

卒業論文

超微小き裂の作成及び強度劣化の評価

1p ~ 72p 完

平成 13年 2月 9日 提出

指導教官 酒井 信介 教授

90257 村上 隆司

目次

第1章 序論	7
1.1 研究の背景	8
1.1.1 従来の材料強度の研究	8
1.1.2 研究における立場の変換	8
1.2 本研究の目的	9
1.3 本論分の構成	9
第2章 基礎理論	10
2.1 脆性破壊	11
2.1.1 脆性破壊の確率論	11
2.1.2 最弱リンクモデル	11
2.2 ワイブル分布	12
2.2.1 ワイブル分布関数	12
2.2.2 ワイブル確率紙	13
2.2.3 プロット方法	14
第3章 実験方法	15
3.1 試験片作成	16
3.1.1 シリコンウエハの切断	16
3.1.2 溝構造の創生	17
3.2 破壊試験	22
3.2.1 試験機	22
3.2.2 負荷用工具	22
3.2.3 試験条件	24
第4章 実験結果	25
4.1 溝構造の作成	26
4.1.1 Ta(タンタル)マスクを用いた溝構造の作成	26
4.1.2 レジストマスクを用いた溝構造の作成	26
4.2 微小三点曲げ負荷試験	29
4.3 ワイブル確率紙へのプロット	32

第 5 章 考察	35
5.1 作成した溝構造の評価	36
5.1.1 作成したマスク	36
5.1.2 作成した溝構造	37
5.2 溝構造の強度劣化に及ぼす影響の考察	38
5.2.1 ワイブル分布を用いた強度のばらつきの評価	38
5.2.2 有限要素解析法による溝構造周辺の応力分布の解析	45
5.2.3 溝構造形状の応力集中係数を用いた評価	50
5.2.4 単結晶シリコンの理想破壊強度と破壊試験結果との比較	53
5.2.5 シリコンの強度劣化を引き起こす微小欠陥	53
5.2.6 寸法効果理論による破壊強度の変化の検討	54
第 6 章 結論	58
付 録 A	64
A.1 ECR-200ER	64
A.1.1 概要	64
A.1.2 イオン銃の原理	64
A.2 スピンナー	68
A.2.1 概要及び機能	68
A.3 ホットプレート	69

目 次

2.1	最弱リンクモデル	11
3.1	試験片サイズ	17
3.2	Ta マスクの作成方法	18
3.3	レジストマスクの作成手順	21
3.4	3点曲げ破壊試験機	22
3.5	3点曲げ治具	23
4.1	作成した Ta マスク	26
4.2	Ta マスクを用いて作成した溝構造	27
4.3	レジスト現像後	28
4.4	レジストマスクを用いて作成した溝構造	28
4.5	溝を持たないシリコン片	32
4.6	Ta マスクを用いた試験片	33
4.7	レジストマスクを用いた試験片	34
5.1	レジストマスクを用いた試験片の再プロット	39
5.2	除外したデータ	40
5.3	m=5.5	42
5.4	m=1.5	42
5.5	m=3.8	43
5.6	形状母数によるワイブル分布関数の形状の変化	43
5.7	曲げ試験モデル	45
5.8	メッシュ図1	46
5.9	コンター図1	47
5.10	メッシュ図2	48
5.11	コンター図2	48
5.12	メッシュ図3	49
5.13	コンター図3	50
5.14	破壊に関与する体積の変化	55
5.15	破壊に関与する表面積の変化	56

5.16 破壊に關与するエッジの長さの变化	56
A.1	65
A.2	65
A.3	66
A.4	67
A.5 イオンエッチング装置	68
A.6 スピナー	69
A.7 ホットプレート	70

表 目 次

3.1	Ta 蒸着の条件	18
3.2	ICP エッチングの条件	19
3.3	ECR エッチングの条件	21
3.4	試験機的主要仕様	24
4.1	溝構造をもたない試験片の曲げ試験結果	29
4.2	Ta マスクを用いた試験片の曲げ試験結果	30
4.3	レジストマスクを用いた試験片の曲げ試験結果	30
5.1	平均破壊応力値、分散、標準偏差、形状母数	41
5.2	解析条件	46
5.3	応力集中係数及び局所最大主応力	51
5.4	表面欠陥サイズ	54
5.5	体積の寸法効果	55
5.6	表面部の寸法効果	56
5.7	エッジ部の寸法効果	57

第1章 序論

1.1 研究の背景

1.1.1 従来の材料強度の研究

き裂の構造物に与える影響の評価・解析は、破壊力学、材料強度等の研究を行っていく上で、欠くことのできない重要な要素である。近年、破壊に関する研究の舞台がよりマイクロな領域へと移行してきていることに伴い、マイクロサイズのき裂の評価が重要性を増してきている。よって、マイクロき裂の挙動を解明するに際し、マイクロき裂を有する構造物の破壊現象の解析が必要となってきた。

これまでの材料強度研究の手法は、材料に対する破壊試験を実施した後に破断面の顕微鏡観察等によって、き裂の挙動を推測し特性化を行うといった、いわゆる受動的な立場が取られてきた。近年の破壊現象解析領域のマイクロ化のなかにあつて、なおこのような研究姿勢は変わっておらず、また、未解明な部分が多くあることなどから、高精度の解析にまでは至っていないケースが多い。

これまでのマイクロき裂の創生方法の例として、放電加工によるエッチングがあげられる。しかし、機械加工を施すため、残留応力が残ってしまふことになり、破壊試験を行うにあたり好ましくないなどの問題点がある。このような問題を解決した上での小さなき裂の作成手法が必要となつてきている。

1.1.2 研究における立場の変換

本研究は、材料強度研究におけるマイクロ現象解析を行うに際し、避けて通ることのできない、マイクロき裂形状創生のため、半導体プロセス技術を導入するものであり、分野を超えた技術の移転により問題解決を図るものである。これまでの材料のマイクロ領域研究においては破壊の結果として生じるき裂の解析といった受動的な立場がとられてきたが、半導体プロセス技術を用いることで、き裂の作成位置や寸法などの制御を可能とし、そういった受動的な立場とは異なる能動的な立場からの研究方式を確立する。本研究の独創的な点はここにあるといえる。この受動から能動への立場の変換により、自然破壊現象によっては決して作成することのできないマイクロき裂形状や配置が可能となり、マイクロ破壊現象について提案されているさまざまな破壊モデルについての、精度よい検証が可能となる。例えば、マイクロき裂の方位と過重負荷方向の関係を高精度のコントロールできることになるので、通常の破面では観察が困難な単一き裂で、他のき裂からの干渉を受けない条件を実現でき、理想状態でのマイクロき裂の評価が可能となる。

近年、国内外を問わず、マイクロ領域の破壊研究は盛んに行われるようになってきた。そのなかで、疲労強度や降伏強度などが、マクロ強度よりもはるかに大きな値になるなどの興味ある結果が報告されている。

1.2 本研究の目的

本研究の目的は、高度に制御された形状の微小き裂を用いた破壊試験法の確立にある。本論分では、近年における進歩目覚ましい半導体プロセス技術を導入し、制御された微小き裂の作成手法の開発を行う。また、導入したき裂を有する試験片に対し破壊試験を試行し、き裂に起因する強度劣化の測定手法についての検討を行う。そして、強度劣化のメカニズムについての考察を行う。

1.3 本論分の構成

第1章 序論 では、本研究の背景や目的について述べる。

第2章 基礎理論 では、この論文をについて必要となる脆性破壊についての、基本的な理論について述べる。

第3章 実験方法 で、本研究で行った高アスペクト比き裂作成実験及び3点曲げ破壊試験についての方法を示す。

第4章 実験結果 では、行った実験の結果を示し、ワイブル確率紙を用いてデータの整理を行う。

第5章 考察 では、作成したき裂を有限要素法を用いて評価する。また、き裂が材料の強度に与える影響について、破壊の確率論とからめて考察を行う。

第6章 結論 では、本論分の結論を述べ、今後の課題を提示する。

第2章 基礎理論

本章では、本研究を論じるにあたり必要となる、脆性破壊についての基本的な概念や理論について述べる。

2.1 脆性破壊

2.1.1 脆性破壊の確率論

脆性材料の破壊強さは、材料に含まれる微細な欠陥、特にそのうちで最も弱い欠陥によって決まることが多い [1]。この場合個々の欠陥の強度 x の分布関数を $F(x)$ とすると、 n 個の欠陥を含む材料の強度 (resistance) の分布 $F_R(x)$ は、 $F(x)$ なる分布に従う確率変数の n 個の実現値の最小値の分布に等しくなる。

2.1.2 最弱リンクモデル

最弱リンクモデル [2] は、多数の欠陥の中のいずれか一つからき裂が発生すると直ちに最終破壊に到るような場合になりたつ。したがって、単結晶シリコンなどの脆性破壊などにこのモデルがよく用いられる。

1 個の試験片を考え、これを多数の微小な体積要素に分割したとする。このとき、要素の強度はある確率分布に従い、試験片としての強度是最弱要素の強度に等しいとするものである。これは図 2.1 のような鎖のアナロジーで表される。鎖の強度是最弱のリンクで決定されるからである。



図 2.1: 最弱リンクモデル

ここで、 n 個の環で作られた鎖の両端に張力をかけたとき、1 つの環が切れる確率を p とすれば、鎖が切れない確率 p_n は

$$p_n = (1 - p)^n \quad (2.1)$$

である。また、

$$\exp(-p) = 1 - p + \frac{1}{2!}p^2 - \frac{1}{3!}p^3 + \dots \quad (2.2)$$

ここで、 p は十分に小さい値であるから、 $\exp(-p) \sim 1 - p$ を代入すると

$$p_n \sim \exp(-p^n) \quad (2.3)$$

となる。このようにして導かれるものがワイブル分布である。

2.2 ワイブル分布

2.2.1 ワイブル分布関数

ワイブル分布 (Weibull distribution) とは、次の分布関数によって定義される分布で、材料の破壊の研究において Weibull によって提唱された。

$$F(x) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{x}{\beta} \right)^\alpha \right\} \quad (0 \leq x < \infty, \alpha > 0, \beta > 0) \quad (2.4)$$

α を形状母数 (shape parameter)、 β を尺度母数 (scale parameter) という。 α は無次元量で、 β は変量 x と同じ次元をもつ。

確率密度関数 $f(x) = dF/dx$ は

$$f(x) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{x}{\beta} \right)^{\alpha-1} \exp \left\{ - \left(\frac{x}{\beta} \right)^\alpha \right\} \quad (2.5)$$

となる。 $\beta = 1$ の場合について $f(x)$ のグラフを描くと図のようになり、形状母数 α の値によって形が変化することがわかる。なお、 β を変えても縦横に伸び縮みするだけで、本質的な形は変わらない。

ワイブル分布の平均値 μ は

$$\mu = \int_0^\infty x f(x) dx = \beta \Gamma \left(1 + \frac{1}{\alpha} \right) \quad (2.6)$$

となる。ここで、 Γ はガンマ関数である。

中央値 \tilde{x} は、 $F(\tilde{x}) = 0.5$ より次のようになる。

$$\tilde{x} = \beta (\ln 2)^{1/\alpha} \quad (2.7)$$

ワイブル分布では、尺度母数 β も分布の代表値として用いられる。式 2.7 より、 $F(\beta) = 1 - e^{-1} = 0.632$ であるから、 β は累積確率 63.2% に対するパーセント点である。

ここでパーセント点であるが、確率変数 X が連続分布の際に、確率 $Pr[X \leq x]$ 及び $Pr[X > x]$ のことをそれぞれ x に対する下限確率、上限確率という。ここで、与えられた上限 (下限) 確率に対応する x のことをその上限 (下限) 確率に対するパーセント点 (percentile point) というものである。

また、ワイブル分布における分散 σ^2 は

$$\sigma^2 = \int_0^\infty (x - \mu)^2 f(x) dx = \beta^2 \left[\Gamma\left(1 + \frac{2}{\alpha}\right) - \left\{ \Gamma\left(1 + \frac{1}{\alpha}\right) \right\}^2 \right] \quad (2.8)$$

となる。したがって変動係数 η は

$$\eta = \frac{\sigma}{\mu} = \left[\frac{\Gamma\left(1 + \frac{2}{\alpha}\right)}{\left\{ \Gamma\left(1 + \frac{1}{\alpha}\right) \right\}^2} - 1 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

となる。

なお、次式の分布関数をもつ分布を3母数ワイブル分布という。

$$F(x) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x - \gamma}{\beta}\right)^\alpha\right\} \quad (2.10)$$

これは x のとり得る下限界を一般的に γ としたワイブル分布である。式2.4は $\gamma = 0$ の場合であり、これを2母数ワイブル分布という。

ワイブル分布は最小値の漸近分布としても導き出すことができるが、確立過程論からも導かれる。ここでは、確率過程論より出発する導出法は専門書によることとする。ワイブル分布という用語と最小値に直結させて考える傾向が強いが、それが唯一の解釈ではない。

2.2.2 ワイブル確率紙

2母数ワイブル分布関数が直線となるように、横軸と縦軸の目盛を定めたグラフ用紙がワイブル確率紙 (Weibull probability paper) である。2母数ワイブル分布関数は

$$F(x) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^\alpha\right\} \quad (2.11)$$

で表されるが、これを $1/\{1 - F(x)\} = \exp\{(x/\beta)^\alpha\}$ と変形し、両辺の対数を2回とると

$$\ln \ln \frac{1}{1 - F(x)} = \alpha(\ln x - \ln \beta) \quad (2.12)$$

となる。したがって、 x 軸を対数目盛り ($\ln x$), F 軸を $\ln \ln(1 - F)^{-1}$ なる関数目盛りとすれば、2母数ワイブル分布関数は直線となる。式2.12からわかるように、直線の傾きから形状母数 α が求まる。また、 $F(\beta) = 1 - \exp^{-1} = 0.623$ であるから、 $F = 0.623$ に対する x の値より尺度母数 β が求まる。

ところで、ワイブル確率紙にデータをプロットすると、上に凸の曲線にのることがある。このときもとのデータからある値 γ を差し引いて x の代わりに $x - \gamma$ をプ

ロットすると直線になることがある。この場合は

$$F(x) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x-\gamma}{\beta}\right)^\alpha\right\} \quad (2.13)$$

すなわち、3母数ワイブル分布に従っているわけである。ここで、 γ の値は未知であるから、 γ を仮定し、直線になるような γ を見出す。このとき、仮定した γ が真値より小さければデータは上に凸の曲線にのり、真値より大きければ下に凸の曲線となる。なお、3母数ワイブル分布に従っているかどうかは実際には未知であるから、直線化できる γ が見つかるとは限らない。

2.2.3 プロット方法

ミーランク法 n 個のデータがあり、それらを小さいほうから大きいほうへ順番に(これを昇順という)並べたものを x_1, x_2, \dots, x_n とする。これを順序統計(order statistics)という。また、 n のことをサンプルサイズ(sample size)という。ミーランク(mean rank)法では、小さいほうから i 番目の値 x_i に対する F を次式で与える。

$$F = \frac{i}{n+1} \quad (2.14)$$

第3章 実験方法

微小き裂の導入には、半導体プロセスで用いられるICPエッチング法をもちいた。ICPエッチングは、均一で高密度なプラズマを得ることができ、通常に比べ格段に速い速度で、むらの少ないエッチングを行うことが可能である。ICPエッチング法を用いることで試験片作成行程の効率化を図る。

ここで、「き裂」という表現を用いているが、本論文の範囲内で作成できた構造は、先端の形状が制御された「き裂」ではなく、「溝構造」であるため、以降作成した構造を「溝構造」と呼ぶこととする。

破壊試験を行うにあたり、導入した溝構造が試験片の強度に影響を及ぼすためには、き裂に近い構造であることが望ましい。そのために、幅が小さくし、高アスペクト比をもった溝構造の作成が必要である。また、試験片表面の位置が不確定で、微小な領域に溝構造を作成するのではなく、試験片を横断するような長さを持つ溝構造を、位置を制御して作成する必要がある。このような条件を満たすためエッチング耐性の高いTaをマスクに採用し、位置や範囲を制御できるマスクの作成法を考案した。

このようにして作成した試験片のほかに、フォトレジストをマスクとして溝構造を作成した試験片を作成する。この手法では、高アスペクト比の溝構造を得ることは困難と考えられるが、Taマスクを用いて作成する溝構造との比較・検討対象とした。それぞれの試験片について破壊試験を行い、得られたデータを得た。

本章では、溝構造を作成する方法を述べ、作成した試験片に対して行う破壊試験の手順を説明する。

3.1 試験片作成

3.1.1 シリコンウエハの切断

試験片は厚さ0.75mmの6インチシリコンウエハを切断して作成した。破壊試験を行い、溝構造の破壊強度に与える影響を検討するにあたり、切断面のエッジに発生する欠陥への応力集中によって生じる破壊を防ぐため、エッジ部の欠陥の影響を抑えることが必要である。エッジにおける欠陥を抑えるため、溝構造の切断に、ダイシング加工による方法と、手作業によるへき開を用いた方法とを試みた。これら2種類の方法により作成したシリコン片について、溝構造を作成する前の状態における破壊応力の測定を行ったところ、ダイシング加工による方法とへき開による方法ではそれぞれ、 159.6 ± 13.0 [MPa]、 316.4 ± 59.2 [MPa]となり、へき開で作成したシリコン片のほうが高い強度を示した。したがって、試験片作成にはへき開によって作成したサンプルを用いた。また、へき開で作成したものの中には、偶発的に極端に低い強度を示すものもあり、このようなサンプルは溝構造の影響が現れにくいと考えられるため、試験対象外とした。

また、試験片の寸法は、手作業によるへき開という方法をとるためにばらつきを

有し、幅 3.5~5.0mm、長さ 30~40mm となった (図 3.1)。

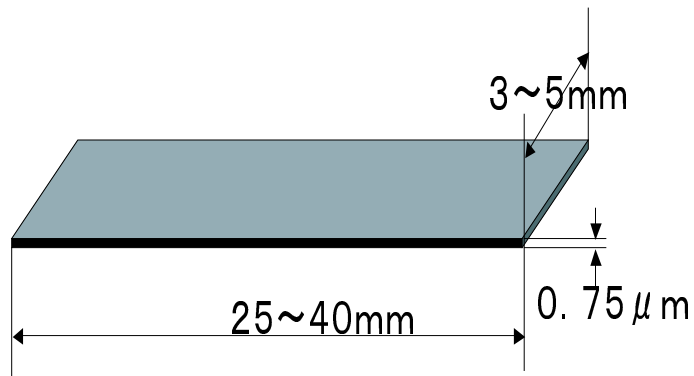


図 3.1: 試験片サイズ

3.1.2 溝構造の創生

Ta(タンタル) マスクを用いた溝構造作成手法

高アスペクト比を有する溝構造作成のため、シリコンに比べエッチング耐性の高い Ta をマスクとして用い、溝構造の作成を行った。

Ta マスクの生成 図 3.2 のようにしてシリコン片の上に直径 $25\mu\text{m}$ の W(タンゲステン) 細線を横断させ、これをマスクとし、Ta をその上から蒸着させた。このようにすることで、溝構造の作成位置を任意に指定し、また試験片を横断する溝構造作成のためのマスクを作ることが可能となった。

また、高アスペクト比をもつ溝構造を作成するためには Ta マスクが厚く形成される必要がある。Ta の蒸着レートが約 $0.36\mu\text{m}/\text{h}$ であるため、長時間の蒸着を行いマスク厚を厚くした。

Ta の蒸着はエリオニクス製の EIS-200ER を用い表 3.1 に示した条件にて行った。Ta 蒸着後、W 細線を取り除いてエッチング用のマスクを作成した。

ICP エッチング エリオニクス製 EIS-700 をもちいて ICP エッチングを行った。エッチングガスには SF_6 を用い、フッ素生成物除去のためのガスとして O_2 を用いた。エッチング条を表 3.2 に示す。

以上のようにして溝構造を作成した。

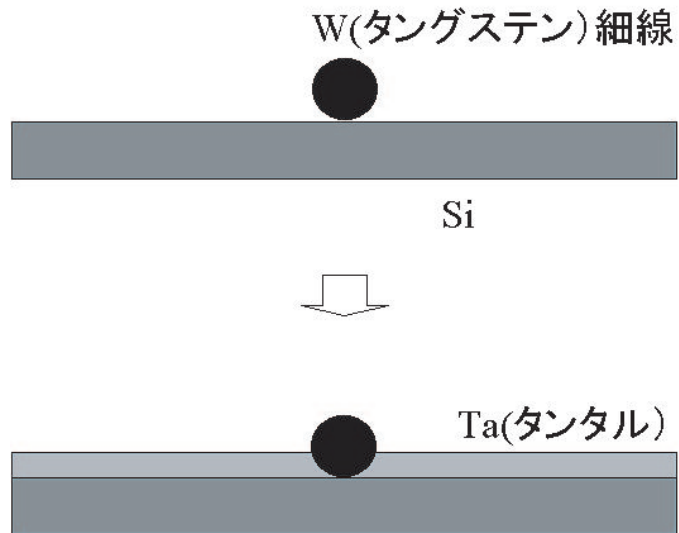


図 3.2: Ta マスクの作成方法

表 3.1: Ta 蒸着の条件

加速電圧	2000[V]
Ar ガス流量	0.45[sccm]
マイクロ波パワー	100[W]
圧力	7.1×10^{-3} [Pa]
マグネット	5.3
ファラデーカップ	13.5[mA/cm ²]
イオンエミッション	9.0[mA]
リフレクション	0.00

表 3.2: ICP エッチングの条件

SF_6 流量	8.8[sccm]
O_2 流量	1[sccm]
アンテナ RF	600[W]
ステージ RF (自己バイアス電圧)	150[W] (-240[V])
ガス流入前真空度	4.9×10^{-2} [Pa]
ガス流入後真空度	5.1×10^{-2} [Pa]
エッチング時間	20[min]

レジスト (ZEP520) マスクを用いた溝構造の作成

Ta マスクを用いて作成する溝構造の他、ZEP520 というレジストを用いてマスクとし、溝構造を作成した。本研究にて用いたレジストはエッチングに対して耐性をもっておらず、シリコンと同程度の割合で割れてしまい、高アスペクト比をもつ溝構造の作成には適さない。この手法で作成した溝構造を、強度劣化への影響について、Ta マスクを用いた溝構造との比較・検討対象に用いる。

マスク作成にあたり、通常は電子描画装置により描画を行うのだが、電子描画装置を用いた描画では、試験片のある狭い領域にしか描画できず、試験片を横断するような溝構造を作成できないという問題点があった。そこで、SEM(エリオニクス製 ERA-4000)を用いた描画法を考案し、描画をおこなった。

レジストマスクの作成 マスク用のレジストとして ZEP520 を使用した。このレジストは、電子線を照射した部分がエッチングされるという、ポジ型のレジストのなかでは最も汎用性の高いものであり、とくに細線を描きたい場合に適している。ただし、使用するにあたり、レジスト塗布時、及び、現像時における温度管理を正確に行う必要があり、取り扱いにはやや注意を要する。また、このレジストは粘性が高い液体であるため、塗布に際し塗布用の装置を用いる必要がある。以下に手順を示す。

1. レジストを Si に塗布する。Si をスピナーの中央に載せ、スポイトでレジストを Si の中央に適量たらし、スピナーを回転させる。
 - 1st 500rpm 5sec
 - 2nd 2000rpm 90sec

2段階に回転数を変化させることで、より均一にレジストを塗布することができる。

2. ホットプレートで170度に保ち、2分間の加熱を行う。これによってレジストを溶かしている溶媒のみを蒸発させてしまう。ただし、レジストは高分子材料であるため、220度を超える温度での加熱を行うと変質してしまうため、注意が必要である。
3. 加熱後、ステンレスの板上に載せることにより、急冷却をする。これは、加熱したままの状態では放置すると、レジストが徐々に冷えていき、その過程でレジストに対してひび割れが起きてしまい、レジストとして使用できなくなってしまうので、これを防ぐためである。
以上の手順によって、約0.5 μm の厚さにレジストを塗布することができる。重ね塗りをする場合以上の手順を繰り返す。本実験では4度の重ね塗りをを行い、レジストの厚さを約2.0 μm とした。
4. 電子描画装置を用いた細線描画では、シリコン片を横断するような長さを持つ細線の描画を行うことができない。また、描画の位置を正確に制御することが難しい、といった問題点がある。そこで、レジストへの描画にはエリオニクス製ERA-4000を用いた。ERA-4000は通称SEMと呼ばれる操作型の電子顕微鏡であるが、高倍での観察を行うと、電子ビームの照射された観察領域部分が感光し、描画を行うことができる。これを利用し、観察領域をシフトさせることでレジスト上を横断する細線を描画した。このときのERA-4000の条件を表??に示す。
5. 現像を行う。液温約22度のO-キシレンに、描画を施した面を下にして約5分間浸す。現像を行う前に、レジストがきちんと描画されていることを確認する必要がある。
6. EIS-200ERによるエッチングを行う。Siウエハ上の、描画を施された部分がエッチングされる。
7. アセトンで洗浄することにより、表面に残ったレジストを剥離する。

以上の手順によりレジストマスクを生成する。図3.3に実験手順を示す。

ECR エッチング

エリオニクス製EIS-200ERを用いてECRエッチングを行い、溝構造を作成した。エッチング条件を表3.3に示す。

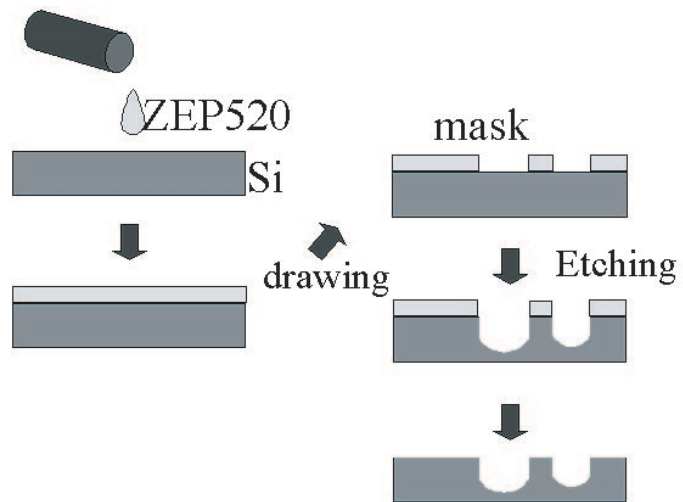


図 3.3: レジストマスクの作成手順

表 3.3: ECR エッチングの条件

加速電圧	350[V]
Ar ガス流量	0.70[sccm]
マイクロ波パワー	100[W]
圧力	1.0×10^{-2} [Pa]
マグネット	5.3
ファラデーカップ	[mA/cm ²]
イオンエミッション	9.6[mA]
リフレクション	0.00

3.2 破壊試験

本研究では、破壊実験において非常によく用いられる、3点曲げ負荷形式による曲げ破壊試験を試行する。試験機には微小曲げ試験機を用い、試験により得られた結果について、微小溝構造の強度劣化に及ぼす影響の評価を行う。

3.2.1 試験機

本試験機は高精度ステッピングモーターの回転変位を高精度ねじにより垂直変位に変換し、ロードセルを取り付けた微量移動台により、試験片に微小変位を与える、変位型の試験機である。移動台には付加用の治具取り付けられている。図 3.4 にその概観を示す。



図 3.4: 3点曲げ破壊試験機

3.2.2 負荷用工具

負荷用工具にはミットヨ製のダイヤルゲージ用超鋼先端チップを用いて、脆性材料・微小試料の荷重支持が容易な3点曲げ負荷形式を採用した。負荷用工具の先端はダイヤモンド製のやすりにより丸めてあり、試験片を傷つけないようにしてある。3点曲げの負荷用工具及び治具を図 3.5 に示す。

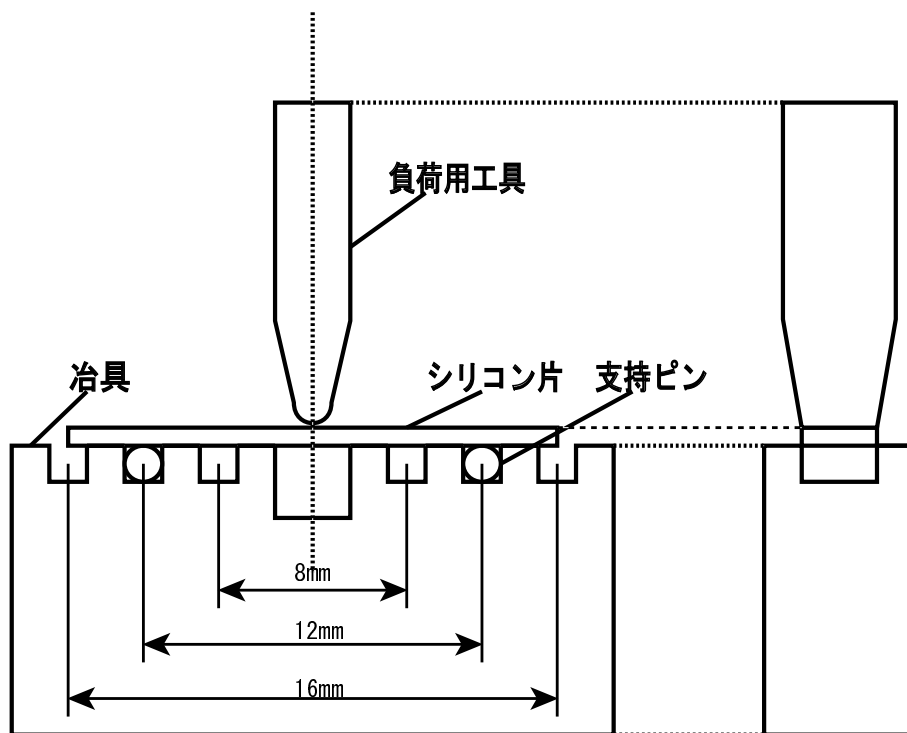


図 3.5: 3点曲げ治具

3.2.3 試験条件

本試験機の負荷速度はキーボードからの入力により、自由に設定できるが、今回は負荷速度 $2.5\mu\text{m/s}$ とした。本研究の試験条件を表 3.4 に示す。最大変位は 2mm となっているが、これは稼動範囲であって変位計を設定した後は変位計の許容範囲である約 0.3mm 以上は動かしてはならない。

表 3.4: 試験機的主要仕様

最大荷重	50[N]
最大変位	2[mm]
負荷速度	$2.5\mu\text{m/s}$

第4章 実験結果

前章にて考案した溝構造創生方法にて作成した溝構造を本章において示す。また、作成した試験片に対し行った3点曲げ破壊試験の結果を掲載した。さらに、得られたデータをワイブル確率紙にプロットして整理を行った。

4.1 溝構造の作成

4.1.1 Ta(タンタル)マスクを用いた溝構造の作成

28時間という長時間のTaの蒸着を行った結果に、約 $10\mu\text{m}$ のタンタルマスクを生成することができた。Ta(タンタル)をマスクとしてICPエッチングを行い、幅約 $25\mu\text{m}$ 、深さ $46\mu\text{m}$ 、アスペクト比にして1:2.3の溝構造を得ることができた。Ta(タンタル)を塗布した状態、作成した溝構造をそれぞれ図4.1、図4.2に示す。

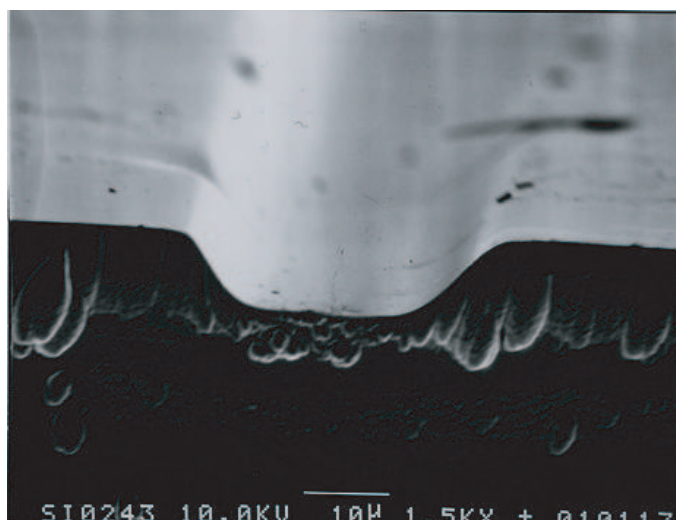


図 4.1: 作成した Ta マスク

図4.1において、くぼんでいる部分がシリコン表面であり、Taが約 $9.3\mu\text{m}$ 蒸着されている。また、図4.2において、表面にはTaが残っていないことを成分解析によって確認した。20分のICPエッチングによりTaが約 $10\mu\text{m}$ 、シリコンが約 $46\mu\text{m}$ 削れていることからエッチングレートはそれぞれ $0.5\mu\text{m}/\text{min}$ 、 $2.3\mu\text{m}/\text{min}$ であり、シリコンがTaの約4倍の速度でエッチングされていることがわかる。

4.1.2 レジストマスクを用いた溝構造の作成

レジストをマスクとしてECRエッチングを行い、溝構造を作成した。作成した溝構造の幅、深さはそれぞれ、約 $8\mu\text{m}$ 、 $2\mu\text{m}$ で、アスペクト比は1:0.25であった。



図 4.2: Ta マスクを用いて作成した溝構造

レジストを塗布した状態、作成した溝構造をそれぞれ図 4.3、図 4.4 に示す。

約 $2\mu\text{m}$ の厚さに、レジストがマスクとして塗布されており、エッチング後はレジスト、シリコンともに $2\mu\text{m}$ エッチングされている。レジスト、シリコンの ECR エッチングによるエッチングレートはともに約 11nm ($0.011\mu\text{m}$) であった。

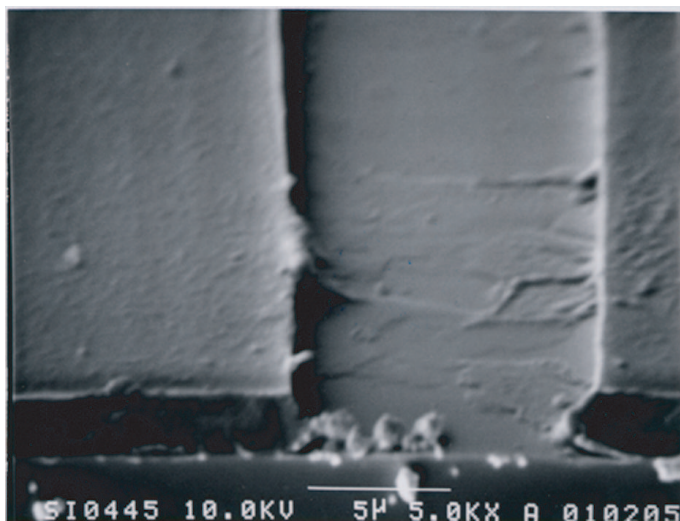


図 4.3: レジスト現像後

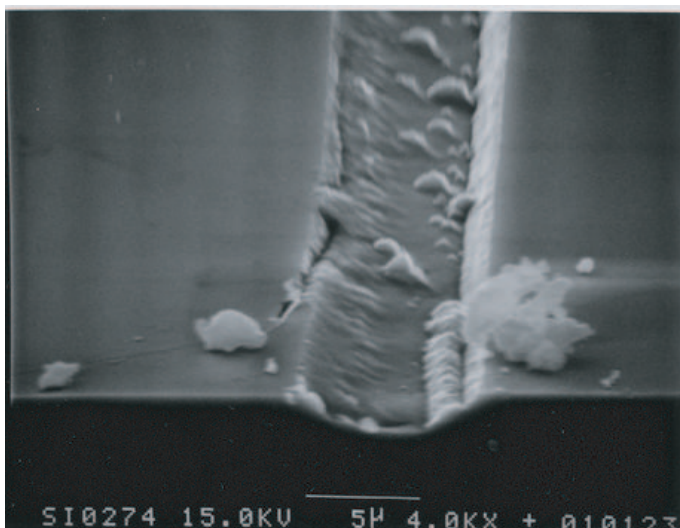


図 4.4: レジストマスクを用いて作成した溝構造

4.2 微小三点曲げ負荷試験

作成した試験片に対し、微小三点曲げ負荷試験を行い破壊応力の計測を行った。溝構造をもたないもの、Ta マスク及び、レジストマスクを用いて溝構造を作成した試験片での試験結果を、それぞれ表 4.1、表 4.2、表 4.3 に示す。

表 4.1: 溝構造をもたない試験片の曲げ試験結果

試験片 No	試験片幅 [mm]	破壊応力 [MPa]
1	4.60	320.0
2	5.25	342.9
3	4.80	316.9
4	3.75	413.0
5	3.80	329.2
6	3.30	373.8
7	3.65	360.1
8	4.40	360.1
9	3.80	353.2
10	3.65	409.5
11	3.90	248.9
12	3.85	350.2
13	4.25	300.0
14	3.80	235.0
15	4.10	295.5
16	2.35	388.7
17	2.80	220.0
18	2.75	281.2
19	2.75	273.1
20	2.65	300.0

表 4.2: Ta マスクを用いた試験片の曲げ試験結果

試験片 No	試験片幅 [mm]	破壊応力 [MPa]
1	4.40	233.8
2	4.80	296.8
3	4.0	111.3
4	4.50	67.5
5	4.00	151.4

表 4.3: レジストマスクを用いた試験片の曲げ試験結果

試験片 No.	試験片幅 [mm]	破壊応力値 [MPa]
1	3.50	210.0
2	5.00	175.0
3	3.00	200.0
4	3.00	252.6
5	2.95	237.1
6	2.70	371.3
7	2.80	382.0
8	2.90	241.8
9	4.05	313.0
10	2.70	379.7
11	3.15	383.8
12	3.15	83.6
13	2.80	190.6
14	3.80	221.1
15	3.20	371.4
16	4.10	290.2
17	4.35	203.1
18	4.40	242.0

溝をもたない試験片は、破壊時に粉々に破壊した。Ta マスクを用いて作成した溝構造をもつ試験片は、No.2 の試験片を除き、溝構造の底部で破壊していた。No.2 については、溝構造とは無関係な箇所では破壊が起きていた。また、レジストマスクを用いて作成した溝構造をもつ試験片では、低い応力にて破壊した一部の試験片 (No.11、12、13、17、18) が、溝構造とは無関係な 1 箇所、もしくは 2 箇所の位置から破壊していたのを除いて、溝構造をもたない試験片と同様に、粉々に破壊した。なお、この際に溝構造を作成した箇所は破壊後の破片からすべて残ったままであることを確認した。

4.3 ワイブル確率紙へのプロット

実験によって得られたデータがワイブル分布に従うと仮定し、専用ソフトを用いてワイブル確率紙にプロットした。累積確率の算出にはミーンランク法を用いた。溝構造作成前、Taマスク及びレジストマスクによる溝構造を有するものの曲げ試験のデータのプロット結果を、それぞれ図4.5、図4.6、及び図4.7に示す。

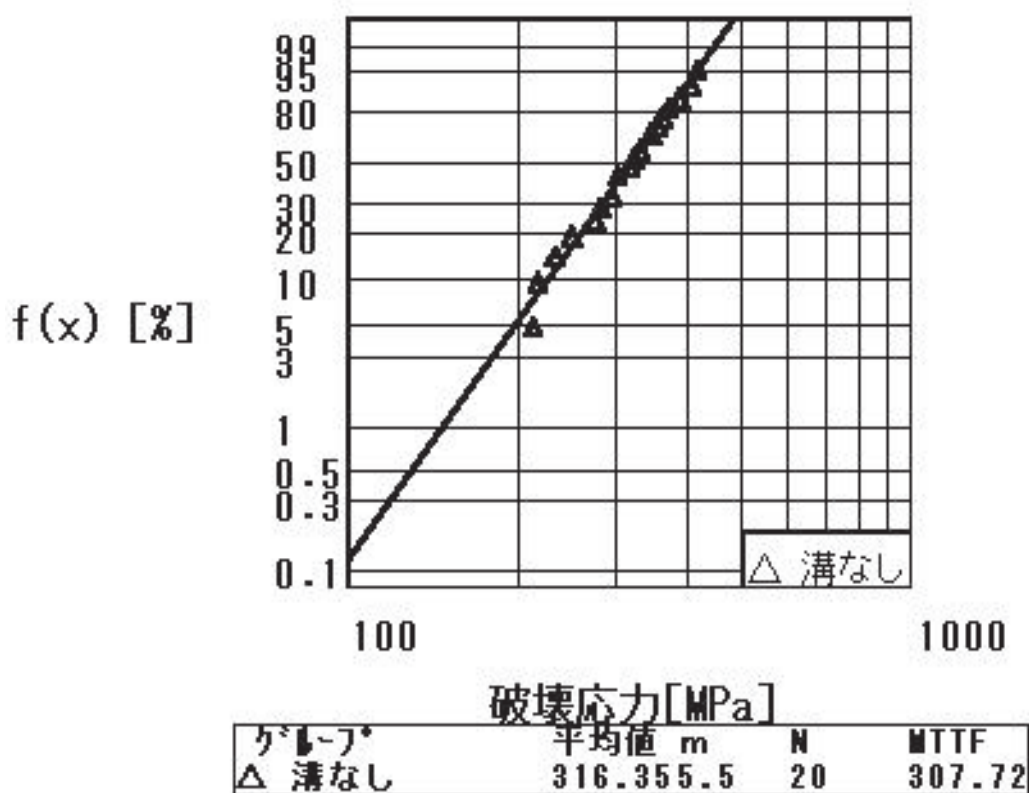


図 4.5: 溝を持たないシリコン片

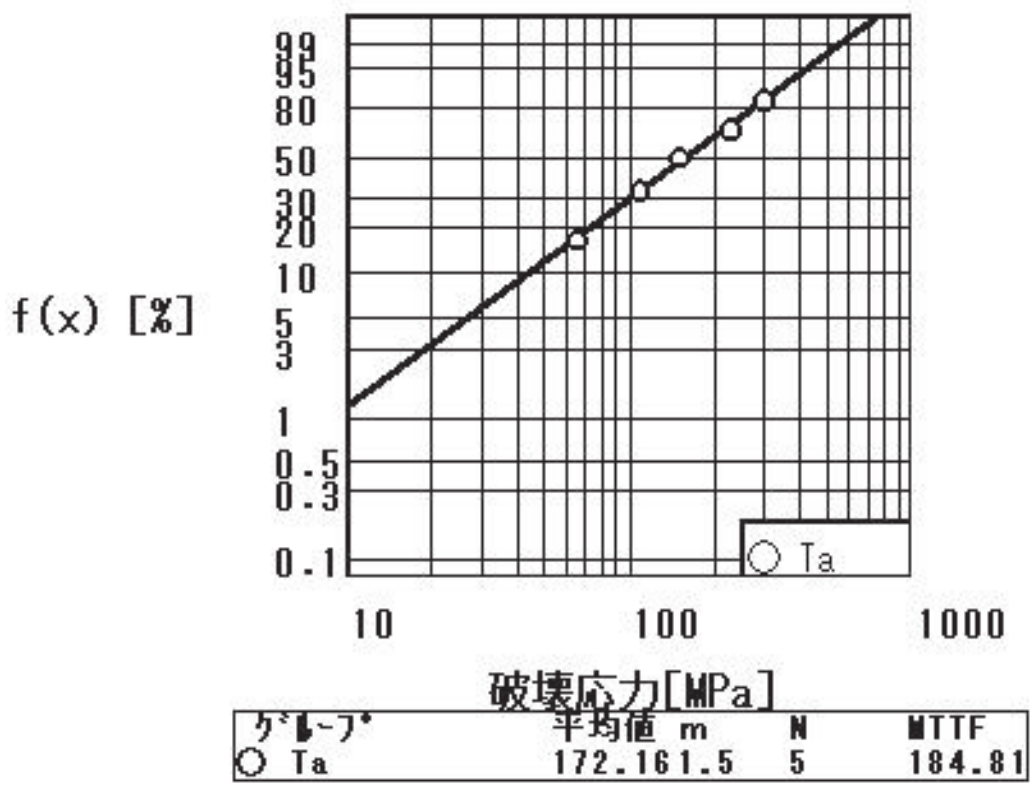


図 4.6: Ta マスクを用いた試験片

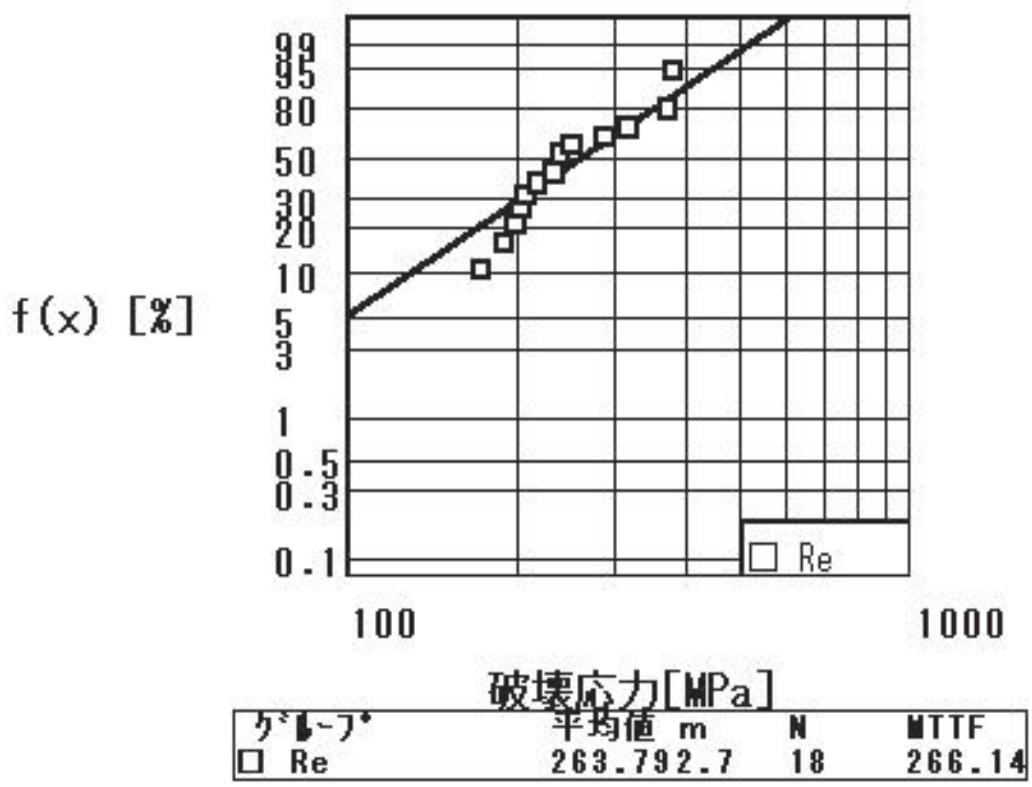


図 4.7: レジストマスクを用いた試験片

第5章 考察

本章では、作成した溝構造形状について、主に深さの観点から溝構造の評価を行い、本研究における提案手法の有効性を検討する。

また、前章にて得られたデータ、ワイブル確率紙へのプロット結果をもとに、ワイブル分布を特徴づける主要値の算出を行い、ワイブル分布関数を明示し、データのばらつきについての考察を行う。また、有限要素法を用いた応力分布解析を行い、溝構造周辺の応力分布から、局所主応力を求める。そして、ワイブル分布に従うことから導き出される寸法効果についての検討を行い、応力集中の結果との兼ね合いから破壊の発生についての考察をする。

5.1 作成した溝構造の評価

Ta マスクを用いて ICP エッチングにより作成した溝構造は、深さ $46[\mu\text{m}]$ であり、レジストマスクを用いて ECR エッチングにより作成したものよりも、はるかに高いアスペクト比を持つ溝構造を作成することができた。以後、前者の溝構造を Ta-ICP、後者を Re-ECR と呼ぶこととする。

5.1.1 作成したマスク

Ta を用いてエッチング用のマスクとする方法では、直径約 $25[\mu\text{m}]$ の W(タングステン) 細線をシリコン片上に横断させ、その上から Ta を蒸着させる手法をとった。この際シリコン片と W 細線の間には Ta が入り込んでしまうと、シリコン表面が露出せず、エッチングの時にシリコンが十分に削られてくれない。したがって、W 細線のセットには非常に注意を要し、実験時に非常に苦労した。シリコン片の上に横断させ、W 細線の両端を引張ってとめてやることで隙間がなくなるようにして Ta を蒸着させた。このようにして作成したマスクが図 4.1 であるが、W を取り除くと約 $9.3[\text{mm}]$ の厚さの Ta マスクを作成することができた。高アスペクト比をもつ溝構造の実現には厚い膜厚をもつマスクの作成が必要であったが、厚塗りができないレジストマスクが約 $2[\mu\text{m}]$ 程度の膜厚のマスクしか作成することができなかったのに対し、だいぶ厚いマスクの作成が可能となった。

一方、Ta マスクを用いる方法では、マスク作成時に電子線による描画は用いる事ができず、W 細線を直接横断させる方法をとったため、溝構造の幅はタングステン線の直径に等しいものとなった。レジストマスク作成における電子線描画ではマスクの幅が約 $8[\mu\text{m}]$ (図 4.3) であったので、作成した Ta マスクの幅はレジストマスクのものよりだいぶ大きいものとなっている。今回使用した W 細線よりも直径の小さいものを使用することで、さらに小さい幅のマスクを作成できると考えられる。

5.1.2 作成した溝構造

Taを用いて作成したマスクをICPエッチング手法によりエッチングして溝構造を作成したものが図4.2である。Re-ECRの溝構造(図4.4)に比べ、数十倍もの深さまでエッチングされていることがわかる。結果に示したようにSiとTaのICPエッチングによるエッチングレートは、それぞれ、 $2.3\mu\text{m}/\text{min}$ 、 $0.5\mu\text{m}/\text{min}$ であり、SiがTaの約5倍程度の速度でエッチングされていることになり、これは、約 $9.3[\mu\text{m}]$ の膜厚からエッチングの結果約 $46[\mu\text{m}]$ の深さを得たことから確認できる。従来の手法で作成したRe-ECRの溝構造のアスペクトが0.25程度のものであったのに対し、Ta-ICPの溝構造ではアスペクト比は約2.3となった。このことから、深くエッチングしアスペクト比の高い溝構造を作るに際し、本研究の提案手法が有効であることがわかる。

溝構造をさらにき裂に近い形状にするためには、より深い深さの溝構造を作成することが手段の一つであり、それはTaの蒸着時間をさらに長くし、Taマスクの膜厚を厚くすることで可能になると考えられる。また、き裂形状に近づける有効な手段として、溝構造の幅を小さいものにする。とが考えられる、今回使用したW細線は直径 $25[\mu\text{m}]$ のものであったが、さらに小さい直径をもつ細線を用いてTaの蒸着を行えば、マスクの幅を小さくすることができ、それにより作成する溝構造の幅をより小さいものにする可以考虑。

5.2 溝構造の強度劣化に及ぼす影響の考察

5.2.1 ワイブル分布を用いた強度のばらつきの評価

ワイブル確率紙へのプロット結果の検討

図 4.5、図 4.6 をみると、いずれも直線にのっていることから、これらの結果がワイブル分布に従うことが確認できる。しかし、図 4.7 では、きれいな直線に近似できていない。そこで、破壊が 1、2 箇所から生じている試験片 No11、12、13、17、18 を除いた 13 個の試験片についてワイブル確率紙に再プロットしたものが図 5.1 である。これにより、レジストマスクを用いた試験片も、ほぼ直線で近似できることが確認できた。また、この過程で除いたデータをワイブル確率紙にプロットしたものを図 5.2 に示す。これは直線にのらずワイブル分布に従ったデータではないことがわかる。従って以後の計算に用いるデータには含まないこととする。

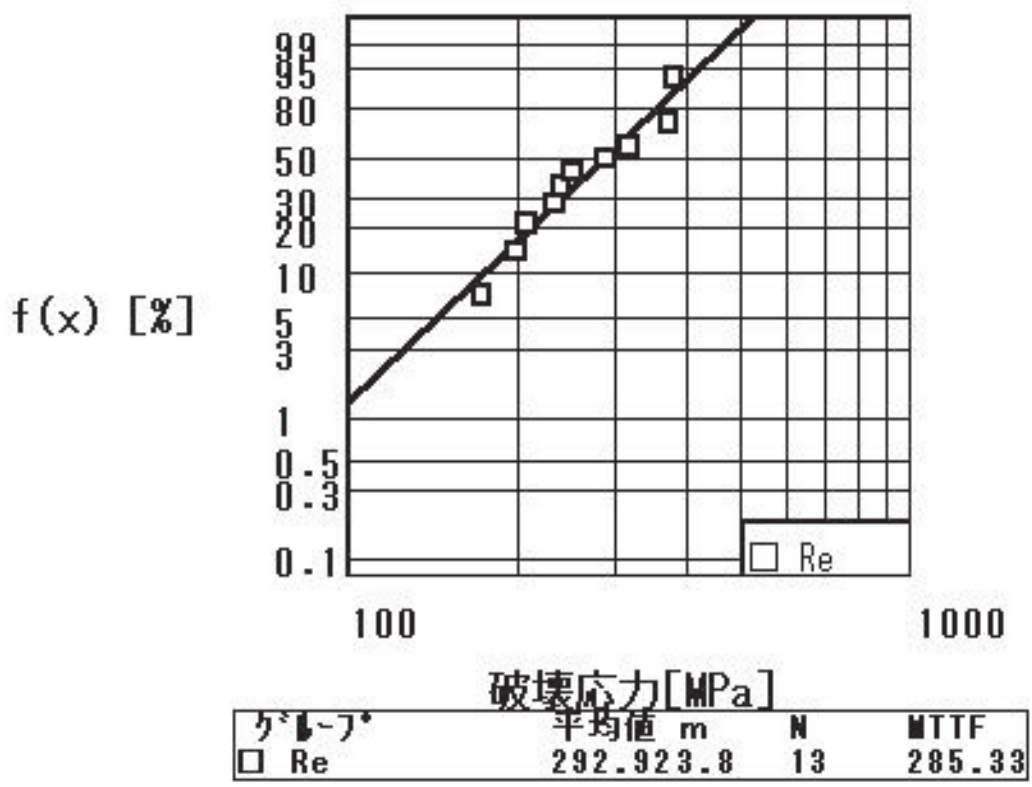


図 5.1: レジストマスクを用いた試験片の再プロット

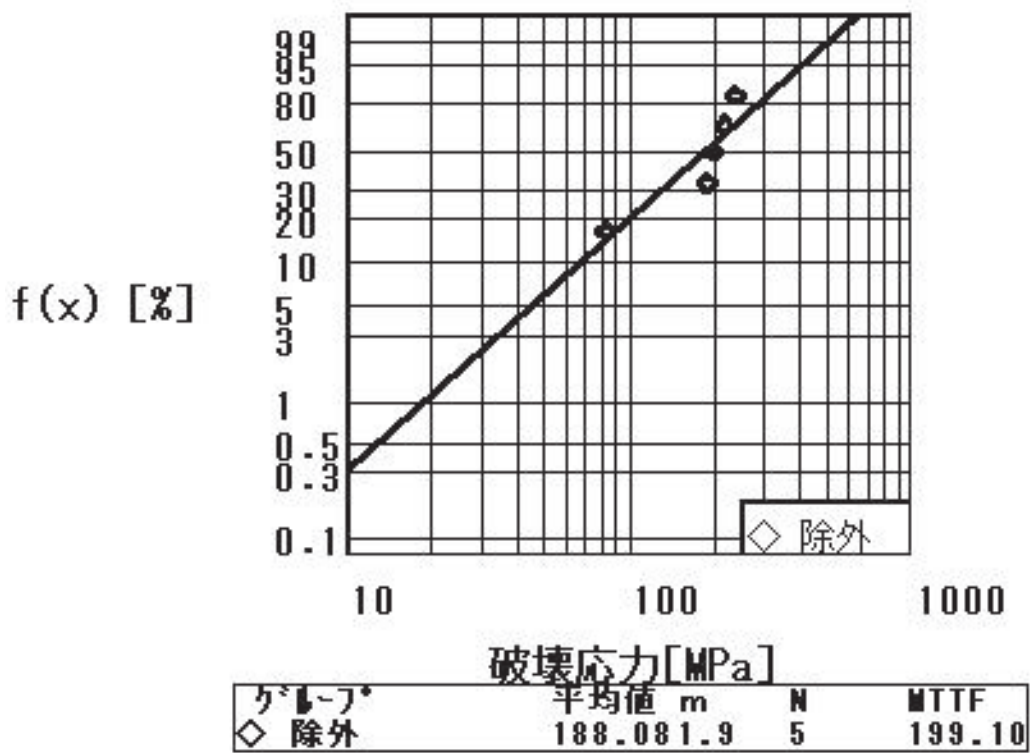


図 5.2: 除外したデータ

主要値の算出

図 4.5、4.6、5.1 より得られたデータを用いて主要値の算出を行う。平均破壊応力値 (μ)、の算出は式 2.6 によって行うのであるが、計算はワイブルプロットに用いた計算機を使用して行った。

また、近似直線の傾きから形状母数 α が求まる。この値と式 2.6 より尺度母数 β の値を決定する。このようにして求めた尺度母数の値は、累積確率 63.2% に対するパーセント点として求まる尺度母数の値とほぼ完全に一致する。

さらに、 β を用いることで、式 2.8 より分散、標準偏差が求まる。

なお、 Γ 関数の計算には、 Γ 関数表を用いておこなった。このようにして算出した値を表 5.1 に示す。

表 5.1: 平均破壊応力値、分散、標準偏差、形状母数

	溝なし	Ta	レジスト
平均破壊応力値 (μ) [MPa]	307.72	184.81	285.33
分散 (σ^2)	4094	15710	6931
標準偏差 (σ)	63.99	125.3	83.25
形状母数 (α)	5.5	1.5	3.8
尺度母数 (β)	333.1	204.6	315.5

形状母数 α は、データのばらつきの程度を表し、この値が大きいほどばらつきが少ないこととなる。得られた形状母数の値を比較すると、溝なしのものが最も大きく、ばらつきが少ないことがわかる。また、Ta マスクを用いた試験片で、形状母数が最も小さくなっており、ばらつきが大きくなっているが、原因の一つとして、作成した溝構造の深さの精度が一定ではないことが考えられる。

本節にて算出したこれらの値をもとに、次節にてさらに考察を行う。

ワイブル分布関数による評価

表 5.1 に示した形状母数 α 、尺度母数 β の値より、それぞれの分布が従うワイブル分布関数を

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma}{\beta} \right)^\alpha \right\} \quad (5.1)$$

のように決定することができる。これより、確率密度関数は

$$f(\sigma) = \frac{\alpha}{\beta} \left(\frac{\sigma}{\beta} \right)^{\alpha-1} \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma}{\beta} \right)^\alpha \right\} \quad (5.2)$$

となる。決定した確率密度関数を σ/β を x 軸、 $\beta f(\sigma)$ を y にとり、図 5.3、図 5.4、図 5.5 に示す。また、それらを一つにまとめたものを図 5.6 に示す。ここで、 σ を破壊応力とした。

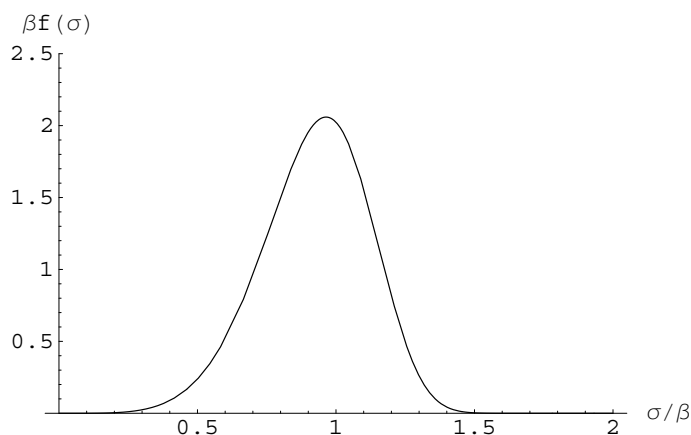


図 5.3: $m=5.5$

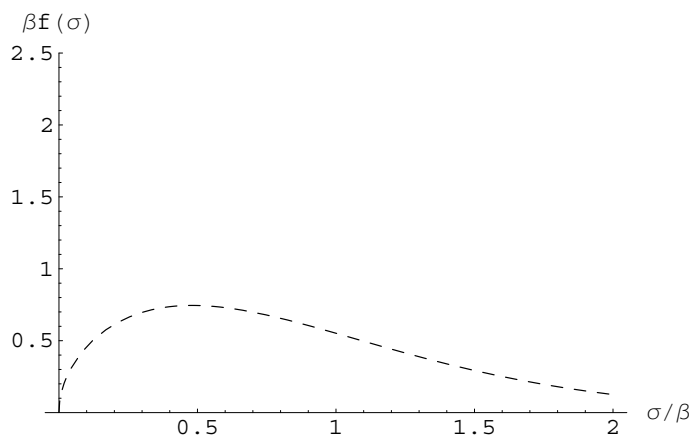


図 5.4: $m=1.5$

図 5.3、図 5.5 を見ると、 σ/β が 1 付近に集まった比較的ばらつきの少ない分布系をしていることがわかる。一方、図 5.4 に示した、タンタルマスクを用いて作成した溝構造を有する試験片の破壊試験結果では分布に主だったピークの無い形状を示している。これらの形状は、形状母数である α の値により決定されるが、 α の値の大きい、溝構造をもたない試験片の破壊試験結果である図 5.3 は中央に分布があつまったバラツキの比較的少ないものとなっている。溝構造をもたない試験片の破壊試験結果と、レジストマスクを用いて作成した溝構造をもつ試験片の破壊試験の形状母

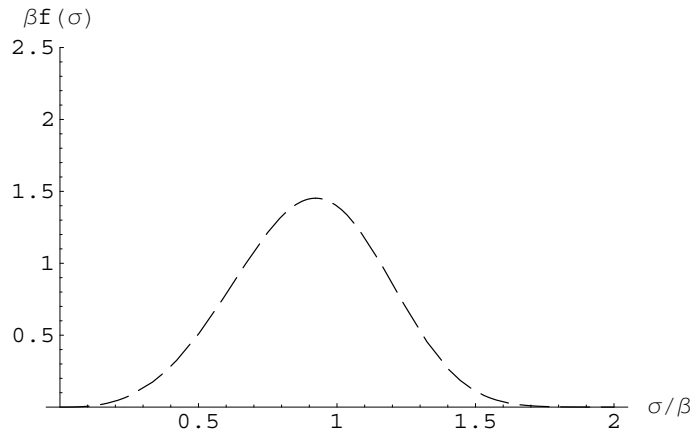


図 5.5: $m=3.8$

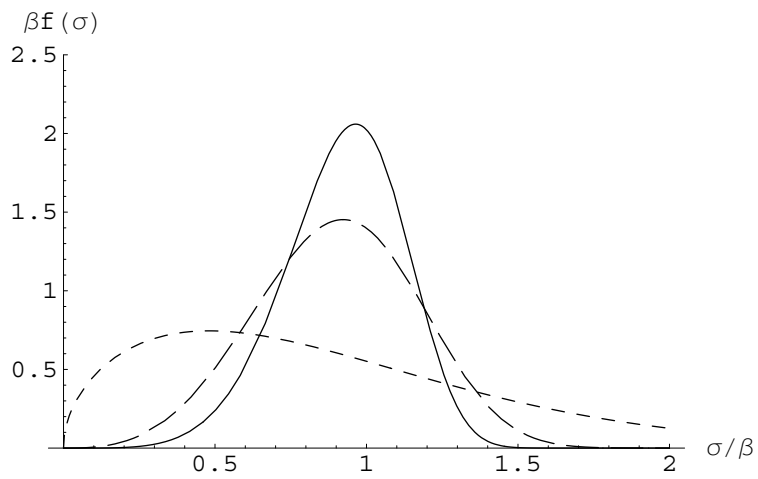


図 5.6: 形状母数によるワイブル分布関数の形状の変化

数を比較すると、5.5と3.8でレジストマスクを用いて作成した溝構造をもつものの方が、よりばらつきを有する結果となった。破壊試験の際に、レジストマスクを用いて作成した溝構造からは、破壊が生じていなかったことを考えると、このような差は生じずに、同程度のばらつきを有する結果となったはずである。しかし、そのような結果にならなかったのは溝構造作成過程によるなんらかの強度の劣化があったことが考えられる。そのような、劣化理由として、溝構造作成時の取り扱いによるものや、ECRエッチング時に試験片表面が受けたダメージの影響などが考えられる。また、これら2種類の形状母数に比べ、タンタルマスクを用いて作成した溝構造を有する試験片の破壊結果の形状母数がかなり小さいものとなったのは、大きな理由として、サンプル数の問題が挙げられる。今回の実験では、ICPエッチングを依頼して行っていたため、十分なサンプル数を得ることができなかった。

ワイブル分布と脆性破壊

ワイブル分布関数は、脆性破壊の破壊機構を表す最弱リンクモデルの理論より導かれる。よって、ある材料の破壊試験結果がワイブル分布に従うということは、その材料が脆性材料としての特徴をもっているということを示している。これにより、以後脆性破壊理論を適用した考察を行っていくこととする。

5.2.2 有限要素解析法による溝構造周辺の応力分布の解析

破壊曲げ試験の結果起こる破壊には、溝構造底部の応力集中が大きく影響していると考えられる。よって、溝構造底部における局所主応力を求めてやる必要がある。局所主応力の算出には、応力集中係数を調べる必要がある。そのため、溝構造周辺の応力解析を有限要素法を用いて行った。

解析手法

溝構造の大きさが試験片のサイズに比べ非常に小さいため、図 5.7 のように試験片の中央部の $350[\mu\text{m}] \times 500 \sim 2000[\mu\text{m}]$ の領域についての 1/2 モデルを作成し、平面応力問題として解析を行った。解析条件を表 5.2 に示す。

曲げ試験を行う過程で、試験片の端に曲げ応力が加えられると、試験片中央部は x 方向に引張り力を受けて変形する。今回の解析では、 $1[\text{MPa}]$ の曲げ応力が加わったとしたときの変位値を強制変位として与え解析を行った。また、変位の計算には $\Delta L = \sigma/E \times L$ を用いた。

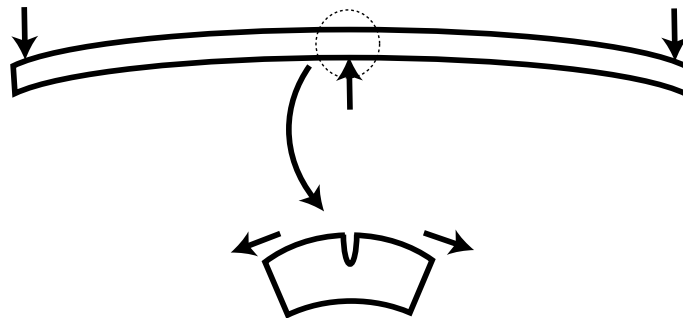


図 5.7: 曲げ試験モデル

解析結果

Ta マスクを用いて作成した溝構造の形状には、大別して 2 種類のものが確認された。よって、この 2 種類の形状についてモデルを作成し、解析を行った。

Ta マスクを用いた溝構造-形状 1 作成したモデルのメッシュ図、コンター図をそれぞれ図 5.8、図 5.9 に示す。

このモデルのサイズは $350[\mu\text{m}] \times 1000[\mu\text{m}]$ 、溝構造は幅 $50[\mu\text{m}]$ 深さ $45[\mu\text{m}]$ の楕円形とした。また、メッシュは総接点数 4585 である。また、強制変位は

$$\text{モデル上端 } \Delta L = 1/130 \times 1000 = 7.9623[\mu\text{m}]$$

表 5.2: 解析条件

物理モデル	平面応力
境界条件	1/2モデル・左端 x 方向 固定・剛体運動を防ぐ ため左下 y 方向 1 点拘 束 右端に 1[MPa] の曲 げ応力が加わったとき の強制変位
物性値	$E=130[\text{GPa}]; \nu=0.26$
単位系	[MPa][N][μm]

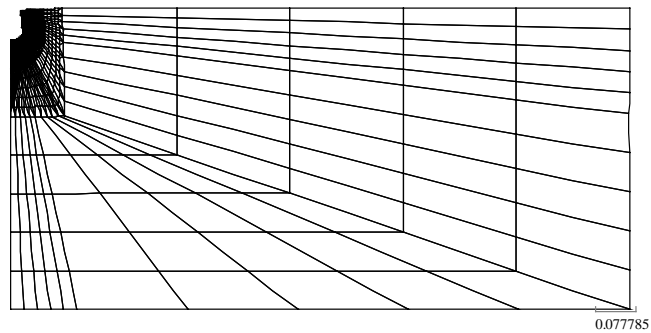


図 5.8: メッシュ図 1

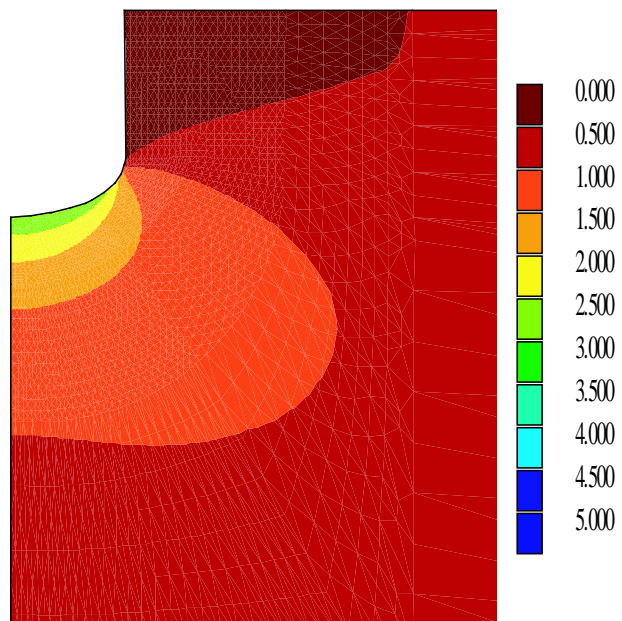


図 5.9: コンター図 1

モデル下端 $\Delta L = 0/130 \times 1000 = 0[\mu\text{m}]$

となるように線形に加えた。

このようにして解析した結果、応力集中係数は溝構造底部において最大となり、 $a = 2.916$ となった。

Ta マスクを用いた溝構造-形状 2 作成したモデルのメッシュ図、コンター図をそれぞれ図 5.8、図 5.9 に示す。

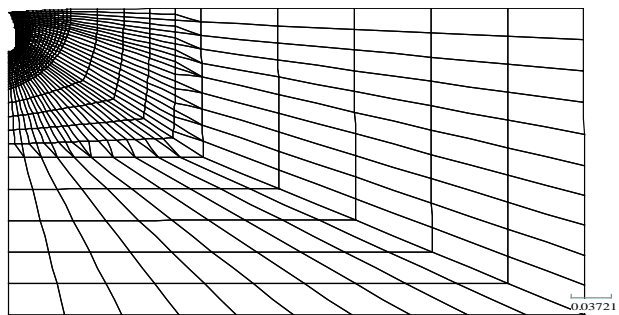


図 5.10: メッシュ図 2

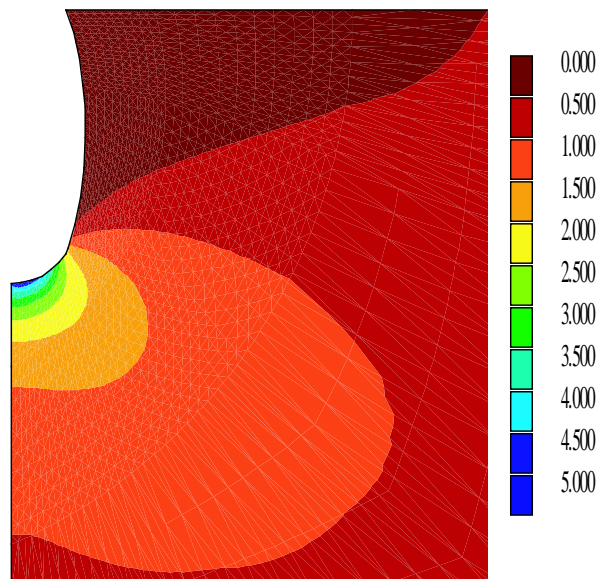


図 5.11: コンター図 2

このモデルのサイズは $350[\mu\text{m}] \times 500[\mu\text{m}]$ 、溝構造は幅 $20[\mu\text{m}]$ 深さ $46[\mu\text{m}]$ の楕円形とした。また、メッシュは総接点数 4585 である。また、強制変位は

$$\text{モデル上端 } \Delta L = 1/130 \times 500 = 3.846[\mu\text{m}]$$

$$\text{モデル下端 } \Delta L = 0/130 \times 500 = 0[\mu\text{m}]$$

となるように線形に加えた。

このようにして解析した結果、応力集中係数は溝構造底部において最大となり、 $a = 4.958$ となった。

レジスタマスクを用いた溝構造 作成したモデルのメッシュ図、コンター図をそれぞれ図 5.12、図 5.13 に示す。

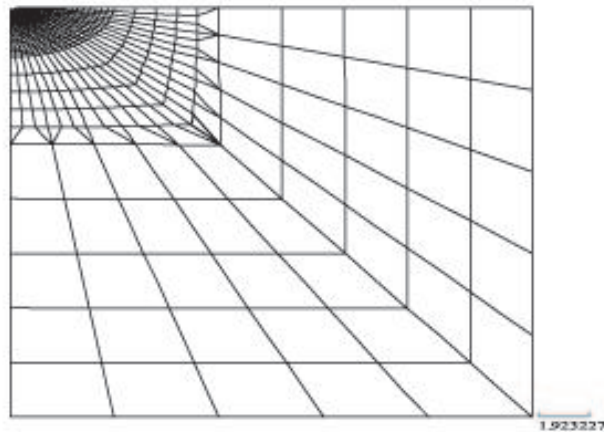


図 5.12: メッシュ図 3

このモデルのサイズは $350[\mu\text{m}] \times 250[\mu\text{m}]$ 、溝構造は幅 $7.6[\mu\text{m}]$ 深さ $2[\mu\text{m}]$ の楕円形とした。また、メッシュは総接点数 3215 である。また、強制変位は

$$\text{モデル上端 } \Delta L = 1/130 \times 250 = 1.923[\mu\text{m}]$$

$$\text{モデル下端 } \Delta L = 0/130 \times 250 = 0[\mu\text{m}]$$

となるように線形に加えた。

このようにして解析した結果、応力集中係数は溝構造底部において最大となり、 $a = 1.733$ となった。

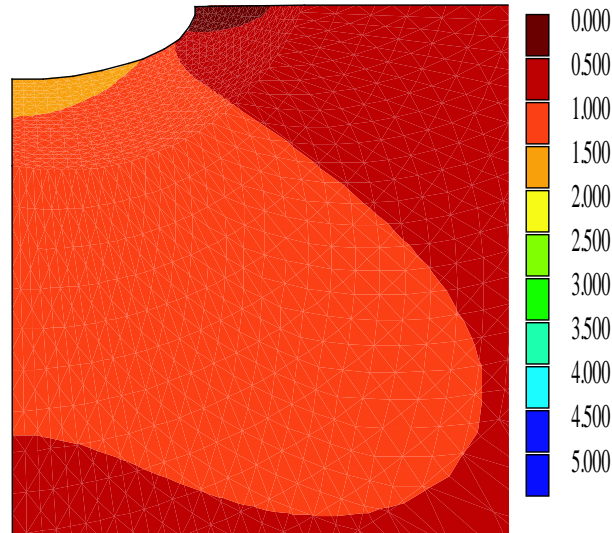


図 5.13: コンター図 3

5.2.3 溝構造形状の応力集中係数を用いた評価

タンタルマスクを用いて作成した溝構造

タンタルマスクを用いて ICP エッチングを用いる方法により作成した溝構造には、大別して 2 種類の形状が見られた。有限要素解析中における形状 1 と形状 2 の溝構造を比較すると、応力集中係数が形状 1 では 2.916、形状 2 では 4.958 となり、形状 2 の方が高い応力集中を示した。2 つの形状において、溝構造の深さはほぼ同じである。しかし、このような応力集中の差が現れたのは、溝構造の幅に起因すると考えられる。深さが等しく幅が異なるということは、つまりはアスペクト比の問題になる。形状 1、形状 2 におけるアスペクト比はそれぞれ 0.9、2.3 となっており、その比は 2 倍以上である。高いアスペクト比をもつ溝構造が、高い応力集中を示すことから、高いアスペクト比をもつ溝構造形状ほど、破壊においてより大きな影響を及ぼすであろうことが考えられる。

応力分布において最大応力は溝構造底部に生じている。また、3 点曲げ試験により破壊したサンプルのうちタンタルマスクを用いて作成した溝構造をもつものは、溝構造底部から破壊が起きていた。これらのことから、作成した溝構造が試験片の破壊に大きく影響を与え、破壊を生じさせていると考えることができる。

レジストマスクを用いて作成した溝構造

有限要素法による応力解析の結果をみると、レジストマスクを用いて作成した溝構造では、溝構造底部において試験片表面の約 1.7 倍の応力を生じていることになる。Ta-ICP と比べ幅は小さいが深さがずっと小さい形状となっていることからアスペクト比は小さくなっており、それに伴い応力集中度が小さくなったと考えられる。応力集中度はタンタルマスクを用いて作成した溝構造のもの比べて小さい値となっているが、この値でも溝構造底部には試験片の表面に比べて大きな応力がかかっている。このことから、溝構造を作成することで応力集中を生じ、形状により応力集中度に差はあるものの、材料の破壊に影響を与えることが考えられる。次節にて局所主応力の算出を行い、溝構造の破壊に与える影響を定量的に検証する。

局所主応力の算出

有限要素法解析により得られた応力集中度の値と、5.2.1 にて算出した平均破壊応力値 (表 5.1) を用いて、それぞれの溝構造における局所主応力を算出する。計算は平均破壊応力値に応力集中係数をかけることにより行う。また、Ta-形状 1、Ta-形状 2 の平均破壊応力値の値は、タンタルマスクを用いて作成した溝構造の破壊試験結果のものを仮定し、計算を行った。算出した値を表 5.3 に示す。

表 5.3: 応力集中係数及び局所最大主応力

	溝構造なし	Ta-形状 1	Ta-形状 2	レジスト
アスペクト比	-	0.9	2.3	0.2
応力集中係数	-	2.916	4.958	1.733
平均破壊応力値 [MPa]	307.7	184.8	184.8	285.3
局所最大主応力 [MPa]	-	538.9	916.3	494.5

表 5.3 に示した結果より、アスペクト比が大きい溝構造の形状のものほど応力集中係数が大きくなり、それに伴い局所主応力の値が大きくなることからわかる。ここで、表 5.3 に示したそれぞれの試験片における、破壊時の局所最大主応力を比べると、値が一致していないことがわかる。また、シリコンの破壊強度が溝構造をもたない試験片の平均破壊応力値である約 300[MPa] であるとすると、Ta-形状 2 の溝構造をもつ試験片では、破壊応力約 62[MPa] 程度で応力集中部の溝構造底部において、300[MPa] に達し破壊が生じる計算になる。一方、レジストマスクを用いた溝構造をもつ試験片では、溝構造底部において約 1.7 倍の応力が生じているにもかかわらず、平均破壊応力は溝構造をもたないものとほぼ同程度の値にとどまっているうえ、すべての試験片で溝構造とは無関係な箇所においてのみ破壊が生じている。いずれの

場合も溝構造底部の破壊応力は溝構造をもたない試験片の破壊応力とは合致していないことがわかる。

以上の事実により、最終的な破壊が生じている箇所を調べる必要がある。

5.2.4 単結晶シリコンの理想破壊強度と破壊試験結果との比較

破壊強度 (凝集応力の最大値) σ_0 は次式で与えられる。

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{\gamma E}{a_0}} \quad (5.3)$$

この式に、表面エネルギー γ 、ヤング係数 E 、原子間距離 a_0 の値を代入することで材料の理想破壊応力を求めることができる。単結晶シリコンの(111)面のそれぞれの値、 $\gamma = 1.2 [J/m^2]$ 、 $E = 170 [GPa]$ 、 $a_0 = 2.35 \times 10^{-10} [m]$ を代入すると、単結晶シリコンの理想破壊強度は $\sigma_0 = 29.5 [GPa]$ と求まる。

本実験における試験片の破壊応力は、これを大きく下回るものとなった。溝構造をもたない試験片の破壊応力も、理想的な破壊強度に比べはるかに小さい値をとっている。このような結果から試験片中には微細な欠陥が多数存在し、その欠陥がこのような強度の劣化を引き起こしていると考えられる。

5.2.5 シリコンの強度劣化を引き起こす微小欠陥

作成した試験片表面、及びエッジには、多数の微小な欠陥が存在していると考えられる。これらの欠陥の大きさを推定し試験片の破壊に与える影響を考察する。

表面欠陥サイズの推定

本実験ではこれより小さい破壊応力となったが、これは表面欠陥の影響のためと考えられる。そこで、表面に edge き裂、もしくは penny き裂が存在すると仮定して、そのき裂のサイズ a の推定を行う。edge き裂、penny き裂の応力拡大係数はそれぞれ、

$$K = 1.12\sigma_0\sqrt{\pi a_e} \quad (5.4)$$

$$K = \frac{2}{\sqrt{\pi}}\sigma_0\sqrt{a_p} \quad (5.5)$$

で与えられるから、これらの式に単結晶シリコンの破壊靱性値である、 $K_c = 0.7 [MPa\sqrt{m}]$ を代入することで、edge き裂長、penny き裂の半径をそれぞれ求めることができる。溝構造をもたないもの、レジスト及びTaマスクを用いて作成したものについて、表 5.3 の値を用いて求めた edge き裂長、penny き裂の半径を、表 5.4 に示す。

シリコン試験片中には、ここで求めたようなサイズをもつ欠陥が多数存在していると考えられ、最弱リンクモデルの理論より、そのなかで最も弱い部分から破壊が生じていると推定できる。そしてその分布はワイブル分布に従う。これは、作成した溝構造底部及び周辺部分にも考えられることであり、試験片のはかいは単に溝構造

表 5.4: 表面欠陥サイズ

	溝なし	Ta 形状-1	Ta 形状-2	レジスト
edge き裂長 [μm]	1.314	0.428	0.148	1.528
penny き裂の半径 [μm]	4.063	1.324	0.458	4.726

底部における応力集中によるのみならず、このような微小欠陥との兼ね合いになると考えられる。

ここで考えた微笑欠陥の存在がどのように材料の強度に影響を与えているのかを次節にて考察する。

5.2.6 寸法効果理論による破壊強度の変化の検討

ワイブル分布に基づく寸法効果

応力 σ が作用している場合の破壊強度の分布として、2母数ワイブル分布を用いて、破損確率 P_f は

$$P_f = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma}{\sigma_c} \right)^m \right\} \quad (5.6)$$

で表される。ここで、 m は形状母数、 σ_c は尺度母数、もしくはワイブル係数と呼ぶ。

式 5.6 の σ_c は体積 V_0 の部材に対する値であるとする、任意の体積 V の部材の P_f は、

$$P_f = 1 - \exp \left\{ - \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_c} \right)^m \right\} \quad (5.7)$$

となる。式 5.7 からわかるように、体積 V が大きくなるほど P_f は大きくなる。これは V の大きいほど確率強度が下がるということを示しており、つまり寸法効果 (size effect) を表している。

ここで、式 5.6、式 5.7 より P_f を消去すると、

$$\sigma = \sigma_0 \left(\frac{V_0}{V} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (5.8)$$

を得る。この式 5.8 を用いて、作成した試験片の破壊強度に与える寸法効果の影響を考える。

式 5.6～式 5.8 においては内部欠陥が支配的な場合を考え、体積 V を用いたが、表面き裂が支配的な場合には体積 V を面積 S に置き換えて用いることができる。これより、作成した溝構造に対し寸法効果の見積もりを行い実測値との比較・検討を行う。試験片の破壊において支配的であるのが内部欠陥、表面欠陥、エッジにおける

欠陥であるとそれぞれ仮定して、溝構造の応力集中部の寸法効果による平均破壊応力の変化を見積もる。

内部欠陥の寸法効果

有限要素法による溝構造への応力集中の解析結果から、破壊時に影響を及ぼしているのが、溝構造底部だとして、溝構造底部における体積、表面積、エッジ長のそれぞれについて、式5.8において $V_0 \cdot V$ の部分を、 $S_0 \cdot S$ 、 $l_0 \cdot l$ にそれぞれ置き換えて計算し、見積もった平均破壊応力を算出する。以下に算出した値を示す。試験片の幅は、4[mm] を代表値とし、形状母数、 σ_0 は、溝構造をもたないサンプルの値である、 $m = 5.5$ 、 $\sigma_0 = 333.1$ 、を用いてして計算した。また、 $k = (V_0/V)^{1/m}$ とした。

内部欠陥の寸法効果の見積もり シリコン材料の破壊に関与する微細欠陥のうち、シリコン材料の内部欠陥が支配的であると仮定した場合の寸法効果の見積もりを行う。溝構造を作成することで、破壊に関与する空間が、図5.5の黒で示したように変化すると仮定を行った。この体積の変化による確率強度の変化を式5.8から計算し見積もる。その結果を表5.5に示す。このとき、溝構造をもたない試験片の、破壊に関与する部分の体積 V_0 は、 $V_0 = 36[mm^3]$ とした。



図 5.14: 破壊に関与する体積の変化

表 5.5: 体積の寸法効果

	Ta-形状 1	Ta-形状 2	レジスト
$V[mm^3]$	0.141	0.0563	0.02273
k_v	2.739	3.237	3.817
$\sigma[MPa]$	842.8	996.0	1174

表面欠陥の寸法効果の見積もり 体積効果の見積もりと同様に、破壊に関与する欠陥のうち、表面欠陥が支配的であると、式5.8における V_0 を S_0 として計算を行った。図5.15のように破壊に関与する表面積が変化すると仮定して表面積の寸法効果

を見積もった。その結果を表 5.6 に示す。また、溝構造をもたない試験片の破壊に関与する部分の表面積 S_0 は、 $S_0 = 114[mm^2]$ とした。



図 5.15: 破壊に関与する表面積の変化

表 5.6: 表面部の寸法効果

	Ta-形状 1	Ta-形状 2	レジスト
$S[mm^2]$	0.200	0.0800	0.0304
k_s	3.170	3.745	4.465
$\sigma[MPa]$	975.4	1152	1373

エッジ部の欠陥の寸法効果の見積もり 体積効果、表面積効果の見積もりと同様に、破壊に関与する欠陥のうち、エッジ部の欠陥が支配的であるとし、式 5.8 における V_0 を L_0 として計算を行った。図 5.15 で黒線で示したように破壊に関与するエッジ長が変化すると仮定してエッジ長の寸法効果を見積もった。その結果を表 5.6 に示す。また、溝構造をもたない試験片の破壊に関与する部分のエッジ長 L_0 は、 $L_0 = 48[m]$ とした。

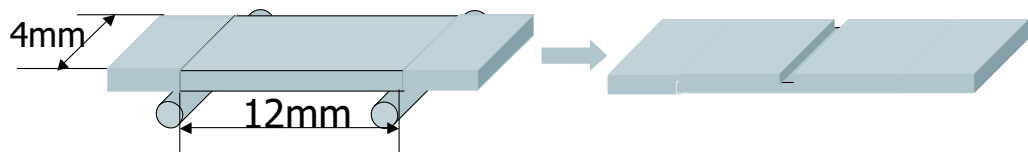


図 5.16: 破壊に関与するエッジの長さの変化

表 5.7: エッジ部の寸法効果

	Ta-形状 1	Ta-形状 2	レジスト
$l[mm]$	0.1000	0.0400	0.0152
k_l	3.073	3.630	4.328
$\sigma[MPa]$	945.6	1116	1332

表 5.5～表 5.7 に示した結果から、寸法効果の影響により溝構造底部において破壊確率が低下し、平均破壊強度が上昇することがわかった。Ta-ICP においては、5.3 に示した破壊時の局所最大主応力と比較すると、形状 2 のものについてはほぼ一致していることから、この溝構造についての応力集中と寸法効果の影響の見積もりが正しいことが確認できた。また、Re-ECR については、溝構造底部において、応力の集中が起きているにもかかわらず、作成した溝構造とは無関係な箇所のみで破壊が起きていたが、これは寸法効果による平均破壊強度の上昇が大きかったために、溝構造以外の箇所から破壊が生じたと説明することができる。

今回の研究では、内部、表面、エッジのどの部分に存在する欠陥が、寸法効果について支配的であるかの特定をすることができなかったが、寸法効果の影響を確かめることができ、溝構造を作成することで材料の強度劣化に与える影響として、局所主応力と寸法効果があることを確認できた。ただし溝構造をもつ材料の破壊現象これら 2 つの現象の兼ね合いによってのみ生じているとは考えにくく、さらに微小溝構造特有の効果があると考えられる。

第6章 結論

本研究での結論は以下の通りである。

本研究では微小き裂の創生技術の開発と、導入したき裂を有するシリコン試験片について破壊試験を行うことで、強度劣化の測定手法の検証を行った。

- (1) ICP エッチング技術を導入し、Ta をマスクとした微小溝構造の作成を行い微小溝構造作成技術としての有効性を確認できた。
- (2) 溝構造による破壊が、溝構造における応力集中と、寸法効果を定量的に見積もることで、それらが単結晶シリコンの破壊現象に与える影響についての考察を行い、材料における溝構造が応力集中と寸法効果の点で影響を与えていることがわかった。

今後の課題は、溝構造ではなく、厳密に言うところのき裂を作成しての強度劣化の評価を行うことである。また、破壊に関しては、応力集中と寸法効果だけで破戒現象のすべてを説明できるものではなく、微小溝構造特有の効果が存在すると考えられ、これらの解明も必要であるといえる。

あとかき

謝辞

本研究は東京大学工学部酒井信介教授のご指導のもとに進められました。お忙しい中、私の些細な質問にも快く対応していただき、また、いろいろなアドバイスをしてくださり本当にありがとうございました。

泉聡志助手にもまた大変にお世話になりました。本当に初歩の初歩から助言をいただき、そのおかげでこうやって提出をするに至りました。なにもわからない、使えない私を見捨てることなく指導していただき心から感謝しております。

高野太刀雄助手は地下実験室での実験に際し、いろいろなお世話をしていただきました。また、夜の寒さなどを気にかけていただき本当にありがとうございました。

浅川武技官は実験装置やいろいろな資材に関してお世話いただき切羽詰っていたときなど本当に頼りになりました。トラブル続きであった実験装置でしたが浅川さんのおかげで無事実験を終了することができました。本当にありがとうございました。

高垣さんも基本的な論文の書き方などの指導などをしていただきありがとうございました。

ジャンさんもいろいろお世話になりました。

ジャックサニーさんはポテトチップやチョコレートをいただいたりとブレイクタイムを供給していただきありがとうございました。

山際さんにはPCに関する諸処のことやSEMの操作についてなど、未熟な私に助言をしていただき本当に感謝しております。使えない私ですがこれからも迷惑をかけることと思いますがよろしく願いいたします。

M2の橘鷹さんは、夜中最も長い時間を研究室で過ごしましたが、自分のことでも忙しい中、わからないことなどいろいろ教えていただき本当に感謝しています。いっしょに食べた吉野家の味が忘れられません。名古屋に行ってもたまには遊びに来てください。

小野さんはいつも夜中に登場して、一人で研究室にいた私の寂しさを紛らわしてくれました。「きっと小野さんはいるはず」と思うと、頑張って夜も研究室に足を運ぶことができました。

M1の原さんにも本当にお世話になりました。コンピュータに弱い私のしょーもない質問にもいつも親身になって答えていただきほんとうに助けられました。今後ものなにかとお世話になると思いますがよろしく願いいたします。

岡本さん、今度車の話を聞かせてください。

また、研究生の柴田さんには実験の手伝いや、解析、また代わりにエリオニクスについて実験を行ってくださったりと、私の研究に関わるいろいろなことに関してお手伝いをしていただき、言い尽くせないほどの感謝の念でいっぱいです。本当にありがとうございました。

同学年の山田君はいつもなにかぼやいていましたが、日野という僻地から毎日学校へ来る彼の姿に心打たれました。頑張っている彼を見ると私も頑張ろうという気

持ちになりました。また、コンピューターでわからないことをいろいろ教えてくれました。ほんとうにありがとうございました。

明神君は山田くんとともにいろいろな面で私の支えになってくれました。今回の卒論を乗り切れたのも彼らとともに頑張れたおかげだと思います。本当にありがとう。

そして、お忙しい中、たびたびにわたる実験の依頼を心よく受けてくださった(株)エリオニクス佐々木さん、土田さん、本当にありがとうございました。

能力も特に無い、特技といたら徹夜することくらいのが、こうして論文の提出にこぎつけることができたのも、ひとえに、私をとりまく人々の力に助けられたからに他ありません。皆さんのお力添えなしにこの論文が世に出ることは無かったです。言い尽くせ無いほどの感謝の気持ちをぐっところえて、これをもって私からの謝辞とさせていただきます。今後どうぞよろしく願いいたします。

著者遠影



付 録 A

A.1 ECR-200ER

A.1.1 概要

本多目的イオンシャワー装置 EIS-200ER は、気体をイオン化し、そのイオンを加速してエネルギーを与え固体表面を加工 (エッチング) する装置である。イオン銃は磁場中の電子サイクロトロン共鳴 (Electron Cyclotron Resonance : ECR) を利用した小型の ECR イオン銃で無電源放電のため均一で、長時間安定したビームが得られる。また、各種ガスをイオン化し、有効ビーム径 $\phi 20\text{mm}$ のイオンビームが最高 3KV まで加速することができる。

A.1.2 イオン銃の原理

イオン銃室内の真空 (ガス圧) を $5.0 \times 10^{-5} \sim 3.0 \times 10^{-4}\text{Torr}$ にして、そこに数百 Gauss 以上の磁場をかけ、その磁場の強さに対応する共鳴周波数のマイクロ波を導入すると、何らかの原因 (宇宙線、光、熱など) で発生した電子がマイクロ波と磁場の相互作用により電子サイクロトロン共鳴と呼ばれる回転振動を始める (図.1)。電子は回転振動しながら移動して行く間 (図.2)、多数の中性分子と激突を起こし、イオン-電子対を発生させる (図.3)。この現象がなだれ式に進み、空間は電離気体 (プラズマ) で充たされる。そこで、空間の一部に窓 (電極版) を設けて、電位勾配をつければイオンのみを引き出す事ができる (図.4)。本装置では 875 Gauss の磁場と 2.45GHz の周波数での ECR を使用している。

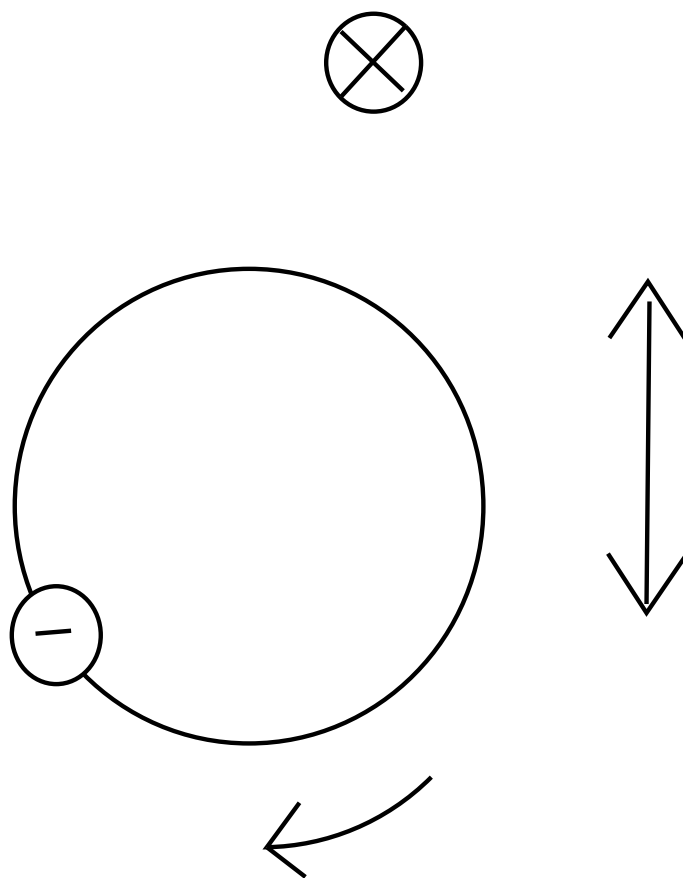


图 A.1:

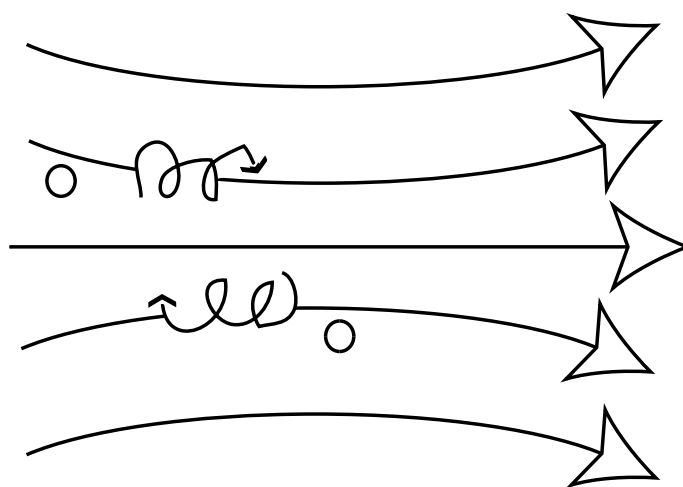


图 A.2:

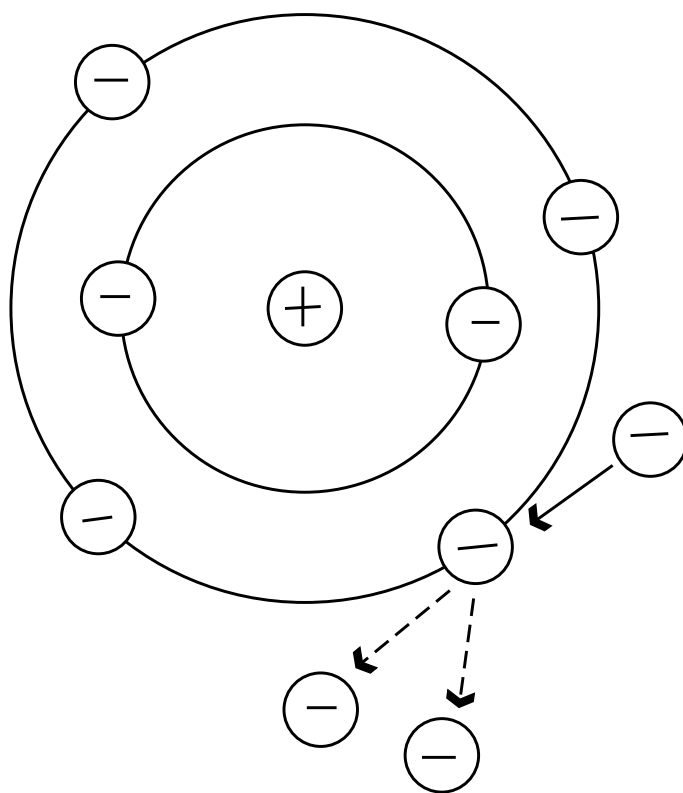


图 A.3:

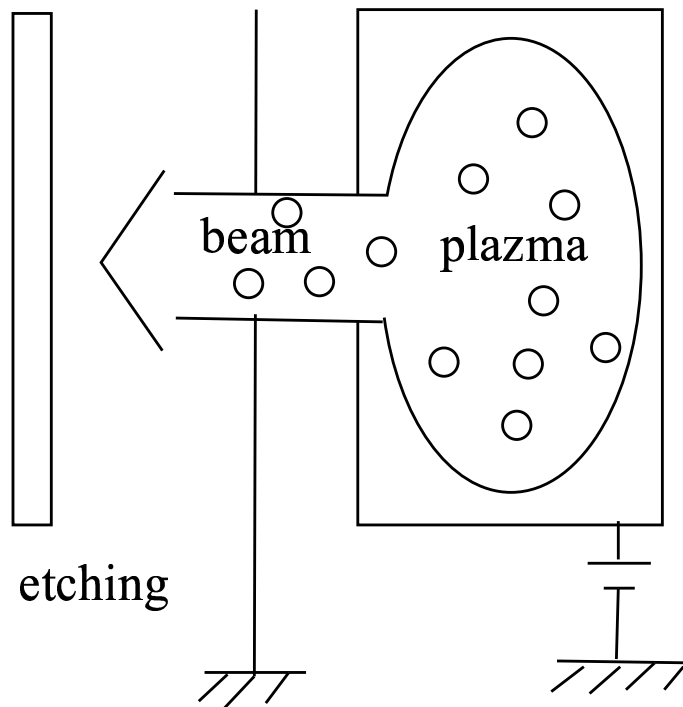


図 A.4:

subsection 仕様

仕様

- | | |
|--------------|---|
| 1. イオン銃 | 電子サイクロトロン共鳴 (ECR) 型 |
| 2. イオン化ガス | Ar, Xe 等、不活性イオン種用ガス
N_2, O_2, CCl_2, F_2 等、活性イオン種用ガス |
| 3. 加速電圧 | 100V ~ 3000V 連続可変 (出力電流 20mA: MAX) |
| 4. イオン流密度 | Ar : $1mA/cm^2$ 以上 (2KV 加速時) |
| 5. イオンビーム有効径 | ϕ 20mm (FWHM 35mm) |
| 6. イオン流安定度 | $\pm 5\%$ /h 以上 |
| 7. 到達真空度 | 3.0×10^{-6} Torr 以下 |
| 8. 動作真空度 | $5.0 \times 10^{-5} \sim 3.0 \times 10^{-4}$ Torr |
| 9. 試料寸法 | ϕ 4 インチ MAX |
| 10. 試料ステージ | X 軸 ± 20 mm 傾斜 $\phi 90^\circ$ |

寸法

1. 外形寸法 (W)1050 × (D)650 × (H)1150
2. 重量 150Kg

設置条件

1. 室温 15 ~ 30 C°
2. 湿度 RH60 % 以下
3. 所要電力 単層 AC100V ± 10 % ,2KVA,50/60Hz
4. 床面積 (W)1100 ×(D)850



図 A.5: イオンエッチング装置

A.2 スピンナー

A.2.1 概要及び機能

本装置は、300mm 口径のカップを装置し、シリコンウエハー、ガラス、ガリウム砒素ディスク、セラミック、プラスチック等の試料に対応できるマニュアルスピナーである。機能としては以下の通りである。

- 回転数 : 250rpm ~ 5000rpm
- 回転時間 : 0.1sec sin 500hrs

試料の吸着は、真空によって試料台に固定できるようになっている。また、真空なしでも回転させる事が可能である。



図 A.6: スピナー

A.3 ホットプレート

自動公転式ホットスターラーを、ホットプレートとして使用している。温度制御が精度良くできる事が特徴である。

- 温度設定範囲 : 室温+5度 ~ +150度 (試料)
- 温度精度 : $\pm 0.1 \sim 2.5$ 度
- 温度調節器 : サーミスター ON/OFF 式
- ヒーター : 400W 無段可変式
- プレート寸法 : 200×200mm
- 外形寸法 : 310×210×180Hmm
- 総重量 : 約 8.3Kg



図 A.7: ホットプレート

参考文献

- [1] 小林英男, "破壊力学", 共立出版株式会社, 1993
- [2] 市川昌弘, "構造信頼性工学", 海文堂, 1988
- [3] 横堀武夫, "材料強度学", 技報堂出版株式会社, 1955
- [4] 木原博, 岡村弘之, 板垣浩, "強度の統計的取り扱い", 培風館, 1979
- [5] 土屋智由, "微小機械構造に用いられる多結晶シリコン薄膜の引張強度評価", 電子デバイスにおける材料力学的問題に関する研究会
- [6] 土屋智由, "マイクロマシン用単結晶 Si 薄膜の引張試験", 日本機械学会第 74 期通常総会講演会講演論文集, 1997
- [7] Brian Lawn, "Fracture of Brittle Solids-Second Edition", 1993

以上

1～72 ページ 完

卒業論文

平成13年 2月9日 提出

90257 村上 隆司