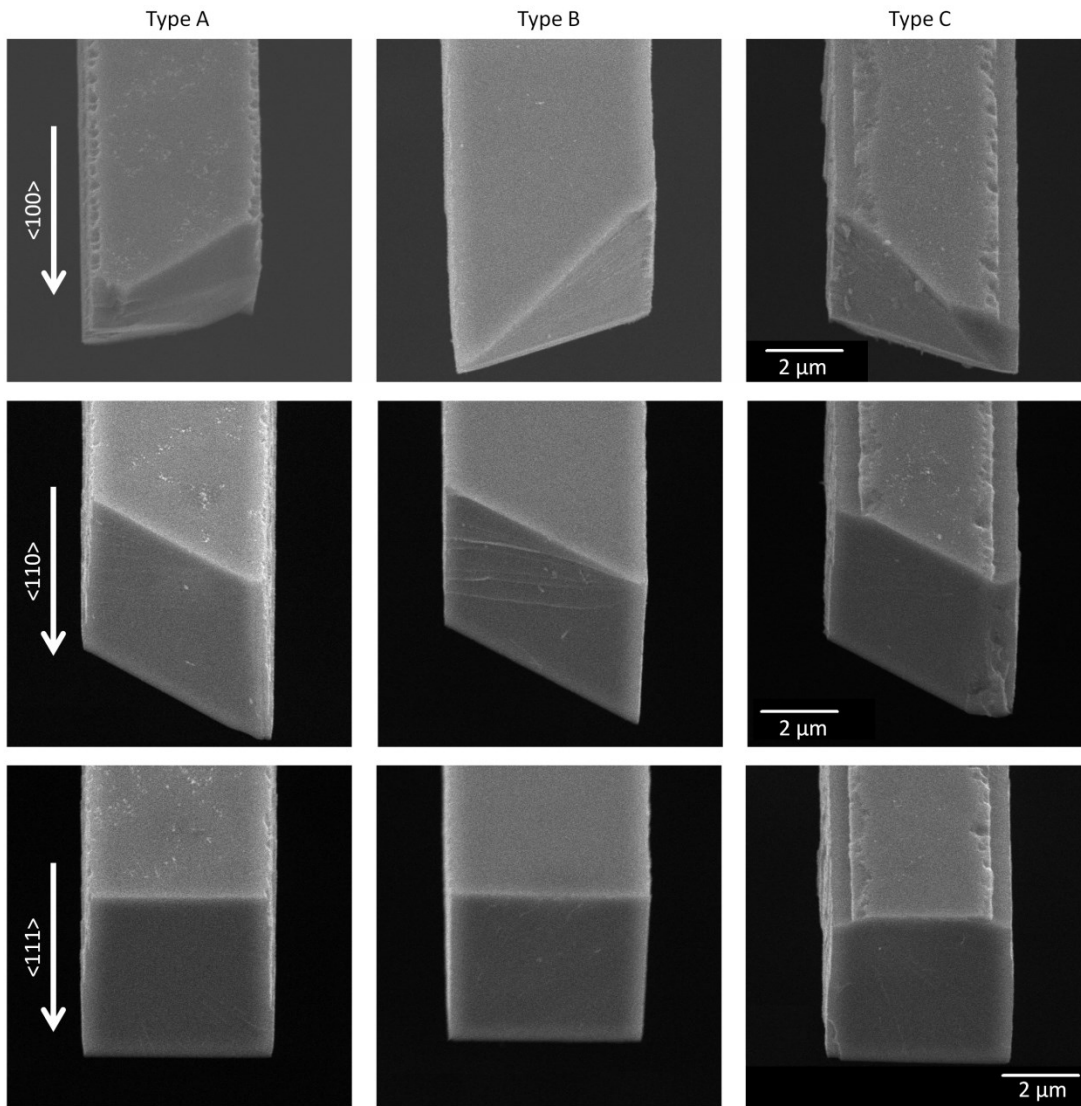


Fig. 2-9 Fracture shapes of (110) specimens with three types of tensile axes and three types of surface morphologies.

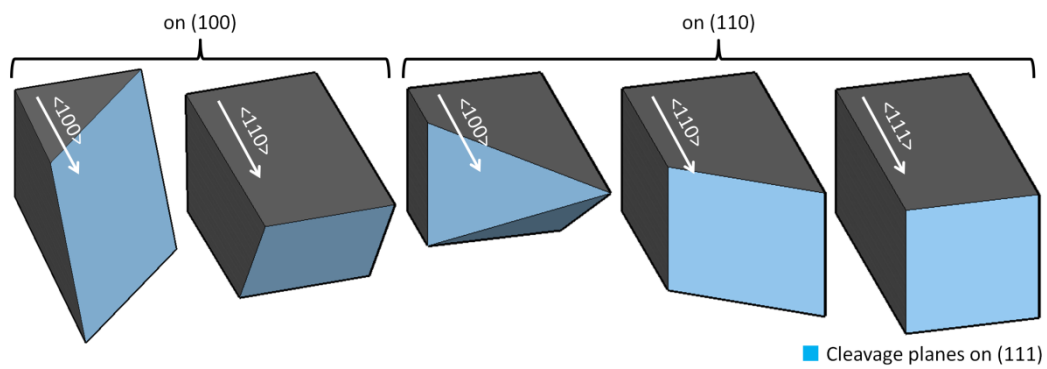


Fig. 2-10 Schematics of fractured shapes with cleavage planes on (111).

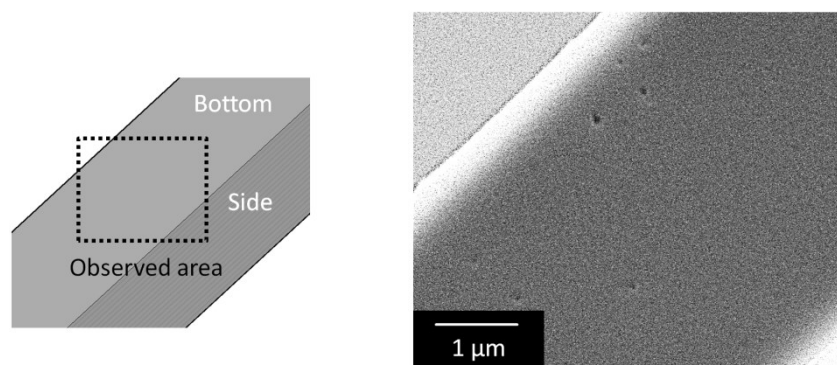


Fig. 2-11 Surface morphology of bottom surface of (100) silicon.
Pit-like defects are scattered on the bottom surface.

破壊の起点位置について考察する。破面には単結晶シリコンの破壊の進展に沿って放射状の痕跡が存在しているため、これをもとに各試験片の破壊の起点の特定を試みた。試験片 P はどちらの方位も試験片底面から破壊が始まっており、その起点を特定するため、試験片 P を裏側から SEM を用いて観察した。観察結果を図 2-11 に示す。試験片 P の底面にはピット状の欠陥が散在しているのが観察された。この欠陥はデバイス層のシリコンと埋め込み酸化膜層の界面に存在した内在欠陥(intrinsic defect)であり、SOI ウエハの製造工程中の貼りあわせの工程で生じたものと考えられる[12]。試験片 P の破壊は、試験片のパターニングプロセス中に生じた表面損傷ではなく、この内在欠陥によって引き起こされたものである。このことは高強度、高信頼性の単結晶シリコンを作製するためには、パターニング時のエッチングダメージを低減させるだけではなく、内在欠陥も低減させる必要があることを示している。

各試験片の破壊の起点位置とその欠陥・表面損傷、引張強度を表 2-5 に示す。(110)ウエハを用いて作製した試験片はいずれも試験片のパターニング中のエッチングのダメージを起点にしたものである。(110)<100>試験片では高い強度を示した試験片 B のみが構造上面角部から破断し、試験片 A と C では側面を起点に破壊が起こっている。<100>方位の試験片の破壊については節 2.5.2 で考察する。

試験片 B が試験片 P と同程度のエッチングの加工状態を持ち、試験片 P よりも高い引張強度を示したにも関わらず内在欠陥から破壊が起こらない理由としては、内在欠陥が作製に用いたウエハの違いによってその形状や大きさが異なっていることが考えられる。内在欠陥は SOI ウエハの作製に用いる基材となるウエハの表面状態に強く影響される。試験片 A, B, C の作製に用いた(110)SOI ウエハは同一ウエハで作られたものであり、試験片間の内在欠陥の差異は小さいと考えられるが、試験片 P の作製に用いた(100)ウエハは基材となるウエハが異なるため、内在欠陥の大

Table 2-5 Fracture origin of specimens.

Type	Surface orientation	Tensile axis	Average strength [GPa]	Fracture origin	
				Location	Damage or defect
A	(110)	<100>	1.61	Sidewall	Etching damage (Scallops)
		<110>	1.89	Top edge	Etching damage (Mask damage)
		<111>	1.86		
B	(110)	<100>	3.69	Top edge	Etching damage (Mask damage)
		<110>	3.62		
		<111>	3.62		
C	(110)	<100>	2.59	Sidewall	Etching damage (Scallops + Isotropic wet etching damage)
		<110>	2.69	Top edge	Etching damage (Mask damage + Isotropic wet etching damage)
		<111>	3.01		
P	(100)	<100>	2.70	Bottom	Intrinsic defects of SOI wafer
		<110>	3.14		

きさに差異があるものと考えられる。加えて、この内在欠陥の形状はウエハの面方位の影響を受けると考えられる。これは一般に COP(crystal-originated particles)と分類される欠陥であり、欠陥の内面は主に(111)面で配向される。この配向性によって(100)面上では(110)面上よりも鋭い形状を持ち、(100)試験片では高い応力集中を引き起こした可能性も考えられる

2.5 考察

2.5.1 <111>引張破壊に及ぼす表面損傷の影響

<111>方位試験片は加工条件に関わらず全て構造上面角部のエッチングの損傷を破壊の起点としている。また、<111>方位の破断試験片は、破面が引張方位と垂直な(111)面で構成され、(111)面のみに沿って破壊が進展する単純な破壊形態を持っており、この方位の試験片を用いて表面損傷と引張強度の関係を考察した。

標準的なプロセスでパターニングを行った試験片 A と B について、破面における構造上面角部の両端の損傷の大きさを SEM を用いて計測した。図 2-12 に、観察を行った全ての試験片における構造上面角部の損傷の大きさ $\max\{d_L, d_R\}$ と引張強度 σ_c の関係を示す。また、グラフ中の曲線は引張強度が損傷の大きさの平方根に反比例すると仮定してフィッティングしたものであり、式 (2-3) で表される。

$$\sigma_c = 1.17 [\text{MPa}\sqrt{\text{m}}] \times \frac{1}{\sqrt{\max\{d_L, d_R\}}} \quad (2-3)$$

損傷の大きさは、試験部幅・厚さ寸法に対して最大で 10% に相当する大きさであったため、単一の損傷と引張強度の関係だけではなく、破面上部両端の損傷の大きさが引張強度に影響する可能

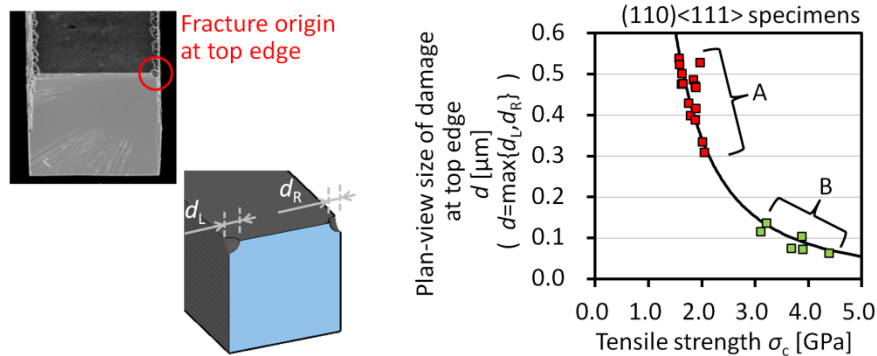


Fig. 2-12 Relationship between tensile strength and plan-view size of damage at top edge.
A curve in plot indicates $\sigma_c = 1.17 [\text{MPa}\sqrt{\text{m}}] \times (\max\{d_L, d_R\})^{-0.5}$.

性についても検討したが、引張強度とよりよい相関性を示したのは破面上部両端の内のより大きな損傷の寸法であった。これは最も大きな単一の表面損傷のみで引張破壊が支配されていることを表わしている。

破壊の起点となった表面損傷は等方性のプラズマエッチング中に形成されたものであり、破壊靱性試験に用いるき裂とは形状の異なるものであるため、式(2-3)の関係はき裂に対する破壊靱性値の関係とは異なる。しかし、この関係は一般的な加工法である Bosch プロセスによって生じる表面損傷と引張強度を関連づけるものであり、MEMS デバイスの信頼性向上を考える上で重要な関係である。

上記の関係は、マイクロスケールの構造の引張強度がウエハ自体のもつ表面欠陥に比べて巨視的な表面損傷の寸法で表されることを示すものであり、構造表面状態を基準とした破壊強度の予測を助けるものである。また、<111>方位試験片の破壊形態の単純さから、この関係は(111)面でのへき開破壊のクライテリアを考える上で重要であり、(111)結晶面を破面とする他方位の引張破壊特性の分析にも資するものであると考えられる。

2.5.2 <100>引張破壊に及ぼす表面損傷の影響

観察された<100>方位破断試験片形状のモデルを図 2-13 に示す。また、図 2-14 に<100>方位試験片における(100)と(110)の結晶構造のモデルを示す。結晶構造の対称性を考慮した場合、(100)試験片と(110)試験片は引張軸を中心に 45°回転させた構造となっており、底面・側面を構成する結晶面は(100)試験片では(100)面のみで構成され、(110)試験片では(110)面のみで構成される。この結晶構造の差異は両者の破壊のクライテリアに差異をもたらすと考えられるが、これを実験的に検証するのは難しく、本実験で得られた(110)試験片と(100)試験片の破壊の関係から破壊のクライテリアの差異を議論するのは困難である。本節では(110)<100>試験片での破壊についてのみ考

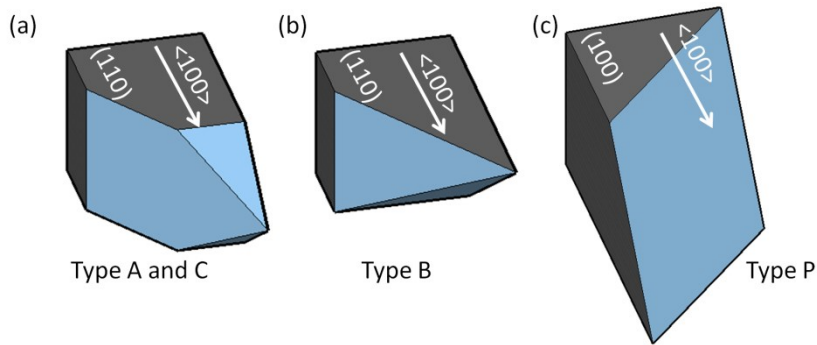


Fig. 2-13 Models of $\langle 100 \rangle$ fractured specimens.

- (a) Model for type A and C fabricated from (110) wafer.
- (b) Model for type B fabricated from (110) wafer.
- (c) Model for type P fabricated from (100) wafer.

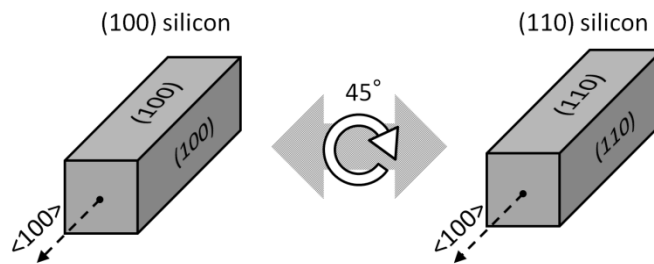


Fig. 2-14 Crystallographic relationship of $\langle 100 \rangle$ specimens.

察する。

(110)試験片の中で、 $\langle 100 \rangle$ 方位破断試験片は他の2方位にはない2つの特徴を示した。第一の特徴は破面が複数の(111)結晶面で構成されており、試験片上面に対して垂直な(111)結晶面だけではなく、側面に対して垂直な(111)結晶面も破面を構成している点である。これによって $\langle 100 \rangle$ 方位の破断試験片は他の方位と比較して鋭い構造をなっている。また破壊の起点位置を中心に複数の(111)面を破面に持つことから複数の結晶面で同時に破壊が進展したものと推測される。この破面の形態は $\langle 100 \rangle$ 方位と(111)結晶面のなす角度が他と比較して小さいために引き起こされたものと考えられる。

第二の特徴は破壊の起点位置が表面形態に依存して変化している点である。表 2.5 に示したように、試験片 B は角部の欠陥を破壊の起点とするのに対して、試験片 A と C では側面上の表面損傷が破壊の起点である。他方位の試験片では全て上面の角部の損傷を起点に破壊が生じた痕跡がみられることから、これについても $\langle 100 \rangle$ 方位と(111)結晶面のなす角度の小ささが影響していると考えられる。試験片 B の破壊を支配する損傷がマスクダメージであるのに対し、試験片 A のもの

はマスク縁のあれとスキヤロップスが合さって形成された側面上の表面損傷であると考えられる。試験片 C については Deep RIE 後の処理によって表面損傷が鈍化し、SEM 観察の範囲では破壊の起点となった表面損傷を特定することができなかった。またこの破壊の起点位置の変化は引張強度の変化にも影響を及ぼしていると推測される。単純な破壊形態を持つ<111>方位の引張強度を基準にした場合、側面上の欠陥を破壊の起点とする試験片 A と C では<100>方位の平均引張強度は 10%以上低いのに対し、角部の欠陥を破壊の起点とする試験片 B では同程度の平均引張強度を示しており、単結晶シリコンの<100>方位引張破壊のクライテリアは構造の表面形態に依存して他方位よりも大きく変化していると考えられる。またこのことから(110)<100>方位構造の引張強度を向上させるためには構造上面角部と側面の両方の表面状態を向上させる必要がある。

2.5.3 <110>引張破壊に及ぼす表面損傷の影響

図 2-9 のように(110)<110>方位の破断試験片は、破壊の起点付近に(110)面で構成された破面を持ち、破壊の進展が半ばから(111)面へと遷移した形状を持つ。(110)と(111)面の表面エネルギーは密度汎関数理論(density functional theory: DFT)での解析に基づいて、それぞれ 1.73 J/m^2 , 1.44 J/m^2 と報告されている[11]。また、これらの値から<110>方位の方が準静的な引張破壊に必要なエネルギーは(110)面に沿って進展する場合で $3.46 \text{ J/m}^2 (= 1.73 \text{ J/m}^2 \times 2)$, (111)面に沿う場合で $3.53 \text{ J/m}^2 (= 1.44 \text{ J/m}^2 \times 2 / \cos 35.3^\circ)$ とされており、(111)面で破壊が進展する場合の方が必要なエネルギーが約 2% 高い。報告によってエネルギーの計算値にも差があるが、実験的にマイクロ構造の<110>方位の引張試験では(110)面に沿った破壊形状もしばしば報告されていることから、両者の破壊形態に必要なエネルギーの差異はほとんどなく、構造表面状態によって初期の破壊進展が起こる面は変わらうものと考えられる。また、(100)ウエハから作製した試験片 P では破壊の起点の近傍でも(110)面は SEM では観察されず、破面はすべて(111)面に沿った形状が観察された。これについては破壊の起点となった SOI ウエハの内在欠陥は(111)面の配向性を有するため、これが初期の破壊進展の結晶面に影響した可能性が考えられる。また(110)試験片でも、例外的に試験片 C では 3 点のみ、図 2-15 に示すような、構造上面の大きな損傷付近を起点に 2 つの(111)面で破壊が進行した痕跡が

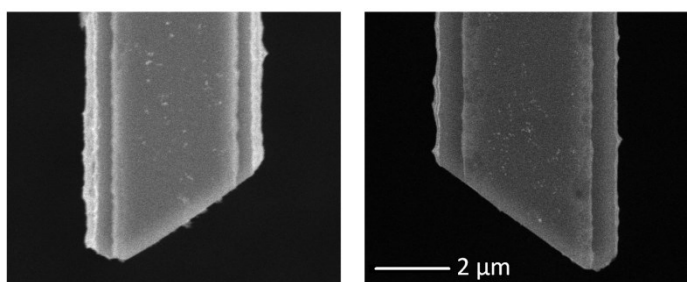


Fig. 2-15 Exceptional shape of <110> fractured specimens (type C).

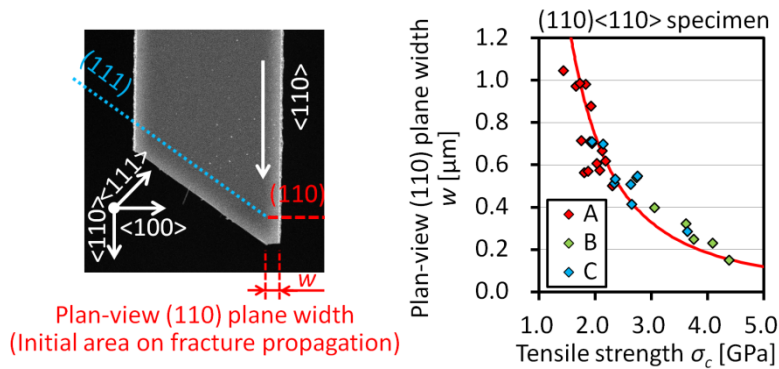


Fig. 2-16 Relationship between tensile strength and plan-view width of (110) plane as an initial fracture propagation area. A curve in plot indicates $\sigma_c = 1.72 [\text{MPa}\sqrt{\text{m}}] \times w^{-0.5}$.

見られた。この破壊は(110)<100>方位試験片の破壊と同様に 2 つの結晶面で同時に進行したと考えられる。試験片 A と B ではこの破壊形態は見られなかったこと、また、これらはいずれも 3 GPa 程度の引張強度を示していることから、この破壊形状は、試験片 C の上面角部の大きな損傷が応力集中部となったために生じたものと考えられる。

試験片 C の例外的な破断形状を除いて、(110)<110>試験片に対して初期の破壊進展で現れた(110)結晶面と引張強度の関係を考察した。SEM 観察により計測した全ての試験片における、(110)面の幅 w と引張強度 σ_c の関係を図 15 に示す。両者の間には相関性が確認され、式(2-4)のように、(110)面の幅 l の平方根と引張強度 σ_c が反比例の関係にあった。

$$\sigma_c = 1.72 [\text{MPa}\sqrt{\text{m}}] \times \frac{1}{\sqrt{w}} \quad (2-4)$$

また、式(2-4)は破壊靱性の関係式(式(2-5))と類似している。

$$\sigma_c = \frac{K_c}{Y} \times \frac{1}{\sqrt{\pi a}} \quad (2-5)$$

ここで、 σ_c 、 K_c 、 a はそれぞれ破壊強度、破壊靱性値、き裂の長さである。 Y は形状と負荷条件による関数であり、一般に 1 のオーダーである。本研究で得られた(110)結晶面の幅 w と引張強度 σ_c について式(2-5)を適用した場合、破壊靱性値 K_c は $3.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度となる。 Y については単純な二次元片側き裂構造として $Y = 1.12$ とした。

この破壊靱性値の大きさは、単結晶シリコンの破壊靱性値評価の研究で(100)<110>方位試験片が(111)結晶面で破壊した場合(周囲温度 80~500 °C)の値として報告されているものが $2.4\text{--}2.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ である[13]のに比べて 25~40 %大きい。本研究で得られた破断形状からは、たしかに(111)面での破壊への遷移直前では鋭い切欠きを持つ試験構造と見做すこともできると考えられるが、式(2-4)の

関係は本質的には破壊の進展中の(111)面への動的な遷移条件を表すものであり、準静的な破壊条件を表す破壊靱性とは性質の異なるものであるために、報告よりも大きな値をもつものと考えられる。

式(2-4)の関係で重要なのは加工条件の異なる3種の試験片で共通してこの関係との相関性が良い点である。標準的なプロセス順序を用いて作製された試験片AとBだけではなく、Cについてもこの関係が存在することから、同程度の寸法の構造の<110>引張破壊においても、構造角部を破壊の起点として初期の破壊進展が(110)面でこの関係が成立する可能性があり、また破断形状から破壊強度を見積もることができる可能性がある。

図2-17に<110>方位試験片における(100)構造と(110)構造の結晶構造のモデルを示す。単結晶シリコンの結晶構造の対称性を考慮したとき(100)<110>試験片と(110)<110>試験片は等価な構造であり、引張軸を中心に90°回転させた構造となっていて、試験片表面の結晶面は(100)面と(110)面で構成される。ここで、同じ加工条件で作製した試験片BとPの<110>方位の引張強度について考察する。これらの引張強度の平均値はそれぞれ3.62 GPaと3.14 GPaであり、試験片PはBに比べて15%ほど低い。破壊の起点となったのはそれぞれ構造上面角部のエッチングダメージと底面上の内在欠陥であって形成過程も異なるが、(100)面の角部と面上から破壊が始まったものとみなすことができる。試験片Bの角部のエッチングによる表面損傷は、<111>方位試験片で観察された損傷と同質であることから、0.06~0.15 μmの範囲であると考えられる。また、SEMで観察された試験片Pの底面上の内在欠陥は面上の直径で0.12 μm以下の大きさであった。内在欠陥が(111)配向であるとする、結晶面の交差角から深さは0.08 μm程度と計算される。両者の深さは類似しており、また試験片BとPでは引張強度分布で重なる部分も多いことから、破壊の起点となる表面損傷・欠陥の深さ寸法の引張強度に対する影響は強いと考えられる。このことから、詳細な推測のためには表面損傷・欠陥の形状の影響や破壊の起点位置による応力集中の影響も考慮する必要があるが、主として深さ寸法を用いて引張強度の推測が可能であると考えられる。

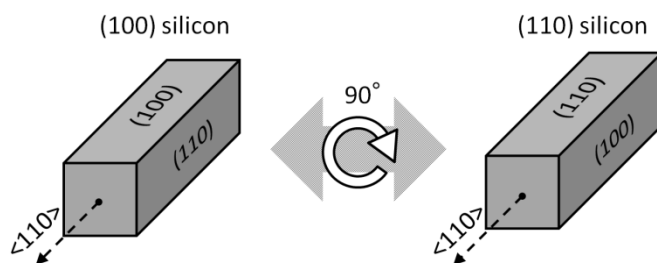


Fig. 2-17 Crystallographic relationship of <110> specimens.

2.6 まとめ

本章では、SOI ウエハと Bosch プロセスを用いた微細加工で形成される表面損傷と、結晶異方性が単結晶シリコンマイクロ構造の破壊特性に及ぼす影響の評価を目的として、異なる面方位・引張方位・表面損傷を持つマイクロ構造に対して引張試験を行い、また、表面損傷が引張強度に及ぼす影響の定量化を目指して破断試験片の観察・分析を行った。本章で得られた知見を以下にまとめる。

- ・ 計測したマイクロ構造は約 1.8 GPa から約 3.6 GPa の平均引張強度を示し、その差異は主に加工条件の違いによる表面損傷の差異によってもたらされ、引張軸方位による平均引張強度の変化は 15 %以下であった。
- ・ (110)試験片での強度の変化は構造上面角部に生じるマスクダメージを起点とする引張破壊では損傷の大きさの平方根に反比例して引張強度が向上する傾向を示した。
- ・ (100)試験片は、(110)試験片で最も高い強度を示した試験片と同じ加工条件を用いて作製したが、その平均引張強度は(110)試験片よりも低く、これは SOI のデバイス層の埋め込み酸化膜層との界面に存在する内在欠陥を破壊の起点としたためであった。この(100)試験片は約 2.9 GPa の平均引張強度を示し、高強度のマイクロ構造を作製するためにはエッチングによる表面損傷を低減するとともに、内在欠陥の大きさも低減する必要がある。
- ・ $\langle 110 \rangle$ 方位の引張破壊において、(110)と(100)試験片では破壊の起点はそれぞれエッチングによる表面損傷と内在欠陥であるが、どちらも(100)面上を起点にしているとみなすことができ、その引張強度は表面損傷及び欠陥の深さを指標として定量化できる可能性がある。
- ・ 引張強度のばらつきの傾向として、 $\langle 111 \rangle$ 方位、 $\langle 100 \rangle$ 方位、 $\langle 110 \rangle$ 方位の順にワイブル分布の形状母数が大きな値を持つ傾向を示した。

また、結晶異方性が及ぼす破壊への影響として以下のことが確認された。

- ・ 観察された破面はほとんどが(111)面で構成されていたが、(110) $\langle 110 \rangle$ 試験片では初期破壊進展が(110)面に沿った痕跡が観察され、その(110)破面の長さの平方根に反比例して、引張強度は増加の傾向にあった。
- ・ (110) $\langle 100 \rangle$ 方位試験片では表面損傷の差異に応じて破壊の起点位置の変化がみられた。(111)面に対して $\langle 100 \rangle$ 方位のなす角が小さいことから、破断形状は複数の(111)面で破壊が進展した鋭い形状を持ち、(110) $\langle 100 \rangle$ 方位引張破壊は表面損傷の差異の影響を受けやすいと考えられる。

本研究では、引張強度と、破壊の起点となる表面損傷・欠陥との間に定量性が示され、MEMSデバイスの信頼性の向上のために重要な知見が得られたものとする。また、引張軸方位が引張強度に及ぼす影響は15%以下であることから初期破壊強度にお及ぼす影響は小さいことが示された。しかし、引張軸方位のワイブル分布の形状母数への影響がみられ、これは疲労寿命のばらつきに影響すると考えられる。引張軸方位による強度差の要因としては、破壊の起点となった表面損傷内部での結晶異方性に依存した応力分布や分子・原子レベルでの結晶構造の影響が考えられ、これを議論するためには有限要素法や分子動力学シミュレーションなどの解析的なアプローチが有効と考えられる。

参考文献

- [1] Li, X., Kasai, T., Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., Sato, K., and Tanaka, H., "Anisotropy in fracture of single crystal silicon film characterized under uniaxial tensile condition", *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2005, 117 (1), pp. 143-150.
- [2] Yi, T., Li, L., and Kim, C.J., "Microscale material testing of single crystalline silicon: Process effects on surface morphology and tensile strength", *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2000, 83 (1), pp. 172-178.
- [3] Izumi, S., Kubodera, Y., Sakai, S., Miyajima, H., Murakami, K., and Isokawa, T., "Influence of ICP etching damage on the brittle-fracture strength of single-crystal silicon", *Zairyo/Journal of the Society of Materials Science, Japan*, 2007, 56 (10), pp. 920-925.
- [4] Gaither, M.S., Gates, R.S., Kirkpatrick, R., Cook, R.F., and Delrio, F.W., "Etching process effects on surface structure, fracture strength, and reliability of single-crystal silicon theta-like specimens", *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2013, 22 (3), art. no. 6415232, pp. 589-602.
- [5] Shikida, M., Niimi, Y., Hasegawa, T., Sugino, T., Hamaoka, S., and Fukuzawa, K., "Mechanical strengthening of Si cantilever by chemical KOH etching and its surface analysis by TEM and AFM", *Microsystem Technologies*, 2014, 21 (3), pp. 661-668.
- [6] Mitwally, M.E., Tsuchiya, T., Tabata, O., and Sedky, S. "Effect of localized KrF excimer laser treatment on fracture behaviors of freestanding <110> and <100> single crystal silicon beams", *Microsystem Technologies*, 2016, 22 (2), pp 379-386
- [7] Hajika, R., Yoshida, S., Kanamori, Y., Esashi, M., and Tanaka, S., "An investigation of the mechanical strengthening effect of hydrogen anneal for silicon torsion bar", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2014, 24 (10), art. no. 105014.
- [8] Tsuchiya, T., Tabata, O., Sakata, J., and Taga, Y., "Specimen size effect on tensile strength of surface-micromachined polycrystalline silicon thin films", *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1998, 7 (1), pp. 106-113.

- [9] Weibull, W., “A statistical distribution function of wide applicability”, *Journal of Applied Mechanics*, 1951, 18, pp. 293-297
- [10] Hesketh, P.J., Ju, C., Gowda, S., Zanzori, E., and, Danyluk, S., “Surface free energy model of silicon anisotropic etching”, *Journal of the Electrochemical Society*, 1993, 140 (4), pp. 1080-1085.
- [11] Pérez, R., and Gumbsch, P., “Ab initio study of the cleavage anisotropy in silicon”, *Acta Materialia*, 2000, 48 (18-19), pp. 4517-4530.
- [12] Aga, H., Nakano, M., and Mitani, K., “Study of HF defects in thin, bonded silicon-on-insulator dependent on original wafers”, *Japanese Journal of Applied Physics, Part 1: Regular Papers and Short Notes and Review Papers*, 1999, 38 (5A), pp. 2694-2698.
- [13] Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., Sato, K., “Effect of temperature on fracture toughness in a single-crystal-silicon film and transition in its fracture mode”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, 18 (1), art. no. 015026.

第3章

真空高温引張試験装置の開発と

シリコン破壊挙動に周囲温度が及ぼす影響の評価

3.1 はじめに

一般に材料の疲労寿命の推定方法に加速(劣化)試験が挙げられるが、単結晶シリコンのマイクロ構造での加速試験方法はまだ確立されていない。シリコンの疲労き裂成長のモデルでは構造表面の酸化の影響が報告されており[1,2]、周囲湿度や温度が疲労の加速要因として考えられる。本研究では周囲温度による加速試験を適用可能な範囲をマイクロ構造の破壊挙動の変化に焦点を当てて検討する。加速試験は同一のメカニズムで破壊が進展する条件下で実施する必要であり、単結晶シリコンの場合、破壊メカニズムに変化を及ぼすBDT(脆性延性遷移)条件を明確にする必要がある。

本章では高温下での破壊挙動を計測するための赤外光集光加熱を用いた真空高温引張試験装置の開発を行い、SOI ウエハから作製した結晶方位・寸法の異なる単結晶シリコンマイクロ構造に対する600°Cまでの高温引張試験結果をBDT温度の寸法効果に焦点を当てて考察する。

周囲温度の上昇が単結晶シリコンの機械物性に及ぼす影響として、弾性定数の低下や破壊強度の低下、BDTが報告されている。この中で、マイクロ構造での弾性定数の低下はバルクの物性をもとにした理論値とほぼ一致することが報告されている[3]。しかし、一方で後者2つについての評価はいまだ十分ではない。単結晶シリコンのバルクのBDT温度は600°C程度であるが、近年では構造の微細化によってBDT温度が低下することが報告されている。S. Nakaoらは幅45 μm 、厚さ4 μm の構造で500°Cでの引張試験で結晶面に沿ったすべりが観察されたことを報告している[4]。T. Namazuらは曲げ応力下で100°Cにて幅550 nm、厚さ255 nmの梁構造表面にすべりによる結晶面に沿ったステップがみられたことを報告している[5]。X. Hanらは引張応力下で直径50 nm程度のナノワイヤ構造で室温下においても塑性変形が生じたことを報告している[6]。しかし、ナノ・マイクロ構造の高温環境下での測定の難しさから構造寸法とBDT温度低下の関係についての報告は多くない。また、報告されている測定では、代表寸法だけではなく試験構造の作製方法や断面形状も大きく異なっており、破壊強度が異なることから試験構造に与えられた最大応力も

異なる。このほかに BDT には結晶中の不純物濃度やひずみ速度も影響するとされており、これらの要因を分離して BDT のクライテリアの分析を行うためには多くの条件での測定が必要であり、またそのために、様々な形状・寸法の試験構造に対応可能な汎用的な試験方法の開発も重要である。

本研究では赤外光集光加熱を用いた真空高温引張試験装置を開発し、SOI ウエハから作製したマイクロ構造に対して高温引張試験を行う。試験片の把持には静電チャックを用いる。引張方位を<110>方位とする試験部長さ 120 μm 、厚さ 5 μm で幅 4 μm 及び 9 μm の試験片を面方位(100)の SOI ウエハから作製して 600 $^{\circ}\text{C}$ までの高温引張試験を行い、測定装置の検証を行うとともに、塑性変形であるすべりやくびれの現れる温度域や破壊形状について考察する。また、この考察を元に、より詳細な脆性延性遷移に及ぼす寸法効果の評価方法として、面方位(110)の SOI ウエハから幅寸法や引張方位の異なる試験片を一括して作製して測定する方法を提案し、すべりやくびれの形状に対する結晶異方性の影響もあわせて評価する。

また、高温引張試験装置の開発として、抵抗加熱を用いた単純な構成によって大気中下で高温試験を行う方法についても検討したが、加熱可能な温度範囲が約 300 $^{\circ}\text{C}$ までに制限され、また、試験片表面の熱酸化が影響を及ぼす可能性が考えられたため、これの導入を見送った。この検討は『付録 B 抵抗加熱を用いた高温引張試験装置の検討』に記載する。

3.2 真空高温引張試験装置の開発

3.2.1 試験装置概要

T. Tsuchiya らは高温下での引張試験方法として、静電チャックを用いた単軸引張試験と赤外光集光加熱を組み合わせた高温単軸引張試験法を提案しており[3]、本研究ではこれを真空中で行う方法を検討した。提案した高温引張試験装置の概要を表 3-1 と図 3-1 に示す。また表 3-1 にはこれまでに報告されている単結晶シリコンのナノ・マイクロ構造の高温下での測定方法を比較のためにあわせて記載する。測定は水冷式の真空チャンバ内で行い、試験片への引張荷重印加はピエゾステージの位置制御で行い、荷重計測にはロードセルを用いる。図 3-1c に示すように、真空チャンバ内の底部 2 か所に設けられたランプから発せられる赤外光をチャンバ内壁の楕円面鏡によって測定部に集光させることで加熱する。また、測定部とピエゾステージ及びロードセルの間を石英ガラス製の支持アームでつなぐことで測定部からの熱伝導を抑制し、ピエゾステージとロードセルの温度上昇を抑える。試験可能温度の上限を決める要因として測定部の熱容量が重要であるが、静電チャックを用いた引張試験の試験片固定治具と試験片把持構造は小型であるため熱容量は小さく、短時間で試験温度までの加熱が可能であり、また、800 $^{\circ}\text{C}$ までの加熱を確認している。

この試験片把持方法では試験片とプローブの間に印加する直流電圧の制御により把持の制御が可能であるため、測定部を試験温度まで加熱後、引張試験の直前に試験片の把持を行うことができる。これにより治具の熱膨張の影響を受けずに高温下での引張試験が可能である。

また、測定部における温度の均一性についても検証を行った。測定部の温度制御には試験片固定治具上に取り付けた熱電対を用いる(図 3-2 中の T1)。測定部の温度均一性の評価のため、試験

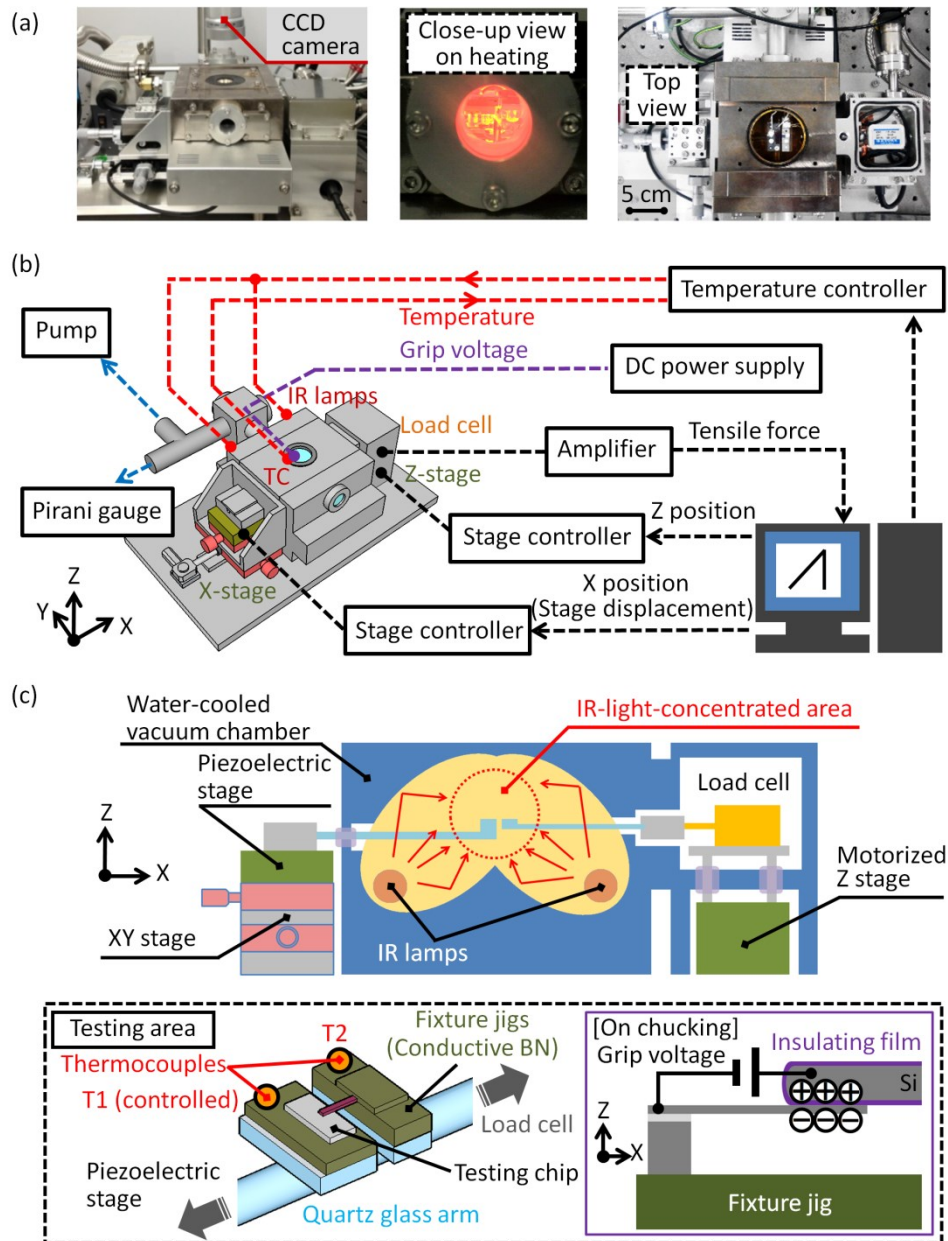


Fig. 3-1 High-temperature tensile testing machine in a vacuum. (a) Outlook. (b) Schematic diagram of the measurement set-up. (c) Cut-view.

Table 3-1 High-temperature mechanical testing methods for nano- to micro-scale SCS structures.

Authors (Year)	Ref	Type	Loading / Load sensing method	Heating	Heated area	Temperature	Ambient condition
[This research]	-	Tensile	Piezoelectric actuator / Load cell	IR lamp (Two lamps)	Testing area (stage and grip)	~ 600 °C	Vacuum
T. Namazu, <i>et al.</i> (2002)	5	Bending	Piezoelectric actuator / AFM cantilever	Dc resistance heater	Stage under testing chip	~ 300 °C	Vacuum
S. Nakao, <i>et al.</i> (2006)	4	Tensile	Motorized stage / Double-cantilever beam deflection	Cartridge heaters	Stage under testing chip	~ 500 °C	Air
T. Tsuchiya, <i>et al.</i> (2010)	3	Tensile	Piezoelectric actuator / Load cell	IR lamp (One lamp)	Testing area (stage and grip)	~ 600 °C	Air

Table 3-2 Temperature uniformity of testing area.

	Temperature [°C]						
T1	100	200	300	400	500	600	
T2	95	192	285	383	480	578	
T1-T2	5	8	15	17	20	22	

片把持のためのプローブを固定する治具上にも熱電対を取り付け(図 3-2 中の T2), 両者の温度を比較した. 測定結果を表 3-2 に示す. 測定部温度の上昇に伴って熱電対間の温度差は大きくなるが, 600 °C における差は 22 °C であった. 測定部の治具に用いた導電性ボロンナイトライド(EBN)の熱伝導率は 55 W/m·K であり, これは石英ガラスの熱伝導率 1 W/m·K よりも十分に大きいため, 各治具内の温度はほぼ均一となり, 測定部の温度は治具の温度が支配的となる. 試験チップ内の試験部の温度差はこの熱電対間の温度差よりも小さいと考えられ, 十分な温度均一性が達成されているものと考えられる.

加熱時及び測定時にチャンバ内部を 100 Pa 程度まで減圧する. 単結晶シリコンの表面熱酸化速度は周囲温度の上昇に伴って増加するがこれは低真空下でも抑制される[7]. 提案手法の測定に必要な時間は加熱時間を含めても 10 分程度であるため, 試験片表面の酸化反応を室温大気解放時と同程度に抑えることが可能である.

静電チャックを用いた引張試験の試験片把持力はチャックのために印加する直流電圧の 2 乗に比例し(式 2-1), 印加可能な直流電圧の上限は, プローブ表面を被覆する膜厚 200 nm のシリコン窒化膜の絶縁耐圧で定まる. シリコン窒化膜の絶縁耐力は周囲温度の上昇に伴って低下することを考慮し[3], 測定に用いる直流電圧は室温では 180 V としたが, 600 °C では 100 V まで低下させた. また, 十分な試験片把持力を実現するために, 試験片自由端側のパドル状の構造を第 2 章で測定に用いた試験片よりも 30 %程度大きくし, プローブとの接触面積を大きくなるように設計した.

3.2.2 試験装置改良

提案した高温引張試験装置を用いて試験部幅 4 μm 、厚さ 5 μm のマイクロ構造の測定を行った結果(3.3.2 節)、高温試験において荷重計測値の変動がみられ、その原因として、ピエゾステージやロードセルの温度上昇の影響が疑われた。これらの装置は動作温度の影響を受けやすいと考えられたため、高精度な計測を実現するために検証と改良を行った。

試験装置ではロードセルを真空チャンバ内に組み込んだ構造としている。これはロードセルの計測軸に引張荷重以外の負荷がかかるのを防ぎ、荷重計測精度の低下を防ぐためである。しかし、この構成では真空中では測定部との間に放熱する構造がないので測定部の温度の影響を受けやすい。ロードセルの計測軸上に熱電対を取り付けてその温度を計測した結果、測定部の温度上昇に伴ってロードセル計測軸の温度も上昇し、測定部温度 600 $^{\circ}\text{C}$ のロードセルの温度は 60 $^{\circ}\text{C}$ 程度まで上昇した。この温度はロードセルの動作許容温度範囲内であったが、この温度変化が引張荷重の計測結果に不規則な変動を引き起こしている。

対策としてロードセルの計測軸からロードセルの設置台に放熱させるような構造を検討した。これはロードセル計測軸の温度安定化に必要な冷却能力を検討し、高い冷却能力を必要としないと判断したためである。測定部とロードセルをつなぐ石英製の支持アームの両端温度をそれぞれ 600 $^{\circ}\text{C}$ と室温と仮定した場合、ロードセルに伝わる熱量は高くとも数 W 程度であると見積られた。ペルチェ素子などの冷却素子を用いて積極的に熱移動を起こす冷却構造を取り入れることも考えられるが、温度のモニタや冷却素子の駆動のために真空チャンバ内に導入する配線を増やす必要があり、チャンバ内の真空度の低下が懸念される。

冷却構造は、図 3-2 に示すように、ロードセル計測軸に厚さ 0.5 mm の薄い金属製のリングを溶接して作製したフィン構造とこれを浸すガリウム合金[8]でみたした液槽で構成した。ガリウム合金は室温下でも液体でありことからロードセル計測軸の動作を妨げることはなく、また測定環境として想定される低真空下では蒸発しないことから、試験片の表面組成に影響を及ぼさない。また、ガリウム合金は 17 $\text{W/m}\cdot\text{K}$ 程度の高い熱伝達率を持つため、ロードセルの計測軸から設置台に十分な放熱を実現できる。冷却構造を導入してガリウム合金の注入量を 0 から 0.2 ml まで変化させ、測定部を 600 $^{\circ}\text{C}$ に加熱したときのロードセル計測軸の温度を計測した。測定結果を図 3-3 に示す。冷却構造の導入によって、ロードセル計測軸の温度上昇は 35 $^{\circ}\text{C}$ 程度に低下した。ガリウム合金の注入量による温度差は小さい。この冷却方法ではこれよりも温度を下げることは難しいが、真空チャンバの外壁に対するロードセル計測軸の温度上昇は 10 $^{\circ}\text{C}$ 程度に抑えられておりロードセルの温度安定化は十分に実現できたものと考えられる。ロードセルの冷却構造導入後に改めて図 3-1c の T1 と T2 における温度差を計測したが、1 $^{\circ}\text{C}$ 以内の変化であり、測定部の加熱には影響を及ぼさない。

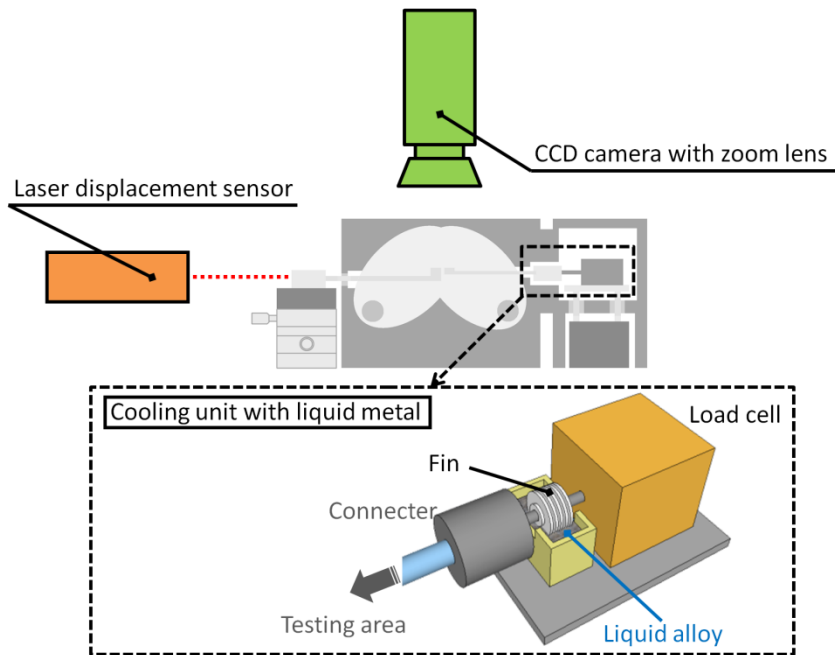


Fig. 3-2 Improved set-up.
 Suppression of heat conduction to load-cell using a cooling unit with liquid metal.
 Displacement monitoring using laser displacement sensor and image correlation using CCD camera.

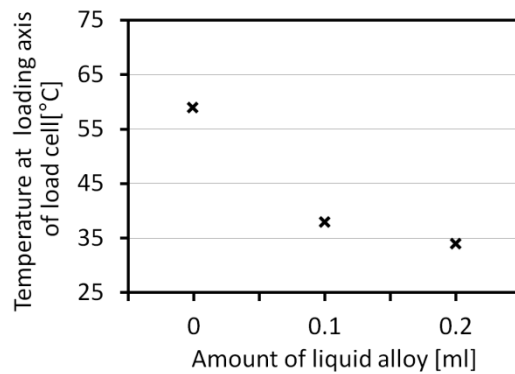


Fig. 3-3 Temperature at loading axis of load cell as a function of liquid alloy amount for cooling when the testing area is 600 °C.

提案手法ではピエゾステージの変位計測にはステージに内蔵されたセンサを用いる。ピエゾステージは真空チャンバの外部に設置されていて真空チャンバのシール部で石英製の支持アームは冷却されると考えられるため、ロードセルと比較して測定部の温度の影響を受けにくい。しかし、後述の 3.3.2 節の測定の結果、測定部の温度が応力-変位曲線の変動や勾配変化に影響を及ぼしている可能性が考えられた。そこでピエゾステージの変位計測についても検証と改良を行った。図 3-2 に示すようにレーザー変位計を装置外部に設置して石英製の支持アームの位置を計測し、また、

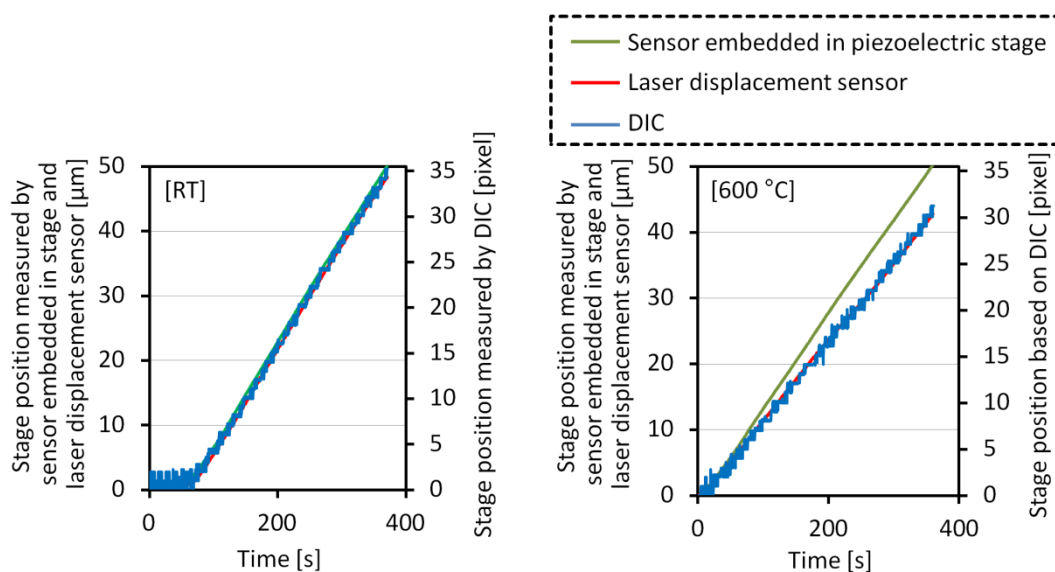


Fig. 3-4 Detection of piezoelectric stage position based on embedded sensor in the stage, laser displacement sensor, and DIC.

CCD カメラの画像を用いた画像相関法(digital image correlation: DIC)により試験片固定治具の変位を測定した。これらの計測方法は測定部の温度の影響を受けないことからステージ内蔵のセンサを用いた計測よりも正確な計測が可能であると考えられる。特に DIC に基づく位置計測では試験片固定治具の位置を直接計測可能であることから、試験チップに与える変位の計測に適していると考えられる。

図 3-4 に室温と 600 °C で測定したステージ内蔵のセンサの出力とレーザー変位計の出力、DIC に基づく変位測定結果を示す。ピエゾステージは両温度で一定の速度で動くように制御信号を入力した。いずれの出力結果もピエゾステージの位置制御開始点(時刻 0)近傍ではステージの位置変化が小さく、これは石英製の支持アームの動きだし時に真空チャンバのシール部との摩擦によって大きな負荷がピエゾステージに生じることによるものと考えられる。また、DIC による変位計測結果の単位はピクセルであり、他の 2 つの方法の出力と比較するため、ステージ内蔵センサとレーザー変位計からはほぼ同じ出力が得られた室温での測定結果を用いて DIC による計測された変位の単位の合せ込みを行い、約 0.72 pixel/ μm とした。600 °C での測定結果を比較すると、ステージの変位速度はレーザー変位計と DIC に基づく位置推定で一致するが、ステージ内蔵センサの出力はそれらよりも 21 %程度大きな値を示した。この測定結果からステージ内蔵センサは測定部の温度上昇による位置計測誤差を持つと考えられ、計測の確からしさと測定分解能を考慮して、以降の変位計測ではレーザー変位計を用いた。

室温と 600 °C でのレーザー変位計を用いた出力結果を比較するとステージ変位速度は約 28 %低下している。その原因としては、ステージ内部のアクチュエータの温度上昇の影響や、温度上昇

に伴う石英製の支持アームの熱膨張によってシール部での摩擦が増加してピエゾステージの軸方向への負荷が増加したことが考えられる。また、検証のための測定を繰り返し行った結果、真空下で安定してピエゾステージを制御できるのはステージ変位 0~40 μm の範囲であり、ピエゾステージの仕様上の可動範囲である 80 μm の半分程度であった。制御可能範囲の低下の理由としては、試験装置を減圧した際に支持アームをチャンバ内に引き込む方向にピエゾステージに負荷が加わることが挙げられる。

DIC を用いて試験片のひずみを直接計測する方法も検討し、ひずみ計測分解能向上のためのセットアップ改良とそれを用いた測長時のノイズについて検討を行ったが、本研究では高温試験時のひずみ計測の実現には至っていない。この検討は『付録 C 高温引張試験での画像相関法を用いたひずみ計測の検討』に記載する。

3.3 (100)シリコンマイクロ構造に対する高温引張試験

3.3.1 試験片作製

面方位(100)の SOI ウエハを用いて引張方位が $\langle 110 \rangle$ 方位に沿うように試験片を作製した。設計した試験チップの寸法は縦 4.3 mm 横 15 mm であり、図 3.5 に示すように 1 チップ上に 8 個の試験片を配置した。試験片の基本形状は第 2 章で用いた試験片と同じであるが、試験部(平行部)の寸法は長さ 120 μm 、厚さ 5 μm で幅を 4 μm と 9 μm の 2 通りとした。また、試験片自由端側のパドル状の構造を幅 600 μm 、長さ 1250 μm として、約 30%長くすることで試験片把持のためのプローブと接触する面積を大きくし、より低いチャック電圧で十分な試験片把持の力が得られるようにした。試験片の基本的な作製プロセスは第 2 章で用いた試験片と同じであり、UV リソグラフィと Bosch プロセスによる Deep RIE を用いて試験片のパターニングを行った。第 2 章の試験片との作製条件の差異は『付録 A 引張試験片の作製プロセス』に記す。

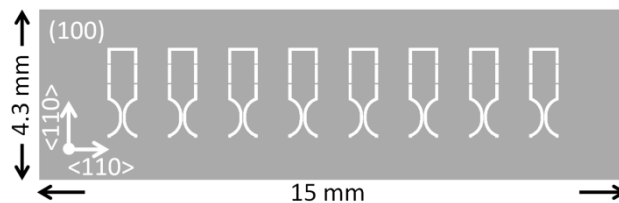


Fig. 3-5 Specimen fabricated on (100) SOI wafer with $\langle 110 \rangle$ tensile direction.

3.3.2 測定結果

試験部幅 4 μm の試験片に対して室温から 600 $^{\circ}\text{C}$ までの間で周囲温度を変化させて真空中で引張試験を行った。この測定は 3.1.2 節の装置の改良前に行われたものである。また、測定時のピエゾステージの負荷速度は 0.58 $\mu\text{m}/\text{sec}$ とした。図 3-6 に室温、400 $^{\circ}\text{C}$ 、600 $^{\circ}\text{C}$ での測定で得られた引張応力-ステージ変位曲線を図 3-6 に示す。いずれのグラフでも応力曲線上に前述の不規則なふらつきがみられる。このふらつきは引張応力の変化と比較して低速な変動であり、試験片把持中だけではなく試験片破断後にも存在した。このふらつきは塑性変形が生じることによる応力曲線の勾配の変化の判別を難しくし、また強度測定の誤差となるので、特に高温下での測定安定性を向上させて信頼性の高い測定を実現するため、試験片破断後もふらつきが存在することから、ロードセルの計測軸の温度を検証し、3.1.2 節の装置の改良を行った。

応力曲線上のふらつきは試験片破断時の応力変化と比べて十分に小さいとして、引張強度についても評価を行った。図 3-7 に引張強度と試験温度の関係を示す。室温から 400 $^{\circ}\text{C}$ の間では同程度の引張強度を示したが、500 $^{\circ}\text{C}$ と 600 $^{\circ}\text{C}$ での測定では引張強度は大きく低下し、室温から 400 $^{\circ}\text{C}$ までの測定と比較して 50% 程度の強度を示した。

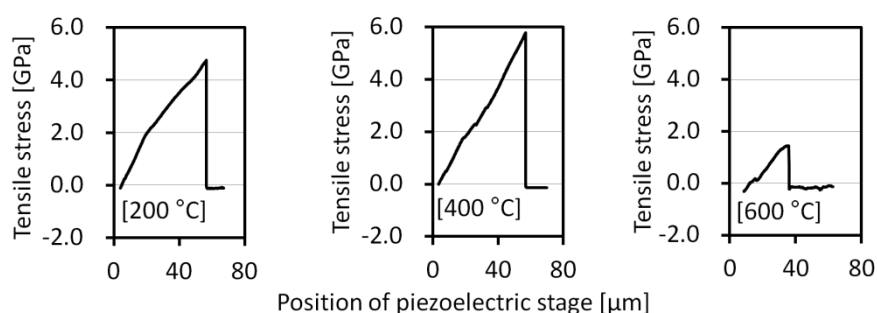


Fig. 3-6 Tensile stress of 4- μm -wide specimens as a function of the position of piezoelectric stage at 200 $^{\circ}\text{C}$, 400 $^{\circ}\text{C}$, and 600 $^{\circ}\text{C}$.

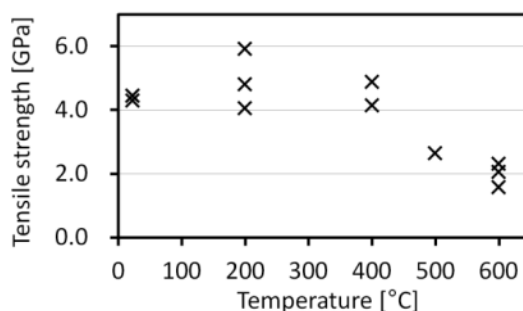


Fig. 3-7 Tensile strength of 4- μm -wide specimens as a function of temperature.

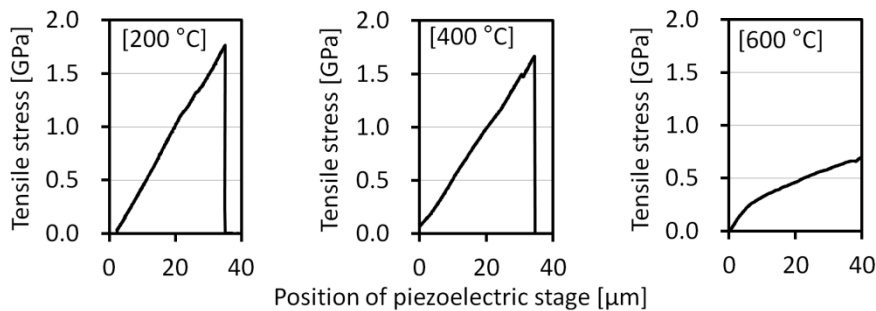


Fig. 3-8 Tensile stress of 9- μm -wide specimens as a function of the position of piezoelectric stage at 200 °C, 400 °C, and 600 °C.

測定装置の改良後、試験部幅 9 μm の試験片に対して室温から 600 °C までの間で真空中で引張試験を行った。図 3-8 に試験部幅 9 μm の室温、400 °C、600 °C の測定で得られた引張応力-ステージ変位曲線を示す。測定時のピエゾステージの負荷速度は 0.14 $\mu\text{m}/\text{sec}$ である。図 3-6 の試験部幅 4 μm の試験片の引張強度と比較して、試験部幅 9 μm の室温と 400 °C の測定結果での引張強度は低く、これは試験片のパターニング時の加工状態に差があり、試験部幅 9 μm の試験片は側面の表面損傷が大きかったためである。また、図中の 600 °C の測定では応力曲線は引張応力 0.3 GPa 付近で勾配が大きく低下し、また、測定に用いるピエゾステージの動作範囲を安定して動作する 40 μm までに制限したため、測定では破断に至らなかった。この応力曲線の勾配の低下は単結晶シリコンの BDT によって塑性変形が現れたものと考えられる。図中の応力曲線に注目すると室温から 400 °C までの測定で試験片破断までの直線性が向上しており、装置の改良によって測定安定性が向上したことが実証された。

3.3.3 破断部形状と試験温度の関係

引張試験後の試験片を SEM を用いて観察した。試験部幅 4 μm の試験片の室温、500 °C、600 °C での破断試験片を図 3-9 に示す。室温から 400 °C で測定を行った試験片では、側面上の表面損傷を起点として(111)面をへき開面とした典型的な脆性破壊の形状のみが観察されたが、500 °C 及び 600 °C で測定を行った試験片では、試験片上面及び側面に直線状のすべりの痕跡がみられた。このすべりは、試験構造の結晶方位との角度の関係から、(111)面に沿って生じたと考えられる。この結果から BDT 温度は 400 °C と 500 °C の間であると推測される。これは単結晶シリコンのバルクにおいて報告されている BDT 温度の 600 °C よりも低く、構造寸法の影響による変化であるとみられる。

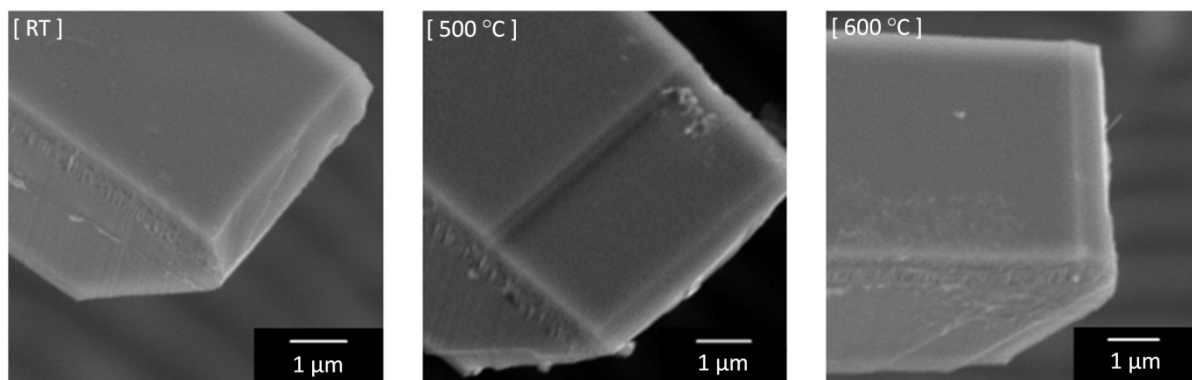


Fig. 3-9 4- μ m-wide specimens fractured at RT, 500 $^{\circ}$ C, and 600 $^{\circ}$ C. Specimens tested at 500 $^{\circ}$ C and 600 $^{\circ}$ C had slip.

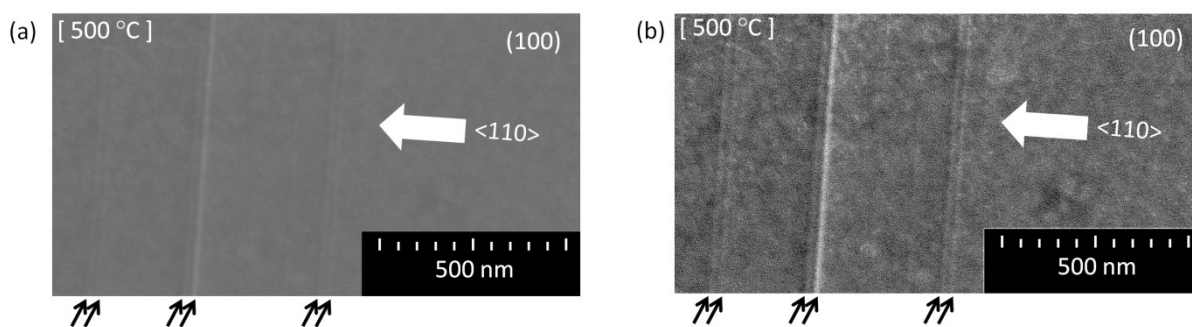


Fig. 3-10 Slip lines appeared on top surface of 4- μ m-wide specimen at 500 $^{\circ}$ C. (a) Original image. (b) Edge enhanced image with modified contrast and brightness.

すべりの現れた温度域と引張強度の低下した温度域が一致しており，すべりによる試験片の形状変化が引張強度の低下に影響しているものと考えられる．分析のために電界放射型走査電子顕微鏡(field-emission SEM: FESEM)を用いて 500 $^{\circ}$ C で測定した試験片を真上から観察した結果を図 3-10 に示す．図中に示すように直線状のすべりの痕跡が 50 nm 程度の間隔で対となって散在し，これはすべりによるステップであると考えられる．このすべりのステップによる試験片断面積の変化は 5 %以下であると見積もられ，引張強度の低下に比べてはるかに小さいが，このステップが形成されることでその周囲が応力集中部となって見かけの強度低下に寄与したものと考えられる．

図 3-11 から図 3-13 に測定後の試験部幅 9 μ m の試験片の SEM 観察結果を示す．試験片の側面の加工損傷は，図 3-8 にみられる試験部幅 4 μ m の試験片のものよりも大きく，これが試験部幅 9 μ m の試験片の引張強度を低下させたと考えられる．図 3-11 に示すように，室温から 400 $^{\circ}$ C までの測定は同様の破断形状を示し，(111)面をへき開面とする脆性破壊の形状を示した．試験部幅 9 μ m の

試験片でもすべりの痕跡が観察されたのは 500 °C と 600 °C で測定を行った試験片のみであった。(図 3-12, 図 3-13). 図 3-12a に示したのは, 500 °C の測定でステージ変位の不足により破断しなかった試験片であるが, モデルに示すように(111)面に沿ったすべりの痕跡が存在する. 図 3-13 には 600 °C の測定で破断した試験片を示す. 図は対になる破断部であり, この観察結果から膜厚方向に大きくびれ変形を伴って破壊したことが示し, その破面は, 400 °C までの測定での破断部のように少数の大きな結晶面が現れるのではなく, 小さな結晶面で構成され, これは温度の上昇に伴って結晶異方性の影響が低下し, 破壊進展中の結晶面の遷移が生じやすくなったためと考えられる.

図 3-12b に示すように, 500 °C で測定した試験片では(110)面に沿うような破面を持つものも観察された. S. Nakao らは単結晶シリコンの破壊が進展する結晶面と周囲温度の関係を報告している. それは周囲温度 80 °C を境に試験片の破壊の進展が(110)面に沿うものから(111)面に沿うもの

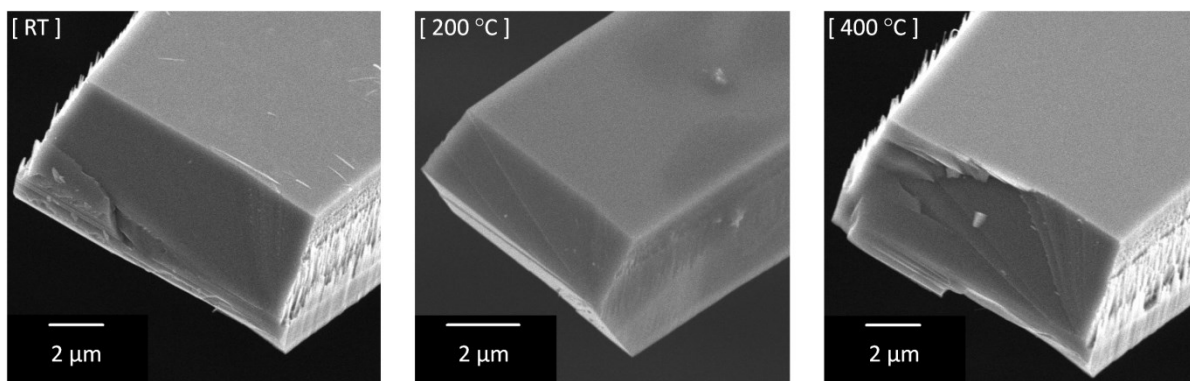


Fig. 3-11 9- μm -wide specimens fractured at RT, 200 °C, and 400 °C.
All specimens had fracture surfaces on (111) starting at their sidewall damage.

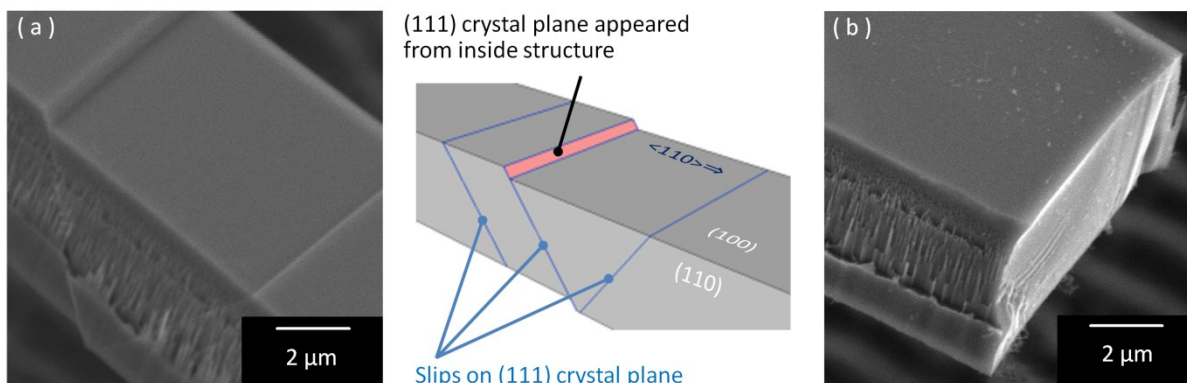


Fig. 3-12 9- μm -wide specimens tested at 500 °C.
(a) Slip on (111) of un-fractured specimen. (b) Specimen with (110) fractured surface.

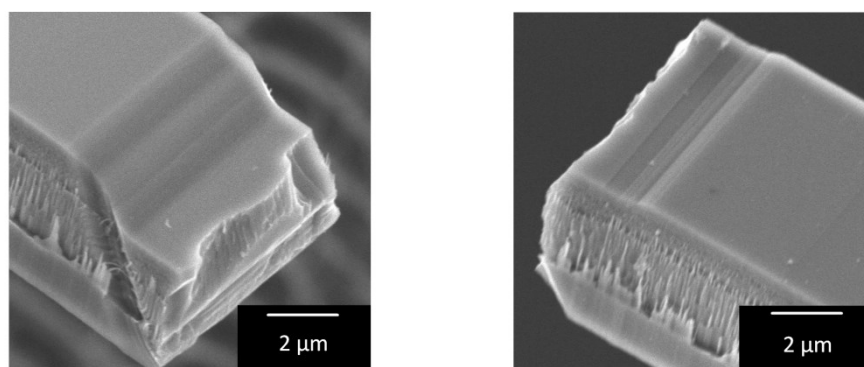


Fig. 3-13 Paired ends of fractured 9- μm -wide specimen at 600 °C with slip and necking deformation.

に変化している[9]. 本研究で見られた傾向はその逆であり, 400 °C までは(111)面で破壊が進展したのに対して, より高温である 500 °C で(110)面に沿うような破面がみられたというものである. 境界となる温度も異なることから両者のメカニズムは異なっていると考える. 本研究で見られた形状はすべりによる応力集中部の形成と, 温度上昇に伴う結晶異方性の影響の低下が寄与したものと考えられる.

3.3.4 考察

本節で測定した試験片は, 試験部幅寸法の違いに関わらず, どちらの試験片の測定でもすべりの現れた温度域は 500 °C 以上と, 同じ傾向を示した. これは BDT 温度に対する寸法効果の現れ方が測定した両寸法の間では同様であることを示唆するものである.

本研究の測定結果を, これまでに報告されている高温試験の測定結果と, 測定後の構造ですべりの観察された温度域の下限に注目して比較した. 図 3-14 に, 試験片の断面積と厚さ寸法で比較した結果を示す. 図中の黒色のプロットはすべりの観察された条件を示し, 白抜きのプロットは

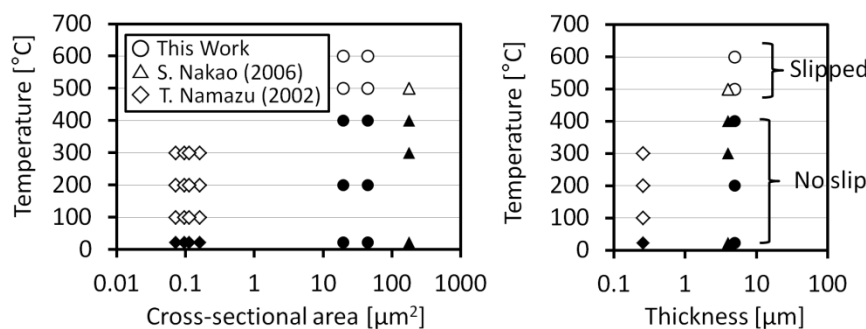


Fig. 3-14 Size effect on BDTT. Slip occurrence is indicated on temperature vs. specimen dimensions plot. Open marks indicates measurements with slip occurrence.

観察されなかった条件を示す。S. Nakao らの報告[4]している試験片は断面積 $180 \mu\text{m}^2$ であり、また T. Namazu らの報告[5]は断面積 $0.07\text{-}0.16 \mu\text{m}^2$ であることから、本節の試験片は、断面積の大きさとしてはこれらの間に位置するものである。一方で試験片の厚さ寸は本節のものと S. Nakao らの測定構造はそれぞれ $5 \mu\text{m}$ と $4 \mu\text{m}$ であり同程度であるが、T. Namazu らの試験片は厚さ 255nm であり、これらに比べてはるかに小さい。すべりの観察された温度域の下限は、本節の測定結果は S. Nakao らの報告と同じであり、T. Namazu らの報告よりも $400 \text{ }^\circ\text{C}$ も高いものであった。この比較結果と、バルク構造では BDT 温度は $600 \text{ }^\circ\text{C}$ であることやナノワイヤ構造では室温でもすべりが観察されていること[4]を考慮すると、BDT 温度に対する寸法効果は主に厚さ寸法に依存して現れている可能性が示唆される。その意味としては、構造中のすべりの生じる結晶面に沿った寸法に依存している可能性が考えられる。

3.4 (110)シリコンマイクロ構造に対する高温引張試験

3.4.1 試験片作製

3.3.4 節の考察を検証し、BDT 温度に対する寸法効果を詳細に分析する方法として、面方位(110)の試験片を用いて異なる引張軸方位で強度を測定する方法を用いる。面方位(110)の試験片ではすべりの現れる(111)面が構造表面に対して垂直にも存在し、特に引張方位を $\langle 110 \rangle$ とする試験片では垂直にしか存在しない。このことから、面方位(110)の試験片では引張軸方位や幅寸法を変えて一括して作製することで、同一の表面損傷を持った試験片で(111)面に対する応力状態や(111)面のすべり方向の長さを変化させることが可能であり、これを用いてすべり発生の応力・温度条件を分析する。

試験チップの設計形状を図 3-15 に示す。試験部の幅は $0.5, 1, 2, 5 \mu\text{m}$ の 4 通りとし、引張方位は $\langle 100 \rangle, \langle 110 \rangle, \langle 111 \rangle$ の 3 方位となるように設計した。また、図 3-16 に示すように、装置と試験片の引張軸を合わせるため、結晶方位の角度に対応するガイドを設けた試験片固定治具を作製した。結晶異方性、幅寸法、周囲温度の影響を評価するためには多数の試験片が必要である。そのため、より多くの試験片を 1 枚のウエハから作製するために、試験片自由端側のパドル状の構造は各試験片の試験部断面積を考慮して長さを変更し、試験チップの寸法を調整することで、4 インチウエハ上に各方位・各幅寸法でそれぞれ 120 個以上の試験片を配置した。ワイブル分布を用いた統計的な分析に必要なデータ数は 1 条件あたり 10~15 個であるため、この試験チップ設計によって破壊強度のばらつきの評価にも十分な数の測定データが得られる。

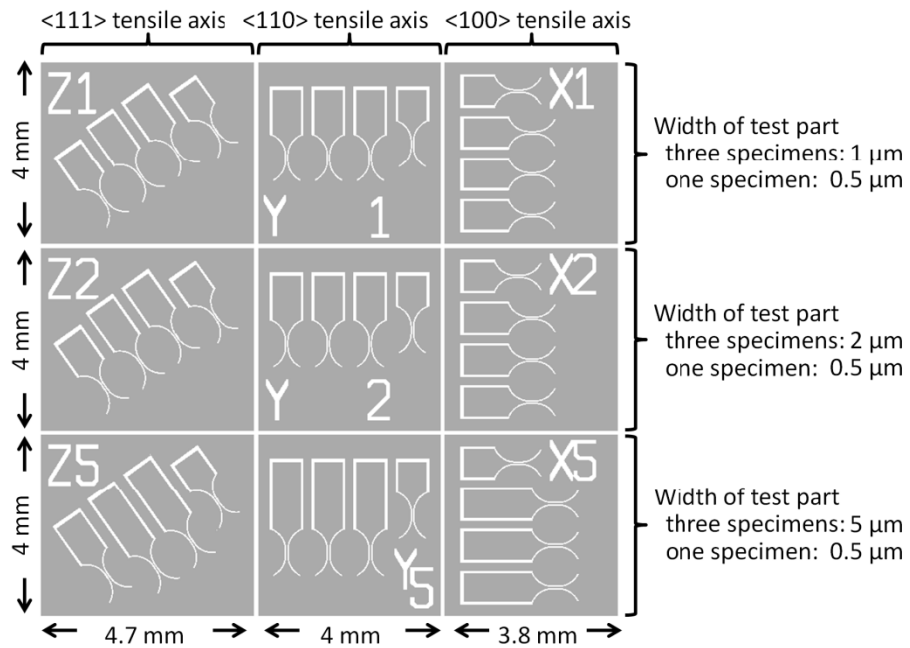


Fig. 3-15 Specimen fabricated on (110) SOI wafer with three types of tensile axes and four types of width.

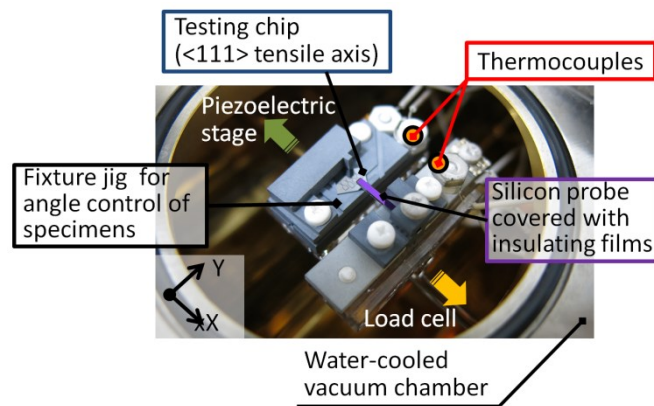


Fig. 3-16 Setup for specimen fabricated on (110) SOI wafer with <111> tensile axis.

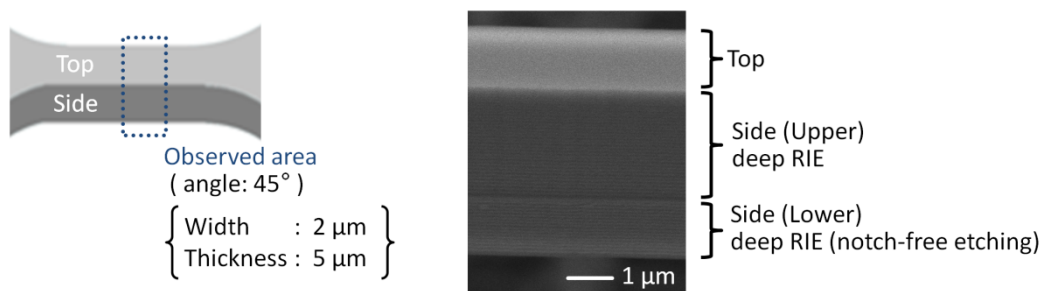


Fig. 3-17 SEM image of the fabricated specimen (observing angle: 45°).

試験片の作製プロセスは3.3.1節と同じである。試験部幅寸法 500 nm までの微細な構造の作製し、また、試験片間の誤差を小さくするため、試験片パターニングの UV リソグラフィには縮小倍率 5 倍の i 線ステッパを用いた。作製した幅 2 μm の試験片の SEM 像を図 3-17 に示す。作製した試験片は側面の表面損傷としてスキヤロップスのほかに約 50 nm 程度の段差を持つ。この段差は Deep RIE のエッチング条件を標準的な条件から底面角部の損傷（ノッチングダメージ）を低減する条件に切り替えた際に生じたものである。

しかし、試験片作製の結果、ハンドル層に対する Deep RIE プロセス(付録 A 参照)の歩留りが悪く十分な数の試験片を確保することができなかった。ハンドル層に対する Deep RIE プロセスでは、加工対象の SOI ウエハを軟化温度約 70 $^{\circ}\text{C}$ のエレクトロンワックスを用いてダミーウエハ上に一時接合し、Deep RIE プロセス後に剥離を行うが、この剥離工程で多くの試験片が破損した。試験部幅寸法の減少に伴って歩留りは低下し、特に、試験部幅 0.5 μm と 1 μm の試験片はほとんどすべての試験片が作製中に破断した。これらの試験片作製の歩留りを向上させる方法としては、デバイス層のパターニングと埋め込み酸化膜層のエッチングのみで試験片を作製する方法がある。その場合、試験片自由端側のパドル状の構造にエッチングホールが必要となるが、プローブとの接触面積の低下によって静電チャックでの試験片把持力が低下するため、特に高温下では静電チャックのために印加可能な電圧が制限されることから、試験片の設計には十分な検討が必要である。

本節の測定では、試験部幅 2 μm と 5 μm の試験片に対して<110>方位と<111>方位の高温引張試験を行う。高温下での応力曲線や、塑性変形として現れるすべりとくびれに注目し、結晶異方性が高温下での機械的特性に及ぼす影響を評価する。

3.4.2 測定結果

図 3-18 に、2 方位の試験部幅 2 μm と 5 μm の試験片に対してそれぞれ 500 $^{\circ}\text{C}$ と 600 $^{\circ}\text{C}$ での引張試験で得られた引張応力-ステージ変位曲線を示す。測定時のピエゾステージの負荷速度は 0.14 $\mu\text{m}/\text{sec}$ である。図 3-16b に示すように、600 $^{\circ}\text{C}$ での測定ではどちらの引張方位でも応力曲線の勾配が大きく低下し、ピエゾステージの動作範囲内で試験片は破断に至らなかった。一方で、図 3-16a に示すように、試験部幅 2 μm の試験片に対する 500 $^{\circ}\text{C}$ での測定では応力曲線は試験片の破断まで線形な増加を示した。これは大きな塑性変形が試験片の破断までに生じなかったことを示すものであり、試験部幅 2 μm までの微細化では BDT 温度がほとんど変わらないことを示唆するものである。

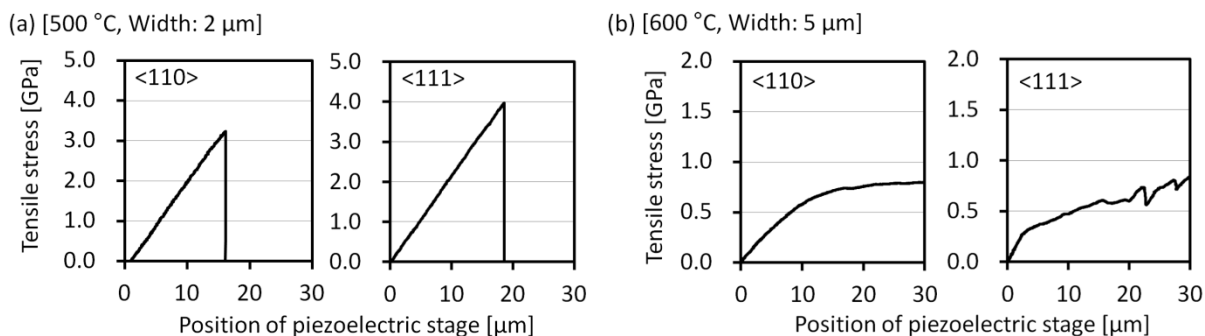


Fig. 3-18 Tensile stress of (110) specimens along <110> and <111> as a function of the position of piezoelectric stage.
 (a) Stress curves of 2-μm-wide specimens at 500 °C.
 (b) Stress curves of 5-μm-wide specimens at 600 °C.

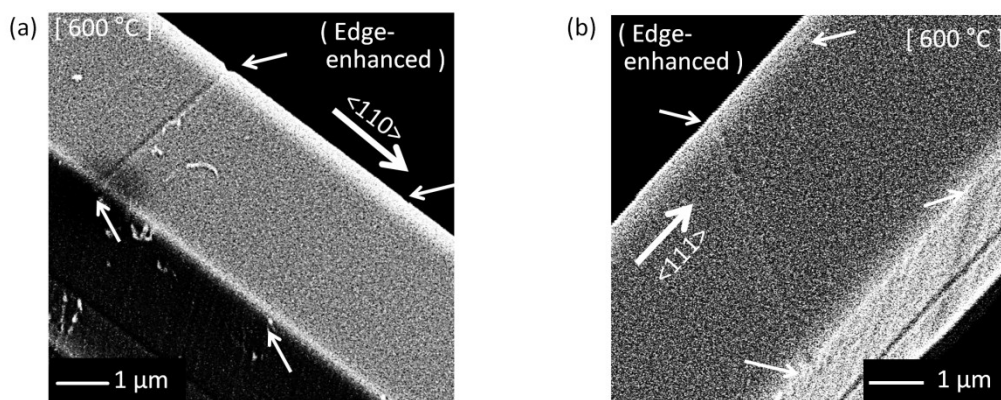


Fig. 3-19 Necking of un-fractured specimens tested at 600 °C.
 (a) <110> specimen. (b) <111> specimen.

3.4.3 考察

図 3-18 の 600 °C で測定を行った試験片を図 3-19 に示す。2 方位の試験片ではいずれも上面にくびれが観察された。試験片の結晶方位から、図 3-19a の<110>方位の試験片上のくびれは引張方位に垂直なステップを伴って(110)面に沿って現れていると考えられる。一方で図 3-19b の<111>方位の試験片では、引張方位に垂直ではないステップを伴ってくびれが現れており、600 °C でのくびれの形成にも結晶異方性が影響することを示すものである。<111>方位の試験片にみられたくびれは(110)面に沿うものか(111)面に沿うものかの判別がこの観察では困難である。上面にみられるくびれは(110)、(111)面のいずれにも沿うものであり、また、試験片側面上に現れるくびれによる滑らかな変形は、Deep RIE 時に形成された縦縞状の表面損傷も混在することから、SEM 観察では特定するのが難しいためである。

単結晶シリコンの高温でのすべりは常に(111)面で発生するため、図 3-18a ように(110)面に沿って現れているように見えるすべりも(111)結晶面のすべりの集合として考えることができるが、別のすべり系が発生している可能性もある。測定時に得られたピエゾステージの変位と引張応力の関係からは、観察されたくびれよりも大きな塑性変形が起きていることを示唆しており、試験片には観察が困難な微小すべりが多数存在しているものと考えられる。これらは高分解能 SEM, 原子間力顕微鏡での観察を通じてそれらの微小なすべりの観察が必要である。

図 3-20, 21 に 500 °C で破断した試験片を示す。どちらの試験片にも(111)面に沿ったすべりによ

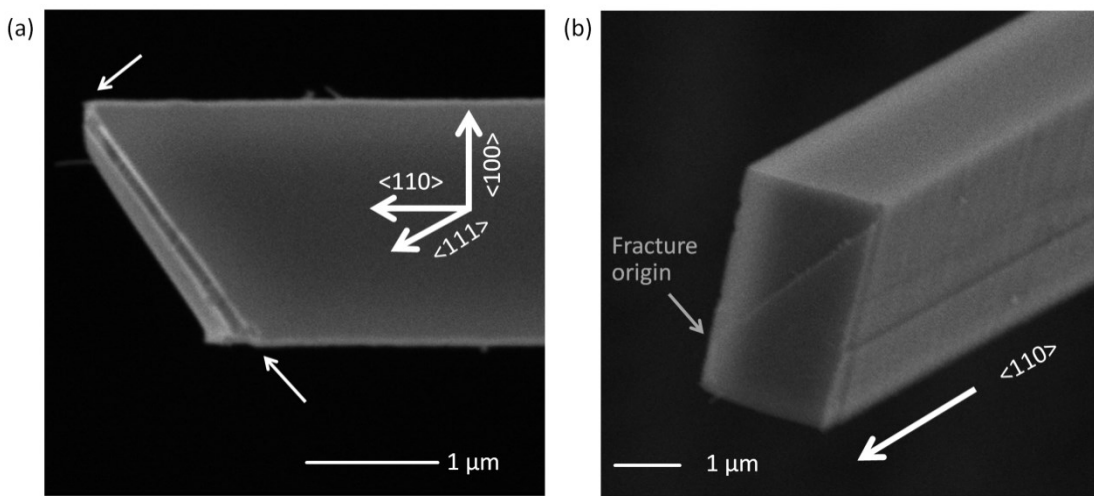


Fig. 3-20 <110> specimen's (a) surface step and (b) fracture shape.

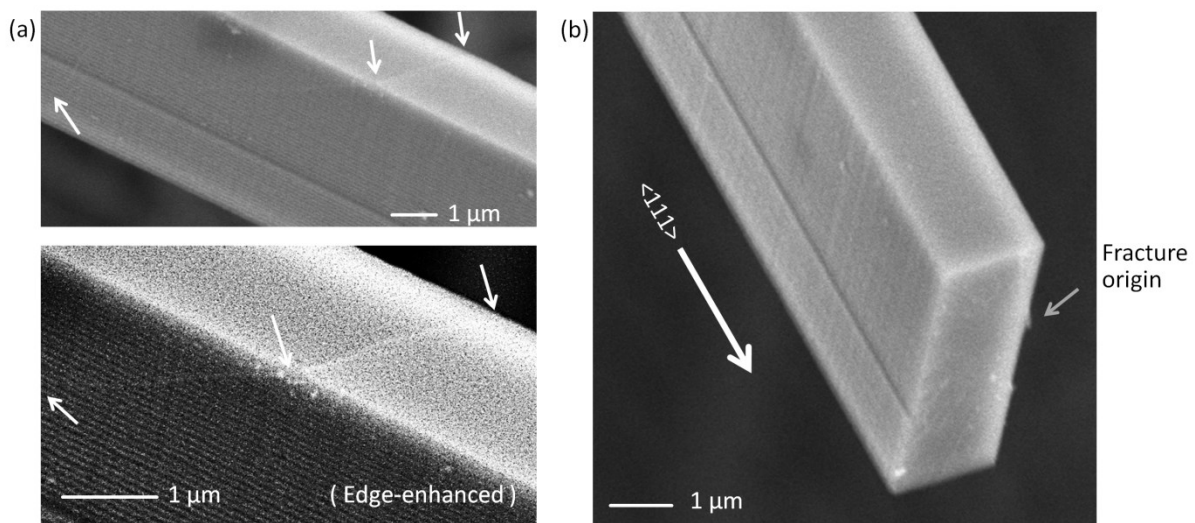
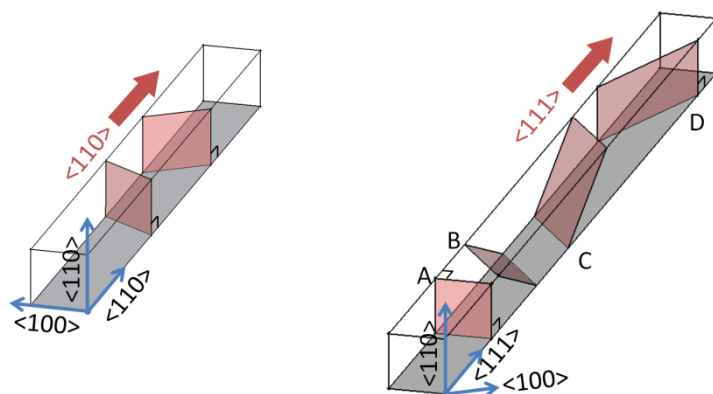


Fig. 3-21 <111> specimen's (a) surface step (upper: raw image, and lower edge-enhanced image) and (b) fracture shape.

Fig. 3-22 (111) planes in $\langle 110 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$ specimens.

るステップが存在し、一方で破面は主に(111)面に沿ったへき開破壊を示している。また、 $\langle 110 \rangle$ 試験片では、初期の破壊が(110)面に沿って進んだ後に(111)面に変化した。

また、どちらの試験片も Deep RIE で形成された側面の表面損傷から破壊が生じている。加えて、 $\langle 110 \rangle$ 試験片はすべりによるステップの近傍で破壊が生じており、ステップの形成後に速やかに破壊に至ったものと考えられ、ステップが強度に及ぼす影響は $\langle 111 \rangle$ 試験片よりも大きいと推測される。これについては次節で考察する。

$\langle 111 \rangle$ 試験片では、すべり面と破面について、面方位・位置ともに異なっている。このため、すべりと破壊を分けて議論することができる。図 3-22 に $\langle 110 \rangle$ 及び $\langle 111 \rangle$ 試験片中の引張軸に平行なものを除いた(111)面群を示す。 $\langle 111 \rangle$ 試験片は独立な 4 つの(111)面を持ち、破壊は(111)面に対して垂直な引張応力に応じて面 A で生じ、SEM 観察で見られた表面のステップの引張方位に対する角度からすべりは面 C で生じたと考えられ、これはせん断応力に従って生じたものと考えられる。面 B, C, D は引張軸とのなす角は同じであることからすべり面としては等価である。面 C ですべりが生じた原因は解明できていないが、その原因の一つとして構造表面とすべり面のなす角の影響が考えられる。一方で $\langle 110 \rangle$ 試験片の 2 つの(111)面は、引張軸と構造表面となす角はともに等しく、すべり及び破壊の観点で等価である。

ここで(111)面でのせん断応力に基づいて $\langle 110 \rangle$ 及び $\langle 111 \rangle$ 試験片でのすべりによるステップの出現条件について考察する。単結晶シリコンでの高温での転位は glide set 転位であり、その方位は $\langle 11-2 \rangle$ である。 $\langle 110 \rangle$ 及び $\langle 111 \rangle$ 試験片において、引張軸と転位方向からシュミット因子(Schmid factors)を計算するとそれぞれ 0.471 と 0.314 となる。これまでの破壊とすべりの考察から、 $\langle 110 \rangle$ 試験片ではステップの形成後に破壊が速やかに生じ、 $\langle 111 \rangle$ 試験片では破断までのどこかで発生したものとすると、観察されたステップを生成したせん断応力はそれぞれ、 $\langle 110 \rangle$ 方位では約 1.5 GPa であり、また $\langle 111 \rangle$ 方位では 1.3 GPa 以下と見積もられ、同程度の値となる。この見積りでは 2 方

位で15%の差異があるが、これはすべり面と試験片の交差面の大きさやすべり方向の長さの影響が考えられ、このことはBDTの寸法効果に関係している可能性がある。

3.5 すべりによるステップが引張強度に及ぼす影響

3.3及び3.4節で周囲温度500℃での<110>試験片ではすべりによるステップ近傍で破壊が起きており、ステップが高温での見かけの引張強度を低下させる要因となったと考えられる。そのため、ステップの周囲の応力分布を有限要素法を用いて計算し、すべりが破壊強度に及ぼす影響を考察した。

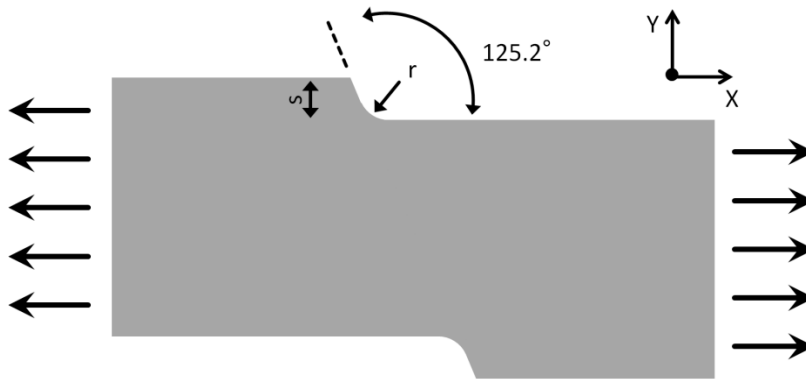
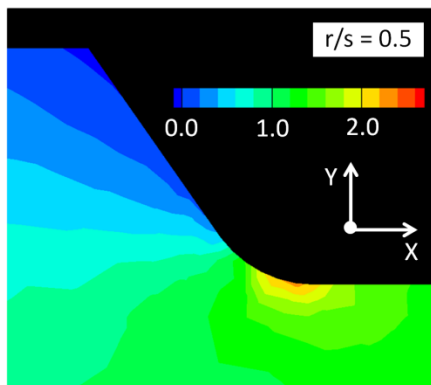


Fig. 3-23 FEM calculation model of flat bar with surface steps under tensile stress.

Table 3-3 Elastic properties used in the FEM calculation.

Elasticity type	Elastic properties	
Isotropic	Elastic modulus [GPa]	169
	Poisson's ratio	0.3
Anisotropic	Elastic constant C_{11} [GPa]	167.4
	Elastic constant C_{12} [GPa]	65.23
	Elastic constant C_{44} [GPa]	79.57

(a) [Around surface step]



(b)

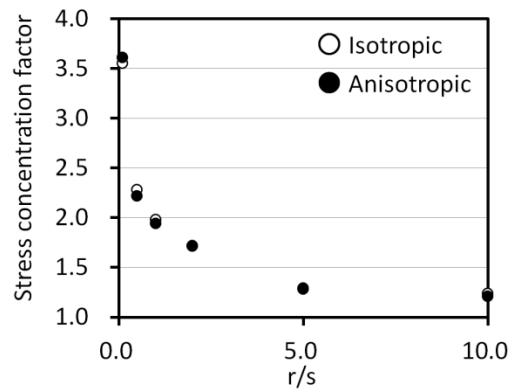


Fig. 3-24 FEM calculation results of (a) distribution of stress along normalized tensile axis in isotropic model and (b) stress concentration factor as a function of fillet radius.

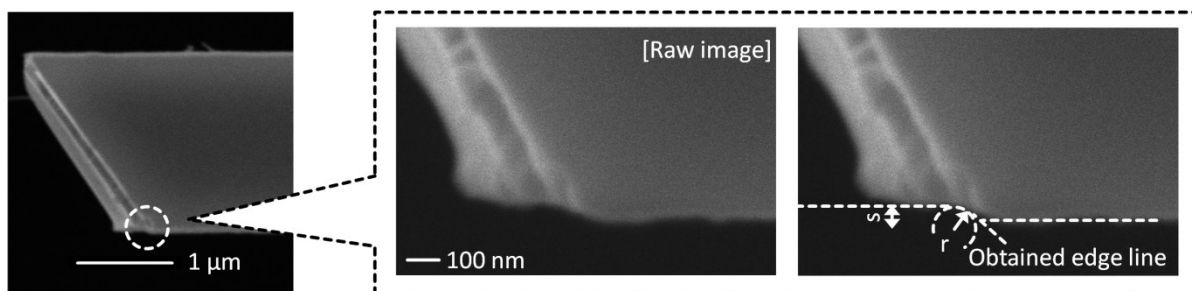


Fig. 3-25 Edge line of the surface step of the <110> specimen indicating r/s of around 3–4.

解析時のモデルを図 3-23 に示す. 第 2 章で述べたように <110>試験片は(100)及び(110)シリコンでは結晶構造が等価であるため, このモデルは(100)と(110)試験片のどちらにも対応する. ステップ形状は次の 3 点を仮定してモデルを作成した.

- ・すべりは(111)面に沿っており, ステップは引張軸に対して 125.2° の外角を持つ.
- ・試験片の幅に対して観察されたステップの高さは十分に小さい.
- ・ステップの底部はすべりの集合から成る丸みを持つ.

この仮定に基づき, ステップ高さ s をモデルの幅の 1%とし, またステップの底部に半径 r のフィレットを与えた. また, この解析では弾性定数の結晶異方性が及ぼす影響についても検討するため, 解析モデルが等方性と異方性の場合の両方について解析を行った. 解析時の弾性定数は, 表 3-3 に示すように単結晶シリコンと一致するように設定し, 異方性を考慮した解析では, X, Y, Z 軸をそれぞれ<110>, <100>, <110>となるように設定した. 周囲温度が弾性定数に及ぼす影響は 100 ppm/K 以下と十分に小さいため, この解析では考慮していない.

有限要素解析を用いて, ステップ高さ s に対する底部のフィレット半径 r の比 r/s が 0.1 から 10 となる範囲で解析を行った. 弾性定数の異方性の影響は解析結果にほとんど影響せず, 図 3-24a に示すように応力集中の最大値はステップの底部で生じ, これは図 3-19 の破断形状と一致する. この応力集中の最大値は図 3-24b に示すように r/s の増加に伴って減少し, r/s が 0.1 から 10 まで変化する間で 3.6 から 1.2 まで減少した.

図 3-25 の(110)<110>試験片に対する SEM 像に基づき, 試験片破断時のステップ周囲での応力集中の見積もりを行った. 破断点近傍での詳細な形状観察は困難であるため, 試験片の両側でほぼ同じステップが現れたと仮定して, 破面反対側に残されたステップ形状を計測した. 観察の結果, ステップの高さはおよそ 50 nm であり, r/s は 3~4 程度であった. 有限要素解析の結果から, このステップによる応力集中係数は 1.4~1.6 である. 一方で, 3.4 節の測定で得られた<111>試験片の引張強度は<110>試験片比べて約 25 %高く, 両者の差異は, エッチングによる表面損傷とステップで破壊が発生する場合のクライテリアの差異を表していると思われる.

3.6 まとめ

本章では赤外光集光加熱を用いた真空高温引張試験装置の開発を行い、これを用いて結晶方位や試験部幅寸法が異なる単結晶シリコンの(100)及び(110)マイクロ構造に対して600°Cまでの高温真空下で引張試験を行った。

試験装置の概要を以下にまとめる。

- ・ 赤外光集光加熱を用いて、チャンバ中央の測定部を局所的に800°Cまで加熱可能。
- ・ 測定部全体の加熱により、試験温度600°Cでの測定部治具間の温度差は約20°C以下。
- ・ 試験雰囲気は100 Pa以下の真空に保たれ、測定中の試験片表面酸化を抑制。
- ・ 引張軸方位の異なる試験片を測定可能。
- ・ 高温試験時の測定安定性：
 1. 荷重計測に用いるロードセルの温度上昇は、ガリウム合金を用いた冷却構造の導入により600°Cの測定時にも35°C程度までに抑制される。
 2. ステージ変位計測には試験装置近傍に置かれたレーザー変位計を用い、試験温度の影響を受けない。

上記の測定安定性向上のための装置の改良により、初期の測定で確認された高温試験時の引張荷重計測値のふらつきは低減され、試験部幅2 μm、厚さ5 μmの試験片の測定においても十分な計測精度を持つことが確認された。

また、計測結果から得られた知見を以下にまとめる。

- ・ (100) <110>方位試験片(試験部幅4 μm、厚さ5 μm)の引張強度は室温から400°Cまでの間ではほとんど変化せず、500、600°Cで半分程度まで低下した。引張強度の低下した温度域は電子顕微鏡で(111)面に沿うすべりの痕跡が確認された温度域と一致し、すべりが破壊強度低下の要因となることが示された。
- ・ 測定を行った断面積10~45 μm²のマイクロ構造では、面方位・引張方位に関わらず、500°Cの測定ではすべりの痕跡、600°Cの測定ではくびれが観察されたことから、これらの寸法の構造の間ではBDT温度に大きな変化はないと考えられる。また、先行研究との比較から、BDT温度の寸法効果には、構造中のすべり方位に沿った長さやすべり面の大きさの影響が示唆された。

- ・ 500 °C, <110>方位の引張破壊は(110)か(111)の結晶面に沿ったへき開破壊を示した. 破壊形態が室温と同じであることから, 見かけの強度低下はすべりによるステップが主な要因であると考え, 有限要素法を用いてステップ形状と応力集中の関係を導出した. (110)<110>試験片で観察されたステップは1.4~1.6程度の応力集中を生じさせたと考えられる.
- ・ (110)<111>試験片の破面近傍にはすべりの痕跡は観察されず, <110>方位に比較してすべりによるステップが引張強度に及ぼす影響は小さいと考えられる.
- ・ 600 °Cでの引張破壊は大きなくびれを伴うとともに破面は微小な結晶面の集合で構成されており, 破壊の進展に及ぼす結晶性の影響は低下している. また, (110)シリコン表面で観察されたくびれは(110)面に沿うようにも現れており, くびれの形成過程についてはまだ議論が必要である.
- ・ (110)試験片での500 °Cにおけるすべりによるステップの出現条件を glide-set の転位方向のせん断応力で整理すると, <110>方位では約 1.5 GPa であり, また<111>方位では 1.3 GPa 以下と見積もられ, 両者は同程度であるが, 15 % 程度の差異があった. また, (110)<111>試験片は複数の独立な(111)面群を持つが, すべりの現れた面を決定した要因を十分に説明できていない. これらのすべりの出現に差異を与えた要因の候補として, 構造表面とすべり面のなす角, 構造中のすべり方位に沿った長さやすべり面の大きさが考えられ, マイクロ構造の BDT 温度の寸法効果の解明にはこれらの影響の議論が必要と考える.

以上から 400 °C 以下の温度域であれば室温と同一のメカニズムで破壊が発生すると考えられ, 加速試験の適用を検討できる. また, 測定した最小の試験片は平行部幅 2 μm, 厚さ 5 μm であるが, 高温試験時に十分な測定安定性が確認され, より微細な試験片の測定にも本手法は適用可能であると考えられる. 今後の展望として, 幅 0.5 μm までの(110)試験片に対して, 400~500 °Cでの引張破壊及びすべりの発生の分析を行うことで, すべりの出現する応力条件が明確になるとともに, 高温域の初期破壊強度にステップが及ぼす影響の定量化が可能と考える.

参考文献

- [1] Muhlstein, C.L., Brown, S.B., and Ritchie, R.O., "High-cycle fatigue and durability of polycrystalline silicon thin films in ambient air", *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2001, 94 (3), pp. 177-188.

- [2] Komai, K., Minoshima, K., and Inoue, S., “Fracture and fatigue behavior of single crystal silicon microelements and nanoscopic AFM damage evaluation”, *Microsystem Technologies*, 1998, 5 (1), pp. 30-37.
- [3] Tsuchiya, T., Ikeda, T., Tsunematsu, A., Sugano, K., and Tabata, O., “Tensile Testing of Single-Crystal Silicon Thin Films at 600°C Using Infrared Radiation Heating”, *Sensors and Materials*, 2010, 22 (1), pp. 1-11.
- [4] Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., and Sato, K., “Mechanical properties of a micron-sized SCS film in a high-temperature environment”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2006, 16 (4), pp. 715-720.
- [5] Namazu, T., Isono, Y., and Tanaka, T., “Plastic deformation of nanometric single crystal silicon wire in AFM bending test at intermediate temperatures”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2002, 11 (2), pp. 125-135.
- [6] Han, X., Zheng, K., Zhang, Y., Zhang, X., Zhang, Z., and Wang, Z.L., “Low-temperature in situ large-strain plasticity of silicon nanowires”, *Advanced Materials*, 2007, 19 (16), pp. 2112-2118.
- [7] Reisman, A., Nicollian, E.H., Williams, C.K., and Merz, C.J., “The modelling of silicon oxidation from 1×10^{-5} to 20 atmospheres”, *Journal of Electronic Materials*, 1987, 16 (1), pp. 45-55.
- [8] Material safety data sheet for galinstan [<http://www.rgmd.com/msds/msds.pdf>].
- [9] Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., Sato, K., “Effect of temperature on fracture toughness in a single-crystal-silicon film and transition in its fracture mode”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, 18 (1), art. no. 015026.

第4章

ひずみゲージ集積並列引張疲労試験法の開発

4.1 はじめに

従来のシリコンマイクロ構造の疲労寿命データは多くが曲げ試験で得られたものである。MEMS デバイスの設計指標となる疲労寿命データは複数の測定方法によって提示されるのが望ましく、また圧縮応力下での疲労き裂成長と応力比による疲労寿命の変化が H. Kahn らによって報告されており[1]、これを解明する上でも応力比 0 以上の引張試験で得られた寿命データとの比較が有効である。しかし、曲げ試験以外の方法の負荷周波数は低く、疲労寿命測定に要する時間が課題となっている。

本研究では短時間で多数の引張疲労寿命データを取得する方法として、ひずみゲージ集積並列引張疲労試験方法を提案する。提案方法では、単結晶シリコンのピエゾ抵抗効果を利用したひずみゲージを試験片とともに試験チップ上に複数配置し、一括して引張疲労試験を行う。この方法では、ひずみゲージ集積化による測定系の高剛性化に伴う繰返し負荷周波数の向上と測定の並列化によって、高サイクルまでの測定と短時間で多数の疲労寿命データの取得をはかる。

これまでに報告されているシリコンのナノ・マイクロ構造の疲労特性評価で、引張試験を用いた測定の報告は曲げ試験を用いたものに比べて少ない。その理由の一つは引張疲労試験の繰返し負荷の周波数(負荷周波数)の低さにある。シリコンの疲労特性評価では、疲労寿命の長さから 10^7 回よりも多くの繰返し負荷回数が必要であり、また、脆性材料であるために疲労寿命のばらつきが大きいことから、ワイブル分布を用いた統計的な分析のために多くの測定データの取得が望ましく、負荷周波数の低い測定方法では十分なデータの取得には非常に長い時間が必要となる。表 4-1 にこれまでに報告されているシリコンのナノ・マイクロ構造の引張疲労試験方法を示す[2-7]。100 Hz 以下で行われているものが多く、繰返し負荷回数は 10^6 回までが多い。一方で、高速な曲げ疲労試験では試験チップ上に作製した振動子の共振振動を用いて 10 kHz 以上の負荷周波数で測定を行う方法も報告されており、繰返し負荷回数も引張試験に比べて高い。[8, 9]

測定に適用可能な負荷周波数は加振方法に強く依存する。表 4-1 に示すよう引張疲労試験ではピエゾアクチュエータなどの外部のアクチュエータを用いて試験片に引張応力を与える。これは、高い破壊強度を持つシリコンのナノ・マイクロの試験では、静電アクチュエータなどの試験チッ

Table 4-1 Tensile-fatigue testing methods for silicon microstructures.

Authors (Year)	Ref.	Material	Loading	Force sensing	Frequency [Hz]	Cycles
T. Namazu, <i>et al.</i> (2009)	2	Single crystal silicon	Piezo actuator	Load cell	10-200	10 ⁹
T. Tsuchiya, <i>et al.</i> (2010)	3	Single crystal silicon	Piezo actuator	Load cell	40	10 ⁶
T. Ando, <i>et al.</i> (2001)	4	Single crystal silicon	Dc servo actuator	Load cell	10	10 ⁶
J. Bagdahn, <i>et al.</i> (2003)	5	Polysilicon	Loud speaker	Load cell	50-6000	10 ⁹
S. Kamiya, <i>et al.</i> (2008)	6	Polysilicon	Piezo actuator	Load cell	100	10 ⁸
H. Kapels, <i>et al.</i> (2000)	7	Polysilicon	Thermal actuator	Optical determination of displacement	-	10 ⁶

以上に集積するアクチュエータでは十分な応力を負荷できないためである。また、試験片やアクチュエータ、荷重センサ、そのほか治具などを含めた装置全体の剛性も重要となる。外部アクチュエータの振幅は一般に周波数の上昇に伴って減少し、例えば圧電アクチュエータの場合ではその時定数や駆動回路の出力インピーダンスに支配される。そのため、剛性の低い機構、例えば試験片が長い場合や微小荷重用ロードセル等を用いる場合では、疲労試験時にアクチュエータに必要な変位振幅が大きくなり、負荷周波数の向上が難しい。

本研究では単結晶シリコンマイクロ構造の引張疲労特性の評価を短時間で行う測定方法を検討する。第一に、静電チャックを用いた引張試験の高速化を検討した。当研究グループでは負荷周波数 40 Hz の引張疲労試験をこれまでに報告しており[3]、100 Hz 程度までの負荷周波数の高速化及び高サイクルまでの計測について検討した。(『付録 D 静電チャックを用いた引張疲労試験の高速化の検討』)しかしこの検討では、高速化の際の荷重計測精度の低下、疲労試験中の試験片把持の不安定化といった課題がみられ、引張試験の高速化・高サイクルまでの測定は困難であった。この検討のもと、マイクロ構造の疲労試験では

1. アクチュエータに要求される変位を低減させるための測定系の高剛性化
2. 意図しない共振を回避するための測定系の単純化
3. 高負荷周波数での荷重計測の安定性
4. 試験片把持の安定性

が重要であると考えられ、これを考慮してセンサなどの計測に必要な要素を試験チップ内に組み込む試験方法を検討した。第二に引張-圧縮の共振変形を用いた疲労試験の高速化を検討した。

(『付録 E 引張-圧縮変形の共振を用いた高速疲労試験の検討』) 第三に、振動子のねじれ変形の共振から試験構造に引張荷重を高速で与える疲労試験方法を検討した。(『付録 F ねじり振動子を用

いた引張疲労試験の高速化の検討』これらは共振を利用した試験方法で、それぞれ、アクチュエータとセンサを試験チップ内に組み込んだ試験方法、試験チップ全体を加振することで振動子をねじれさせて試験部に引張応力を与える試験方法であるが、負荷できる引張応力の大きさおよび共振時のQ値の検証が課題となっており、実現にはまだ検討が必要である。

本章では単結晶シリコンのピエゾ抵抗効果を利用したひずみゲージを集積化した並列引張疲労試験について記載する。提案手法では、ひずみゲージの集積によって測定系を高剛性化することで負荷周波数の向上が可能となり、また測定の並列化によって試験片一つ当たりの計測必要な時間を短縮する。この方法では試験片と対となるひずみゲージを一体化させて試験チップ上に複数配置し、ピエゾステージを用いて一括して引張変位を与える。ひずみゲージをセンサに用いることにより、線形で低ノイズの出力を簡単な読み出し回路を用いて計測できることから測定の並列化が容易であると期待される。本章では集積したひずみゲージと提案する測定方法についてそれぞれ検証を行い、提案手法を用いた高速並列疲労試験方法の実現可能性を検討する。

4.2 試験デバイス

4.2.1 試験チップの設計

並列引張試験で用いる試験デバイスを図4-1に示す。この試験デバイスはSOIウエハを用いて作製し、図4-1aのように $7 \times 15 \text{ mm}^2$ の長方形の試験チップ上に複数配置する。図4-1aのように、試験デバイスはそれぞれ試験片と集積したひずみセンサで構成され、全ての試験デバイスは一端を試験チップ中央のLoading shuttleに固定された構造となっている。このLoading shuttleは長さ1 mm、幅 $75 \mu\text{m}$ の4本の支持梁で試験チップに支持された、ハンドル層もあわせて用いて作製される高剛性の可動構造であり、中央の穴(Contact hole)を介してピエゾアクチュエータを用いて引張変位を与えることで複数の試験デバイスに対して一括して引張試験を行う。

MEMSデバイスで一般的に用いられる構造を測定対象とするため、試験デバイスは面方位(100)、引張方位 $\langle 110 \rangle$ となるように設計した。試験片は試験部となる平行部と応力集中を防ぐための肩部で構成される。平行部の寸法は長さ $120 \mu\text{m}$ 、幅 $2.5 \mu\text{m}$ 、厚さ $22 \mu\text{m}$ と設計した。また、試験片両端の間隔 $500 \mu\text{m}$ の位置に $10 \mu\text{m}$ 角のアルミニウムのパターンを配置し、DICを用いた試験片ひずみ計測を行うための標点とした。

本研究が最終的な測定目標とするのは厚さ・幅ともに数 μm の構造であり、この試験片の寸法は提案手法の検証を目的に定めたものである。測定対象の構造寸法が大きいほど、アクチュエータに要求される負荷性能やストロークが大きくなるために疲労試験時の負荷周波数の向上が難しく

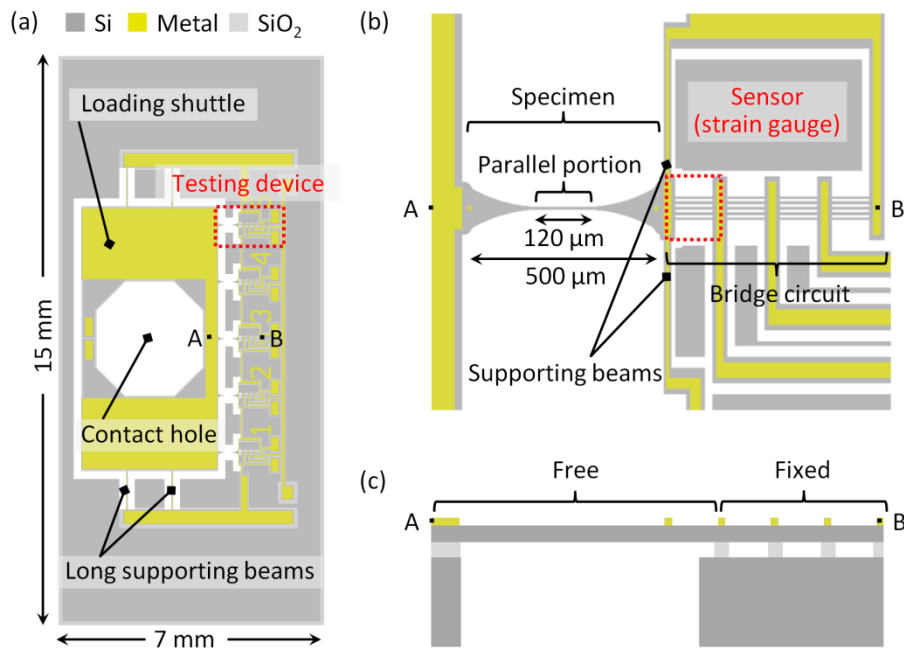


Fig. 4-1 Design of proposed testing device for parallel tensile testing. (a) Top view of the testing chip, (b) Top view of a single testing device (points A–B), and (c) its cross-section (points A–B).

なる。最終的な目標構造よりも大きな試験片で検証を行うことで、提案手法の有効性を確認すると共に課題を明確にし、提案手法の確立を目指す。

4.2.2 集積化ひずみゲージ

提案手法では単結晶シリコンの piezo 抵抗効果を利用したひずみゲージをセンサとして用いる。単結晶シリコンはドーパント濃度と結晶方位に依存して高い piezo 抵抗係数を持つため[9]、高いゲージファクタを持つひずみゲージを作製可能である。ひずみゲージをマイクロ構造の並列試験・疲労試験に用いる場合の長所を次に挙げる。

- 線形性の良い出力：高精度なひずみ計測が可能。
- 低ノイズ：パッケージや電磁遮蔽などを行うことなく計測可能。これにより疲労試験時の雰囲気制御が容易。
- 低インピーダンスの抵抗計測：単純な読み出し回路で計測可能。
- 高剛性：測定系の剛性の向上が可能。これにより繰り返し負荷の向上が可能。
- 単純なセンサ構造：作製が容易。
- 小さな専有面積：多くの試験デバイスを配置可能。

図 4-1b に示すように、提案する試験デバイスのひずみゲージは試験片平行部と同じ太さの梁を 5 本並べた構造であり、引張試験時には平行部の応力に比例した引張応力が負荷される。引張時の剛性は断面積に反比例することからひずみゲージの剛性は試験部に対して 5 倍であり、ひずみゲージに生じる応力とひずみは試験部に比べて 1/5 に抑えられる。これによって試験部よりもひずみゲージが先に破断するのを避け、また、線形出力の範囲[10]に抑える。このひずみゲージは作製の容易さも考慮した構造である。試験デバイスのリリース時に 5 本の梁の隙間からもエッチングが進行するため、短時間でプロセスが終了する。

試験デバイス上にはブリッジ回路もあわせて組み込み、図 4-1b に示すように、1 アクティブゲージの構成とした。リファレンスゲージを同一形状で近傍に配置することでゲージ間の電気抵抗のばらつきは小さく抑えられ、温度補償に有効である。ブリッジ回路の配線のために、試験部とひずみゲージの間に支持梁を接続したが、その剛性はひずみゲージに比べてはるかに小さく、引張試験時のひずみゲージの変形に影響しない。図 4-1c に示すように、試験片とひずみゲージ、リファレンスゲージのみが基板からリリースされる構造とすることで、リファレンスゲージに変形を与えることなく、試験部とひずみゲージにほぼ同じ引張荷重がかかり、ブリッジ回路から試験部のひずみに比例した線形な出力が得られる。

4.2.3 試験デバイスの作製

試験チップの作製プロセスを図 4-2a に示し、作製した試験チップの SEM 像を図 4-2b に示す。作製プロセスはアルミニウムを用いた電極のパターニング、デバイス層とハンドル層のシリコンの Deep RIE、埋め込み酸化膜層のエッチングで構成される。図 4-2b に示すように、Loading shuttle は複数の細かいアンカーによって基板に支持し、作製中の試験チップの破断を防ぐ。また、Contact hole にはアンカーで支持されたダミー構造を設けることで、裏面 Deep RIE 時のトレンチを同程度の幅とし、エッチングレートを揃えることでオーバーエッチを防ぐように設計した。これらのアンカーはレーザーシステム HL-10L-SK (HOYA CANDEO OPTRONICS)を用いて測定直前に切断・除去する。

作製した試験チップの諸元を表 4-2 に記載する。デバイス層、埋め込み酸化膜層、ハンドル層の厚さはそれぞれ 22 μm 、3 μm 、400 μm である。測定対象は(100)シリコンの<110>方位であるため、高いゲージファクタのひずみゲージが得られるように piezo 抵抗効果の結晶異方性[9]を考慮して、P 型 (Boron ドープ)シリコンをデバイス層とする SOI ウェハを用いた。MEMS デバイスでは低抵抗シリコンが多く用いられるため、作製に用いるウェハのデバイス層の抵抗率は 0.01-0.02 $\Omega\cdot\text{cm}$ とした。本作製プロセスではドーピングを行わないため、ひずみゲージの抵抗率はデバイス層のそれであり、ゲージファクタは低い、温度係数は低いので周囲温度の上昇やひずみゲー

ジの自己発熱による影響が小さいことが利点である。

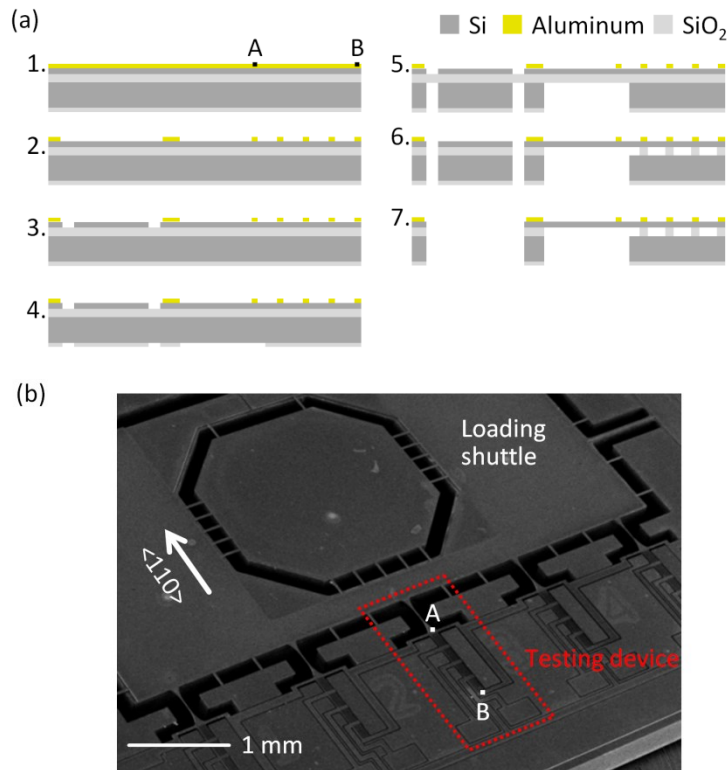


Fig. 4-2 Fabrication of the proposed testing chip.

(a) Fabrication process;

1. Deposition of aluminum on device layer and SiO₂ on handle layer,
2. Patterning of aluminum using UV lithography,
3. Patterning of device layer using UV lithography and deep RIE,
4. Patterning of SiO₂ on handle layer for a hard mask,
5. Deep RIE of handle layer,
6. Etching of buried oxide, and
7. Removal of dummy silicon structure using laser system.

(b) Fabricated testing chip after etching of buried oxide (step 6).

Table 4-2 Specifications of the fabricated testing device. Provided are the length, width and thickness of the various device elements, as well as material specifications of the silicon layer.

Elements	Length [μm]	Width [μm]	Thickness [μm]	Others
Specimen	500	-	22	Surface orientation : (100)
: Parallel portion	120	2.5		Tensile axis : $\langle 110 \rangle$
Five-arrayed straight beams for strain gauge	100	2.5	(device layer)	Conductivity type : p-type (Boron-doped) Resistance : 0.01–0.02 Ω·cm
Long support beams for loading shuttle	1000	75	425 (all layers)	-
Deposited aluminum for electrodes and wiring	-	-	0.25	-
Buried oxide layer	-	-	3	-

4.3 測定方法

提案した試験チップを用いて並列引張試験を行うためのセットアップを図 4-3 に示し、また構成装置の諸元を表 4-2 に記載する。試験片への引張荷重の印加には piezo ステージの位置制御を用い、piezo ステージに固定された直径 2 mm の Loading pin を介して試験チップ上の Loading shuttle に引張変位を与える。piezo ステージ(X 軸)はマイクロ構造の引張試験に十分な精密な位置制御が可能であるが、移動量は 80 μm と短いため、試験チップのアライメントには別のアクチュエータを用いる。

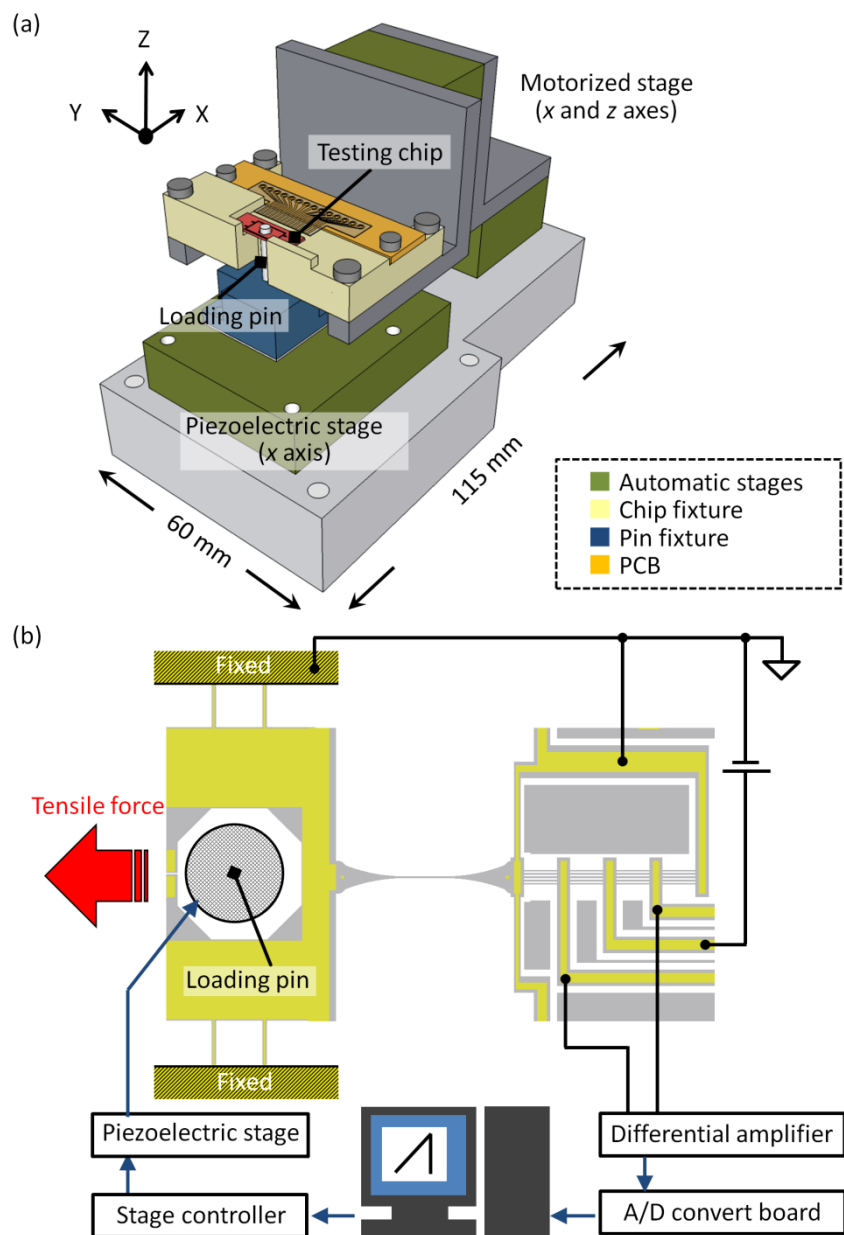


Fig. 4-3 Paralleled tensile-fatigue testing setup. (a) Schematics of testing setup. (b) Block diagram.

Table 4-3 Specifications of the testing system.

The testing system components specified are the piezoelectric stage, the motorized stage, the loading pin and the microscope and CCD camera.

Piezoelectric stage: P-780.20 (PI)	
Travel range	80 μm (static control)
Resolution	10 nm
Push/pull force capacity	50 / 5 N
Position detection	Embedded LVDT sensor
Motorized stage: Picomotor 8351 (Newport)	
Travel range	> 5 mm
Resolution	30 nm
Loading pin: SUS 304 shaft	
Diameter	2 mm
Microscope and CCD camera	
Microscope: ME600 (Nikon)	
Objective lens	$\times 10$ (NA: 0.30)
Color CCD camera: XCL-U1000C (Sony)	
Image resolutions	H: 1600 pixels
	V: 1200 pixels
Frame rate	15 fps
Total pixel resolution	0.73 $\mu\text{m}/\text{pixel}$

提案手法では、Loading pin を試験チップの Contact hole に挿入する必要があるため、図 4-3a のように試験チップは X・Z 軸方向に 5 mm 以上の移動が可能な自動ステージ上に搭載し、試験チップのアライメントを十分な可動範囲で行えるようにした。また、Y 軸方向の試験チップ位置は、セットアップの機械的な加工精度と組み付け精度で保証される。

このセットアップは、試験チップのアライメントと引張試験の測定をモニタリングするため、CCD カメラを取り付けた光学顕微鏡下の水平方向 2 軸(X・Y 軸)の手動ステージ上に設置する。また、シリコンマイクロ構造の疲労寿命は周囲温度や湿度の影響を強く受けることから疲労試験では周囲雰囲気の影響が重要であるため、提案手法では光学顕微鏡を含むセットアップは小型のクリーンブース内に設置し、温度と湿度を制御した空気を HEPA フィルタ(high-efficiency particulate air filter)を通して供給する。クリーンブース内の空気は温度 25 °C で湿度 40-70 %RH の範囲で一定に保つことが可能である。

試験デバイス上のブリッジ回路と読み出し回路の間は、プリント基板(printed circuit board: PCB)を用いて図 4-3b のブロック図のように配線する。試験片の両端は試験チップ上の回路でグラウンドに配線し、試験片に電流が流れるのを防ぐように設計した。試験チップと PCB の間は直径 25 μm のアルミワイヤを用いて配線し、試験デバイスのブリッジ回路に一定の直流電圧を供給し、ブリッジ出力は差動増幅を行った後に A/D 変換ボードを介して PC に取り込む。

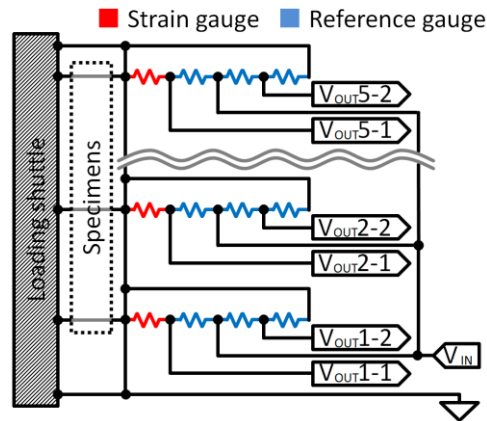


Fig. 4-4 Schematic circuit diagram for parallel testing on the testing chip with a single dc voltage supply.

図 4-4 に並列引張試験時の回路図を示す。試験チップへの配線数を減らすため、各試験デバイスへのブリッジ電圧は共通の直流電圧源から供給されるように試験チップ上の回路を設計した。また、回路図中の V_{outN-1} と V_{outN-2} ($N=1\sim5$) の差が N 番目の試験デバイスのブリッジ出力 ΔV_{outN} であり、複数のブリッジ出力に対する差動増幅には計装アンプ INA114 (Texas instruments) を用いた読み出し回路を使用し、500 倍に増幅した後に PC に取り込む。

また、準静的引張試験など、ピエゾステージ変位を低速で制御する際には、CCD カメラで取り込んだイメージを元に DIC を用いて試験片の伸び計測を行う。試験片両端に設計した 2 つの標点の位置を推定して、標点間距離の初期距離からの変化率を試験片ひずみ(specimen strain)として算出し、ブリッジ出力と同期して収録する。この試験片ひずみの計測は、集積したひずみゲージの出力の校正を目的としたものである。ひずみゲージの出力はシリコンの抵抗率の誤差や作製時の形状誤差、周囲温度・湿度の影響で設計値とは一致しないと考えられるため、DIC を用いたひずみ計測を行うことで、作製した試験デバイス・測定雰囲気下でのブリッジ出力と試験片のひずみの関係を導出する。

4.4 実験

4.4.1 ひずみゲージ校正

集積したひずみゲージの検証のため、図 4-5a に示す検証デバイスを並列引張試験用の試験チップとあわせて作製した。この検証デバイスは並列引張試験用の試験デバイスと同一形状の試験片とひずみゲージを持つ。自由端側には大きなパドル状の構造をもち、図 4-5b のように外付けの荷重センサに取り付けたプローブに接着剤で固定してひずみゲージの出力を計測する。外付けの荷重センサには定格容量 500 mN のロードセル LTS-50GA(共和電業)を用い、引張荷重は並列引張試験と同様にピエゾステージの位置制御によって印加した。測定時のブリッジ電圧は 0.5 V とし、

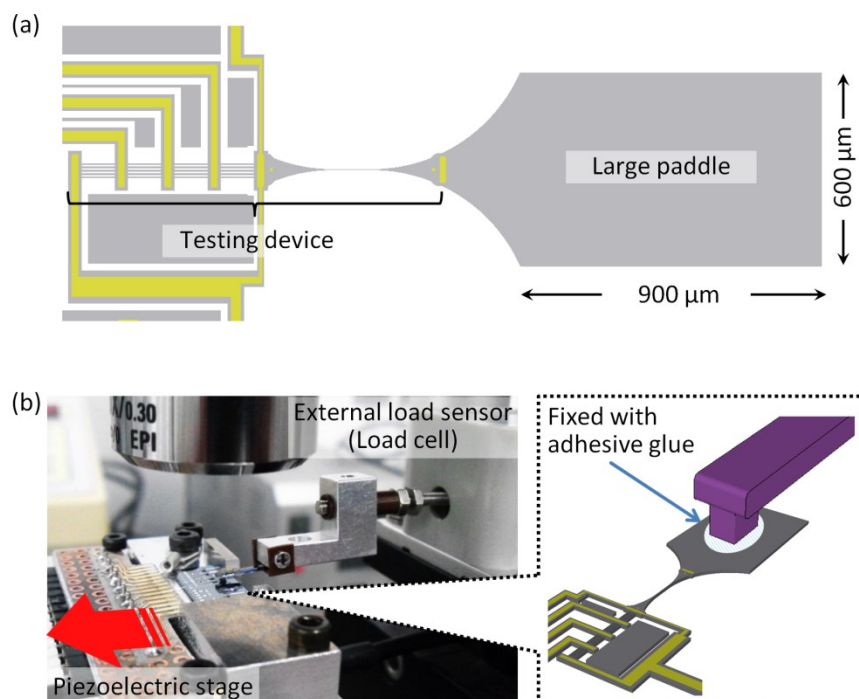


Fig. 4-5 Setup for calibration of the integrated strain gauge using external load sensor.

ブリッジ出力は直流増幅器 DA-510B(共和電業)を用いて 500 倍に増幅した後に PC に取り込んで計測した。

4.4.2 並列引張試験

並列引張試験の検証として、試験デバイスを 5 個配列した試験チップを用いて測定を行った。測定は実験室雰囲気下で行い、ピエゾステージの引張速度は $0.07 \mu\text{m/s}$ とした。この測定では試験デバイスには 0.25 V のブリッジ電圧を印加した。また、測定中は試験チップ中央に配置した試験デバイスをモニタし、DIC を用いて試験片の伸びを計測した。

4.5 結果

4.5.1 ひずみゲージ校正

図 4-5 に示したセットアップを用いて集積したひずみゲージの検証実験を行った。測定の結果、図 4-6a に示すように、集積したひずみゲージの出力はロードセルの荷重の増加と同様に、ピエゾステージの位置変化に伴って線形に増加した。ロードセルで計測された荷重値で校正し、増幅を行う前のひずみゲージの出力は約 $-0.023 \text{ mV/V} \cdot \text{mN}$ と計算される。また、PC 収録時のノイズの大きさは約 11 mVrms であり、このノイズが測定に及ぼす影響は、平行部のひずみに換算した場合で

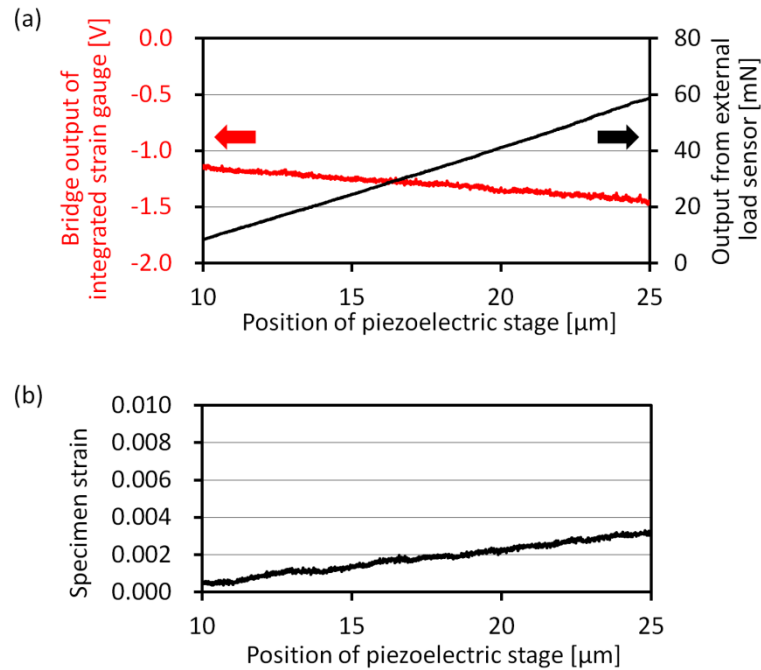


Fig. 4-6 Calibration of the integrated strain gauge.

- (a) Bridge output voltage of the integrated strain gauge and applied force measured by the load cell as a function of the piezoelectric stage position.
 (b) Specimen strain measured by DIC.

0.02%に相当する。単結晶シリコンシリコンマイクロ構造の破断時のひずみ量はしばしば1%よりも大きいため、集積したひずみゲージはマイクロ構造の引張試験に適用するに十分な低ノイズの出力を持つと考えられる。

また、図4-6bに示すように、DICを用いて計測した試験片ひずみもステージ変位の増加に対して線形に増加しており、これはブリッジ出力の傾向と一致する。ひずみゲージ出力の線形性はこの実験を行った 4.0×10^{-4} までは維持される。また、このときの平行部の引張応力はFEM解析で結晶異方性を考慮して計算した結果、1.56 GPaに相当した。

4.5.2 並列引張試験

図4-4の構成を用い、試験デバイスを5個配置した試験チップを用いて並列引張試験を行った。図4-7aに5つの試験デバイスのひずみゲージのブリッジ出力の計測結果を示し、図4-7bに試験チップ中央に配置した試験デバイスのブリッジ出力と試験片ひずみの計測結果を示す。ブリッジ出力と試験片ひずみのどちらの計測においても、試験チップへの引張荷重の負荷開始点と試験片の破断点は明瞭に示されており、ステージ位置7.2 μm でLoading pinがContact hole側壁に接触し、

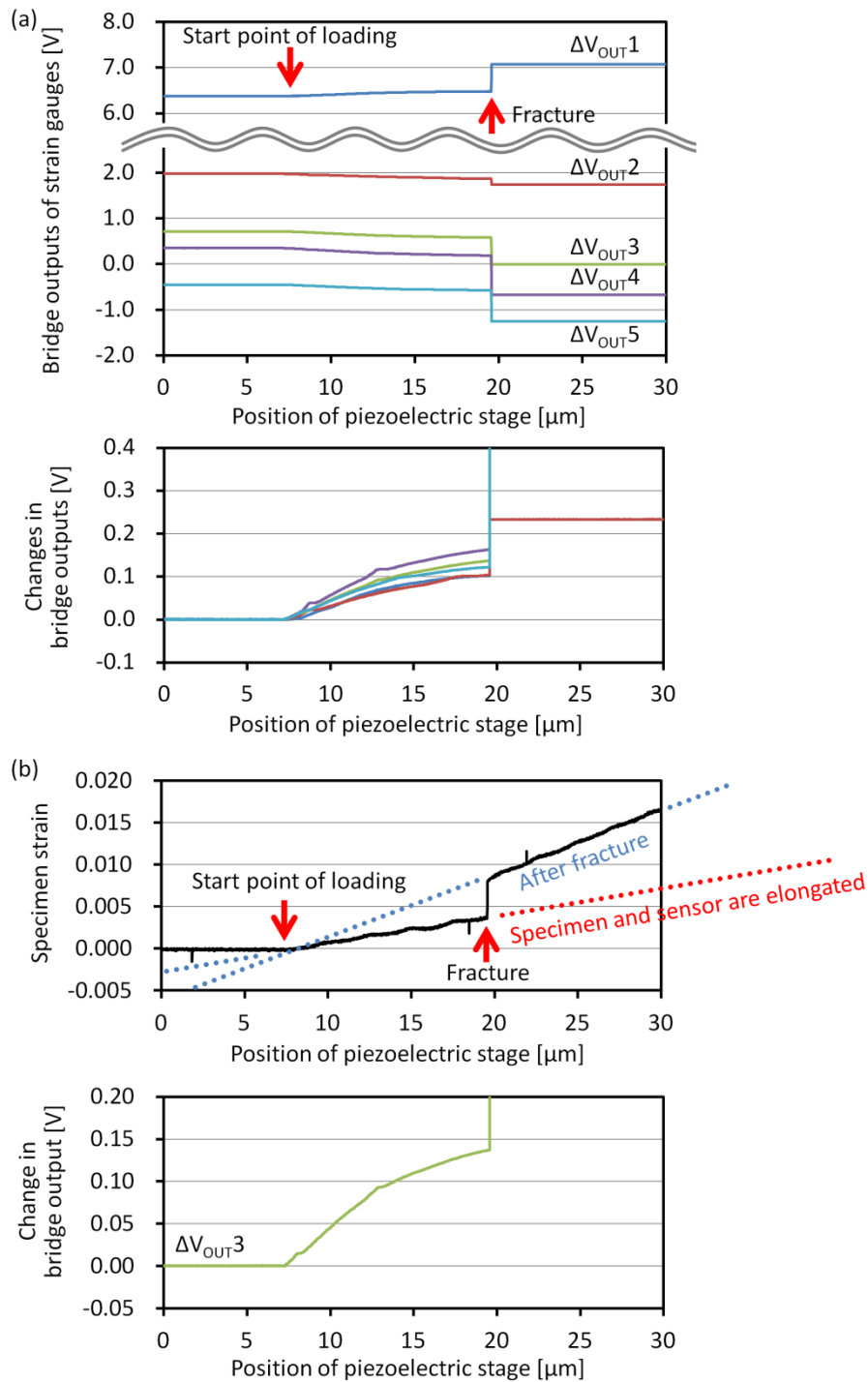


Fig. 4-7 Measured parallel tensile testing outputs of the five-specimen array as a function of piezoelectric stage position.

- (a) Bridge raw outputs (upper plot) and absolute values of relative changes (lower plot).
- (b) Specimen strain (upper plot) and the change in bridge output on the center specimen (lower plot).

ステージ位置 19.5 μm で試験片が破断してブリッジ出力に急激な変化が生じたと推定される。この時の引張強度は、破断時の試験片ひずみから FEM 解析によって約 1.5 GPa と計算された。また

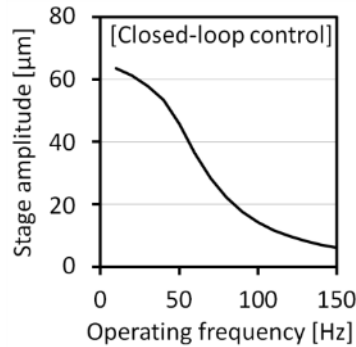


Fig. 4-8 Measured frequency response of the piezoelectric stage in a dynamic closed-loop control. A constant alternating current (ac) voltage amplitude equivalent to a 64 μm displacement at a dc actuation was applied.

試験片への負荷開始から破断までに要したピエゾステージの変位量は約 12.3 μm であった。測定に用いたピエゾステージの制御特性(図 4-8)を考慮すると、提案手法とこの試験デバイスでは約 110 Hz の負荷周波数を用いた引張疲労試験に適用可能であると考えられる。負荷周波数が 110 Hz の場合、 10^8 サイクルまでの疲労試験は約 10 日で測定可能である。

この検証実験では試験チップ上に配置した全ての試験片がほとんど同時に破断した。その理由としては、試験片間の強度の差がほとんどなく、試験片破断時に他の試験片の引張応力がわずかに増加した際に連鎖的に破断が生じたことが考えられる。FEM 解析を用いて検証したところ、膜厚 22 μm の試験デバイスでは、試験チップ中央の試験片の破断時に他の試験片の引張応力が 2 % 程度増加するという結果となり、試験片間の強度差が小さい場合には連鎖的に破壊が生じるおそれがある。試験片の剛性が試験チップの剛性に比べて相対的に小さいほどにこの影響は小さくなり、本手法の最終的な目標である幅・厚さともに数 μm 以下の試験片の測定ではこの連鎖的な破壊は生じないと考えられる。

図 4-7a に示すブリッジ出力には試験デバイスの位置に依存した差異がみられた。異なる試験デバイス間で増幅後のブリッジ出力のオフセット値には 5 V 以上の差があり、また、計測中の電圧変化は最大でおよそ 30 % 異なっていた。このブリッジ出力の差異は、主として試験チップ上のブリッジ回路内外の配線構造の持つ電気抵抗によるものと考えられる。集積したひずみゲージの電気抵抗はシリコンの抵抗率を 0.01 $\Omega\cdot\text{cm}$ と仮定した場合にはおよそ 36 Ω と、一般的なひずみゲージに比べて小さい。一方で試験チップ上の電極パッドから各ブリッジ回路までの配線構造の電気抵抗を計算したところ、試験デバイスの位置に応じて 7 から 17 Ω までの開きがあった。ひずみゲージの電気抵抗が配線抵抗よりも十分に高い場合は測定にほとんど影響しないが、作製した試験デバイスでは配線抵抗はひずみゲージに比べて約 20-47 % に相当するため、各試験デバイスに供給されるブリッジ電圧は不均一となり、ブリッジ出力に差異が生じたものと考えられる。また、オ

フセットはブリッジを構成するゲージ間の配線抵抗による電圧の非平衡を現し、ブリッジ電圧の違いに比例して現れたと考えられる。

また、配線抵抗はブリッジ出力の非線形性にも影響していると考えられる。図 4-7b に示すように測定時の試験片ひずみはピエゾステージの変位の増加に伴って線形に増加したが、全ての試験デバイスのブリッジ出力は非線形に変化し、試験片破断時の出力は負荷開始点近傍の勾配から予測される値と比較すると 30%程度低い。これはひずみゲージの抵抗変化に伴って供給されるブリッジ電圧が変化した可能性が考えられ、試験チップ上の配線抵抗を無視できない場合には図 4-5 に示した試験チップ上の回路では各試験デバイスのブリッジ回路は相互に影響したと考えられる。非線形性をもたらす要因として単結晶シリコンのピエゾ抵抗効果の大変形時の非線形性[10]が考えられるが、図 4-7b にみられる試験片ひずみの範囲は、4.5.1 節のひずみゲージの検証実験で線形性の確認された範囲と同程度であるため、このブリッジ出力の非線形性はピエゾ抵抗効果によるものではない。提案手法の計測精度を向上させるためには、試験チップ上の配線構造を変更して試験デバイス間で均一な一定の電圧を供給できるように改良する必要がある。

図 4-9 に、並列引張試験で破断した試験片の SEM 像を示す。破面は(111)面で構成され、典型的な引張応力下でのへき開破壊の形状を示した。また、破壊の起点は側面下部の表面損傷であった。これは厚さ 22 μm のデバイス層の Deep RIE 時にその進行に伴ってエッチングが不均一となり、試験片の側面上の下部ほど大きな表面損傷が生じたためと考えられる。

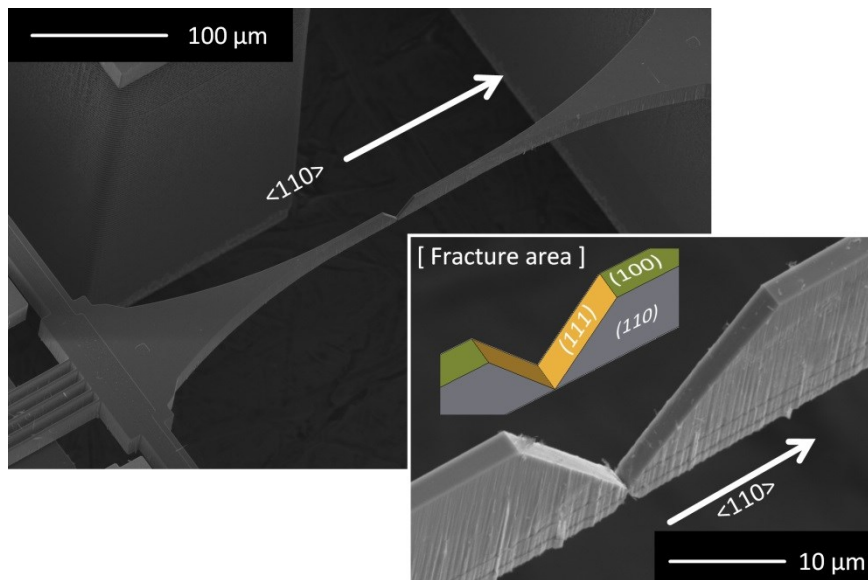


Fig. 4-9 Fractured specimen on the testing chip.

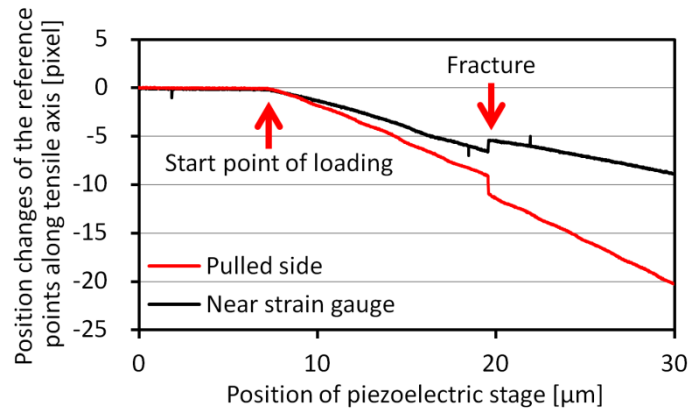


Fig. 4-10 Position change of the reference points along the tensile axis as function of the piezoelectric stage position.

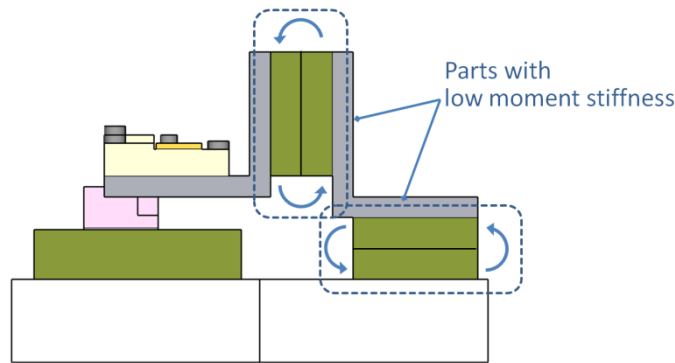


Fig. 4-11 Low moment stiffness parts in the testing setup.

4.6 考察

提案した測定系の剛性について考察する．4.5.2 節の実験結果では引張強度 1.5 GPa の試験片の測定にピエゾステージ変位 12.3 μm を必要とした．このステージ変位量の場合でも作製した試験デバイスでは負荷周波数 110 Hz 程度での引張疲労試験を行うことは可能であるが，しかし，同引張応力下での平行部の伸びが 1.1 μm 程度であることを考慮すると，必要としたピエゾステージ変位量は想定したよりも大きい．より高い引張強度を持つ試験片の測定を考慮した場合，測定系の剛性を検証する必要がある．測定時の試験チップの各部の変形を分析するため，試験片ひずみの計測に用いた 2 つの標点の位置変化の分析を行った．図 4-10 のように，2 つの標点の位置は試験片にかけられた引張荷重の増加に伴って徐々に増加し，試験片破断時に急激な変化を示した．ひずみゲージ近傍の標点は，試験片破断時にひずみゲージの伸びが戻るのに応じてわずかに引き戻された後，再びピエゾステージ変位の増加に伴って増加している．このひずみゲージ近傍の標点の試験片破断時に残留する変位と破断後に増加する変位は試験チップ全体の位置変化を示すものである．試験片破断時に残留する変位の割合からひずみゲージの剛性に比べてセットアップの剛性

が低いことが示唆され、その主な原因は、試験チップの変位の試験チップを保持する治具の剛性と X・Z 軸の自動ステージのモーメント剛性が試験チップの剛性に比べて十分ではなかったためと考えられる(図 4-11). 図 4-3 のセットアップは光学顕微鏡下に組み込むために小型の自動ステージを用いたが、これを変更して試験チップの変位を十分に低減できれば、作製した厚さ 22 μm の試験デバイスの場合で 3 GPa 程度の引張強度を持つ場合でも負荷周波数 100 Hz 以上の引張疲労試験に適用できると考えられ、厚みの小さい試験片であればより高い引張強度を持つ場合についても引張疲労試験が可能であると考えられる.

4.7 まとめ

マイクロ構造の引張疲労寿命データを高サイクルまで短時間で多数取得するための試験方法として、ひずみゲージを集積した並列引張疲労試験方法を提案し、試験システムの検証を行った。提案手法の概要を以下にまとめる。

- ・ 単結晶シリコンのピエゾ抵抗効果を用いたひずみゲージを試験片に集積することで測定系の剛性を高め、アクチュエータに必要な変位を低減し、疲労試験時の繰返し負荷周波数の向上を可能にする。
- ・ 試験片とひずみゲージから成る試験デバイスをチップ上に複数配置し、ピエゾアクチュエータを用いて一括して引張変位を与えることで測定を並列化し、試験片一つ当たりの疲労寿命計測時間を短縮する。
- ・ 集積したひずみゲージは作製の容易さ・剛性の高さを考慮して設計し、試験片平行部と同じ幅の 5 本の梁で構成した。このひずみゲージは試験片平行部よりも 5 倍程度高い剛性を持ち、測定中に破断するのを防ぐとともに、抵抗変化を線形な範囲に収める。
- ・ 測定精度の保証のため、ひずみゲージのブリッジ出力の計測と同期して、試験片のひずみを画像相関法によって計測し、集積したひずみゲージの出力とひずみゲージの出力をその場で校正する。

検証実験で確認された提案手法の有効性を以下にまとめる。

- ・ ロードセルを用いてひずみゲージのブリッジ出力を検証し、荷重値及び試験片ひずみに対して線形なブリッジ出力が計測された。ブリッジ出力のノイズは、試験片平行部のひずみの 0.02 % に相当する大きさであり、提案したひずみゲージがマイクロ構造の引張試験に有効であることが確認された。

- ・ 並列引張試験時の各試験デバイスにかかる引張荷重を検出可能であり，試験デバイスへの負荷開始及び試験片の破壊を，各試験デバイスのブリッジ出力から明瞭に読み取ることが可能である。
- ・ 試験片破断に必要なピエゾステージの変位は約 12 μm に抑えられ，測定系の高剛性化が確認された．このステージ変位量では負荷周波数 110 Hz での引張疲労試験の実現できると考えられ， 10^8 サイクルまでの疲労試験に要する時間はおよそ 10 日間である。

並列試験時に確認された課題として，試験デバイス間でひずみゲージのブリッジ出力がばらつき，また，ひずみゲージ単体の検証実験ではみられなかった非線形な出力がみられたことが挙げられる．この課題は試験チップ上の配線構造の持つ電気抵抗によって各試験デバイスへのブリッジ電圧が不均一となったこと，また，供給されるブリッジ電圧が試験デバイス間で相互に影響したことが原因であり，試験チップ上の配線構造を改良することで解決可能である．また，画像計測標点の位置変化からは測定時のピエゾステージ変位の内の半分程度が測定装置の変形に費やされたことが示唆されており，測定装置の剛性を改善することで疲労試験時の負荷周波数にはまだ向上の見込みがあると考えられる．

今後，検証実験で得られた課題を考慮して試験チップの改良を行い，試験部幅・厚さともに数 μm の試験チップを作製し，周囲湿度を変化させて 10^8 回までの引張疲労試験を実施する予定である．

参考文献

- [1] Kahn, H., Ballarini, R., Bellante, J.J., and Heuer, A.H., "Fatigue failure in polysilicon not due to simple stress corrosion cracking", *Science*, 2002, 298 (5596), pp. 1215-1218.
- [2] Namazu, T., and Isono, Y., "Fatigue life prediction criterion for micro-nanoscale single-crystal silicon structures", *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2009, 18 (1), pp. 129-137.
- [3] Tsuchiya, T., Yamaji, Y., Sugano, K., and Tabata, O., "Tensile and tensile-mode fatigue testing of microscale specimens in constant humidity environment", *Experimental Mechanics*, 2010, 50 (4), pp. 509-516.
- [4] Ando, T., Shikida, M., and Sato, K., "Tensile-mode fatigue testing of silicon films as structural materials for MEMS", *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2001, 93 (1), pp. 70-75.
- [5] Bagdahn, J., and Sharpe Jr., W.N., "Fatigue of polycrystalline silicon under long-term cyclic loading", *Sensors and Actuators, A: Physical*, 2003, 103 (1-2), pp. 9-15.

- [6] Kamiya, S., Amaki, S., Kawai, T., Honda, N., Ruther, P., Gaspar, J., and Paul, O., “Seamless interpretation of the strength and fatigue lifetime of polycrystalline silicon thin films”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2008, 18 (9), art. no. 095023.
- [7] Kapels, H., Aigner, R., and Binder, J., “Fracture strength and fatigue of polysilicon determined by a novel thermal actuator”, *IEEE Transactions on Electron Devices*, 2000, 47 (7), pp. 1522-1528.
- [8] Renuart, E.D., Fitzgerald, A.M., Kenny, T.W., and Dauskardt, R.H., “Fatigue crack growth in micro-machined single-crystal silicon”, *Journal of Materials Research*, 2004, 19 (9), pp. 2635-2640.
- [9] Ikehara, T., and Tsuchiya, T., “Low-cycle to ultrahigh-cycle fatigue lifetime measurement of single-crystal-silicon specimens using a microresonator test device”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2012, 21 (4), art. no. 6193401, pp. 830-839.
- [10] Kanda, Y., “A Graphical Representation Of The Piezoresistance Coefficients In Silicon” *IEEE Transactions on Electron Devices*, 1982, 29 (1), pp. 64-70.
- [11] Gaspar, J., Gutmann, J., Lemke, B., and Paul, O., “Nonlinear piezoresistance of silicon at large stresses”, *Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 2011, art. no. 5734463, pp. 469-472.

第5章 結論

本研究では、1. 単結晶シリコンマイクロ構造の初期破壊強度と破壊進展に及ぼす表面状態及び結晶方位の影響を準静的引張試験により室温大気解放下で評価し、2. 破壊挙動に周囲温度が及ぼす影響を真空高温引張試験により評価し、3. ひずみゲージを集積した並列引張疲労試験方法の提案・試験システムの開発を行った。これらの研究で得られた知見はそれぞれ、初期破壊強度の定量的な予測、周囲温度による加速試験を用いた疲労寿命推定、高サイクル疲労寿命データ計測時間の短縮へとつながるものであり、単結晶シリコンのマイクロ構造の長期信頼性の向上に資するものである。得られた知見を以下にまとめる。

第2章では、室温大気解放下での準静的引張試験による強度計測を用いて、表面状態と結晶異方性が初期破壊強度に及ぼす影響並びに破壊進展に及ぼす結晶異方性の影響を評価した。SEMを用いた破壊の起点となった表面損傷と欠陥の推定及び測長では引張強度との間に定量的な関係がみられ、これと同様の加工法で作製したマイクロ構造の初期破壊強度の予測に資するものと考えられる。また、引張軸方位の平均引張強度への影響はどの表面状態においても15%以下であり、表面状態の影響が支配的であることが示された。

第3章では、疲労寿命推定方法の一つである加速試験の適用可能範囲を定めるための検討として、周囲温度による破壊挙動の変化を、新規に開発した赤外光集光加熱真空高温引張試験装置を用いて評価した。作製した(100)及び(110)試験片ではいずれも500°Cですべりが現れ、600°Cでくびれが現れたことから測定を行った断面寸法10~45 μm^2 の範囲のマイクロ構造ではBDT温度にほとんど差異はないと考えられる。このことから400°C以下の温度域では室温と同一の破壊メカニズムによって破壊が起こるとみられ、加速試験の周囲温度として適用可能であることを示した。また、この温度域ではより簡易な測定装置で高温試験は可能であり、例えば付録Bで検討した抵抗加熱を用いた高温試験法と付録Dで検討した引張疲労試験方法を組み合わせることで300°C以下で 10^6 サイクルまでの引張疲労試験が可能である。

第4章では、短時間で多数の引張疲労寿命データを取得するための試験方法開発として、集積ひずみゲージを用いた並列引張試験方法を提案し、その有効性と課題を検証した。試験片を5個並列に配置した試験チップに対してピエゾアクチュエータを用いて一括引張試験を行う並列試験では、集積したひずみゲージによってそれぞれの試験片にかかる引張荷重及び破断を独立に検出可能であることを確認した。しかし、試験チップの剛性が不十分なために一つの試験片の破断が他に影響を及ぼしていた。また検証により、並列試験時のピエゾステージの変位の一部は測定装置の変形に費やされたことが明らかとなり、測定装置の剛性を向上させることで測定に必要なピエゾステージの変位をさらに

低減可能であることが示された。試験チップ上の配線構造を改良することで計測精度の向上が見込まれることから、これらの改良を行うことで 110 Hz 以上の負荷周波数で高い計測精度での引張疲労試験を実現できると見込まれる。今後の展望として、 10^8 回までの引張疲労試験の実施を予定している。

また、第 3 章、第 4 章で開発した高温引張試験方法・並列引張疲労試験方法は他の薄膜材料にも適用可能な試験方法であり、今後の展望の一つとして、MEMS デバイスの長期信頼性の向上のために、デバイスに用いられる金属やシリコン化合物等の薄膜構造への適用が挙げられる。

付録

付録 A

引張試験片の作製プロセス

本付録では、第2章及び第3章に記載した引張試験に用いた試験片の作製プロセスについて述べる。試験片は SOI ウェハを用いて以下の工程で作製した。また、各工程における試験片の平面図、断面図、底面図の概要を Fig. A-1 に示す。

1. SOI ウェハの表面(デバイス層側)に塗布したポジ型フォトリソグラフィ。
2. デバイス層のシリコンに対する Bosch プロセスを用いた Deep RIE プロセス。
3. ハンドル層のエッチング時のハードマスクとするため、SOI ウェハの裏面(ハンドル層側)に成膜したクロムあるいはシリコン酸化膜を、UV リソグラフィとウェットエッチングを用いてパターンニング。
4. ハンドル層のシリコンに対する Bosch プロセスを用いた Deep RIE プロセス。
5. SOI ウェハの埋め込み酸化膜層(BOX 層: Buried-oxide layer)に対する気相の HF あるいは液相のバッファードフッ酸(Buffered Hydrogen Fluoride: BHF)を用いたエッチング。

第2章で用いた試験片の作製にはオリンパス社のファンドリサービスを利用し、第3章で用いた試験片は主に京都大学ナノテクノロジーハブ拠点の装置を利用して作製した。試験構造の加工状態、特に表面状態は上記の第1工程と第2工程の影響を強く受ける。各試験片の第1工程のUVリソグラフィに用いたフォトリソグラフィ、露光装置は下記の通りである。

- ・第2章で用いた(100)試験片及び(110)試験片：

フォトリソグラフィ : i 線ポジ型フォトリソグラフィ

UV 露光 : 縮小倍率 5 倍の i 線ステッパ

- ・第3章で用いた(100)試験片：

フォトリソグラフィ : g 線ポジ型フォトリソグラフィ(OFPR-800)

UV 露光 : 両面マスクアライナ露光装置(ユニオン光学 PEM-800)

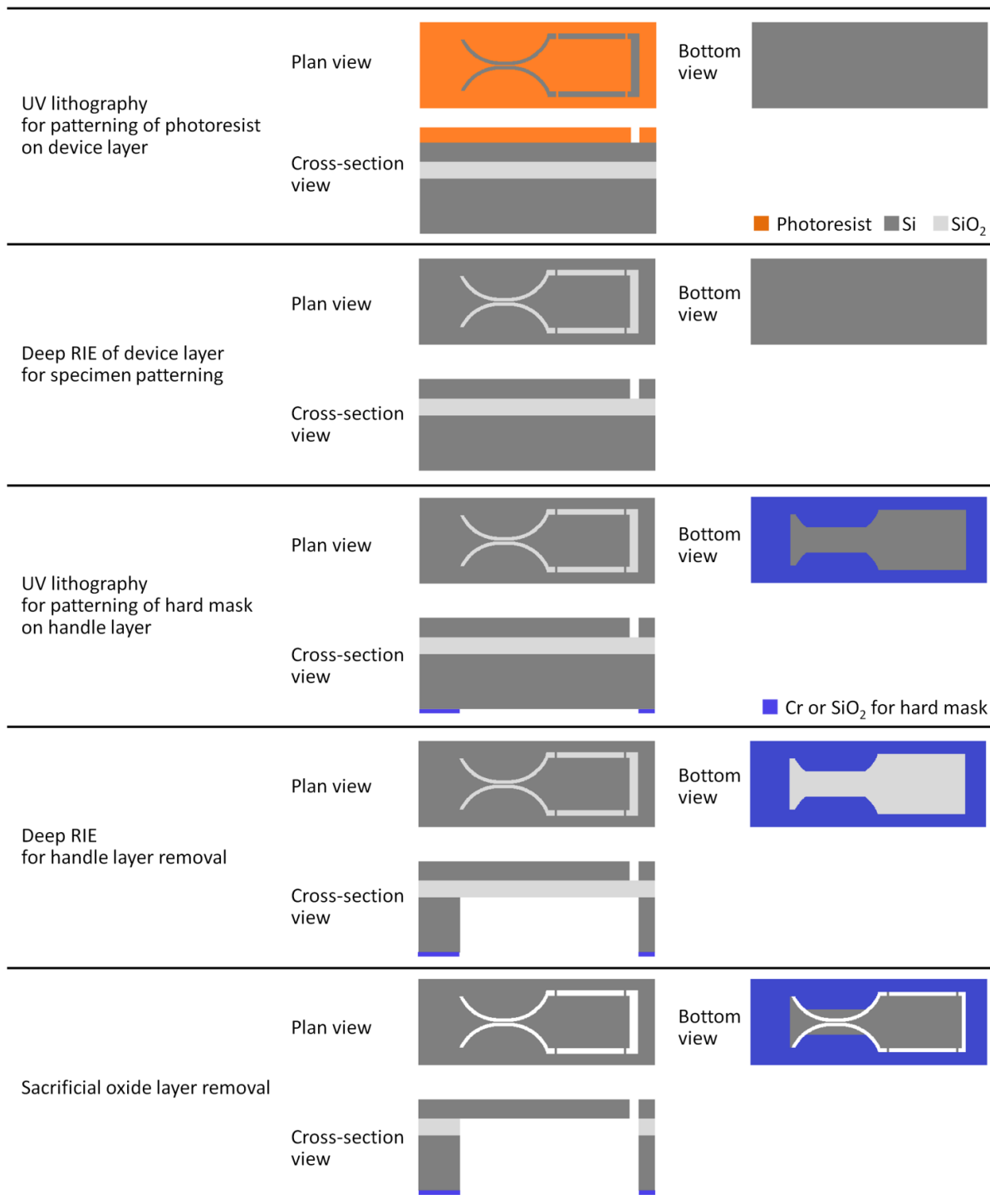


Fig. A-1 Process flow of tensile-testing specimens fabricated from SOI wafers.

・第3章で用いた(110)試験片：

フォトレジスト : i線ポジ型フォトレジスト(THMR-iP1800)

UV 露光 : 縮小倍率5倍のi線 ステップ(株式会社ニコン NSR-2205i11D)

i線, g線はそれぞれ波長 365 nm, 436 nm の UV 光であり, より短波長の UV 光で露光される i線 フォトリソグラフィの方が高解像度で, 微細なパターンのリソグラフィに用いられる. 本研究の試験片作製には高解像度で試験片間の形状の再現性の良いリソグラフィの方が望ましく, 第2章で用いた試験片と第3章で用いた(110)試験片では作製にi線ステップを用いた縮小投影露光によりリソグラフィを行った. これらに比べて第3章で用いた(100)試験片のリソグラフィの解像度は低いが, また高温引張試験装置の検証を主目的として試作したものであり, また, 試験片の試験部幅は 4 μm あるいは 9 μm であったことから, この目的を遂行する上では問題とならない.

第2工程の Bosch プロセスによる Deep RIE によって試験片側面上に形成されたスキヤロップスの周期は, Bosch プロセス 1 サイクルあたりのエッチング深さを現し, 第2章で用いた試験片と第3章で用いた(110)試験片ではおよそ 100~130 nm である. 第3章で用いた(100)試験片では 1 サイクルあたりのエッチング深さ約 40 nm で Deep RIE を行ったが, 第一工程のリソグラフィ条件の差異により, 結果として試験片側面上に大きな表面損傷がみられた (図 3-9, 図 3-11).

付録 B

抵抗加熱を用いた高温引張試験装置の検討

1. 概要

第3章で述べた真空高温引張試験装置の検討時に、簡易な構成で高温引張試験を行う方法として抵抗加熱を用いた高温試験装置の開発の検討も行った。この方法では、第3章で報告した測定と異なり、大気解放下での測定となる。この方法の長所は、簡単な構成の装置を用いることで、試験片のハンドリングを含めて短時間で多数の測定を実現が可能な点である。

2. 試験装置構成

図 B-1 に検討した抵抗加熱を用いた高温試験装置の概要を示す。第2章で示した顕微鏡下で測定を行う引張試験装置(図 2-2)のピエゾステージ上に発熱量 10~100 W 程度の 10 mm 角の小型のセラミックヒータを組み込んで試験片を加熱する。また、試験部の温度を均一にするために試験片把持のためのプローブを固定する治具も加熱し、ロードセル計測軸の動きを妨げないように電熱線を用いた加熱を用いる。静電チャックによる試験片把持を用いた引張試験では必要となる治具が小さいために熱容量も小さく、小型のヒータでも高温までの加熱が可能である。

この測定方法で課題となるのは、測定部加熱時のピエゾステージとロードセルの温度上昇の抑制で

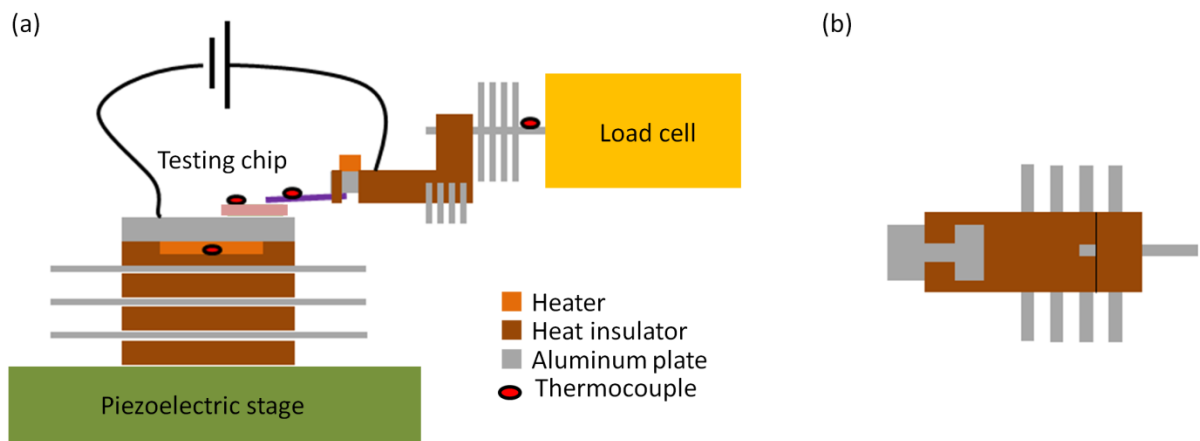


Fig. B-1 Setup for high-temperature tensile testing with resistive heating.
(a) Cut view. (b) Top view of jig connected load cell.

ある。本検討では Piezostage の温度上昇を抑制する方法として、図 B-1a に示すように、断熱性の良いポリイミド樹脂のベスペル (VESPEL) とアルミ製の放熱板を積層させ、測定部から Piezostage までの間で放熱させる方法を検討した。これは、水冷ヒートシンクなどの冷却機構を用いる場合ではその重量・剛性によって Piezostage の動作を阻害することが懸念されたためである。また、ロードセル側は図 B-1b のように、大部分をベスペルで構成し、試験片把持のために導電性を与える必要のある部分のみをアルミで構成する治具を想定し、その周囲には厚さ 1 mm 以下のアルミ板を取り付けることで放熱のためのフィンとする。

3. Piezostage への熱伝導の影響

顕微鏡下に組み込むため、高さが 40 mm 以下となるように Piezostage 側の加熱・放熱構造を設計し、有限要素法を用いて温度分布の計算を行った。図 B-2 に解析結果を示す。測定部の温度を 350 °C 程度まで加熱した場合であっても、周囲の大気への放熱によって Piezostage の温度は 40 °C 以下に保たれ、引張試験が可能であることが示された。

4. まとめ

有限要素解析の結果から、抵抗加熱を用いた簡易な構成の高温引張試験装置装置の場合でも 350 °C までの測定は可能であるとみられる。また、本付録では Piezostage の温度上昇について考察を行ったが、ロードセル計測部の温度上昇の抑制のためには第 3 章で報告したガリウム合金を用いた冷却構造を組み合わせる方法が有効である。

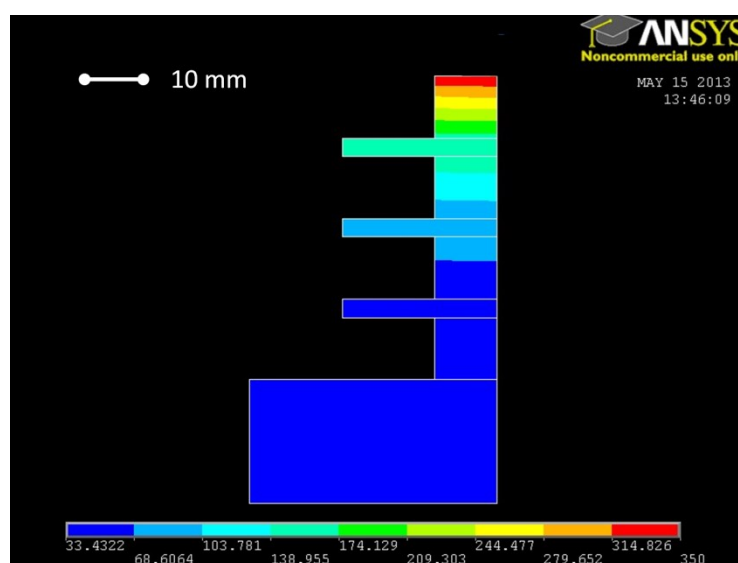


Fig. B-2 Temperature profile of the setup when its top is heated at 350 °C.

しかし、ベスペルの連続使用時の耐熱温度は 288 °C であり、これより高い温度での引張試験の実施は難しい。測定方法の検討時には単結晶シリコンのマイクロ構造の BDT 温度がこれより高い可能性が考えられ、また、高温下では試験片表面の酸化が引張強度やすべりの出現に影響を及ぼすことが懸念されたことから、抵抗加熱を用いた高温引張試験の導入を見送り、第 3 章の真空高温引張試験装置の開発を行った。

付録 C

高温引張試験での画像相関法を用いたひずみ計測 の検討

1. 概要

本付録では、画像相関法 (DIC) を用いたひずみ計測の高温引張試験への適用可能性の検討を記載する。この方法では測定部の温度の影響を受けずに試験片のひずみを直接計測可能であることから、高温下で生じた塑性変形であるすべりやくびれを精度よく検出できる可能性がある。また、すべり・くびれの現れる応力条件・温度条件を少数の測定で評価できることから多様な条件下での測定が可能となり、BDT に対する寸法効果の分析に有効であると考えられる。

一般に、DIC を用いたひずみ計測を高温試験に適用した場合にノイズの原因となるのは空気の揺らぎである。加熱された測定部からの熱伝達によって対物レンズとの間の空気が加熱され、これが揺らぐことによって標点位置推定時のノイズとなる。しかし、本研究の高温引張試験は真空中で実施され、また真空チャンバは水冷により室温に保たれることから、空気のゆらぎによる影響は本研究の計測では十分に小さい。開発した試験装置でひずみ計測を行う場合の課題としては、測定部の加熱に用いる赤外光の強度変化によるバックグラウンドの変化が標点位置推定時のノイズとなることが考えられ、また、測定部から対物レンズまでの距離が長いことから対物レンズの開口数が制限されるため、ひずみ計測の分解能についても検証する必要がある。

2. セットアップ

測定のためのセットアップを図 C-1 に示し、各装置の諸元を表 C-1 に示す。第 3 章で報告した真空高温引張試験装置(図 3-1)に、高分解能の CCD カメラを搭載した実体顕微鏡を設置し、これを用いて測定部の観察像を PC に取り込んでひずみ計測を行う。この実体顕微鏡の作動距離は 60 mm であり、チャンバ外からの測定部を観察可能である。対物レンズの開口数(Numerical aperture)は 0.14 であり、観察光源の波長を約 700 nm と想定すると、Rayleigh の分解能は約 3 μm である。標点の位置推定の誤差要因として測定部加熱に用いる赤外光の強度変化の影響が懸念されたため、実体顕微鏡の CCD カメラとの接続部に熱線吸収フィルタを導入し、CCD カメラへの長波長域の光を遮断して、波長の短い可視光のみを透過させるようにした。

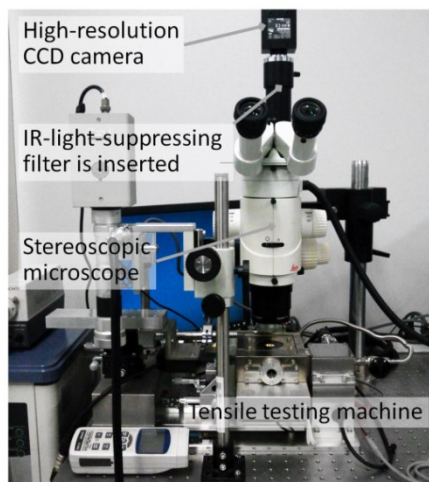


Fig. C-1 Setup for measurement of tensile strain in high-temperature tensile testing.

Table C-1 Specification of testing system.

CCD camera: XCL-U1000C (Sony corp.)	
Image resolutions	H: 1600 pixels V: 1200 pixels
Frame rate	15 fps
Stereoscopic microscope: M-16 (Leica)	
Numerical aperture (NA)	0.14
Working distance	60 mm
IR-light-suppressing filter: HAF-50S-30H (SIGMA KOKI)	
Average transmittance rate (visible range)	> 80 %
Transmittance range wavelength	558 nm
Transmissible range wavelength	743±10 nm
Longest wavelength	975 nm
Longest wavelength transmittance rate	0.5 %

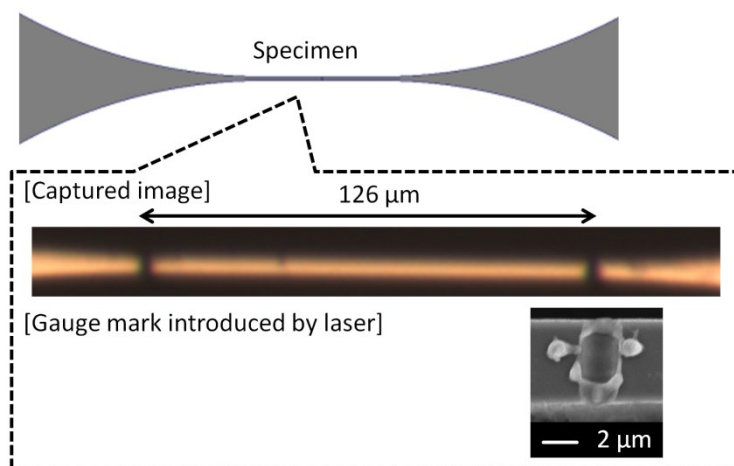


Fig. C-2 Gauge marks for DIC with an intra-pattern distance of 126 μm .

3. 測長安定性の評価

ひずみ計測文系能の検討として、第3章で用いた試験片の平行部に標点としてレーザーシステムを用いて浅い表面損傷を与え、試験片把持を行わずにピエゾステージを動かした際の測長安定性の評価を行った。図 C-2 に CCD カメラで得られた試験片平行部の観察像と、標点とした表面損傷の SEM 像を示す。作製した標点間の距離は約 $126\ \mu\text{m}$ であり、表面損傷の幅は約 $2\ \mu\text{m}$ であった。

図 C-3 に、試験時と同じ速度でピエゾステージを動かした場合の室温大気解放状態、室温真空状態、 $600\ ^\circ\text{C}$ 真空状態での標点間距離の計測結果を示す。画像上の長さから実長さの変換は、時刻 0 で計測された長さを $126\ \mu\text{m}$ として計算した。 $600\ ^\circ\text{C}$ の計測結果には所々に最大で $100\ \text{nm}$ 程度の瞬間的な変動がみられるが、これは赤外光の強度変動によるものと考えられる。各計測結果のノイズはそれぞれ実効値で $11.4\ \text{nm}$ 、 $13.0\ \text{nm}$ 、 $15.2\ \text{nm}$ である。第3章の $\langle 110 \rangle$ 方位の破断試験片にみられたすべりによるステップは $50\ \text{nm}$ 程度の長さであり、本セットアップを用いてステップの形成を検出することは可

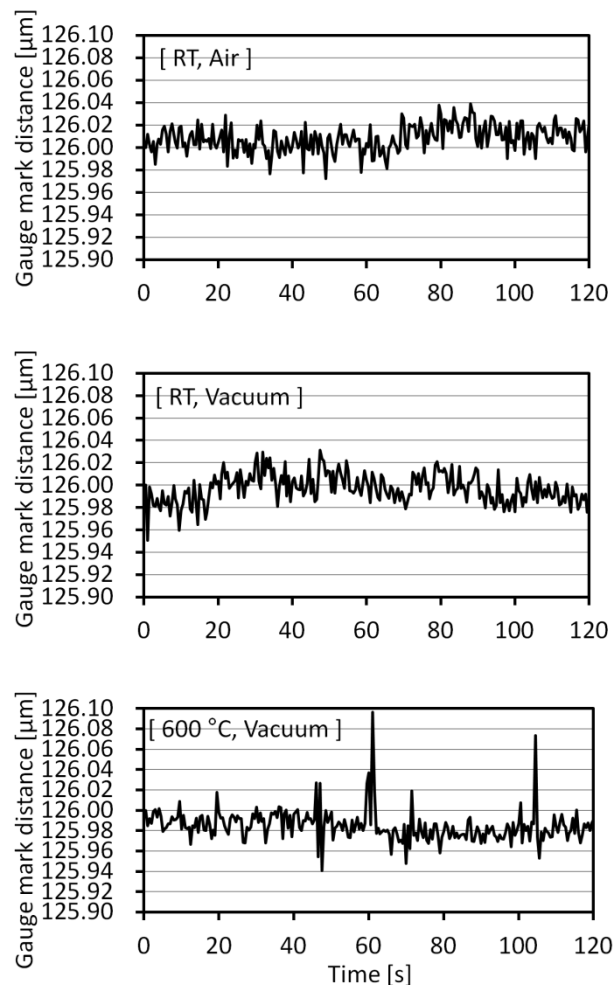


Fig. C-3 Measured gauge mark distance with the stage moved.

能であると考えられる。しかし、より小さな塑性変形である、すべりの初期過程などを検出するためにはより高いひずみ計測分解能が必要である。そのためには実体顕微鏡に用いる光源を短波長のものに変更するなどの方法が考えられる。

4. まとめ

測長安定性の評価実験結果からは 20~30 nm 程度のすべりの検出は可能と考えられる。しかし、第 3 章で作製した試験片では標点を設計しなかったためひずみ計測には至っていない。既存の試験片を用いて、試験片肩部の末端 4 か所を標点としてひずみ計測を試みたが、赤外光の強度変化による誤検出が多く、すべりの検出は実現できなかった。

高今後、試験片肩部に直径 1~2 μm 程度の小さなエッチングホールを持つ試験片を作製し、これを標点として高温引張試験でのひずみ計測を検証する予定である。

付録 D

静電チャックによる試験片把持を用いた 引張疲労試験の高速化の検討

1. 概要

本付録では、第2章で示した測定装置(図2-2)を用いた引張疲労試験の検討について述べる。測定データの比較を行う上で強度試験・高温引張試験と同様の測定手法を用いた疲労試験が望ましく、また、先行研究で40 Hzの負荷周波数を用いた測定を報告していることから[1]、この試験方法の高速化及び高サイクルまでの測定実現性を検討した。

2. ステージ変位振幅の周波数依存性

図2-2装置を用いた引張疲労試験では、ピエゾステージを長時間安定して制御する必要があるため、ステージコントローラに入力する制御信号の生成にはファンクションジェネレータ DF1905(ヌエフ回路設計ブロック)を用いる。図D-1に測定装置を用いた予備試験で測定されたピエゾステージの周波数特性を示す。これらは静的な動作時に変位振幅の中心が32 μm 、制御周波数の増加に伴ってステージ変位振幅は減少し、またその中心も減少傾向にある。準静的引張試験で試験片の破断に必要なステージ変位は約30 μm であったことから(図2-6)、このステージ変位の周波数特性を考慮すると、繰返し負荷周波数70 Hzまでの測定は可能である。試験時の繰返し負荷周波数を向上させるためには、ロードセルを高剛性のものに変更することで100 Hz程度までは対応可能であると考えられる。

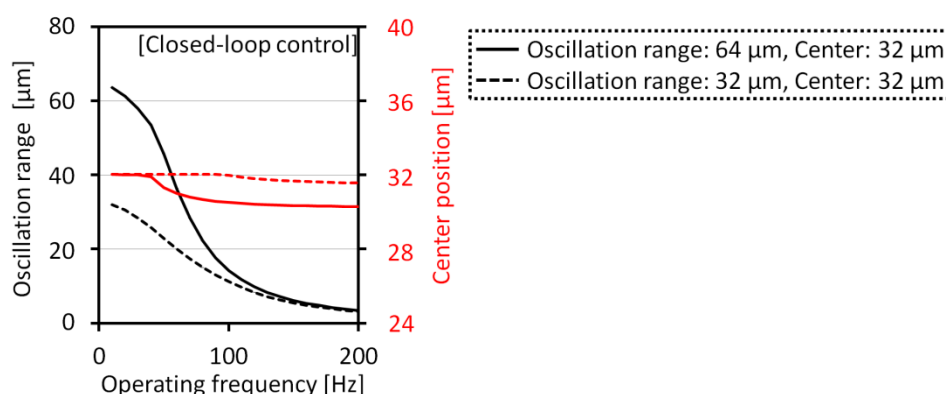


Fig. D-1 Stage displacement amplitude as a function of operating frequency.

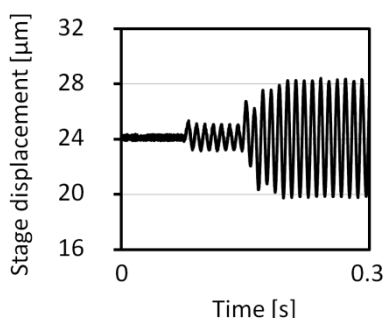


Fig. D-2 Stage control in amplitude increasing.

また、疲労試験時には繰返し負荷の中心まで準静的に引張変位を与えた後に、繰返し負荷となるステージ変位振幅を与えた。本疲労試験時の負荷開始点での制御では、ステージの周波数特性に起因するオーバーシュートによって試験片に過剰なステージ変位振幅が印加されるのを防ぐため、図 D-2 に示すようにステージ変位振幅を段階的に増加させて目標振幅となるように制御した。

3. 高周波数での計測精度

疲労試験時の負荷周波数向上の検討のため、高周波数時の計測精度の検証を行った。この検証では、試験チップと同形状のシリコン片をピエゾステージ上に載せてロードセルに取り付けたプローブ先端と接着剤で固定し、一定のステージ変位振幅を与えた時のロードセル出力の振幅を計測した。図 D-3 にステージ変位振幅に対するロードセル出力振幅の比と負荷周波数の関係を示す。負荷周波数の増加に伴って、ロードセルの出力は低下し、また 80~90 Hz において測定系の共振によるものと考えられ荷重計測の不安定化がみられた。この測定に用いたロードセルは定格容量 500 mN で無負荷時の共振周波数が 256 Hz であった。負荷条件によってロードセルの共振周波数が低下して計測に影響し

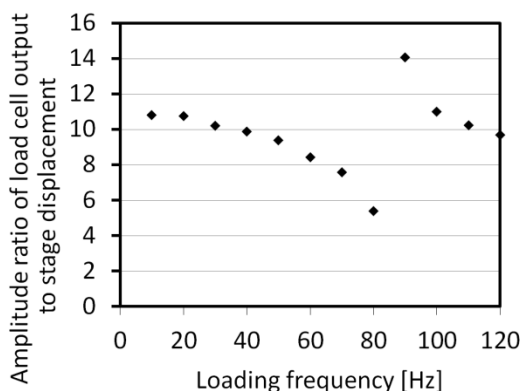


Fig. D-3 Load cell output amplitude as a function of operating frequency.

た可能性を検証するため、定格容量 5 N および 20 N のより高剛性なロードセル(無負荷時の共振周波数はそれぞれ 1000 Hz, 1700 Hz)を用いて同様の計測を行ったが、いずれも 80~90 Hz において同様の荷重計測の不安定化がみられた。このことから、ロードセル以外の測定系の要素が共振を起こしている可能性が考えられる。しかし原因の特定には至らず、適用可能な負荷周波数は 70 Hz までとした。

4. 繰返し負荷中の試験片把持の安定性

70 Hz 疲労試験中に静電チャックによる試験片把持が外れて測定不良となる現象がみられた。把持不良となったプローブの表面を観察したところ、図 D-4 に示すように、表面の窒化膜が変質・剥離したような痕跡がみられ、これが把持不良を引き起こした原因である。図 D-4b に示すように、表面変質部分の SEM 像を示す。

図 D-5a は、試験片把持の印加電圧を 180 V としたときの把持不良の頻度を繰返し負荷回数に対してプロットしたものである。初期の試験片把持不良を除くと、 5×10^5 回まででほとんどの場合で把持

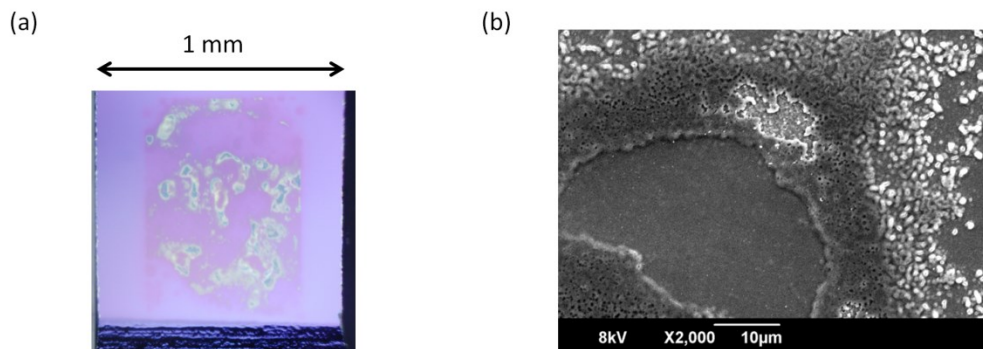


Fig. D-4 Damage on surface of chucking probe covered with Si₃N₄ film after chucking failure. (a) Optical microscope image. (b) Scanning electron microscope image.

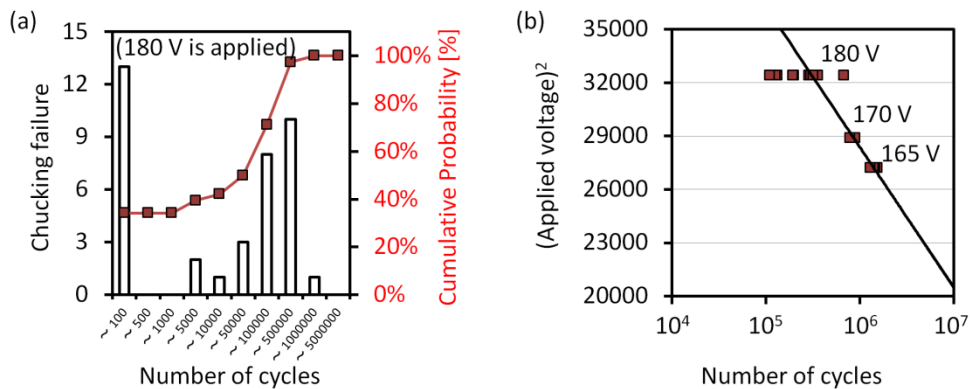


Fig. D-5 Failure of specimen chucking during fatigue testing.

不良が生じ、 10^6 回までに至らなかった。また、静電チャックによる試験片把持方法では試験片とプローブの間の吸着力及び摩擦力は印加電圧の 2 乗に比例することから(式 2-1)、印加電圧を窒化膜変質の要因の一つと考え、わずかに低い印加電圧を用いて同様の測定を行った。170 V、165 V を用いた場合には、図 D-5b に示すように、印加電圧の低下に伴って試験片把持が維持される繰返し負荷回数の上限は増加する傾向を示した。これらの結果から高電圧・繰返しせん断応力下によって、試験片の単結晶シリコンとプローブのシリコン窒化膜の界面で変質が進んだとみられる。

印加電圧を低減することで、試験片把持の維持される繰返し負荷回数は増加する傾向にあるが、高引張強度のマイクロ構造の測定では高い試験片把持力を必要とするため、測定に用いた試験部 $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ の試験片では 10^7 回までの測定は困難であると判断し、これを断念した。試験片把持を維持して 10^7 回までの疲労試験を行うためには、図 D-5b のプロットの外挿からは印加電圧を 140 V 未満まで下げる必要があると予想され、試験片把持力の低下にあわせて試験部断面積を $15 \mu\text{m}^2$ 程度まで減少させる必要がある。

5. まとめ

以上の検討から、静電チャックを用いた引張疲労試験では繰返し負荷周波数は 70 Hz 程度までに制限され、また測定可能なサイクル数は 10^6 回程度に制限される。本研究では、結晶異方性が疲労破壊に及ぼす影響を評価することを目的として、第 2 章で引張試験に用いた(100)試験片を用いて、周囲温度 25 °C、湿度 50 %RH で平均引張強度の 90 %を最大応力として 10^6 回までの測定を行ったが、各方位測定を行った 10 点中で破壊は 2 点しか確認されなかった。また、これらは 10^3 オーダーの繰返し負荷回数で破壊に至っており、初期破断か疲労寿命による破壊かの判断が困難である。このことから負荷回数 10^6 回までの疲労試験では統計的な疲労特性評価は難しいものと結論付け、高サイクル数までの測定が可能な新規疲労試験法の開発を行った。

また、本付録の検討から、負荷周波数の向上、高サイクルまでの測定を可能とするためには

1. アクチュエータに要求される変位を低減させるための測定系の高剛性化
2. 意図しない共振を回避するための測定系の単純化
3. 高負荷周波数での荷重計測の安定性
4. 試験片把持の安定性

が重要であると考え、アクチュエータやセンサなどの計測に必要な要素を可能な限り試験チップ上に組み込むことを考慮して、新規試験方法を検討した。

参考文献

- [1] Tsuchiya, T., Yamaji, Y., Sugano, K., and Tabata, O., “Tensile and tensile-mode fatigue testing of microscale specimens in constant humidity environment”, *Experimental Mechanics*, 2010, 50 (4), pp. 509-516.

付録 E

引張-圧縮変形の共振を用いた高速疲労試験の検討

1. 縦波による引張-圧縮変形の共振を用いた疲労試験

本付録では引張-圧縮変形の共振を用いた疲労試験の検討について述べる。バルクの金属材料の超高サイクル疲労特性を評価する方法に、縦波が共振する測定系で約 20 kHz の繰り返し負荷を与えて疲労試験を行う超音波疲労試験があり[1], その測定系の構成要素を MEMS 試験デバイス上に集積し、高い繰り返し負荷周波数で疲労試験を行う方法について検討する。

図 E-1 に超音波疲労試験機の概要を示す。測定系は構造中の縦波が共振を起こすように構成され、約 20 kHz で変位を与えるアクチュエータ、試験片に伝わる変位を増幅するホーン部、試験片自由端での変位を計測する変位センサで構成される。試験片には共振周波数を考慮して設計した長さ 10 cm 程度の構造を用い、試験片に生じる応力は自由端での変位から算出される。バルク構造の疲労試験方法の多くは 100 Hz 以下の繰り返し負荷を用いるが、この測定方法は約 20 kHz で加振できるため、 10^{10} サイクルまでの疲労試験を 6 日程度で実現することができる。

提案手法ではこれらの構成要素を図 E-2 のように MEMS 試験デバイス上に集積する。試験デバイスは、縦波での引張-圧縮変形の共振を起こすように設計された片側を基板に固定された試験片と、その自由端側に設けられた楕円型静電アクチュエータ及び楕円型静電容量式変位センサで構成する。

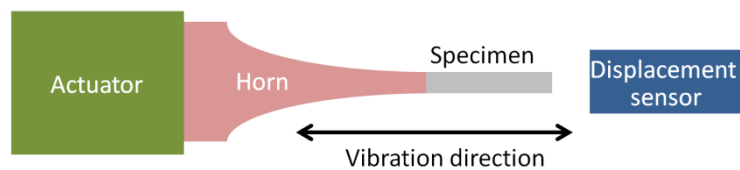


Fig. E-1 Schematics of ultrasonic fatigue testing system.

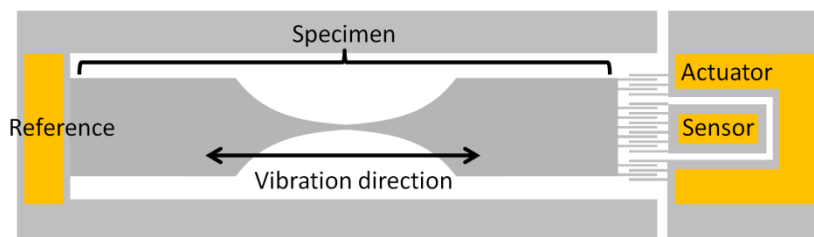


Fig. E-2 Schematics of tensile-compressive mode resonance testing method.

計測方法は、交流信号源と振幅調整のためのコントローラ、高速電力増幅器から構成される駆動回路を用いて高電圧の交流電圧を静電アクチュエータ部に印加して試験片を共振させ、試験片の変位に伴って生じる静電容量式変位センサの電荷変化をチャージアンプを用いて電圧として検出し、これを f-V コンバータとロックインアンプを用いてそれぞれ周波数と振幅を計測するとともに、駆動回路にフィードバックを行って、疲労破壊まで一定の振幅を試験片に与える方法を想定する。提案方法では試験チップ上のわずかなスペースで疲労試験を実施できることから、雰囲気制御槽内での測定が容易であり、また、シリコンマイクロ構造の扇形振動子を用いた曲げ疲労試験で報告されているような並列測定[2]への応用も期待できる。

しかし、構造寸法と共振周波数はトレードオフの関係にあるために、通常は 10 cm 程度の長さの試験片に対して行われる引張-圧縮変形の共振を用いた疲労試験がマイクロスケールで実現可能であるのかどうか十分な検討が必要である。本付録では提案手法の基礎的な検討として、試験片形状と共振時の周波数及び試験片上に誘起される応力分布について主に検討を行い、本提案手法の実現可能性について議論する。

2. 試験片形状

構造微細化に伴う共振周波数の変化を考慮して試験片形状と寸法の検討を行った。試験片寸法・共振周波数の目標仕様は次のように定めた。脆性材料であるシリコンの疲労寿命計測は統計的な分析が必要であり、ウエハ 1 枚から十分な数の試験デバイスを作成する必要がある。本検討では 4 インチウエハを用いた試験デバイス作製を想定し、試験デバイス全長を 10 mm 以下に収めることを目標とした。また、構造微細化に伴って共振周波数は上昇するが、駆動回路・変位測定回路を構成する計測装置で対応可能な周波数には上限があり、高周波数に対応させるには高価な計測装置が必要となるため、共振周波数は 1 MHz 未満に抑えることを目標とした。

試験片形状は、J. Awatani の報告した鼓状試験片形状[3]を用いる。この試験片形状は図 E-2 のように試験片中央部の断面積を表 E-1 のように指数関数的に変化させることで、試験片中央部に高い応力増幅を生じさせる構造で、耐久限度の高い材料への試験方法として報告されたものである。本検討では、単結晶シリコンの破壊強度の高さを考慮し、静電アクチュエータに要求される静電引力を低減するため鼓状試験片を用いることにした。

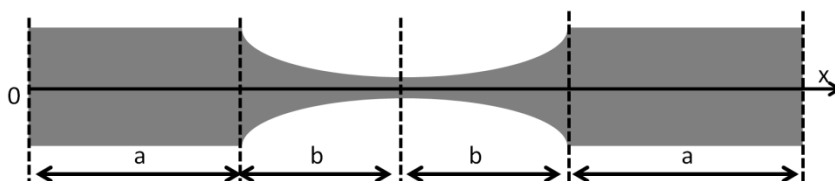


Fig. E-3 Specimen shape to enlarge stress at center

Table E-1 Cross-sectional area size as a function of x position.

X position	Cross sectional area
$0 \leq x \leq a$	A_0
$a \leq x \leq a+b$	$A_0 e^{-\gamma(x-a)}$
$a+b \leq x \leq a+2b$	$A_0 e^{-\gamma(a+2b-x)}$
$a+2b \leq x \leq 2a+2b$	A_0

J. Awatani は、式(E-1)に基づいて、20 kHz の共振周波数を持つ試験片の寸法を定めている。

$$\begin{aligned}
 1 - \frac{\gamma^2 c^2}{4\omega^2} \geq 0 \text{ の場合} \quad \tan\left(\frac{\omega}{c} a\right) &= \frac{\left(\frac{\omega}{c_1}\right) \cos\left(\frac{\omega}{c_1} b\right) - \left(\frac{\gamma}{2}\right) \sin\left(\frac{\omega}{c_1} b\right)}{\left(\frac{\omega}{c}\right) \sin\left(\frac{\omega}{c_1} b\right)} \\
 1 - \frac{\gamma^2 c^2}{4\omega^2} < 0 \text{ の場合} \quad \tan\left(\frac{\omega}{c} a\right) &= \frac{\left(\frac{\omega}{c_1}\right) \cosh\left(\frac{\omega}{c_1} b\right) - \left(\frac{\gamma}{2}\right) \sinh\left(\frac{\omega}{c_1} b\right)}{\left(\frac{\omega}{c}\right) \sinh\left(\frac{\omega}{c_1} b\right)} \quad (\text{E-1}) \\
 c_1 &= c \left\{ \pm \left(1 - \frac{\gamma^2 c^2}{4\omega^2} \right) \right\}^{-\frac{1}{2}}
 \end{aligned}$$

ここで、 ω 、 c はそれぞれ角周波数と伝播速度を表し、 a 、 b は図 E-3 中の試験片の長さを表し、 γ は試験片中央部の断面縮小率である。式(E-1)は、断面形状変化も考慮した振動方程式 (E-2) の変位を $\xi(x, t) = \xi_0(x) e^{i\omega t}$ として一般解を導出し、自由端に振幅 ξ_{00} を与える場合の基本共振状態の周波数方程式から導いたものである。

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} + \frac{1}{A(x)} \frac{\partial A(x)}{\partial x} \frac{\partial \xi}{\partial x} = \frac{\rho}{E} \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} \quad (\text{E-2})$$

ここで、 $A(x)$ 、 E 、 ρ はそれぞれ位置 x における断面積、弾性率、構造密度を表す。また、試験部中央に生じる最大応力は自由端振幅 ξ_0 を用いて式(E-3)で表され、 γ が大きいほど大きな応力が得られる。

$$\begin{aligned}
 1 - \frac{\gamma^2 c^2}{4\omega^2} \geq 0 \text{ の場合} \quad \sigma_{max} &= -\xi_0 E e^{\frac{\gamma b}{2}} \frac{\left(\frac{\omega}{c_1}\right) \cos\left(\frac{\omega}{c_1} a\right)}{\sin\left(\frac{\omega}{c_1} b\right)} \\
 1 - \frac{\gamma^2 c^2}{4\omega^2} < 0 \text{ の場合} \quad \sigma_{max} &= -\xi_0 E e^{\frac{\gamma b}{2}} \frac{\left(\frac{\omega}{c_1}\right) \cos\left(\frac{\omega}{c_1} a\right)}{\sinh\left(\frac{\omega}{c_1} b\right)} \quad (\text{E-3})
 \end{aligned}$$

本検討では、式(E-1)に基づいて、単結晶シリコンの薄膜構造で断面形状を2次元的に変化させる場合について、共振周波数と試験片寸法の関係について計算を行った。図 E-4 に、試験片中央の幅を 5 μm とした場合の鼓状試験片端部の幅寸法と γ の関係を示す。2次元的に断面形状を変化させる場合

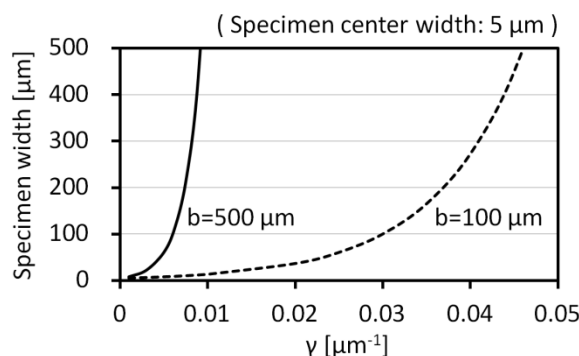


Fig. E-4 Relationship between γ and specimen width at its ends.

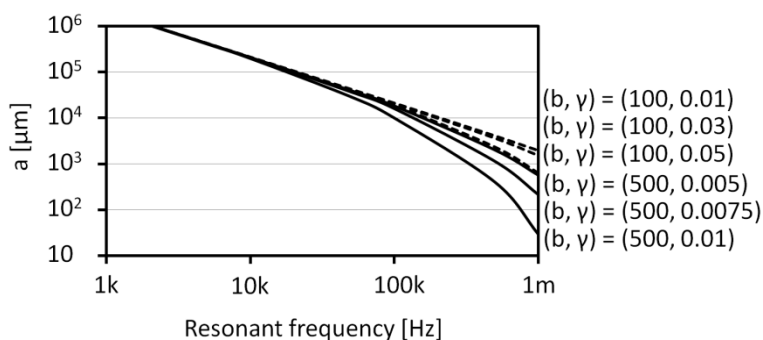


Fig. E-5 Specimen length a as a function of resonant frequency.

では 3 次元的に変化させる場合に比べて、 γ の増加に伴って幅寸法は大きく増加し、 $b=100 \mu\text{m}$ と $500 \mu\text{m}$ の場合で、それぞれ $\gamma=0.046$ 、 0.0092 の時に端部の幅寸法は中央部に比べておよそ 100 倍となる。

端部幅寸法が中央部に比べておよそ 100 倍となる範囲までで γ を変化させ、 $b=100 \mu\text{m}$ と $500 \mu\text{m}$ の場合について、共振周波数と a の関係を計算した。計算時の単結晶シリコンの物性値は $E=169 \text{ [GPa]}$ 、 $\rho=2.329 \text{ [g/cm}^3\text{]}$ とした。図 E-5 に計算結果を示す。バルク構造に対する超音波試験と同じように 20 kHz で共振させるためには a の寸法は 20 cm 程度必要となり、4 インチウエハ上での試験デバイスの作製は不可能である。いずれの計算結果の場合でも、目標の試験片全長 10 mm 以下、共振周波数 1 MHz 未満はみたしている。

3. 共振時の応力解析

引張-圧縮変形の共振周波数が 1 MHz 未満となる試験片構造に対して、CoventorWare を用いて有限要素法解析を行い、共振時の周波数特性と応力-変位の関係から提案手法の実現可能性を検討した。

試験片寸法は、 $a=4000 \mu\text{m}$ 、 $b=100 \mu\text{m}$ 、 $\gamma=0.03 \mu\text{m}^{-1}$ とし、試験片全長は 10 mm 以下とした。また、最大幅と厚さはそれぞれ $100 \mu\text{m}$ 、 $5 \mu\text{m}$ とし、試験片中央の最細部の断面形状は幅 $4.98 \mu\text{m}$ 、厚さ $5 \mu\text{m}$

のほぼ正方形とした。試験片中央部の断面積が指数関数的に変化する部位の形状のモデル化は、多角形を用いて近似的に表現し、実際に作製を行う場合に近い形状を与えた。また、この解析でモデルのヤング率とポアソン比はそれぞれ 169 GPa, 0.3 とし、結晶異方性は考慮していない。

解析条件として、試験片固定端は全自由度を固定して温度を 300 K とし、自由端には $(1+\sin\omega t)$ MPa の引張の等分布荷重を与え、静電アクチュエータを想定して常に引張の負荷が印加されるようにした。また、Q 値(quality factor)と試験片変位量の関係を導出するため、エネルギーの損失を仮定した周波数解析を行った。

解析の結果、引張-圧縮変形の共振は第 38 次の共振モードとして現れ、その共振周波数は約 236 kHz であった。この共振周波数は前節の数値計算結果に沿うものである。図 E-6 に示すように、Q 値が 50~500 である場合に、自由端の長手方向(X 軸方向)の最大変位振幅は 2.3~23 μm となり、ほかの共振モードの変形はほとんど影響を及ぼさない。共振周波数近傍の 235861 Hz における、Q=100 の場合の試験片中央の X 軸方向の応力分布を図 E-7 に示す。図中の $\text{Re}\{\text{StressXX}\}$ と $\text{Im}\{\text{StressXX}\}$ はそれぞれ、自由端での負荷と同位相と 90°遅れの位相での応力分布を表す。この共振で試験片にかかる最大応力は中央の側壁上となる。また高次の共振モードであるため、試験片の変形は自由端に印加した応力に対して位相の遅れを伴って現れている。共振周波数近傍での、最大応力と自由端変位の振幅の関係は図 E-8 のように表され、変位振幅の増加に対して応力振幅は線形に増加し、変位振幅 10 μm で応力振幅はおよそ 5 GPa となる。

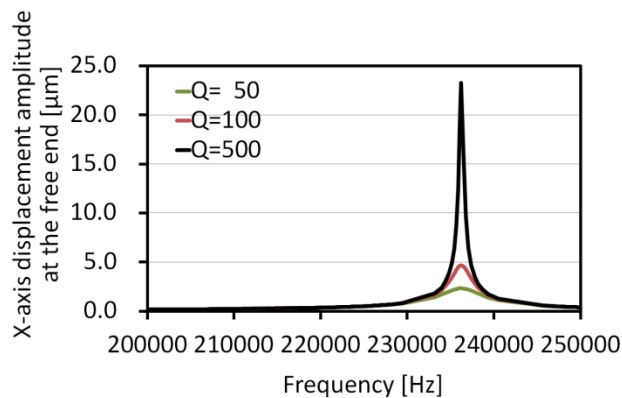


Fig. E-6 X-axis displacement amplitude as a function of oscillation frequency.

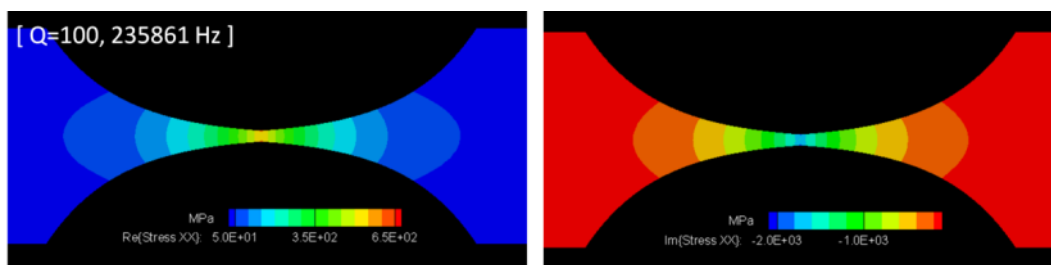


Fig. E-7 X-axis stress distribution at resonant vibration. $\text{Re}\{\text{StressXX}\}$ and $\text{Im}\{\text{StressXX}\}$ indicate stress distribution at phase of 0 and 90° , respectively

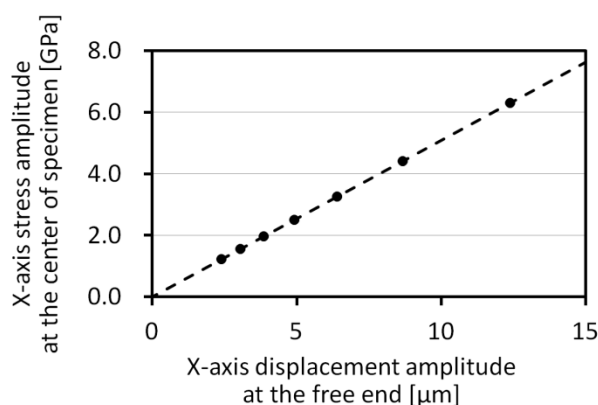


Fig. E-8 Relationship between amplitudes of X-axis stress at the center and displacement at the free end.

4. 考察

単結晶シリコンのマイクロスケール構造の破断応力を 5 GPa 程度と想定した場合、前節の解析結果では試験片自由端に必要な変位振幅は約 10 μm 必要である。解析時に与えた負荷条件の場合、200~300 程度の Q 値を実現できれば強度計測と疲労試験が可能である。この解析結果をもとに提案手法の実現可能性について検討する。

解析時の負荷は自由端全体で $500 \times (1 + \sin\omega t)$ μN に相当する。楕歯型静電アクチュエータ 1 対で与えられる負荷は仮に 100 V を印加した場合でも高くとも 0.1 μN 程度と想定すると、この負荷を実現するには 1000 対以上の楕歯が必要になる。試験片自由端に楕歯を多段・多数配置することでこの負荷を実現することは必ずしも不可能ではないが、困難である。また、低電圧で動作可能な試験デバイスの方が動作・制御が容易であるため、アクチュエータに必要な負荷性能を抑える必要がある。

より小さな負荷で自由端での変位振幅 10 μm を実現するためには、より高い Q 値を実現するか、 γ を大きくして試験部中央に誘起される応力を大きくする必要がある。提案した試験片のような形状での Q 値の報告はなく、これは実験的に検証する必要がある。Q 値を向上させる方法として真空下で動作させて空気のダンピングによるエネルギーの損失を減らす方法があるが、シリコンの疲労特性は湿度や温度の影響が大きいため大気圧下での測定が望ましい。一方で γ を 0.04~0.05 程度に大き

くする場合、式(E-3)で表されるように、解析を行った $\gamma=0.03$ の場合に比べて試験片中央での応力振幅は約1.6~2.7倍になると考えられ、試験片の破断に必要な自由端での負荷を低減することが可能である。しかし、 γ が大きいくほど試験片は大面積を持つ薄膜構造となり、また試験片を支える中央部の構造は相対的に細くなることから面内外に曲がりやすい構造となるため、試験片自由端部にはこれを考慮した支持梁構造を設計し、また座屈についても検証する必要がある。

また、試験片自由端に $10\ \mu\text{m}$ の変位振幅が必要であることから、アクチュエータとセンサには、少なくとも $20\ \mu\text{m}$ のストロークが必要となる。このストロークはマイクロスケールの材料試験に用いられるアクチュエータ・センサとしては大きく、歯のたわみによるアクチュエータ動作への影響やセンサ出力への影響も十分に検討する必要がある。

5. まとめ

MEMS 試験デバイス上に超音波疲労試験機の要素を組み込んで高速で疲労試験を行う方法を提案し、数値計算より導出した全長 $10\ \text{mm}$ 以下、共振周波数 $1\ \text{MHz}$ 未満となる試験片について有限要素解析を行い、 Q 値による試験片変位振幅と試験部中央に誘起される応力関係を導出した。この手法の実現にはアクチュエータに要求される負荷性能の高さ・ストロークの長さが課題となる。またこのほかにもセンサ構造や制御及び計測回路などの多くの検討が必要であり、本研究では基礎的な検討にとどめて本手法の導入を見送った。

参考文献

- [1] 栗谷 丈夫, 宮本 宏, “超音波疲れ試験機” 日本機械学会論文集, 1958, Vol. 24 (143), pp.480-483.
- [2] Ikehara, T., and Tsuchiya, T., “Development of amplitude-controlled parallel-fatigue-test system for micro-electromechanical resonators”, Sensors and Materials, 2010, 22 (1), pp. 39-50.
- [3] 栗谷 丈夫, “超音波疲れ試験機: 第2報, 耐久限度の高い材料の試験法”, 日本機械学会論文集, 1960, Vol. 26 (17), pp.1382-1386.

付録 F

ねじれ振動子の共振を用いた高速引張疲労試験の 検討

1. 概要

本付録では試験チップ内の振動子のねじれ共振変形を利用して引張疲労試験を行う方法の検討を記す。振動子の曲げ変形から引張応力のみを試験部に印加するのは困難であるが、ねじれ変形からは試験部に圧縮応力のかからない繰返し負荷を印加することが可能である。

振動子のねじれ変形を用いた引張疲労試験は、長さ $8\ \mu\text{m}$ 、幅 $200\ \text{nm}$ 、厚さ $500\ \text{nm}$ の窒化シリコンのナノ構造での測定が W.-H. Chuang らによって報告されている[1]。この測定は SEM 内で行われ、振動子の動作には試験チップ内の振動子に外部から近づけた電極平板との間の静電引力を利用し、応力は SEM で計測した変位振幅から有限要素法を用いて算出する。この方法を用いて W.-H. Chuang らが負荷周波数 $38\ \text{kHz}$ で繰返し負荷 10^8 回までの疲労試験が報告している。

本研究では、ねじりの振動子を用いる方法での単結晶シリコンのマイクロ構造の測定での実現可能性について検討を行った。マイクロ構造の測定ではナノ構造に比べて高い引張荷重が必要となるため、試験部に印加可能な引張荷重の実現が課題となる。また、W.-H. Chuang らの測定系は SEM 内で計測を行うことを想定した複雑なものであるが、本研究ではより簡単な測定系として、試験チップ全体を振動試験機を用いて加振することで振動子を変形させる方法を提案する。図 F-1 に提案する試験デバイスの概要を示す。試験デバイスは SOI ウェハからの作製する。試験デバイスは試験部とねじりの振動子、試験部への

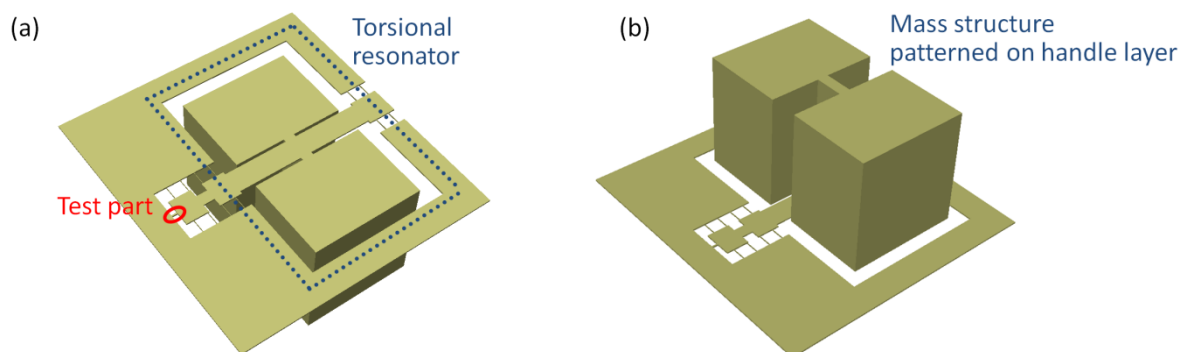


Fig. F-1 Schematics of tensile testing device with a torsional resonator.
(a) Front-side view. (b) Back-side view.

ねじれ変形を抑制する接続部で構成する。振動子には SOI ウエハのハンドル層のパターニングによってマスとなる構造を作製し(図 F-1b), これによって加振時の振動子の変位量を増加させる。この方法の長所として, 試験デバイスに外部のアクチュエータを直接接触させる必要がないこと, また, 試験チップ上に複数の試験デバイスを配置した場合でも測定が可能であることから測定の並列化が容易であることがあげられ, 共振を用いることから高い負荷周波数が期待できる。測定に用いる振動試験機の加振性能として, 最大加速度 10 G 以下, 加振可能周波数 10 kHz を想定して試験デバイスの検討を行った。

2. 試験デバイス

振動子を試験デバイス上に一つのみ与える場合(図 F-1)で, 振動子に変形を与えた場合の試験部の応力分布の解析を行った。試験部の寸法は長さ 20 μm , 幅 2 μm , 厚さ 5 μm とした。この解析では振動子のマスの部分に応力を印加し, 振動子の中心にねじれ角 50 度の変形を与えた。解析結果を図 F-1 に示す。振動子と試験部の接続部の長さ寸法の増加に伴って試験部に印加される引張応力は低下し, 一方で, この接続部の長さが短い場合には引張応力以外にせん断応力が試験部に生じた。このことから接続部の寸法は 80 μm 以上とする必要がある。単結晶シリコンのマイクロ構造の引張強度を 5 GPa と想定すると, 解析時に与えた振動子のねじれ角はきわめて大きいにも関わらず, この解析で得られた引張応力は引張強度試験には十分ではない。このことから振動子を一つのみ用いる場合ではマイクロ構造の疲労試験を行うのに十分な引張応力を与えることは難しいと考えられ, 複数の振動子を並列に並べて用いる場合について検討を行った。

複数の振動子を用いる場合ではそれらが同期して振動するように設計する必要がある。検討の結果, 図 F-3, F-4 のような試験デバイスではこの要件をみたすことが可能である。これらの試験デバイスはそれぞれ面内, 面外方向に加振することで動作する。これらの試験デバイスの該当する共振モードの周波数は 500~1500 Hz の範囲にあることから, 想定した振動試験機の加振性能で対応可能であり,

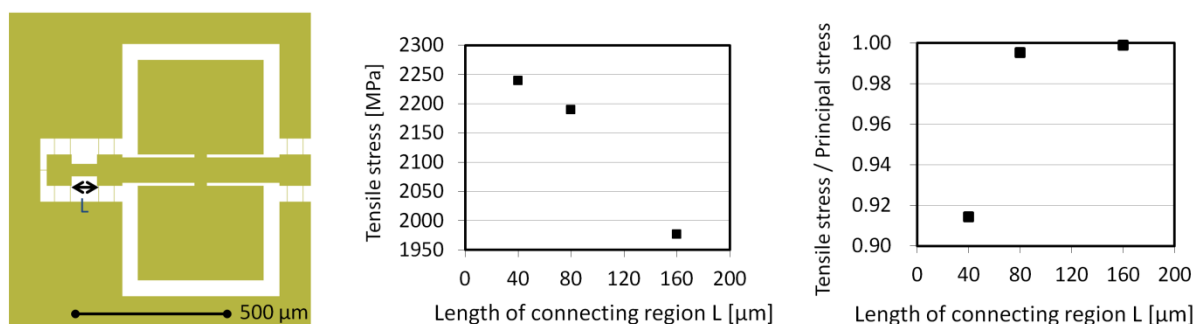


Fig. F-2 Stress at the test part.

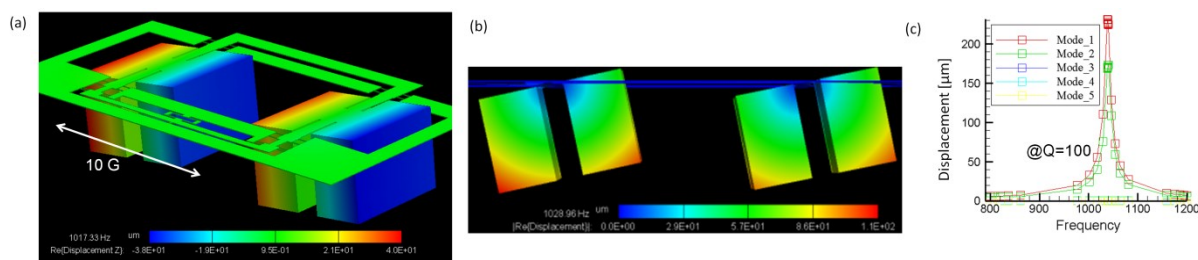


Fig. F-3 Testing device vibrated in in-plane direction.
(a) Schematics. (b) Cut view. (c) Frequency property.

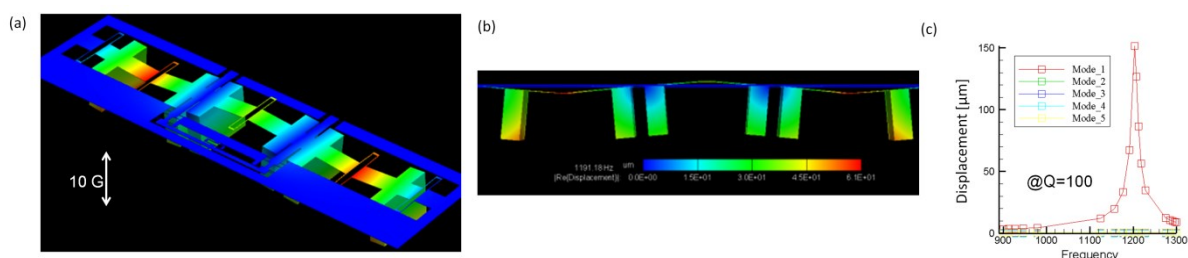


Fig. F-4 Testing device vibrated in vertical direction.
(a) Schematics. (b) Cut view. (c) Frequency property.

また、マイクロ構造の引張疲労試験としては高い負荷周波数を実現できる。しかし、これらの試験デバイス構造での Q 値に関する知見は無く、試験部に生じる応力を検討するには実際にデバイスを作製して Q 値の検証を行って必要がある。

3. まとめ

試験チップ全体を振動試験機を用いて加振することで、振動子のねじれの共振変形を起し、試験部に引張応力を与える試験方法の検討を行った。提案構造で Q 値を検証するための検証デバイスの作製を試みたが、作製中に全てのデバイスが破損したために検証に至らなかった。破損は振動子のマス構造をダイシングテープから剥離する際に起こっており、これを考慮した設計の改良が必要である。この検討の中で測定に用いるセンサについては触れなかったが、この手法では高剛性のセンサが必要となることから、第 4 章で提案した集積ひずみゲージの使用が有効と思われる。

参考文献

- [1] Chuang, W.-H., Fettig, R.K., and Ghodssi, R., “Nano-scale fatigue study of LPCVD silicon nitride thin films using a mechanical-amplifier actuator”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2007, 17 (5), art. no. 013, pp. 938-944.

本研究に関連する論文，発表，受賞

【論文】

上杉晃生，平井義和，菅野公二，土屋智由，田畑修

“加工条件の異なる(110)<110>単結晶シリコン薄膜の引張試験 “

電気学会論文誌 E (センサ・マイクロマシン部門誌)， Vol. 132, No. 9, (2012), pp. 320-321.

DOI: 10.1541/ieejsmas.132.320

上杉晃生，平井義和，菅野公二，土屋智由，田畑修

“(110)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， Vol. 79, No. 804, (2013), pp. 1191-1200.

DOI: 10.1299/kikaia.79.1191

A. Uesugi, T. Yasutomi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“High-temperature tensile testing machine for investigation of brittle–ductile transition behavior of single crystal silicon microstructure”

Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 54, No. 6S1, (2015), Art.No. 06FP04.

DOI:10.7567/JJAP.54.06FP04

A. Uesugi, Y. Hirai, K. Sugano, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Effect of crystallographic orientation on tensile fractures of (100) and (110) silicon microstructures fabricated from silicon-on-insulator wafers”

Micro & Nano Letters, IET, Vol. 10, Issue 12, (2015), pp. 678- 682.

DOI: 10.1049/mnl.2015.0334

【学会発表】

【国際学会発表】

[2011 年度]

A. Uesugi, Y. Hirai, K. Sugano, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Effect of surface morphology on tensile strength of single crystal silicon”

JSME International Workshop on Micro/Nano-Engineering, ポスター発表, 2011 年 12 月, 京都.

[2013 年度]

A. Uesugi, Y. Hirai, K. Sugano, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Effect of surface morphology and crystal orientations on fracture strength of thin film (110) single crystal silicon”

IEEE Electron Devices Society The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers 2013), ポスター発表, 2013 年 6 月, スペイン (バルセロナ).

A. Uesugi, Y. Hirai, K. Sugano, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Fractography analysis of tensile tested (110) silicon prepared by different surface morphology and crystal orientations”

ASME 2013 InterPack Conference, 口頭発表, 2013 年 7 月, サンフランシスコ (アメリカ).

[2014 年度]

A. Uesugi, T. Yasutomi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Brittle-ductile transition of single crystal silicon micro structure under tensile stress below 600 °C”

7th Asia-Pacific Conference on Transducers and Micro/Nano Technologies (APCOT 2014)

口頭発表, 2014 年 6 月, テグ (韓国).

A. Uesugi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Micro-scale tensile testing of single crystal silicon: the effects of surface damage and crystal orientations on fracture property”

2nd Summer School of the German-Japanese University Network HeKKSaGOn, 口頭発表, 2014 年 9 月, カールスルーエ (ドイツ).

A. Uesugi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Tensile testing in vacuum with concentrated infrared light heating for single crystal silicon mechanical characterization at high temperature”

27th International Microprocesses and Nanotechnology Conference (MNC 2014), 口頭発表,
2014年11月, 福岡.

A. Uesugi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Size effect on brittle-ductile transition temperature of silicon by means of tensile testing”

The 28th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS2015),
ポスター発表, 2015年1月, エストリル(ポルトガル).

[2015年度]

A. Uesugi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Parallel Tensile-Mode Fatigue Testing of Silicon Microstructures with Integrated Piezoresistive Strain Sensors”

28th International Microprocesses and Nanotechnology Conference (MNC 2015), ポスター発表,
2015年11月, 富山.

[2016年度]

K. Yasuda, A. Uesugi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Design Optimization of Integrated Shear Strain Gauge for Single-Crystal-Silicon Parallel Tensile-Testing Device”

The 11th Annual IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (IEEE-NEMS 2016), ポスター発表, 2016年4月, 宮城.

A. Uesugi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata

“Effect of Crystallographic Orientations on Fractures and Slip Occurrences at 500 °C of (110) Single Crystal Silicon Microstructures”

21st European conference on fracture (ECF21), 口頭発表, 2016年6月, カターニア(イタリア).

【国内学会発表】

[2012 年度]

上杉 晃生，平井 義和，菅野 公二，土屋 智由，田畑 修
“加工条件の異なる(110)<111>単結晶シリコン薄膜の引張試験”
日本機械学会 M&M2012 材料力学カンファレンス，口頭発表，2012 年 9 月，愛媛.

[2013 年度]

上杉 晃生，平井 義和，菅野 公二，土屋 智由，田畑 修
“(100)及び(110)単結晶シリコンにおける引張強度の結晶方位依存性”
日本機械学会 2013 年度年次大会，口頭発表，2013 年 9 月，岡山.

[2014 年度]

上杉 晃生，平井 義和，土屋 智由，田畑 修
“単結晶シリコンの高温機械的特性評価に向けた赤外光集光加熱による真空中高温引張試験”
日本実験力学会 2014 年度年次講演会，口頭発表，2014 年 8 月，兵庫.

上杉 晃生，安富 貴浩，平井 義和，土屋 智由，田畑 修
“赤外集光加熱を用いた単結晶シリコンマイクロ構造体の真空中高温引張試験”
日本機械学会 2014 年度年次大会，口頭発表，2014 年 9 月，東京.

上杉 晃生，平井 義和，土屋 智由，田畑 修
“単結晶シリコンマイクロ構造の引張応力下における脆性延性遷移”
日本機械学会 第 6 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム，ポスター発表，2014 年 10 月，
島根.

[2015 年度]

上杉 晃生，平井 義和，土屋 智由，田畑 修
“ひずみゲージ集積型単結晶シリコンマイクロ構造の並列引張疲労試験”
日本機械学会 2015 年度年次大会，口頭発表，2015 年 9 月，北海道.

上杉 晃生，平井 義和，土屋 智由，田畑 修

“(110) 単結晶シリコンマイクロ構造の高温引張破壊特性”，

日本機械学会第7回マイクロ・ナノ工学シンポジウム，ポスター発表，2015年10月，新潟.

[2016年度]

上杉 晃生，平井 義和，土屋 智由，田畑 修

“(110)シリコンの高温下のすべりと破壊に及ぼす引張軸方位の影響”

日本機械学会 2016年度年次大会，口頭発表，2016年9月，福岡.

安田 莞司，上杉 晃生，平井 義和，土屋 智由，田畑 修

“せん断型ひずみゲージ集積化単結晶シリコンマイクロ構造並列引張試験デバイス”

日本機械学会 2016年度年次大会，口頭発表，2016年9月，福岡.

【受賞】

「日本機械学会 材料力学部門 M&M2012 (2012年9月)」での発表に対して優秀講演表彰を受賞.

「日本機械学会 2013年度年次大会 (2013年9月)」での発表に対してマイクロ・ナノ工学部門の若手優秀講演表彰を受賞.

謝辞

本研究を遂行するにあたり、修士課程、博士後期課程を通して、終始懇切丁寧なご指導、ご鞭撻を賜りました、京都大学大学院工学研究科マイクロエンジニアリング専攻 田畑 修教授、土屋 智由准教授、菅野 公二助教(現 神戸大学工学研究科 准教授)、平井 義和助教に深く感謝し、ここに厚く御礼申し上げます。土屋 智由准教授には、平素から研究に関する多くの御助言・御指導を頂き、論文の執筆にあたってはお忙しい中にも関わらず御指導をいただきました。ここに深く感謝申し上げます。

第3章及び第4章の測定に用いた試験片の作製は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業(京都大学微細加工プラットフォーム)の支援を受けて実施しました。加工装置利用の際にご丁寧なご指導をいただきました高度専門技術職員の方々並びに運用スタッフの方々に深く感謝致します。

第2章の引張試験片の固定冶具、第4章の並列引張試験装置の一部は、京都大学大学院工学研究科機械理工学専攻 機械工作室にて加工していただきました。職員の方々に感謝申し上げます。

第3章の高温引張試験後に行ったFE-SEM観察は、京都大学工学研究科機械系顕微鏡室の木下様、石川様にご協力いただきました。ここに厚くお礼申し上げます。

本研究は日本学術振興会特別研究員奨励費の助成を受けて実施しました。(課題名『マイクロ機械構造体の信頼性向上のための単結晶シリコンの破壊特性評価』)ここに記して感謝の意を表します。

最後になりますが、本研究を進めるにあたり、ゼミなどを通してたくさんのディスカッションを行いました、京都大学工学研究科マイクロエンジニアリング専攻ナノ・マイクロシステム工学研究室の皆様にご感謝申し上げます。

2016年8月 上杉 晃生