

令和 2 年 5 月 29 日現在

機関番号：17701

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06059

研究課題名(和文) ナノスケールにおける異種材界面応力場の実験的・数値的研究

研究課題名(英文) Experimental and numerical studies of interfacial stress between dissimilar materials in a nano-scale area

研究代表者

池田 徹 (Ikeda, Toru)

鹿児島大学・理工学域工学系・教授

研究者番号：40243894

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：格子定数の異なる結晶の界面では、両者の格子定数の違いによる応力を緩和するためのミスフィット転位が自発的に導入される。このミスフィット転位周りの応力は、ミスフィット転位で無限大となり $1/r$  ( $r$ はミスフィット転位からの距離)の特異性をもつ。そこで、 $1/r$ の特異性にかかる係数を算出して、特異応力場の厳しさを調べることにした。Si-Ge、Si-SiGeについて、分子静力学を用いて、ミスフィット転位周りの特異応力場の強度に及ぼす、薄膜厚さの影響を調べた。その結果、Si-SiGeでは、明らかに50オングストローム以下の領域で、応力場の厳しさを示すパラメーターの減少が見られた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

Siなどの基板の上に異種結晶をCVDなどで堆積して、この薄膜結晶を電子デバイスとして使用することや、薄膜結晶によって基板結晶に引っ張り応力を加えて、電子移動度を加速するなど、異種材薄膜結晶の形成は多くの電子デバイスで利用されている。しかし、薄膜結晶と基板結晶の格子定数の違いから、異種結晶界面に大きな応力が発生し、薄膜結晶を破壊することが大きな問題になっている。本研究は、異種結晶間に生じるミスフィット転位周りの特異応力場の厳しさを定量的に解析し、薄膜結晶の破壊限界を定量的に明らかにすることにより、薄膜結晶の破壊を防ぐことで、これらのデバイスの信頼性を向上させることが期待できる。

研究成果の概要(英文)： Misfit dislocation is spontaneously introduced on the interface between dissimilar crystals which have different lattice constants to reduce the stress along the interface. Stress field around the misfit dislocation has  $1/r$  stress singularity ( $r$  is the distance from a dislocation). We calculated the stress intensity factor of the singular stress around the misfit dislocation to investigate the strength of the stress singularity quantitatively. We investigated the effect of the thickness of the thin film crystals on the singular stress field around the misfit dislocations for interfaces of Si-Ge and Si-SiGe using the molecular statics. In the case of Si-SiGe, the stress intensity factor of the singular stress around the misfit dislocation reduced with the decrease of the thickness of SiGe thin film when the thickness was less than 50 Angstrom.

研究分野：材料力学

キーワード：ミスフィット転位 特異応力場 異方性異種材界面角部 ひずみシリコン 限界薄膜厚さ

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

## 1. 研究開始当初の背景

ナノスケールのき裂先端近傍の応力場は、き裂先端の数原子より遠くでは、弾性応力場とほぼ等しいと言われているが、異種材接合界面では、ミスフィット転位などが発生するため、連続体力学で計算される応力場とは異なっている。また、申請者らは、異方性異種材接合き裂・角部の弾性応力場を詳しく調べてきた。これにより、界面強度を定量的に評価することが可能になりつつあるが、界面強度そのものを予測することはできない。界面強度そのものは、例えば結晶界面であれば、格子定数の違いにより生じる、異種材界面のナノスケールの範囲の応力場に深く関連しているものと予測される。

異種材界面と言っても、結晶界面から接着剤や樹脂による接合界面、金属の溶接部など様々である。接着剤の接合界面などは、メソスケールの構造が深く関わっているが、本研究で対象とするエピタキシャル成長膜の場合、ナノスケールの界面構造がその性質を支配していると考えられる。

エピタキシャル成長膜は、様々な電子デバイスやセンサーなどで利用されているが、目的とする薄膜形成条件は、膨大な実験による試行錯誤に頼っているのが現状である。薄膜の異種材接合界面近傍の応力・ひずみ分布は、薄膜の密着強度や機能性薄膜の特性に影響を与えるため、非常に重要な問題である。しかし、薄膜形成時に界面に発生する応力については、薄膜形成後の反りを計測したり、顕微ラマン分光法などを用いるなどの方法により、平均的な大きさを見積もる方法が一般的であり、ナノスケールの応力分布を検討した例はまだ少ない。

近年の分子計算手法の発達は、分子シミュレーションを身近なものとし、異種材界面の分子シミュレーションも数多く行われている。したがって、より定量的な評価を可能にするには、異種材結晶界面におけるミスフィット転位周りの特異応力場の挙動を詳しく調べる必要がある。

## 2. 研究の目的

申請者は、まず Si-Ge 界面の STEM 像を撮影し、GPA によってその界面付近の応力図を得る予定である。Si ウェハに Ge を分子線エピタキシー法(MBE 法:Molecular Beam Epitaxy Method)によって、エピタキシャル成長させた試験片はすでに提供していただいております。連携研究者の協力のもと九州大学超顕微解析研究センターの施設を利用して、Si-Ge 界面付近の TEM 試験片の作製と STEM 観察を行い、GPA ソフトウェアを利用して、界面付近の応力分布を測定する。

さらに、現有電子計算機を用いて、Si-Ge 界面の分子静力学計算、分子動力学計算、転位弾性論を用いた計算を行って、計測値との比較検討を行う。これにより、実際の Si-Ge 界面の応力場に近い応力場をシミュレーションする方法を開発する。

また、シミュレーション結果より、接合力を予測し、実際に薄膜のはく離試験を行って、予測した接合力と実験結果の比較を行う。はく離試験の結果より、接合力を解析するにあたっては、これまでに開発した異種材接合界面角部の特異応力場解析手法を利用する。

以上により、エピタキシャル成長膜の界面近傍の応力計測、分子シミュレーションと転位弾性論における応力分布シミュレーション、薄膜の接合力の推定手法の開発を行うことを目的とした。

## 3. 研究の方法

すでに提供を受けている MBE によってエピタキシャル成長させた Si-Ge 界面の STEM 画像を連携研究者の支援を受けて、九州大学超顕微解析研究センターのデュアルビーム FIB 試料加工装置を用いて STEM 用試験片を作製し、同センターの STEM を利用して Si-Ge 界面近傍の原

子像を取得する．その原子像を元に GPA ソフトウェアで界面近傍の応力場を計測する．

計測した試験片を分子静力学法を用いて解析する．分子静力学の結果は絶対 0 度のものであるので，常温下との応力場の違いを検証するために分子動力学法でも解析を行う．分子シミュレーションにはオープンソースソフトウェアの LAMMPS(Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator)を用いる．解析結果と計測結果を比較して，その違いを修正し，計測した応力場が，ほぼ再現できる方法を検討する．

次に転位弾性論を用いて，どの程度まで界面近傍の応力場を再現できるかを検証する．転位弾性論を用いて応力場を簡易的に推定できれば，より簡便な推算手法を提供できる．

さらに，これらの薄膜のはく離試験を行い，これまでに開発した異方性異種材接合界面角部の特異性応力場の応力拡大係数解析手法を用いて，はく離強度の定量的評価を行う．この手法を，上記の分子シミュレーション手法の結果にも適用して，実験と計算のはく離強度の比較を行う．

#### 4．研究成果

当初，すでに提供を受けていた Si 結晶の上に SiGe をエピタキシャル成長させた試験片の STEM 画像を撮影し，GPA によるひずみ分布の実計測を行う予定であったが，連携研究者が学内業務等で多忙を極めており，STEM 観察のサポートを受けることができなかった．九州大学の共同利用施設にある，研究方法の施設を使用するためには，連携研究者のような操作技能を有した研究者に同行してもらうしか，学外利用の場合の使用ができないため，当初の計画にあげていた実観察を行うことができなかった．

したがって，分子静力学，分子動力学，有限要素法などを使ったミスフィット転位周りの特異応力場の解析と，マクロスコーピックな異種材接合角部の特異応力場の解析手法の開発を主としておこなった．

この結果，有限要素法と異方性弾性論より求められた異種材接合界面のミスフィット転位周りの応力場は，分子静力学によって求められたミスフィット転位周りの応力場と良い一致を示した．分子動力学により，ミスフィット転位周りの応力場に与える，熱応力の影響を見ることを試みたが，ミスフィット転位周りの応力場は，格子定数の違いによる影響が圧倒的に大きく，熱応力を考慮してもほとんど変化が無いことがわかった．

分子静力学を用いた解析において，Si-Ge 界面，Si-SiGe 界面のミスフィット転位周りの  $1/r$  特異性をもった応力場の傾きを示す，一種の応力拡大係数を算出したところ，Si-SiGe 界面のミスフィット転位周りの応力場の厳しさを示す応力拡大係数が 50 オングストロームより SiGe 薄膜の厚みが薄くなった場合に低下することが定量的に解析できた．このことは，SiGe 薄膜のエピタキシャル成長膜の限界厚さの経験値と良く一致しており，本手法がより定量的な評価を提供できることがわかった．Si-Ge 界面の場合は，薄膜結晶の厚みによる違いを解析によってもとめることはできなかった．Si 上に Ge の薄膜結晶を堆積させる場合，10 原子層以下の非常に薄い結晶で Ge 結晶の破壊限界をむかえることがわかっており，数原子層の堆積層の違いは，分子静力学の計算誤差に埋没して，定量的に意味のある解析結果を得ることはできなかった．このような薄い層による影響をみるためには，弾性論を用いる方が確実であると思われるが，ミスフィット転位を有限要素法解析に直接入れるためには，ディラックのデルタ関数で示される変位条件を解析に導入する必要があるため，今後の解析手法の開発が必要である．

マクロスコーピックな異方性異種材界面角部の特異応力場の解析については，熱応力下にある完全な 3 次元異方性異種材界面角部周りの応力場の解析が可能になった．また，異方性異種材

界面角部の破壊限界と応力特異性のオーダーの間関係を解析し、異方性異種材界面角部の応力拡大係数から、き裂の相当応力拡大係数に変換する方法についての目処がついた。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Makoto Imanaka, Kiyoshi Ishii, Keisuke Hara, Toru Ikeda and Yosuke Kouno	4. 巻 85
2. 論文標題 Fatigue crack propagation rate of CFRP/aluminum adhesively bonded DCB joints with acrylic and epoxy adhesives	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 International Journal of Adhesion and Adhesives	6. 最初と最後の頁 149-156
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.06.003">https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.06.003</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 川下隼介, 七藏司優斗, 池田徹, 小金丸正明, 外園洋昭, 浅井竜彦	4. 巻 7-4
2. 論文標題 パワーモジュールにおける熱サイクル試験時の封止樹脂のはく離予測評価	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 スマートプロセス学会誌	6. 最初と最後の頁 146-153
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.7791/jspmee.7.146">https://doi.org/10.7791/jspmee.7.146</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 小金丸 正明, 長戸 翔, 内野 正和, 池田 徹	4. 巻 22-1
2. 論文標題 位相シフトサンプリングモアレ法を用いた電子パッケージのひずみ計測手法の提案	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 エレクトロニクス実装学会誌	6. 最初と最後の頁 95-102
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.5104/jiep.22.95">https://doi.org/10.5104/jiep.22.95</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Takumi Sasaki, Atsushi Yanase, Dai Okumura, Yoshiharu Kariya, Masaaki Koganemaru and Toru Ikeda	4. 巻 60-6
2. 論文標題 Measurements and FEM Analyses of strain distribution in small Sn specimens with few crystal grains	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 868-875
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.2320/matertrans.MH201808">https://doi.org/10.2320/matertrans.MH201808</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計11件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 4件）

1. 発表者名 木之瀬優孝, 池田徹, 小金丸正明
2. 発表標題 三次元異方性異種材界面角部と二次元異方性異種材界面角部における特異性応力場の互換性の検証
3. 学会等名 日本機械学会M&M2018材料力学カンファレンス
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 城ノ下航, 定松直, 小金丸正明, 池田徹
2. 発表標題 ナノスケールにおけるミスフィット転位が存在する異種材界面近傍の応力場評価
3. 学会等名 日本機械学会M&M2018材料力学カンファレンス
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Toru Ikeda, Yuji Koga, Yusuke Taguchi, Masaaki Koganemaru
2. 発表標題 Evaluation of scalar parameters of asymptotic solution of the singular stress field around a 3D interfacial corner between dissimilar materials
3. 学会等名 14th International Conference on Fracture (ICF14) (国際学会)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 Toru Ikeda
2. 発表標題 Evaluation of Interfacial Fracture in Electronic Packages
3. 学会等名 19th International Conference on Electronics Materials and Packaging (EMAP2017) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 城ノ下 航, 芝 健太, 定松 直, 小金丸 正明, 池田 徹
2. 発表標題 ナノスケールにおける Si-Ge 界面近傍のひずみ・応力場評価
3. 学会等名 日本機械学会 M&M2017材料力学カンファレンス
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 木之瀬 優孝, 古賀 裕二, 池田 徹, 小金丸 正明
2. 発表標題 H-integral による熱応力下の三次元接合角部のスカラーパラメーター解析
3. 学会等名 日本機械学会 M&M2017材料力学講演会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 Toru Ikeda, Takumi Sasaki, Atsushi Yanase, Dai Okumura, Yoshiharu Kariya and Masaaki Koganemaru
2. 発表標題 Experimental and numerical studies of strain distribution in a small Sn structure with few crystal grains
3. 学会等名 ICCES 2019 (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 池田 徹
2. 発表標題 接着継ぎ手強度に与える, 接着剤厚さの影響について
3. 学会等名 日本接着学会 研究会合同シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 中島 倫太郎, 城ノ下 航, 定松 直, 小金丸 正明, 池田 徹
2. 発表標題 ナノスケールにおける異種材界面上のミスフィット転位周りの応力場評価
3. 学会等名 日本機械学会M&M2019 材料力学カンファレンス
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 鏡 優太, 木之瀬 優考, 小金丸 正明, 池田 徹
2. 発表標題 分子静力学法を用いた異方性異種材界面角部の等価き裂強度の推定
3. 学会等名 日本機械学会M&M2019 材料力学カンファレンス
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Toru Ikeda, Yutaka Kinose, Yuji Koga and Masaaki Koganemaru
2. 発表標題 Analyses of Unified Fracture Parameters Describing the Singular Stress Around a Jointed Sharp 3D Interfacial Corner between Dissimilar Anisotropic Materials under Mechanical and Thermal Stress
3. 学会等名 APCOM 2019 (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
連携研究者	定松 直	鹿児島大学・理工学域工学系・准教授	
	(Sadamatsu Sunao)		
	(10709554)	(17701)	