

卒業論文

エッチングダメージ分布が  
シリコンの脆性強度に及ぼす影響

p.1~p.50 完

平成18年2月3日提出  
指導教員 泉 聡志 助教授  
40193 久保寺 裕典

# 目次

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| <b>第1章 序論</b> .....         | 6  |
| 1.1 研究の背景.....              | 6  |
| 1.2 研究の目的.....              | 7  |
| 1.3 本論文の構成.....             | 7  |
| <b>第2章 基礎的理論</b> .....      | 8  |
| 2.1 ワイブル分布.....             | 8  |
| 2.1.1 ワイブル分布関数.....         | 8  |
| 2.1.2 最尤法.....              | 9  |
| 2.2 粗さ解析.....               | 10 |
| <b>第3章 試験方法</b> .....       | 12 |
| 3.1 試験片の準備.....             | 12 |
| 3.1.1 試験片形状.....            | 12 |
| 3.1.2 エッチングダメージ.....        | 14 |
| 3.2 曲げ試験.....               | 15 |
| 3.3 試験のセットアップ.....          | 17 |
| 3.4 有限要素法による破壊応力の評価.....    | 18 |
| 3.5 試験片プロファイル.....          | 20 |
| <b>第4章 結果</b> .....         | 21 |
| <b>第5章 考察</b> .....         | 32 |
| 5.1 エッチングダメージと強度.....       | 32 |
| 5.2 N2 がワイブル分布に適合しない理由..... | 34 |
| 5.3 逆方向からの曲げ試験.....         | 37 |
| <b>第6章 結論</b> .....         | 41 |
| 6.1 本論文の結論.....             | 41 |
| 6.2 今後の課題.....              | 41 |
| <b>付録A</b> .....            | 42 |
| <b>参考文献</b> .....           | 49 |

# 目次

|   |    |
|---|----|
| Fig.3.1 Representative of specimen.....   | 12 |
| Fig.3.2 A four-inch(100)-oriented wafer containing 96 test specimens.....                                     | 12 |
| Fig.3.3 Schematics of the process of etching damage.....  | 14 |
| Fig.3.4 Stress concentration region along the beam edge for bending.....                                      | 15 |
| Fig.3.5 A typical principle stress distribution in beam for bending.....                                      | 15 |
| Fig.3.6 A typical maximum principle stress plot along Path A.....   | 16 |
| Fig.3.7 Experimental setup.....   | 17 |
| Fig.3.8 Photograph of bending test.....   | 17 |
| Fig.3.9 FEM model(left:Whole model with shell element , right:Sub model with<br>solidelement).....            | 18 |
| Fig.3.10 Procedure of method for calculating average roughness profile Ra along the<br>etching direction..... | 20 |
| Fig.4.1 Histogram of fracture stress of N1.....   | 22 |
| Fig.4.2 Weibull plot of bending fracture stress of N1.....  | 22 |
| Fig.4.3 Photograph of side wall of the beam for N1.....   | 23 |
| Fig.4.4 Average roughness profile along the etching direction for N1.....                                     | 23 |
| Fig.4.5 Histogram of fracture stress of N2.....   | 24 |
| Fig.4.6 Weibull plot of bending fracture stress of N2.....  | 24 |
| Fig.4.7 Photograph of side wall of the beam for N2.....   | 25 |
| Fig.4.8 Average roughness profile along the etching direction for N2.....                                     | 25 |
| Fig.4.9 Histogram of fracture stress of N3.....   | 26 |
| Fig.4.10 Weibull plot of bending fracture stress of N3.....   | 26 |
| Fig.4.11 Photograph of side wall of the beam for N3.....  | 27 |
| Fig.4.12 Average roughness profile along the etching direction for N3.....                                    | 27 |
| Fig.4.13 Histogram of fracture stress of N4.....  | 28 |
| Fig.4.14 Weibull plot of bending fracture stress of N4.....   | 28 |
| Fig.4.15 Photograph of side wall of the beam for N4.....  | 29 |
| Fig.4.16 Average roughness profile along the etching direction for N4.....                                    | 29 |
| Fig.4.17 Histogram of fracture stress of N7.....  | 30 |
| Fig.4.18 Weibull plot of bending fracture stress of N7.....   | 30 |
| Fig.4.19 Photograph of side wall of the beam for N7.....  | 31 |
| Fig.4.20 Average roughness profile along the etching direction for N7.....                                    | 31 |

|  |    |
|--|----|
| Fig.5.1 Relationship between scale parameter and roughness of notching region...   | 33 |
| Fig.5.2 Photograph of fracture surface for N2.....                                 | 34 |
| Fig.5.3 Representation of Path A and Path B in the beam.....                       | 35 |
| Fig.5.4 A typical maximum principal stress plot along Path A.....                  | 35 |
| Fig.5.5 Atypical maximum principal stress plot along Path B.....                   | 36 |
| Fig.5.6 Stress concentration region along the beam edge for back-side bending..... | 37 |
| Fig.5.7 Atypical maximum principal stress plot along PathA.....                    | 38 |
| Fig.5.8 A typical maximum principal stress plot along Path C.....                  | 38 |
| Fig.5.9 Histogram of fracture stress of back-side bending test for N4.....         | 39 |
| Fig.5.10 Weibull plot of fracture stress of back-side bending test for N4.....     | 39 |
| Fig.5.11 Photograph of fracture surface for N7.....                                | 40 |

# 表目次

|  |    |
|--|----|
| Table.3.1 Dimensions of the test specimen.....   | 12 |
| Table.3.2 Detail of the process to make specimens.....                                   | 13 |
| Table.3.3 Principle specification of the micro testing machine.....                      | 17 |
| Table.3.4 Material properties used in FEM analysis.....                                  | 19 |
| Table.3.5 principle specification of the laser microscope.....                           | 20 |
| Table.4.1 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N1.....               | 22 |
| Table.4.2 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N2.....               | 24 |
| Table.4.3 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N3.....               | 26 |
| Table.4.4 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N4.....               | 28 |
| Table.4.5 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N7.....               | 30 |
| Table.5.1 Averaged roughness values of notching and scale parameters.....                | 32 |
| Table.5.2 MLM estimation of Weibull parameters of back-side bending test for N4<br>..... | 39 |
| Table.A.1 Result of bending test for N1.....   | 43 |
| Table.A.2 Result of bending test for N2.....   | 44 |
| Table.A.3 Result of bending test for N3.....   | 45 |
| Table.A.4 Result of bending test for N4.....   | 46 |
| Table.A.5 Result of bending test for N7.....   | 47 |
| Table.A.6 Result of back-side bending test for N4.....                                   | 48 |

# 第 1 章 序論

## 1.1 研究の背景

今日、単結晶シリコンは半導体技術を加工できる点、およびその優れた機械的特性によって、MEMS の部材などとして広く使われている。その使用環境、使用法等要求されるパフォーマンスは高まりつつあり、その基本部材である単結晶シリコンの micro/nano オーダーでの強度特性、特に常温での脆性強度、高温での延性強度についての十分な記述が必要である。

単結晶シリコンの脆性強度は、単結晶シリコンが内部欠陥を含まないため、ICP エッチングプロセス等によりできる表面のエッチングダメージに大きく依存する。これまでも試験片に対し、曲げ、引っ張り、ねじり試験等様々な荷重形態を与えることで、その強度評価が行われている。

エッチングダメージのなかで、特にノッチングといわれる高ダメージ領域は強度に大きく影響をもたらすとされている。山口ら[1]は、ICP-RIE によるエッチングダメージ分布の異なる 2 種類の試験片に対しノッチング部の強度評価を行い、ノッチング部の粗さと強度に相関があることを示している。しかしながらこのようなノッチング部のダメージと強度の相関についての報告は少ない。このような領域の強度を評価し、そのダメージ依存性について調べることは重要な課題であると考えられる。

## 1.2 研究の目的

ICP-RIE エッチングによって作られた様々なダメージ分布を持つ単結晶シリコンでできた試験片について、単純な曲げ試験を行うことで、ノッチング部の強度評価を行う。また、粗さなど試験片の表面観察を行い、その観察結果と強度を照らし合わせることで、強度のダメージ依存性について検証する。

## 1.3 本論文の構成

第 1 章では本研究の背景と目的について述べた。

第 2 章では本研究で必要となる基礎的な理論について簡単に説明する。

第 3 章では本研究で用いた試験片、試験方法、有限要素法解析、粗さ解析について説明する。

第 4 章では試験から得られた結果を示す。

第 5 章では第 4 章で得られた結果を元に、エッチングダメージと強度、N2 がワイブル分布に適合しない理由、逆方向からの曲げ試験について考察する。

第 6 章において本研究のまとめを行う。

## 第 2 章 基礎的理論

### 2.1 ワイブル分布

#### 2.1.1 ワイブル分布関数

ワイブル分布は脆性材料の強度データの解析に広く用いられ、以下に示す分布関数で表される[2].

$$F = \begin{cases} 1 - \exp \left[ - \int_V \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m dV \right] & ; \sigma \geq \sigma_u \\ 0 & ; \sigma \leq \sigma_u \end{cases} \quad (1.1)$$

式(1.1)において、 $F$ は位置の関数である応力  $\sigma$  によって導かれる部材の破損確率を表す。単軸引張においては  $V$  は一定であり、式(1.1)は単純に次のように表される。

$$F = \begin{cases} 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m V \right] & ; \sigma \geq \sigma_u \\ 0 & ; \sigma \leq \sigma_u \end{cases} \quad (1.2)$$

$\sigma_u$ ,  $\sigma_0$ ,  $m$  は分布を決定する 3 つのパラメータであり、それぞれ、次のように定義されている。

- i)  $m$  は形状母数 (shape parameter) といわれ、破壊応力のばらつきを表すパラメータである。この値が大きいほど、部材の破壊応力値のばらつきが小さくなる。
- ii)  $\sigma_0$  は尺度母数 (scale parameter) といわれ、部材の平均破壊応力に対応している。この値が大きいほど、平均破壊応力は大きくなる。単位堆積あたりの欠陥数も、このパラメータに含まれている。
- iii)  $\sigma_u$  は位置母数 (location parameter) といわれ、この値以下の応力では破壊確率がゼロになる。この値は実際の評価においては、物理的に破壊確率が 0 になる理由がない限り、0 に設定される。

位置母数が 0 で、部材を単位体積とした場合、尺度母数  $\sigma_0$  は破壊確率  $1 - 1/e = 0.632$  の強度を表す。位置母数が 0 の場合を 2 母数ワイブル分布、それ以外を 3 母数ワイブル分布という。また、式(1.2)は次のような仮定の下に導かれたものである。

- (1) 全体の強度は、構成要素中の最弱のものによって決まるといふ最弱リンクモデル (Weakest link model)
- (2) 破壊は 0 以下の応力では起こらない



- (3) 破壊は十分に大きい応力で起こる
- (4) 部材に分布する欠陥数は十分に多い

このような仮定があるので、部材を小さな要素に分割して考え、各要素においては均一応力かつ、欠陥数が十分に多いというように考えることで応力が均一でない場合も、上述のワイブル分布が有効であることを一般化する。

## 2.1.2 最尤法

母数を推定する方法として、最尤法(Maximum Likelihood Method)がある。最尤法は任意に取り出した無作為標本がある確率密度関数に従うとしたとき、その標本は確率最大のものが実現した、という仮定の下にパラメータを推定する方法である。ワイブル分布の各母数を未知として、 $n$  個の標本に対する密度関数の積

$$L(m, \sigma_0) = \prod_{i=1}^n f(\sigma_i; m, \sigma_0) \quad (1.3)$$

を尤度関数という。最尤法は、この尤度関数を最大にするように未知パラメータ  $m, \sigma_0$  を推定する方法である。簡単のため、式(1.3)の両辺の対数を取り、未知パラメータ  $m, \sigma_0$  で偏微分した

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial \ln L(m, \sigma_0)}{\partial m} &= 0 \\ \frac{\partial \ln L(m, \sigma_0)}{\partial \sigma_0} &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (1.4)$$

を計算することで、各最尤推定量を計算できる。

## 2.2 粗さ解析

本研究において、試験片のエッチングダメージを評価するために表面粗さの概念を導入する。JIS 規格[3]によると、実表面の断面曲線 (surface profile) と断面曲線 (primary profile) の定義は異なるが、本論文においては、直接計測された高さプロファイルを断面曲線と定義して計算している。本研究で用いる、粗さに関する各用語については、以下の通りである。なお、カットオフ値の設定の手順は JIS B 0633 に記載されているが、定義されている基準長さ、評価長さはマイクロスケールの材料にはあてはまらないため、本研究においては、カットオフ値は一律評価長さの 1/5 とした。

断面曲線 (primary profile):

測定断面曲線にカットオフ値  $\lambda_{co}$  の低域フィルタを適用して得られる曲線

粗さ曲線 (roughness profile):

カットオフ値  $\lambda_{co}$  の高域フィルタによって、断面曲線から長波長成分を遮断して得た輪郭曲線

うねり曲線 (waviness profile):

断面曲線にカットオフ値  $\lambda_{co}$  および  $\lambda_{co}$  の輪郭曲線フィルタを順次かけることによって得られる輪郭曲線。

位相補償フィルタのカットオフ値 (cutt-off wavelength of the phase correct filter):

輪郭曲線フィルタによって、振幅の 50% が伝達される制限は信号の波長

評価長さ (evaluation length): 輪郭曲線の軸方向長さ

高さプロファイルのデータに以下の関数で示されるガウシアンフィルタを適用してうねり曲線を求めた。また、求めたうねり曲線から粗さ曲線を求めた。

$$s(x) = \frac{1}{\alpha \lambda_{co}} e^{-\pi \left( \frac{x}{\alpha \lambda_{co}} \right)^2} \quad (1.12)$$

ここに、

$x$ : 重み関数の中央からの位置

$\lambda_{co}$ : 輪郭曲線フィルタのカットオフ値

$$\alpha = \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} = 0.4697 \quad (1.13)$$

である。なお、ガウシアンフィルタをかけるにあたって、プロファイル両端部では元の高さプロファイルデータを対称として取り扱い、フィルタをかける対称境界条件を用いた。本研究で用いた粗さ特性値は算術平均粗さ  $Ra$  で、輪郭曲線を  $Z(x)$  として以下のように表される。

$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx \quad (1.14)$$

規格によると  $l$  は基準長さであるが、本研究においては評価長さにおいて定義した。

粗さ解析は、カットオフ値の定義等の条件設定によって計算される値が異なってくる。したがって、比較評価の際には同一の定義の下で解析し、評価をする必要がある。本研究においては、上述のように定義をしているが、粗さに関する相対的な評価においては、上述の定義で問題はないと考えられる。

# 第 3 章 試験方法

## 3.1 試験片の準備

### 3.1.1 試験片の形状

ノッチング部の強度を評価するために作成した試験片は Fig.3.1 のような形状である。各寸法を Table.3.1 に示す。Fig.3.1 の中心の円孔を押し込む曲げ試験を行うことで、フィレット部のノッチング(エッチング終端部)に高応力を与えることができる。エッチングダメージの異なる試験片のノッチングの強度を比較するために、Table.3.2 に示す 5 種類の同形状の試験片 N1, N2, N3, N4, N7 を用意した。試験片は ICP-RIE 装置を用いたバルクマシニング技術により Fig.3.2 に示すように 4 インチ(100)方位 SOI ウェハ上に個作成した。試験片はオリンパス(株)製である。

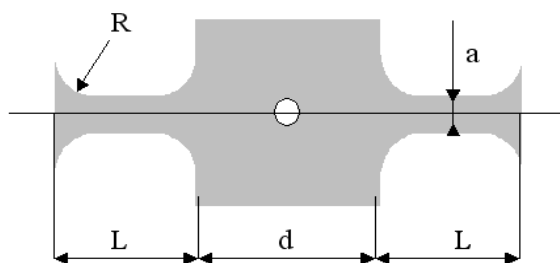


Fig.3.1 Representative of specimen

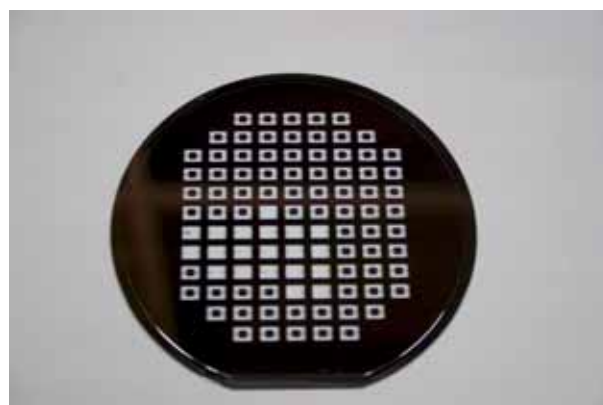


Fig.3.2 A four-inch(100)-oriented wafer containing 96 test specimens

Table.3.1 Dimensions of the test specimen ( mm )

| L   | d | a   | R   | Thickness |
|-----|---|-----|-----|-----------|
| 1.5 | 2 | 0.1 | 0.3 | 0.1       |

Table.3.2 Detail of the process to make specimens

| specimen ID | 加工装置          | ノッチング対策 |
|-------------|---------------|---------|
| N1          | STS ASE-SR 機  | OFF     |
| N2          | STS ASE-SR 機  | OFF     |
| N3          | STS ASE-SR 機  | ON      |
| N4          | STS ASE-SR 機  | ON      |
| N7          | STS ASE-HRM 機 | ON      |

### 3.1.2 エッチングダメージ

ICP-RIE プロセスにおいては、側壁に大きなエッチングダメージが残ることが報告されている。エッチングダメージを以下に示す 3 種類に大別した。

- ・マスクあれ

Fig.3.3 の A 部にあたるダメージでエッチングを防ぐためにウェーハ上面に塗布されたレジストマスクがエッチングにより後退してしまい作成パターンのウェーハ上面上面に近い部分にできるダメージ

- ・側壁あれ

Fig.3.3 の B 部にあたるダメージで、エッチングと側壁保護膜形成のパシベーション工程を短周期的に繰り返すことによりできるあれ、部分的にエッチングが遅れることによって生ずるあれがある。

- ・ノッチング

Fig.3.3 の C 部にあたるダメージである。SOI ウェーハ上のプラズマ中に形成されるイオンシースによって、プラズマ中の電子はウェーハ上面までしか到達しない。そのため電子は幅の狭い作成パターン底部まで侵入していくことが難しい。その結果作成パターンの底部は陽イオンにより正にチャージアップされ、エッチング種であるイオンが反発し曲げられてパターン側壁に入射することでできたダメージである。

以上のうち特にノッチングは実機の性能低下や剛性の変化をなどの問題点を引き起こすとともに強度へも大きく影響するといわれている。

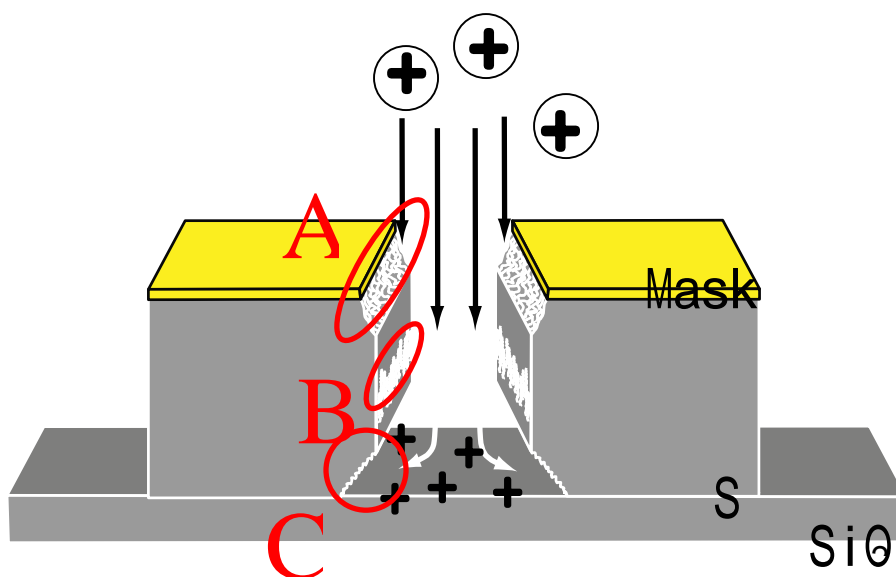


Fig.3.3 Schematics of the process of etching damage

## 3.2 曲げ試験

エッチング方向とは逆方向から試験片を押し込むことにより梁には Fig3.4 に示されるように、フィレット部に応力集中部が現れる。有限要素法解析によって求めた最大主応力のコンター図を Fig3.5 に示す。また、ノッチングに沿った Path A の応力分布の典型を Fig3.6 に示す。この曲げ試験によって試験片は応力集中部と重なったノッチングから破壊すると考えられるから、ノッチング部の強度評価を行うことができる。

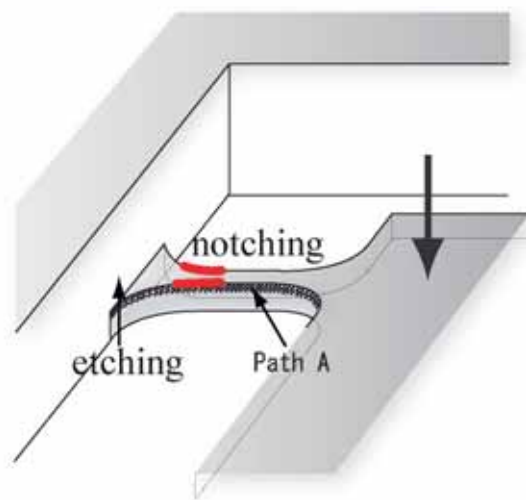


Fig.3.4 Stress concentration region along the beam edge for bending

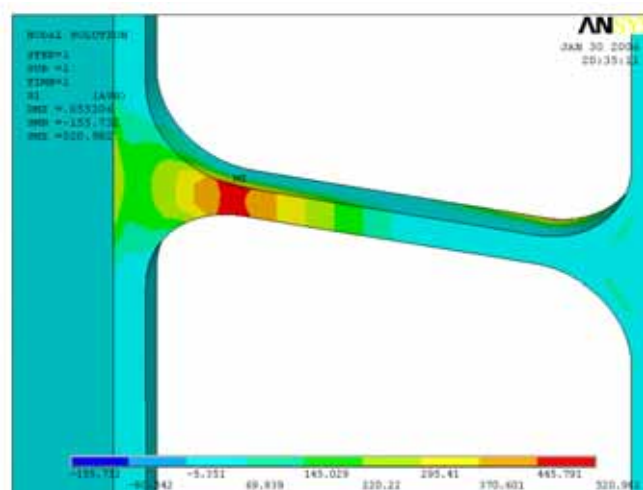


Fig.3.5 A typical principle stress distribution in beam for bending

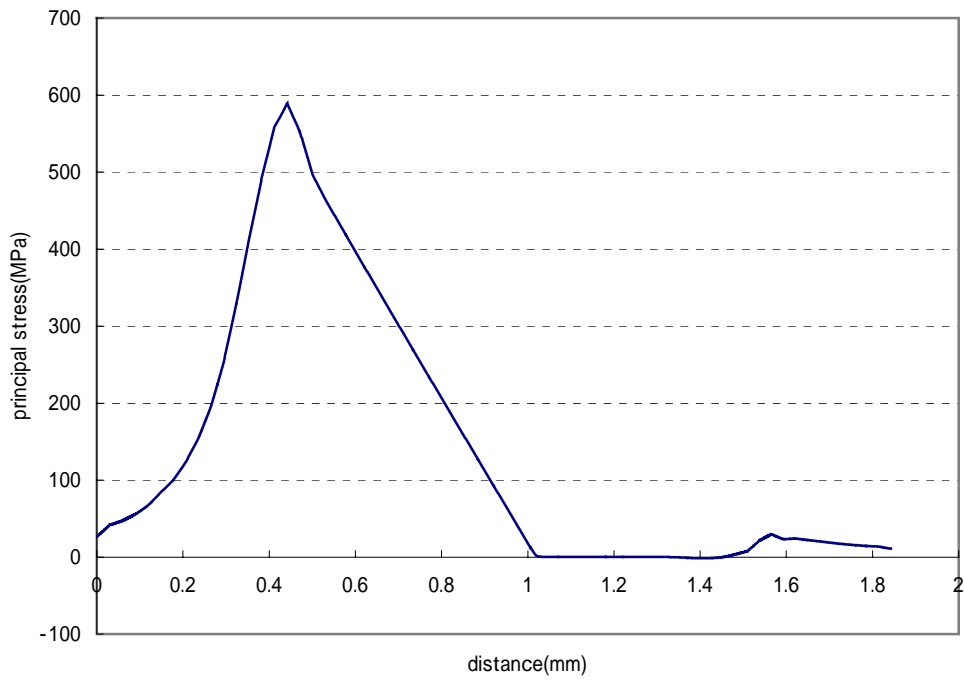


Fig.3.6 A typical maximum principle stress plot along Path A



### 3.3 試験のセットアップ

試験には島津製作所（株）の微小強度評価試験機マイクロオートグラフ MST-1 を使用した。主な使用は Table.3.3 に示す通りである。試験は、破壊荷重値を負荷容量 5N（精度 20mN）のロードセルで、変位を試験機内蔵のリニアエンコーダ（精度 0.2 μm）を用いて計測した。試験設備全体の様子を Fig.3.7 に示す。試験片はウエハホルダーに置かれていて、ホルダーが固定された x-y テーブルを動かして、初期位置合わせを行う。Fig.3.1 に示す試験片においては、正確な位置合わせを行うために、直径 0.5mm の穴が空いており、ニードル上の治具を押込むことにより、試験を実施する。実際に曲げ試験を行っている様子を Fig.3.8 に示す。デジタルマイクロスコープの映像を液晶モニタに映し出すことによって、正確な位置合わせを行うことができる。

Table.3.3 Principal specification of the micro testing machine

| 形式             | MST-1                      |
|----------------|----------------------------|
| 負荷方式           | ボールねじ駆動による高精度定速ひずみ制御       |
| 負荷容量           | 最大 2kN                     |
| 試験力測定精度        | ロードセル容量の 1/250 までの指示値の ±1% |
| 試験速度           | 0.0012 ~ 30mm/min          |
| 負荷ロッドストローク計測装置 | 光学反射式リニアエンコーダ              |
| 測定分解能          | 0.02 μm                    |

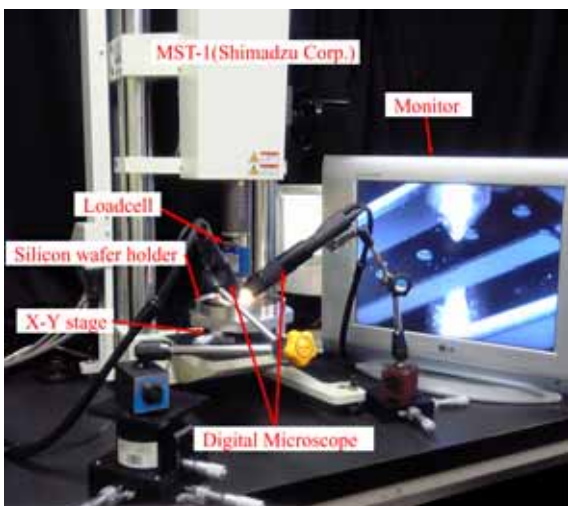


Fig.3.7 experimental setup



Fig.3.8 Photograph of bending test

### 3.4 有限要素法による破壊応力の評価

試験片が非常に微小であること,試験において試験片が大きな変形をすることなどから,破壊応力を直接計測することはできない.そこで,破壊応力の推定には有限要素法(FEM)を用いた.解析には汎用有限要素解析ソフト ANSYS8.0 を使用した.評価する試験片は微小であるが,ウエーハ全体を含めた解析を行わないと,正確な解析ができない.そこで,本研究では,サブモデリングという手法を用いた.サブモデリングは,相対的に粗いモデルにおいて計算された結果を,さらに細かい局所的なサブモデルに強制変位境界条件として導くことにより,例えば応力集中部などの関心の大きな部分のより詳細な解析が可能になる.

本研究ではサブモデリングを1回用いて Fig.3.9 に示すようにウエーハ全体を全体モデル,試験片1個をサブモデルとした.全体モデルはシェル要素 SHELL93 を用いサブモデルには六面体二次要素 SOLID95 を使用した.全体モデルは要素数 17301,節点数 50281,サブモデルは要素数 4412,節点数 24135 となっている.境界条件は全体モデルにおいて周辺部分を z 軸方向固定(単純支持),さらにウエーハの回転を防ぐために周辺にきわめて近い2点をそれぞれ x 軸方向, x, y 軸方向固定とする拘束条件を与えた.

また,試験片の材料である単結晶シリコンは異方性材料であるため,異方性の弾性定数を用いた.計算に用いた各定数を Table.3.4 に示す.さらに,解析条件として,大変形による幾何学的非線形性を考慮して解析を行った.

FEM モデルと試験の間で約 90% 以上の変位の一致が見られた(マッチングの詳細については付録を参照されたい)ため,本 FEM モデルは妥当なものと考えられる.強度はノッチング部における第一主応力の最大値で整理した.

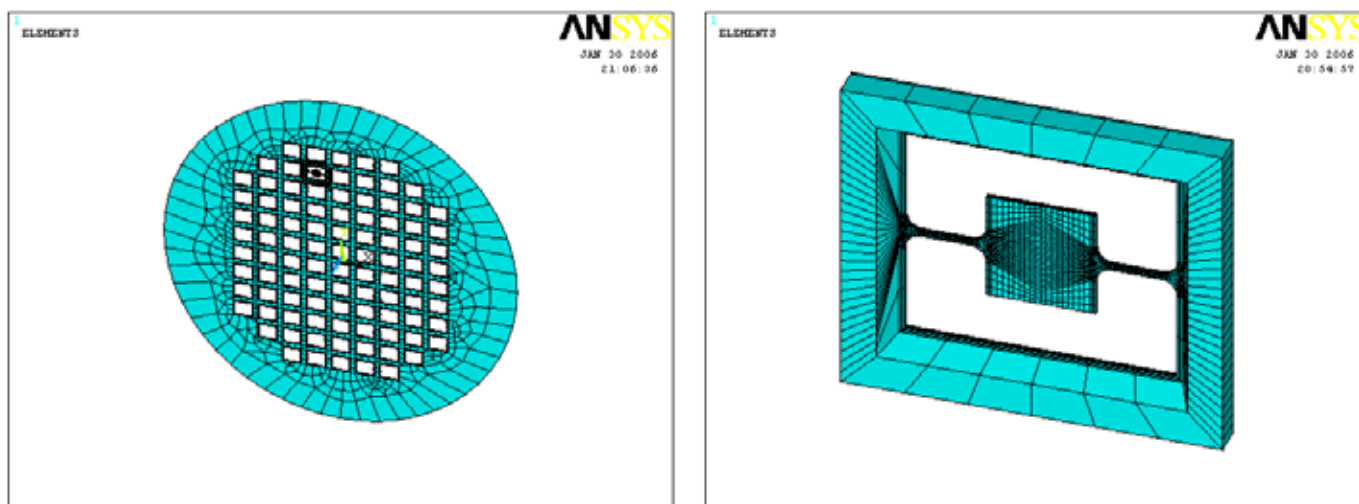


Fig.3.9 FEM model(left:Whole model with shell element , right:Sub model with solid element)

Table.3.4 Material properties used in FEM analysis

| $E_x$ | $E_y$ | $E_z$ | $\nu_{xy}$ | $\nu_{xz}$ | $\nu_{yz}$ | $G_x$ | $G_y$ | $G_z$ |
|-------|-------|-------|------------|------------|------------|-------|-------|-------|
| 168.9 | 168.9 | 130.2 | 0.064      | 0.361      | 0.278      | 50.9  | 79.4  | 79.4  |

### 3.5 試験片プロファイル

用意した試験片についてエッチングのダメージ状態を見るためにキーエンス(株)のレーザー顕微鏡を用いたプロファイル観察を行った。レーザー顕微鏡の主な使用を表 Table.3.5 に示す。

また、ダメージを定量的に見積もるため、梁の側壁の粗さプロファイルを取った。ここではエッチング方向に沿ってどのような粗さの相違が現れるかを評価するために Fig.3.11 に示すようにエッチングと垂直方向に算術平均粗さをとり、その値をエッチング方向に順次プロットした。

Table.3.5 Principal specification of the laser microscope

| 型式        | VK-9510                    |
|-----------|----------------------------|
| 対物レンズ倍率   | 10 倍 , 20 倍 , 50 倍 , 150 倍 |
| 観察 測定用光学系 | ピンホールによる共焦点光学系             |
| 高さ測定表示分解能 | 0.01 $\mu\text{m}$         |
| 幅測定表示分解能  | 0.01 $\mu\text{m}$         |
| 光学ズーム     | 1 倍から 6 倍                  |
| 測定用レーザー光源 | JIS クラス 2 バイオレットレーザー 408nm |

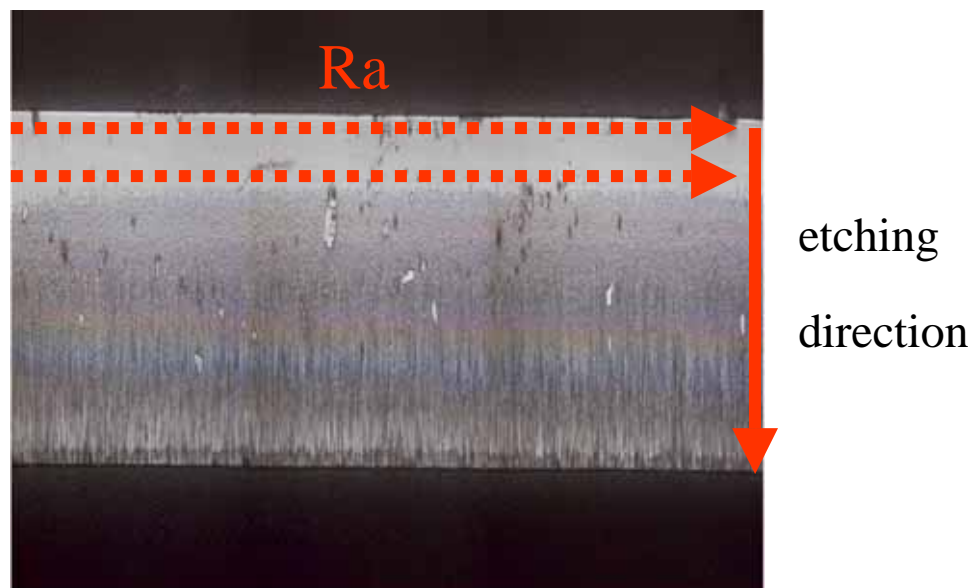


Fig.3.10 Procedure of method for calculating average roughness profile Ra along the etching direction

## 第4章 試験結果

各々の試験片について曲げ試験の結果，梁側壁画像，粗さプロファイルと共に示す．曲げ試験の結果については，破壊応力にはすべてノッチング部の最大主応力を用いている．破壊応力はばらつくため，2母数ワイブルプロットにより整理した．ワイブル母数は最尤法により求めた．また，Hollander-Proschan test，Mann-Scheuer-Fertig test，Anderson-Darling test[4]の三種類のパラメトリックテストにより N1，N3，N4，N7の強度分布はワイブル分布に適合することを定量的にを検証した．N2のみワイブル分布に適合しなかった．この理由は考察で扱う．

次に表面観察の結果得られた各試験片のあれ方の特色を示す．Fig.4.3より N1はエッチング方向に沿って徐々にあれが大きくなっている．Fig.4.7より N2はマスク部はほとんどあれていないが，ノッチング付近の側壁が大きくあれていることがわかる．Fig.4.11からわかるように N3はダメージが小さく全体的に平坦であった．Fig.4.15より N4も N3と同様全体的に平坦であるが，N3に比べ，ノッチング付近の側壁あれが大きいことがわかる．Fig.4.19より N7はマスク部およびマスク付近の側壁が大きくあれている．また，Table.3.2に示したように N1とN2，N3とN4は製造条件が同じだが，ダメージ分布が異なっている．これは，N2はN1の，N4はN3の後プロセスであり，チャンバー内の温度が変化していることに起因すると考えられる。

# N1

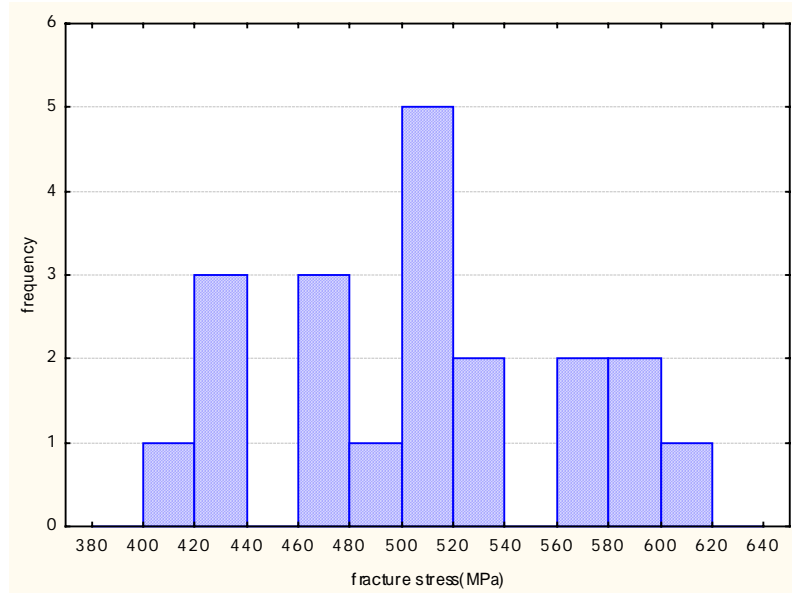


Fig.4.1 Histogram of fracture stress of N1

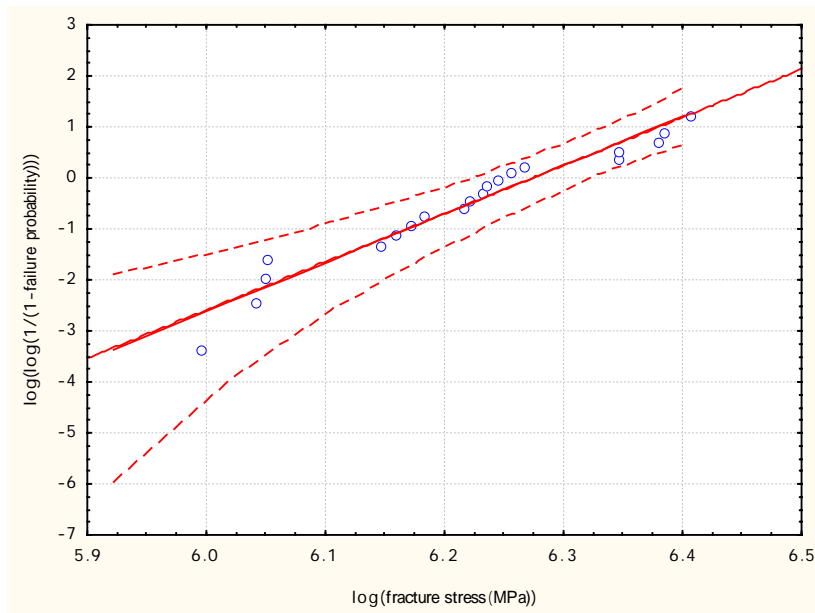


Fig.4.2 Weibull plot of bending fracture stress of N1

Table.4.1 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N1

| #sample | Shape parameter | Scale parameter (MPa) |
|---------|-----------------|-----------------------|
| 20      | 9.45            | 531                   |

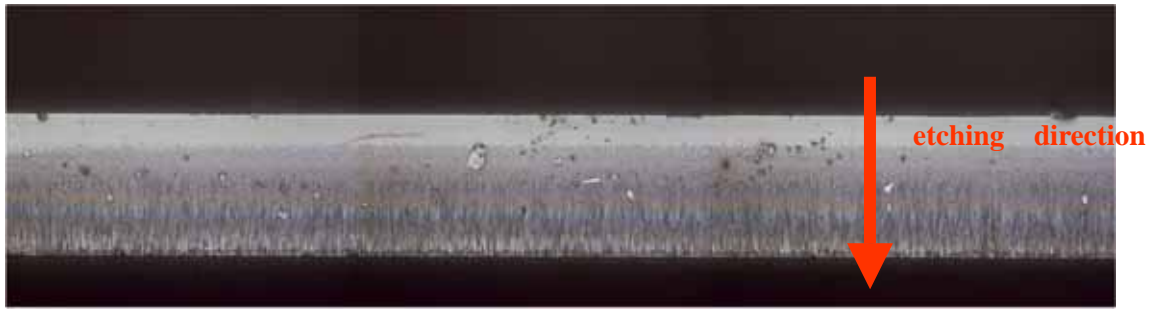


Fig.4.3 Photograph of side wall of the beam for N1

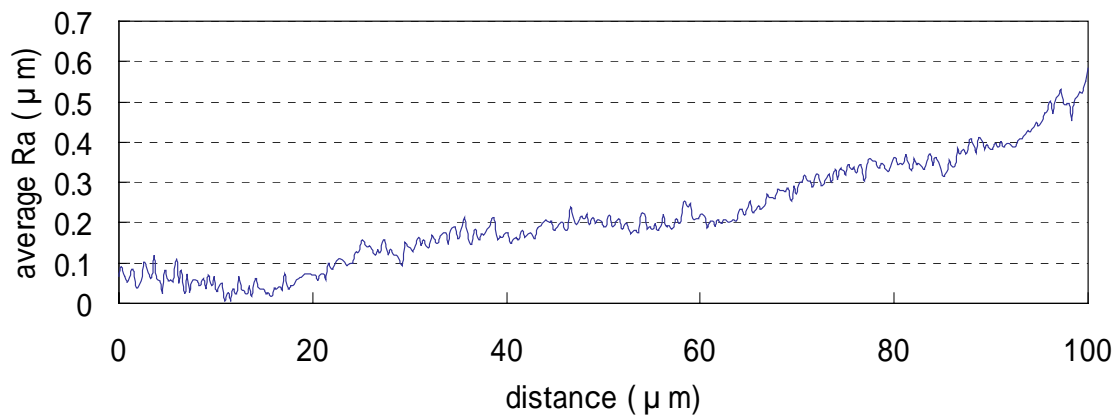


Fig.4.4 Average roughness profile along the etching direction for N1

# N2

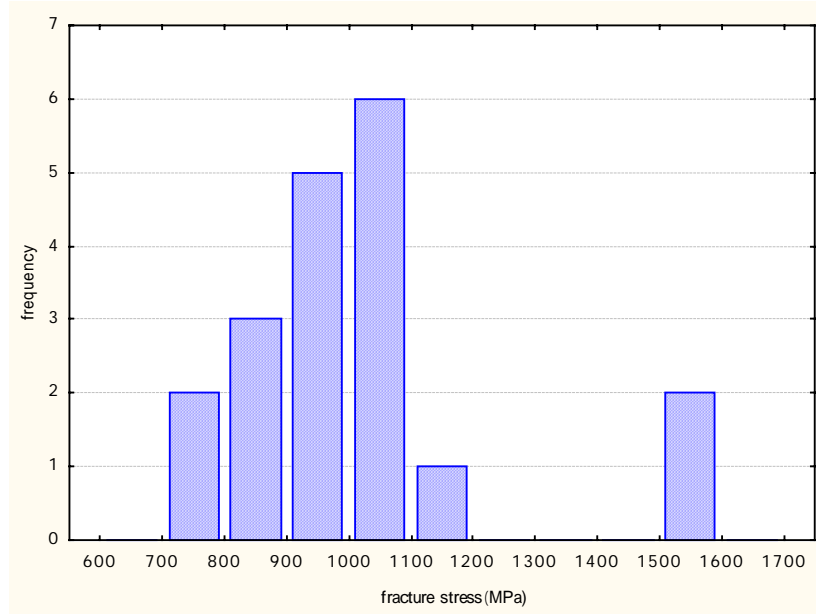


Fig.4.5 Histogram of fracture stress of N2

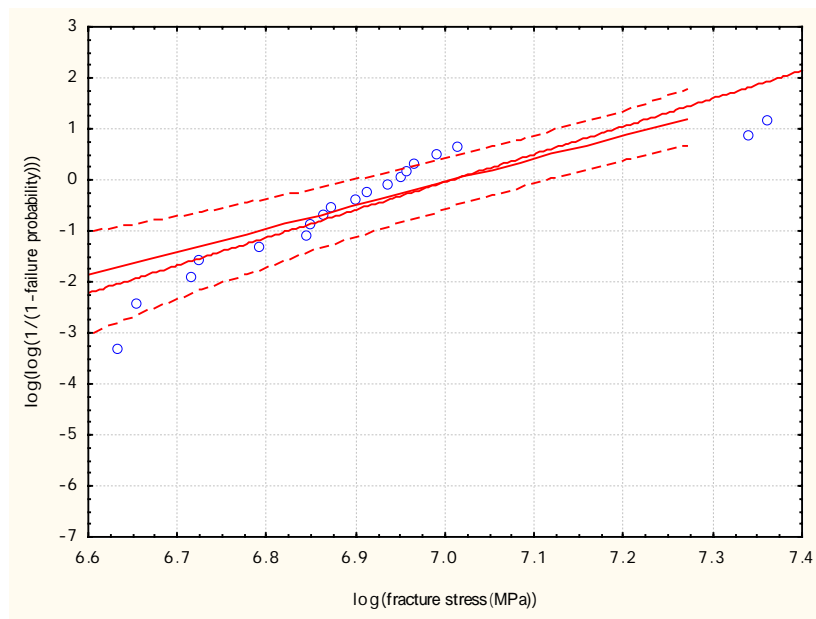


Fig.4.6 Weibull plot of bending fracture stress of N2

Table.4.2 MLM estimation of Weibll parameters of bending test for N2

| #sample | Shape parameter | Scale Parameter(MPa) |
|---------|-----------------|----------------------|
| 19      | 5.45            | 1105                 |





Fig.4.7 Photograph of side wall of the beam for N2

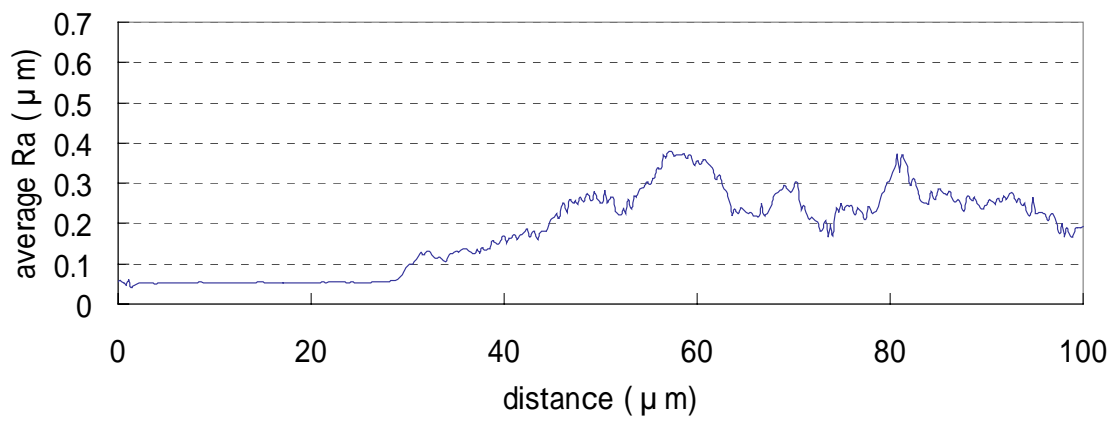


Fig.4.8 Average roughness profile along the etching direction for N2

# N3

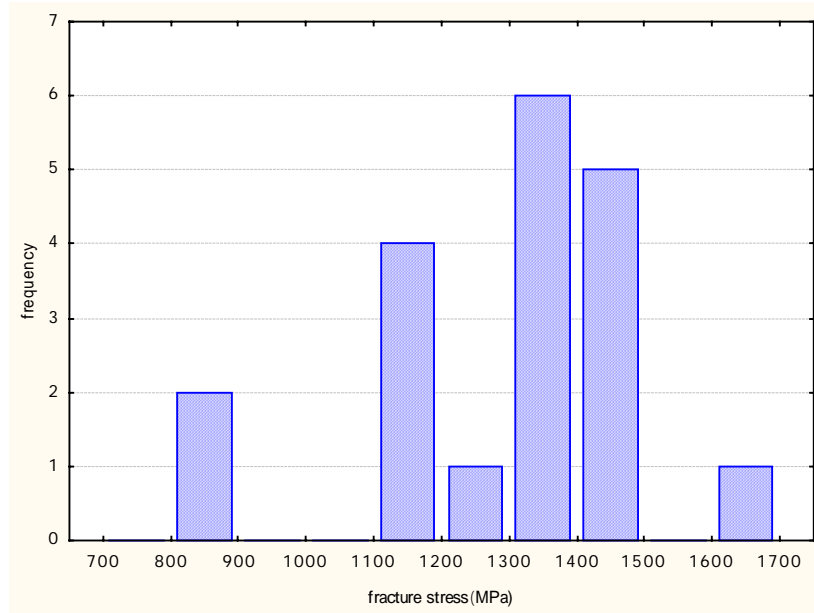


Fig.4.9 Histogram of fracture stress of N3

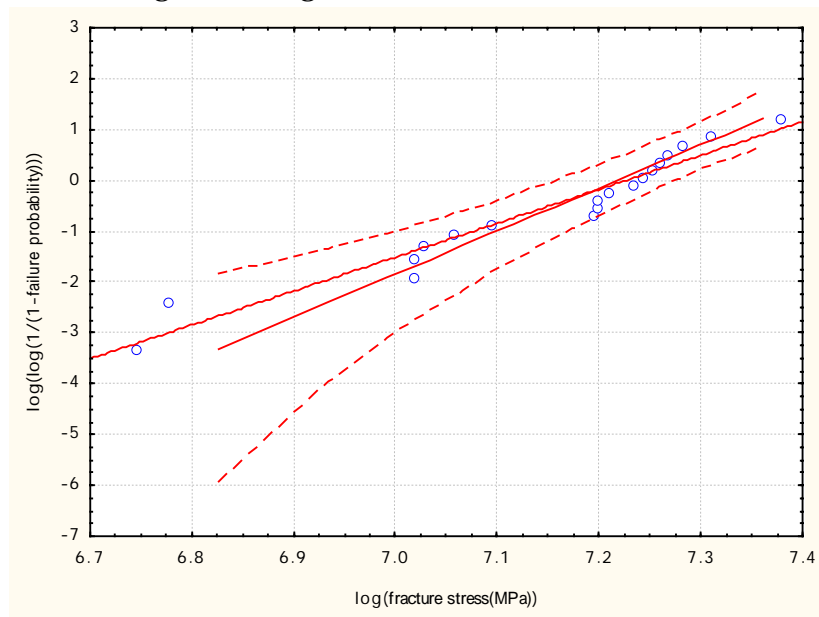


Fig.4.10 Weibull plot of bending fracture stress of N3

Table.4.3 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N3

| #sample | Shape parameter | Scale parameter (MPa) |
|---------|-----------------|-----------------------|
| 19      | 6.67            | 1375                  |

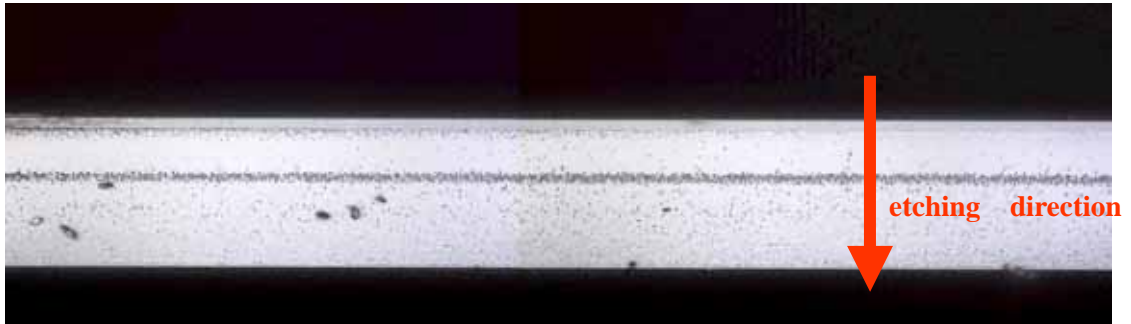


Fig.4.11 Photograph of side wall of the beam for N3

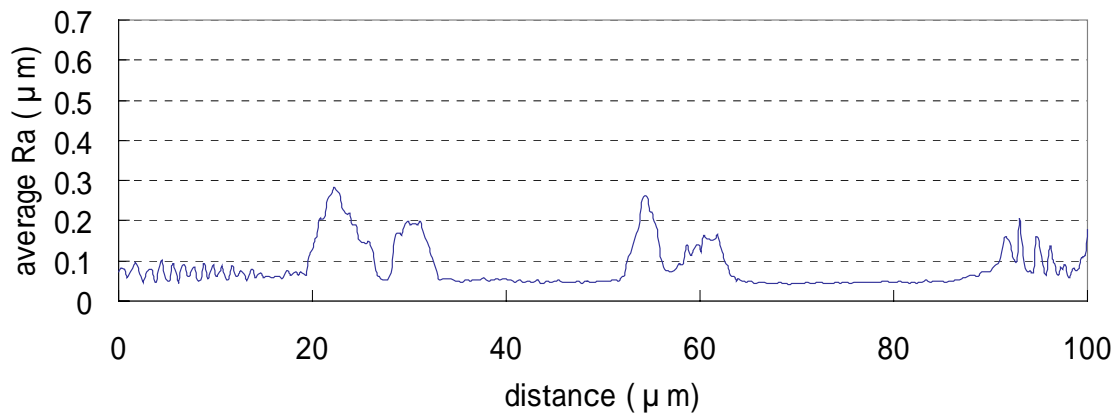


Fig.4.12 Average roughness profile along the etching direction for N3

# N4

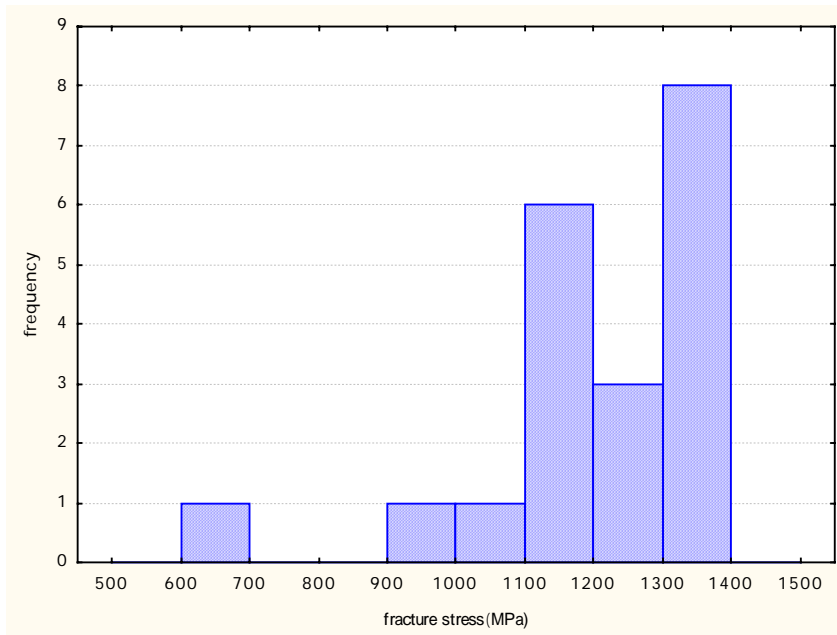


Fig.4.13 Histogram of fracture stress of N4

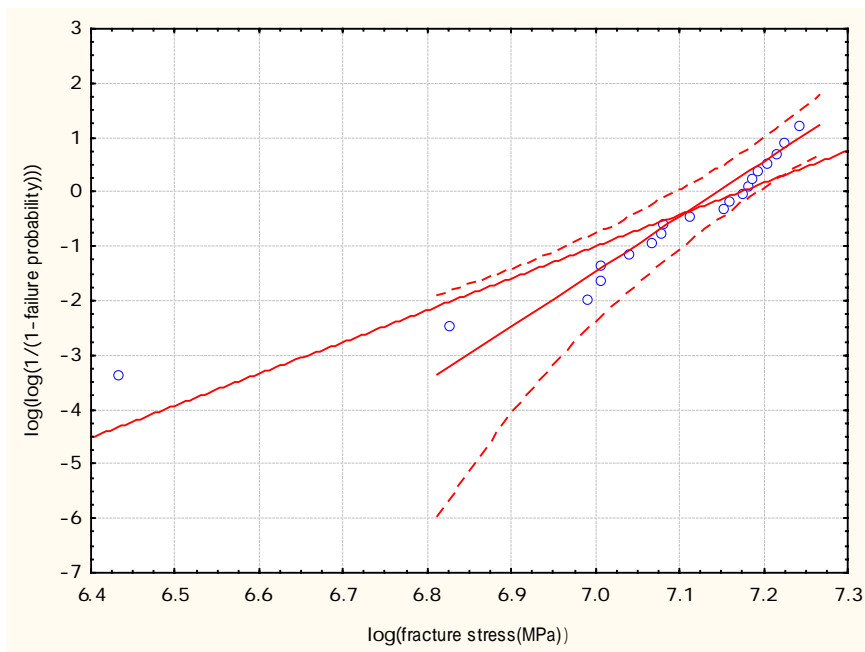


Fig.4.14 Weibull plot of bending fracture stress of N4

Table.4.4 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N4

| #sample | Shape parameter | Scale parameter(MPa) |
|---------|-----------------|----------------------|
| 19      | 5.85            | 1301                 |

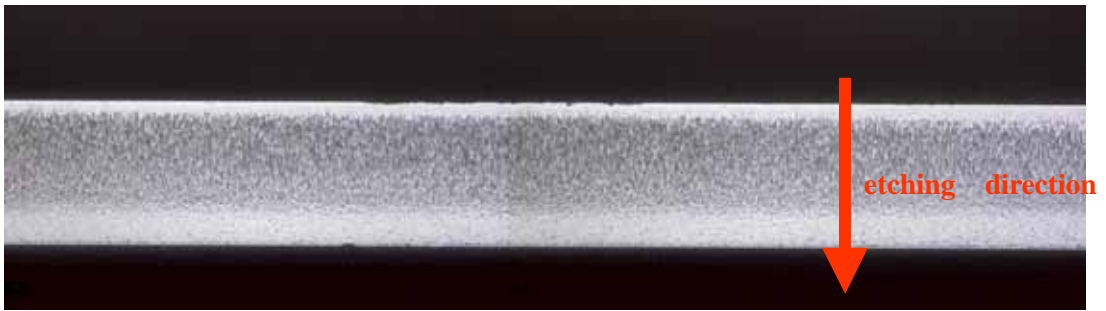


Fig.4.15 Photograph of side wall of the beam for N4

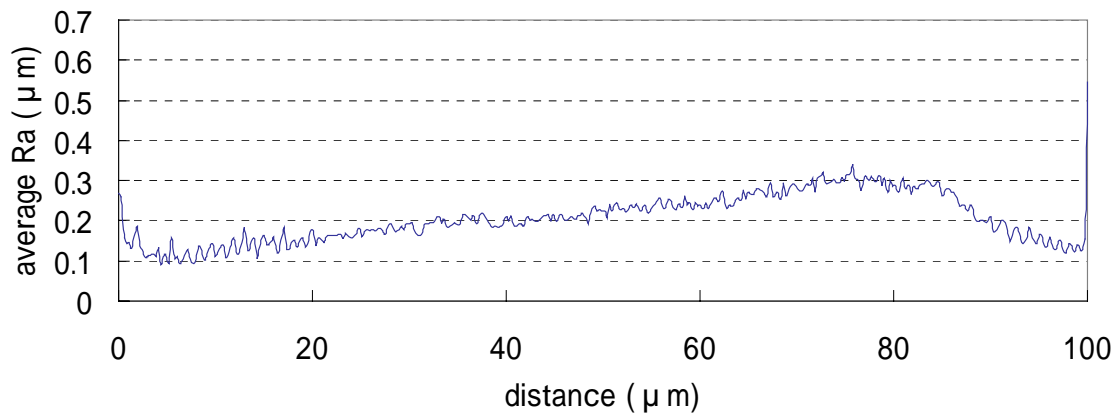


Fig.4.16 Average roughness profile along the etching direction for N4

N7

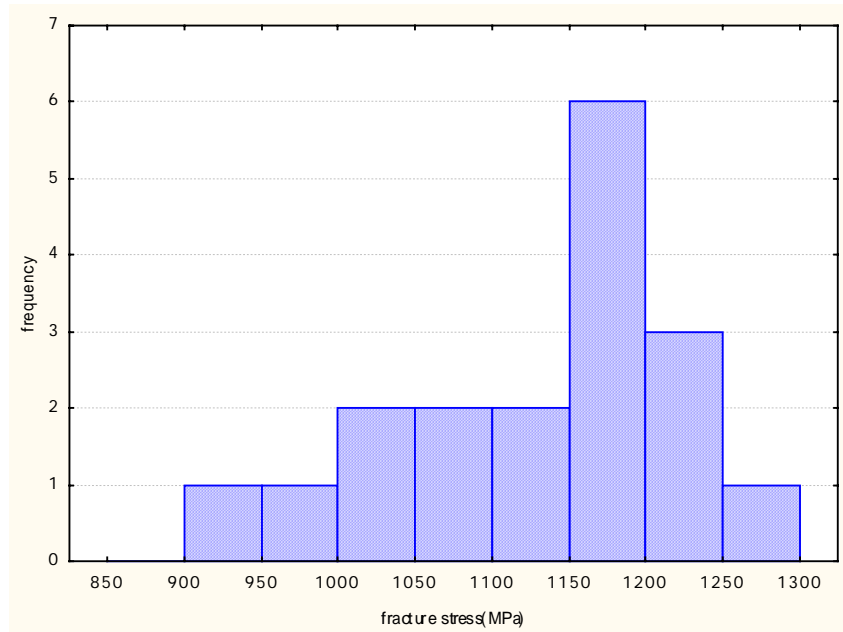


Fig.4.17 Histogram of fracture stress of N7

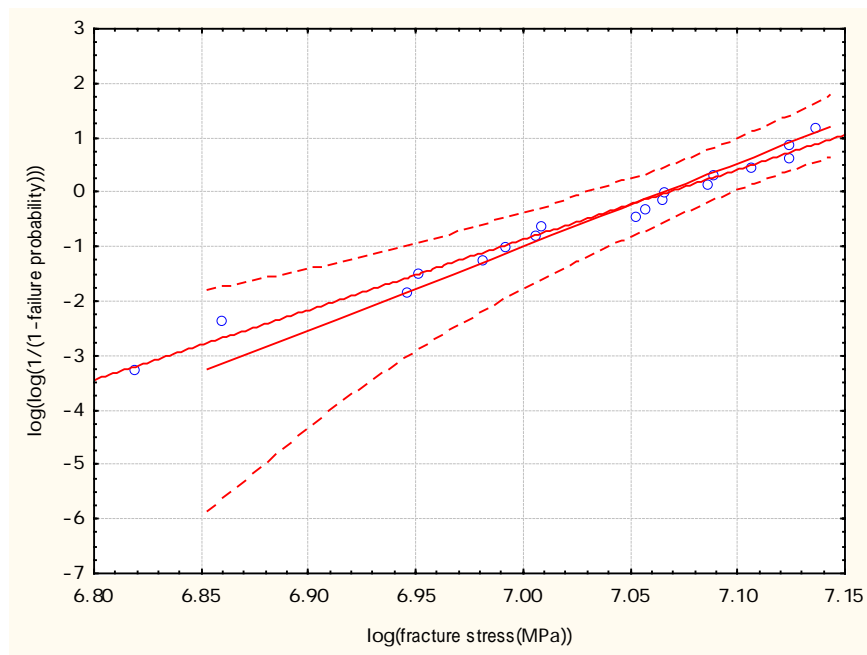


Fig.4.18 Weibull plot of bending fracture stress of N7

Table.4.5 MLM estimation of Weibull parameters of bending test for N7

| #sample | Shape parameter | Scale parameter(MPa) |
|---------|-----------------|----------------------|
| 18      | 12.86           | 1174                 |

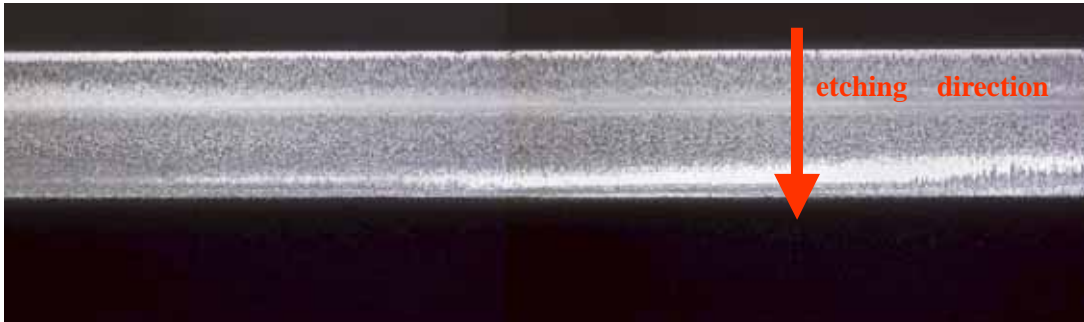


Fig.4.19 Photograph of side wall of the beam for N7

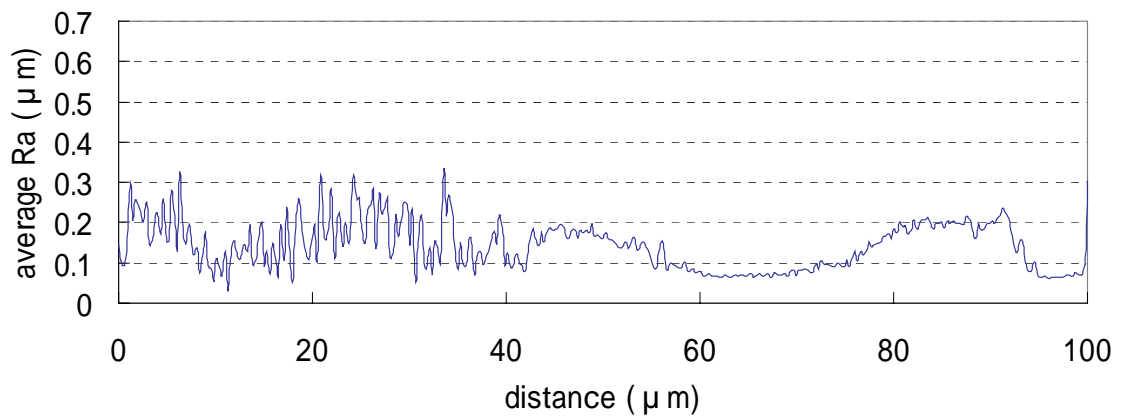


Fig.4.20 Average roughness profile along the etching direction for N7

## 第5章 考察

### 5.1 エッチングダメージと強度

曲げ試験の結果より，エッチングプロセスの異なる各試験片の強度（ここではワイブル分布の尺度母数を強度の指標とする）には明確な差が現れた．ダメージと強度の相関について考察するために4章で示した表面粗さをノッチング部のエッジから，1.1  $\mu\text{m}$ の領域で平均化した値を求めた．結果を山口らによる結果[1]と合わせてTable.5.1に示す．参考のためにノッチングの強度値に相当する尺度母数もあわせて示す．N2についてはワイブル分布に適合せず，ノッチング部の強度評価が行えなかったと見なし省いた．

尺度母数とノッチングの粗さの関係をFig.5.1に示す．ノッチングの粗さと強度の関係には線形な相関が見られた．しかしながら，一般には，強度は表面観察では観察できないマイクロクラック長によって決まると考えられるため，この結果は定性的な範囲を出ない．また，本研究で用いた粗さ測定法には，破壊起点である応力集中部の粗さを直接測定していない，エッチングダメージには様々な方位を持ったものがあるが一方向の粗さ測定ではそれらの欠陥の大きさがうまく反映されているかわからない，といった問題点が考えられる．エッチングダメージと強度の相関を厳密に検証するためには，粗さの測定方法，粗さ指標の慎重な検討が必要であるといえる．

Table.5.1 Averaged roughness values of notching and scale parameters

|    | Scale parameter(MPa) | Averaged Ra( $\mu\text{m}$ ) |
|----|----------------------|------------------------------|
| N1 | 530                  | 0.52                         |
| N3 | 1375                 | 0.10                         |
| N4 | 1301                 | 0.14                         |
| N7 | 1173                 | 0.20                         |
| M2 | 1353                 | 0.25                         |
| M3 | 1148                 | 0.13                         |



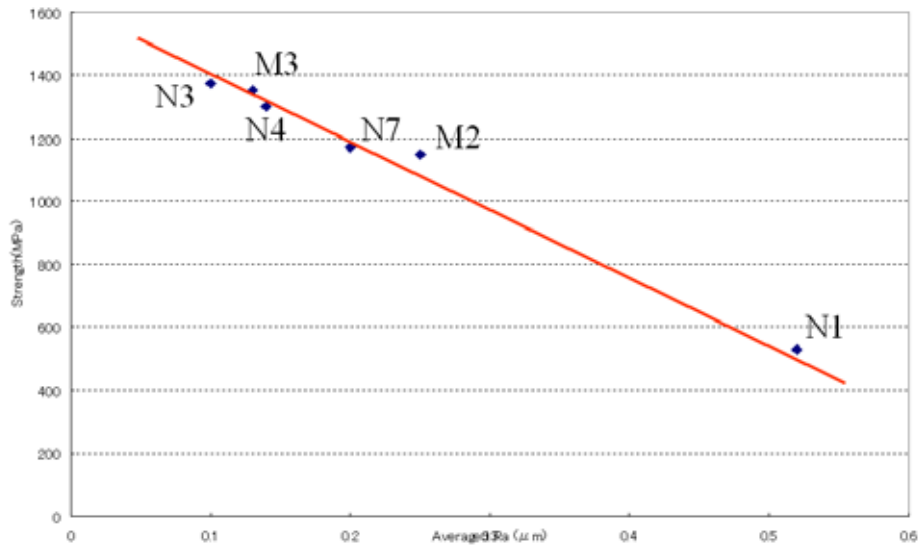


Fig.5.1 Relationship between scale parameter and roughness of notching region

## 5.2 N2 がワイブル分布に適合しない理由

N2 の結果のみワイブル分布に適合しなかった。ワイブル分布に適合しない理由としてノッチングから以外の破壊モードが存在している可能性が考えられる。破壊モードの競合の有無を確認するため、キーエンス(株)レーザー顕微鏡を使用し破断面観察を行い、破壊起点の特定を行った。破断面画像の一例を Fig.5.2 に示す。き裂の発生場所は平らで(ミラー)、起点を離れるにつれて粗くでこぼこになる(ハックル)。また、起点からき裂進展方向にシェブロンパターンと呼ばれる放射状模様ができることが知られている。これに従えば Fig.5.2 はノッチング側のエッジから 15  $\mu\text{m}$  程離れたノッチング部付近の側壁から破壊しており、実際に破壊モードが混在していることを確認できた。

次にノッチングとノッチング付近の側壁とで破壊モードの競合が起きた原因について考察する。Fig.5.4, Fig.5.5 は Fig.5.3 に示す。Path A と Path B の応力分布の典型である。Path A は Path B から 16.7  $\mu\text{m}$  の地点に設定した。この応力分布から、ノッチング付近の側壁にはノッチングの 0.8 倍程度の応力が加わっていることがわかる。一方、N2 試験片は Fig.4.8 の粗さプロファイルからわかるようにノッチング付近の側壁が大きくあれておりノッチングに比べ強度が低下していると推測される。このため、ノッチング部の 0.8 倍程度の応力でも破壊に至ったと考えられる。仮に Fig.5.1 の相関図を使えば、N2 試験片のノッチング付近の側壁の粗さは約 0.3  $\mu\text{m}$  であるから、強度は尺度母数を 900MPa とした分布を持つと考えられる。この強度分布をノッチング側の応力で評価すると、約 1800MPa をピークとする分布を持つことになるから、Fig.4.5 において 1600MPa 付近のやや高くなっている度数が側壁部からの破壊に対応すると考えられる。

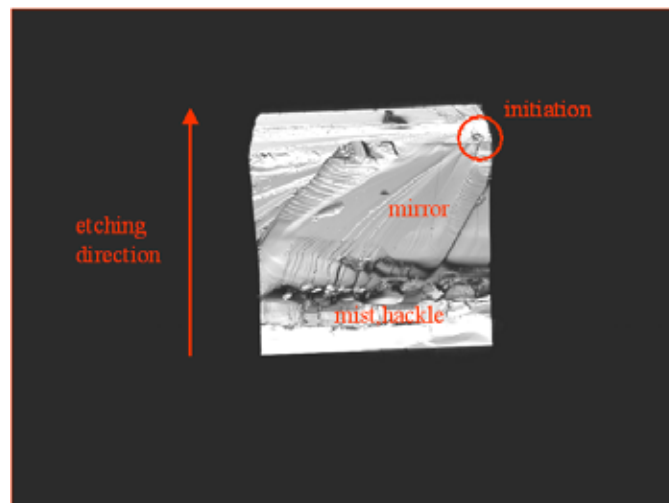


Fig.5.2 Photograph of fracture surface for N2

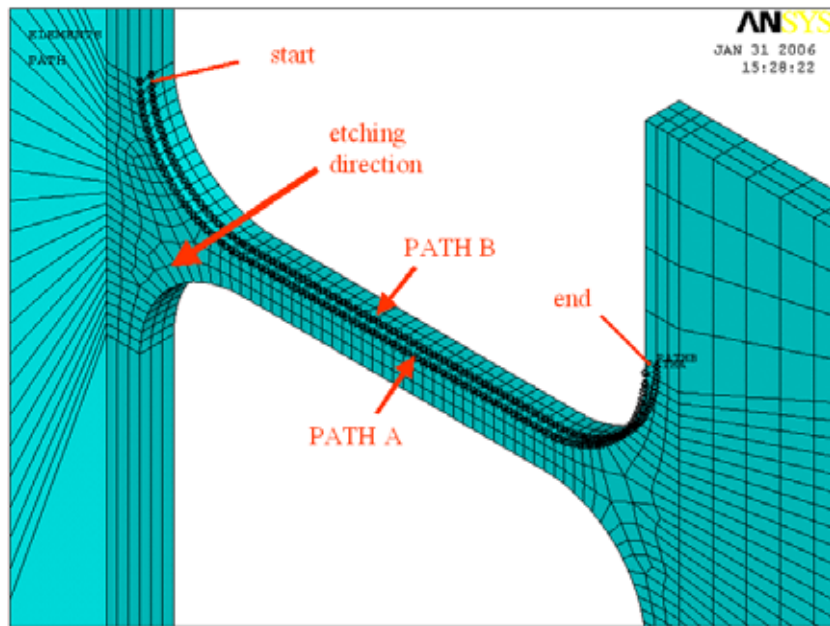


Fig.5.3 Representation of Path A and Path B in the beam

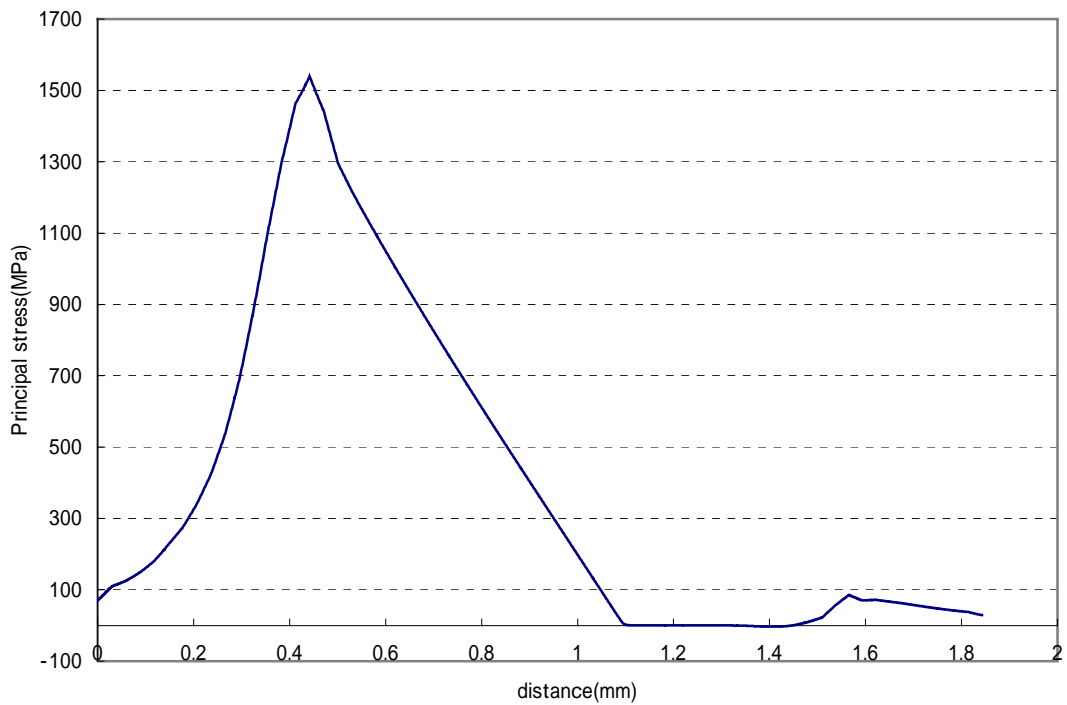


Fig.5.4 A typical maximum principal stress plot along Path A

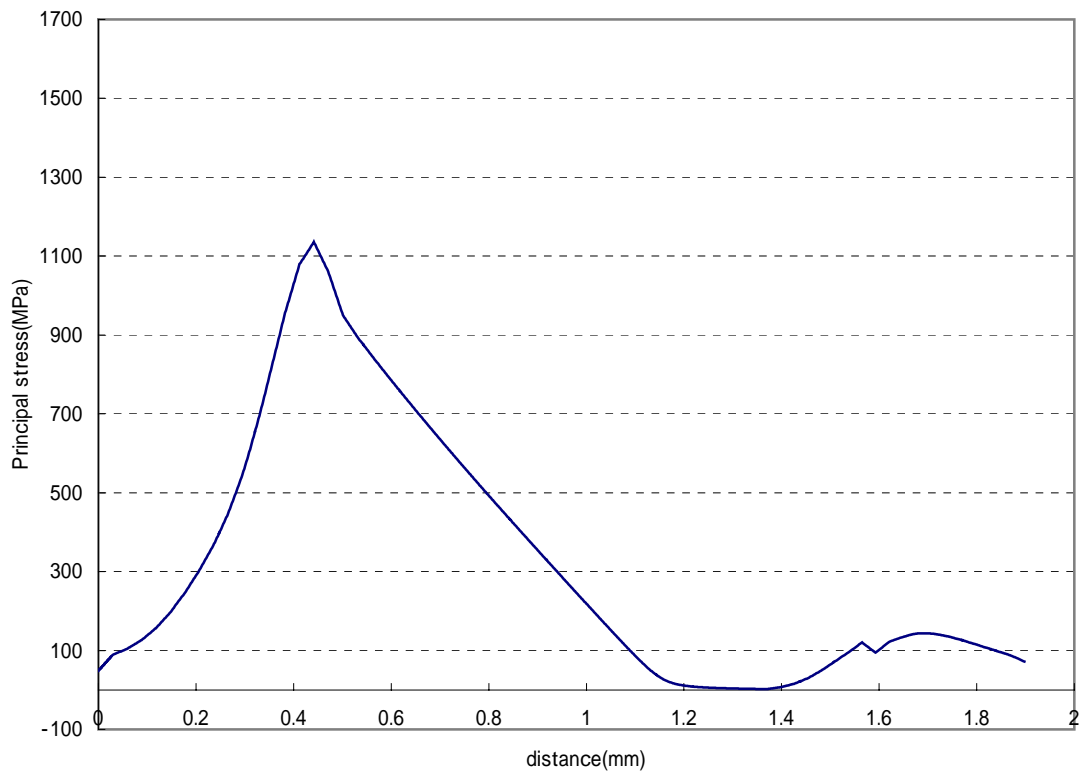


Fig.5.5 Atypical maximum principal stress plot along Path B

## 5.3 逆方向からの曲げ試験

この項では、破壊モードの競合についてさらに検証する。

N4 試験片は Fig.4.8 に示すようにマスクとノッチング部が同程度あれている。この試験片に対し Fig.5.6 のようにこれまでと逆方向から荷重を付加すると、Fig.5.7、Fig.5.8 よりマスク側にノッチング部の 1.25 倍程度の応力が加わることからノッチングからの破壊とマスクからの破壊で破壊モードの競合がおこることが推測される。

実際に試験を行った結果を Fig.5.9、Fig.5.10、Table.5.2 に示す。これまでと同様に破壊応力はノッチングの最大応力として整理した。パラメトリックテストによってワイブル分布に不適合であることを確認した。破断面観察の結果、ノッチング以外に、Fig.5.11 に示すようなマスク側から破壊しているものがあり、推測の通りノッチングからの破壊とマスクからの破壊で破壊モードの競合が起きていることが確認できた。

これらの考察より、試験片に対し一定の荷重形態を付加した場合でも、ダメージ分布の様相によっては破壊起点の候補が複数となり破壊モードの競合が起こることがわかった。ノッチングの強度評価を行うには破壊起点を特定しノッチングから以外から破壊している試験片のデータを省いて起点の破壊応力のみで整理することが必要と考えられるが、本試験片は微小であり、起点の明確な特定が困難なものも少なくない。ノッチングの強度のみを評価するには詳細な破壊起点の特定手法の検討が必要である。

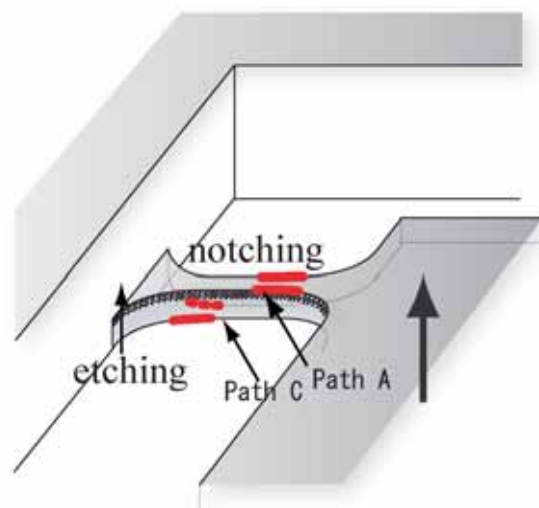


Fig.5.6 Stress concentration region along the beam edge for back-side bending

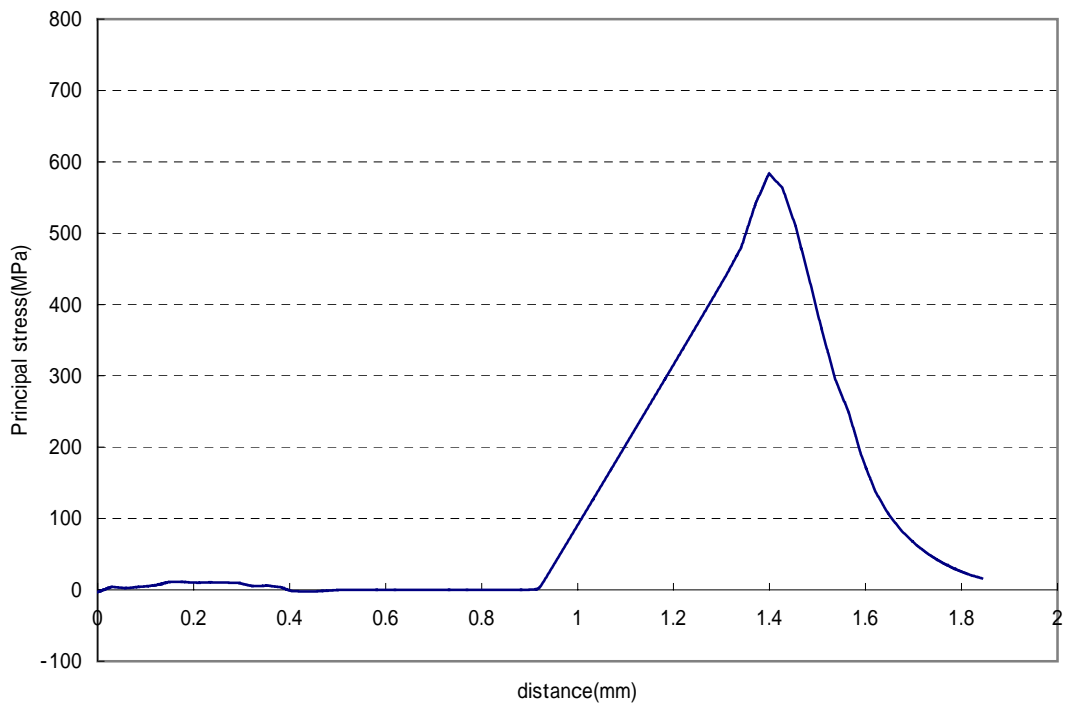


Fig.5.7 A typical maximum principal stress plot along Path A

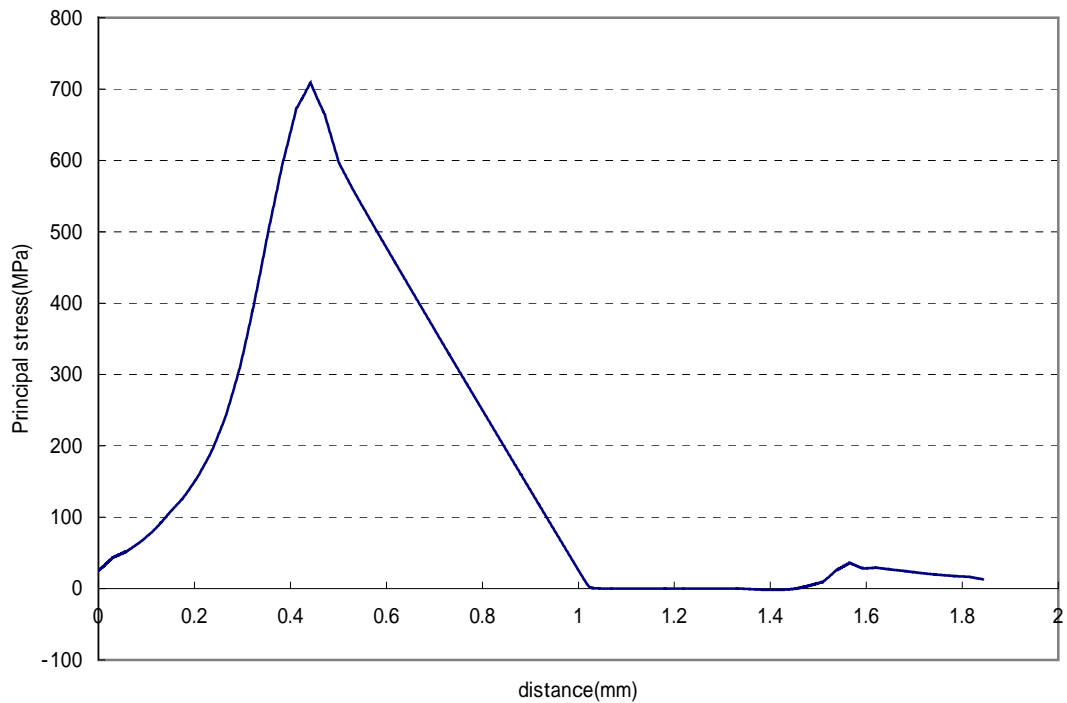


Fig.5.8 A typical maximum principal stress plot along Path C

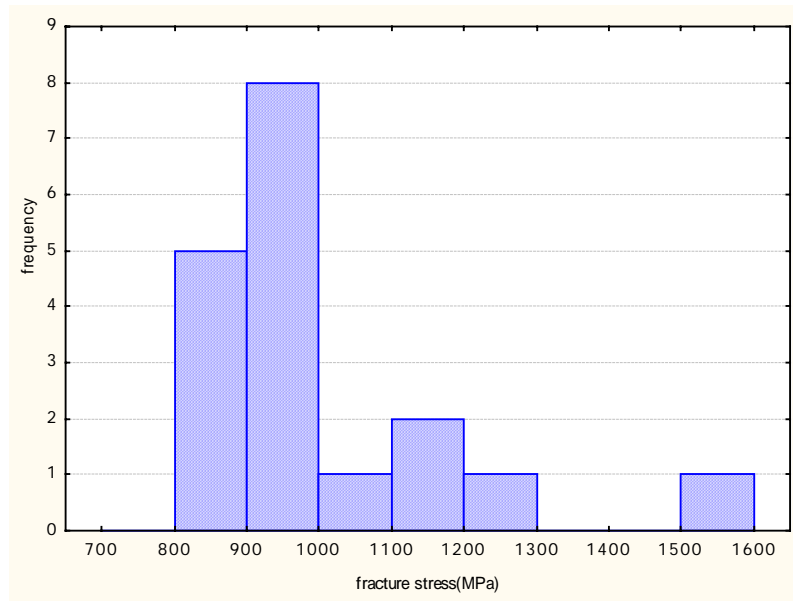


Fig.5.9 Histogram of fracture stress of back-side bending test for N4

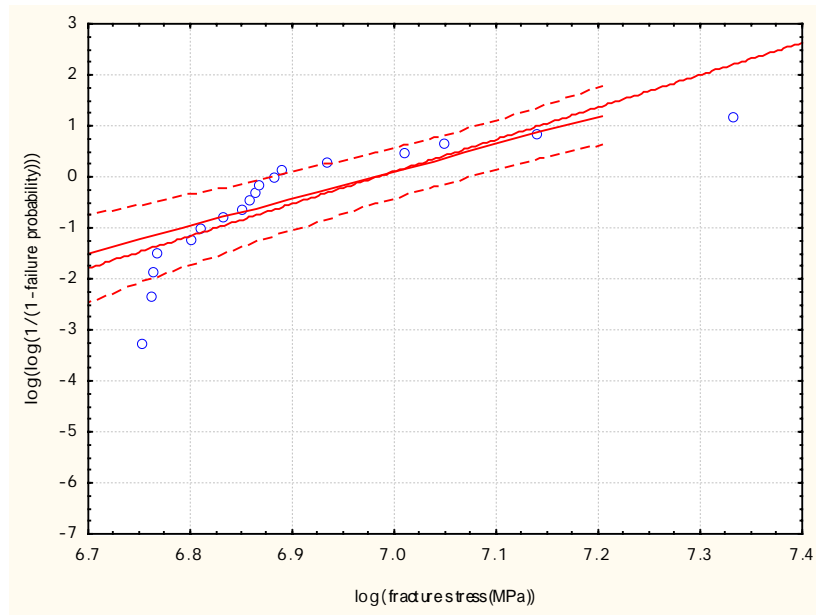


Fig.5.10 Weibull plot of fracture stress of back-side bending test for N4

Table.5.2 MLM estimation of Weibll parameters of back-side bending test for N4

| #sample | Shape parameter | Scale parameter(MPa) |
|---------|-----------------|----------------------|
| 18      | 6.31            | 1078                 |

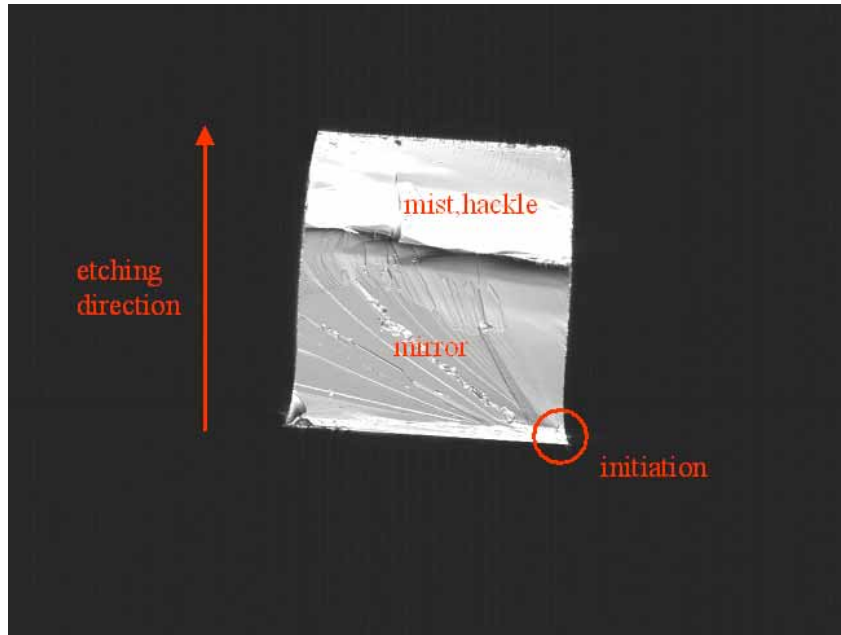


Fig.5.11 Photograph of fracture surface for N7



## 第6章 結論

### 6.1 本論文の結論

エッチングダメージ分布の異なる5種類の試験片に対し、簡便な曲げ試験を行い強度評価を行うことで強度特性値を求めた。また、試験片の梁側壁観察を行い表面のダメージ分布の観察を行った結果以下のような結論を得た。

- ・ノッチングの粗さと強度と強度の関係には線形な相関がみられ、粗さが $0.1\mu\text{m}$ 改善すると強度は約 $200\text{MPa}$ 上昇するという結果が得られた。
- ・試験片に対し一定の荷重形態を付加した場合でも、ダメージ分布の様相によっては破壊起点の候補が複数となり破壊モードの競合が起こることがわかった。

### 6.2 今後の展望

今後検討すべき課題として以下に示す二つが考えられる。

- ・粗さの測定法および指標の再検討。
- ・破壊起点の候補が複数ある場合の強度評価手法の検討

## 付録 A 試験結果

本章では N1 , N2 , N3 , N4 , N7 試験片に対して行った曲げ試験 , N4 試験片に対して行った逆方向からの曲げ試験の結果を掲載する。なお Notching Stress とは Fig.3.4 において Path A に対応するライン上の最大主応力 , Mask Stress とは Fig.5.6 において Path C に対応するライン上の最大主応力である。

Table.A.1 Result of bending test for N1

| Sample No. | Exp. Displacement( $\mu$ m) | FEM Displacement( $\mu$ m) | Notching Stress(MPa) | Mask Stress(MPa) | Match Exp./FEM(%) |
|------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------|------------------|-------------------|
| 1          | 65.27                       | 67.15                      | 479.01               | 394.54           | 97.19             |
| 2          | 58.77                       | 60.67                      | 423.77               | 348.89           | 96.87             |
| 3          | 75.57                       | 79.82                      | 570.61               | 470.3            | 94.67             |
| 4          | 80.01                       | 79.87                      | 606.1                | 499.55           | 100.18            |
| 5          | 56.64                       | 56.39                      | 472.62               | 389.19           | 100.44            |
| 6          | 44.03                       | 43.18                      | 420.29               | 345.86           | 101.97            |
| 7          | 73.41                       | 77.62                      | 570.63               | 470.32           | 94.58             |
| 8          | 66.08                       | 69.56                      | 501.04               | 412.81           | 95.00             |
| 9          | 59.80                       | 64.59                      | 502.88               | 414.31           | 92.58             |
| 10         | 55.30                       | 58.89                      | 508.47               | 418.86           | 93.91             |
| 11         | 81.89                       | 75.94                      | 589.194              | 483.775          | 107.84            |
| 12         | 66.78                       | 67.23                      | 510.037              | 418.753          | 99.33             |
| 13         | 64.90                       | 60.44                      | 467.078              | 383.408          | 107.38            |
| 14         | 58.21                       | 57.55                      | 484.012              | 397.009          | 101.15            |
| 15         | 58.70                       | 61.25                      | 515.19               | 422.741          | 95.83             |
| 16         | 55.83                       | 58.87                      | 527.059              | 432.429          | 94.84             |
| 17         | 49.60                       | 55.31                      | 520.982              | 427.029          | 89.68             |
| 18         | 60.60                       | 62.93                      | 592.616              | 485.972          | 96.29             |
| 19         | 45.10                       | 42.52                      | 424.756              | 348.052          | 106.07            |
| 20         | 38.70                       | 36.23                      | 401.617              | 328.826          | 106.81            |

Table.A.2 Result of bending test for N2

| Sample No. | Exp. Displacement( $\mu$ m) | FEM Displacement( $\mu$ m) | Notching Stress(MPa) | Mask Stress(MPa) | Match Exp./FEM(%) |
|------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------|------------------|-------------------|
| 1          | 151.64                      | 157.55                     | 1110.5               | 913.17           | 96.25             |
| 2          | 218.42                      | 236.80                     | 1573                 | 1286.1           | 92.24             |
| 3          | 102.31                      | 108.55                     | 774.37               | 637.98           | 94.25             |
| 4          | 122.72                      | 124.30                     | 938.05               | 772.74           | 98.73             |
| 5          | 108.51                      | 105.78                     | 888.61               | 732.05           | 102.58            |
| 6          | 102.58                      | 97.93                      | 963.84               | 793.45           | 104.74            |
| 7          | 110.96                      | 113.33                     | 831.24               | 685.28           | 97.91             |
| 8          | 100.14                      | 105.24                     | 758.32               | 625.26           | 95.15             |
| 9          | 126.47                      | 130.64                     | 954.79               | 786.85           | 96.81             |
| 10         | 118.04                      | 127.98                     | 991.29               | 816.61           | 92.23             |
| 11         | 191.61                      | 207.35                     | 1539.134             | 1251.472         | 92.41             |
| 12         | 134.70                      | 138.03                     | 1058.991             | 867.526          | 97.59             |
| 13         | 95.97                       | 100.25                     | 823.495              | 675.869          | 95.73             |
| 14         | 105.75                      | 112.78                     | 1026.078             | 840.654          | 93.77             |
| 15         | 89.04                       | 97.51                      | 1042.034             | 853.332          | 91.31             |
| 16         | 121.76                      | 129.60                     | 1085.057             | 887.567          | 93.95             |
| 17         | 116.21                      | 122.31                     | 1003.62              | 821.891          | 95.01             |
| 18         | 110.94                      | 117.19                     | 1047.936             | 857.701          | 94.67             |
| 19         | 90.48                       | 94.37                      | 941.409              | 771.027          | 94.67             |

Table.A.3 Result of bending test for N3

| Sample | Exp.                   | FEM                    | Notching    | Mask        | Match       |
|--------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|-------------|
| No.    | Displacement( $\mu$ m) | Displacement( $\mu$ m) | Stress(MPa) | Stress(MPa) | Exp./FEM(%) |
| 1      | 161.90                 | 176.20                 | 1411        | 1158        | 91.88       |
| 2      | 141.21                 | 154.78                 | 1385.1      | 1136.5      | 91.23       |
| 3      | 122.49                 | 125.58                 | 1331.6      | 1092.6      | 97.54       |
| 4      | 160.62                 | 170.10                 | 1432.6      | 1174.5      | 94.43       |
| 5      | 113.36                 | 120.06                 | 1205.1      | 990.27      | 94.42       |
| 6      | 189.38                 | 199.53                 | 1351        | 1108.5      | 94.91       |
| 7      | 152.51                 | 158.70                 | 1116.1      | 918.28      | 96.10       |
| 8      | 204.18                 | 222.14                 | 1600.1      | 1307.9      | 91.92       |
| 9      | 98.14                  | 104.31                 | 876.53      | 722.14      | 94.08       |
| 10     | 142.18                 | 144.07                 | 1396.2      | 1144.1      | 98.69       |
| 11     | 100.61                 | 109.73                 | 849.764     | 697.259     | 91.69       |
| 12     | 179.54                 | 193.65                 | 1419.759    | 1157.09     | 92.72       |
| 13     | 179.56                 | 194.71                 | 1454.056    | 1184.363    | 92.22       |
| 14     | 122.60                 | 133.44                 | 1115.634    | 912.233     | 91.88       |
| 15     | 128.46                 | 139.40                 | 1161.43     | 949.372     | 92.15       |
| 16     | 117.45                 | 126.24                 | 1125.57     | 920.383     | 93.03       |
| 17     | 139.86                 | 152.83                 | 1494.992    | 1214.815    | 91.51       |
| 18     | 110.78                 | 114.62                 | 1335.434    | 1087.123    | 96.65       |
| 19     | 142.90                 | 147.75                 | 1335.955    | 1087.452    | 96.65       |

Table.A.4 Result of bending test for N4

| Sample | Exp.                   | FEM                    | Notching    | Mask        | Match       |
|--------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|-------------|
| No.    | Displacement( $\mu$ m) | Displacement( $\mu$ m) | Stress(MPa) | Stress(MPa) | Exp./FEM(%) |
| 1      | 142.64                 | 152.04                 | 1101.7      | 906.84      | 93.82       |
| 2      | 179.46                 | 190.19                 | 1329.1      | 1091.4      | 94.36       |
| 3      | 156.31                 | 164.36                 | 1185.7      | 975.37      | 95.10       |
| 4      | 160.01                 | 173.97                 | 1321        | 1084.8      | 91.98       |
| 5      | 178.78                 | 189.66                 | 1314.4      | 1078.9      | 94.26       |
| 6      | 197.25                 | 201.03                 | 1360.2      | 1115.9      | 98.12       |
| 7      | 194.05                 | 202.98                 | 1397.6      | 1146.2      | 95.60       |
| 8      | 180.54                 | 182.40                 | 1343.2      | 1102.2      | 98.98       |
| 9      | 144.11                 | 140.99                 | 1171.1      | 962.71      | 102.21      |
| 10     | 141.39                 | 134.04                 | 1305        | 1070.7      | 105.48      |
| 11     | 137.89                 | 142.64                 | 1188.108    | 970.55      | 96.67       |
| 12     | 174.23                 | 182.18                 | 1371.158    | 1118.209    | 95.64       |
| 13     | 138.22                 | 144.63                 | 1085.43     | 888.902     | 95.57       |
| 14     | 158.91                 | 168.51                 | 1275.797    | 1042.195    | 94.31       |
| 15     | 71.94                  | 73.66                  | 621.767     | 510.153     | 97.66       |
| 16     | 107.89                 | 112.03                 | 921.816     | 755.479     | 96.31       |
| 17     | 146.79                 | 155.12                 | 1283.306    | 1047.124    | 94.63       |
| 18     | 133.95                 | 138.10                 | 1225.544    | 1000.756    | 97.00       |
| 19     | 114.15                 | 110.97                 | 1103.644    | 902.353     | 97.00       |

Table.A.5 Result of bending test for N7

| Sample | Exp.                   | FEM                    | Notching    | Mask        | Match       |
|--------|------------------------|------------------------|-------------|-------------|-------------|
| No.    | Displacement( $\mu$ m) | Displacement( $\mu$ m) | Stress(MPa) | Stress(MPa) | Exp./FEM(%) |
| 1      | 141.42                 | 152.57                 | 1105.3      | 909.76      | 92.69       |
| 2      | 174.99                 | 169.29                 | 1195.1      | 982.87      | 103.37      |
| 3      | 159.67                 | 169.38                 | 1219        | 1002.5      | 94.27       |
| 4      | 170.93                 | 178.03                 | 1240.8      | 1019.5      | 96.01       |
| 5      | 177.25                 | 184.14                 | 1256.4      | 1032.1      | 96.26       |
| 6      | 163.61                 | 164.76                 | 1155.7      | 950.52      | 99.30       |
| 7      | 133.98                 | 138.25                 | 1038.6      | 854.97      | 96.91       |
| 8      | 138.35                 | 140.75                 | 1169.3      | 961.21      | 98.29       |
| 9      | 87.29                  | 92.91                  | 914.89      | 753.37      | 93.96       |
| 10     | 120.94                 | 131.25                 | 1198.185    | 898.161     | 92.15       |
| 11     | 141.62                 | 152.01                 | 1160.966    | 949.737     | 93.16       |
| 12     | 153.23                 | 156.84                 | 1171.056    | 958.017     | 97.70       |
| 13     | 158.97                 | 163.54                 | 1241.192    | 1014.441    | 97.20       |
| 14     | 127.21                 | 132.06                 | 1075.713    | 880.996     | 96.33       |
| 15     | 117.02                 | 119.73                 | 1087.096    | 890.065     | 97.74       |
| 16     | 82.73                  | 89.11                  | 952.783     | 780.903     | 92.84       |
| 17     | 124.40                 | 131.75                 | 1102.193    | 901.395     | 94.42       |
| 18     | 125.28                 | 127.47                 | 1044.212    | 854.758     | 98.28       |

Table.A.6 Result of back-side bending test for N4

| Sample No. | Exp. Displacement( $\mu$ m) | FEM Displacement( $\mu$ m) | Notching Stress(MPa) | Mask Stress(MPa) | Match Exp./FEM(%) |
|------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------|------------------|-------------------|
| 1          | 175.47                      | 162.13                     | 955.77               | 1158.7           | 108.23            |
| 2          | 167.55                      | 159.87                     | 944.5                | 1144.8           | 104.80            |
| 3          | 157.81                      | 151.42                     | 951.52               | 1153.5           | 104.22            |
| 4          | 185.43                      | 179.15                     | 1025.1               | 1242.6           | 103.51            |
| 5          | 206.73                      | 198.90                     | 1106.1               | 1342             | 103.94            |
| 6          | 194.18                      | 191.42                     | 1149.9               | 1396             | 101.44            |
| 7          | 146.67                      | 144.32                     | 982.14               | 1190.2           | 101.63            |
| 8          | 166.21                      | 161.46                     | 1260.6               | 1532.7           | 102.94            |
| 9          | 138.56                      | 140.21                     | 973.394              | 1179.732         | 98.83             |
| 10         | 196.73                      | 197.50                     | 1528.557             | 1866.256         | 99.61             |
| 11         | 140.60                      | 138.08                     | 865.098              | 1048.368         | 101.83            |
| 12         | 140.58                      | 139.25                     | 855.682              | 1035.738         | 100.96            |
| 13         | 158.12                      | 154.55                     | 960.142              | 1162.564         | 102.31            |
| 14         | 141.30                      | 132.99                     | 906.316              | 1097.258         | 106.25            |
| 15         | 134.53                      | 128.79                     | 863.74               | 1045.467         | 104.46            |
| 16         | 139.56                      | 131.72                     | 898.369              | 1087.508         | 105.95            |
| 17         | 132.13                      | 127.60                     | 926.932              | 1122.419         | 103.55            |
| 18         | 122.96                      | 120.24                     | 868.269              | 1173.489         | 102.26            |



# 参考文献

[1]泉聡志、山口真、笹尾邦彦、酒井信介、鈴木敦、上田譲、日本機械学会論文集 A 編  
印刷中

[2]D.G.S Davies , "The Statistical Approach to Engeneering Desighn in Ceramics" ,  
Proc.Br.Ceram.Soc. , 22(1973) , 429-452

[3]JIS B0601 , B0632 , B0633

[4]STATISTICA Users Manual , StatSoft Inc.

以上

p.1~p.50 完  
卒業論文

平成 1 8 年 2 月 3 日提出  
40193 久保寺 裕典