

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月23日現在

機関番号：14301

研究種目：若手研究(S)

研究期間：2007～2011

課題番号：19676002

研究課題名（和文）シリコンマイクロ構造体の高信頼化に資する表面酸化反応疲労現象の解明

研究課題名（英文）Explanation of reaction layer fatigue in silicon microstructure for development of highly-reliable MEMS devices

研究代表者

土屋 智由 (TSUCHIYA TOSHIYUKI)

京都大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60378792

研究成果の概要（和文）：実用 MEMS デバイスの信頼性設計に必要なシリコンの破壊、疲労寿命モデルを得ることを目的として研究を行った。破壊について強度と(111)面の垂直応力の相関、加工荒れと強度の相関をそれぞれ明らかにした。疲労寿命はパリズ則（亀裂進展速度と応力拡大係数範囲）とワイブル分布の組み合わせによるばらつきを考慮した予測モデルとのよい一致を確認し、また、環境湿度による疲労指数の変化を見出した。また、デバイスの負荷応力評価方法として動的な顕微ラマン分光応力計測法を提案した。

研究成果の概要（英文）：To design the reliability of practical MEMS devices, the models of fracture and fatigue life of silicon micro structure have been established. For fracture, it is revealed that the vertical stress against (111) plane expresses the strength and the relationship to strength and surface morphology is clarified. For fatigue life, the prediction model based on Paris' law and Weibull distribution has been examined on various fatigue life tests and the good correlation was observed. The effect of humidity on the fatigue exponent was also shown. The new dynamic stress measurement system for Si micro resonator using micro Raman spectroscopy has been developed.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	7,700,000	2,310,000	10,010,000
2008年度	29,400,000	8,820,000	38,220,000
2009年度	26,600,000	7,980,000	34,580,000
2010年度	11,300,000	3,390,000	14,690,000
2011年度	11,300,000	3,390,000	14,690,000
総計	86,300,000	25,890,000	112,190,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学、機械材料・材料力学

キーワード：シリコン、MEMS、引張試験、疲労試験、酸化、信頼性、

## 1. 研究開始当初の背景

MEMS の研究開発により、シリコンなどのマイクロ脆性材料が機械的構造体として用いられるようになり、その機械的物性の評価および制御についての研究も注目されていた。また、デバイスの実用化にあたりこれらの MEMS/NEMS 用マイクロ・ナノ材料の

信頼性評価が求められ、強度や疲労特性の測定、評価が広く研究されていた。

MEMS の構造材料として最も広く用いられているシリコンはその高い比弾性率が注目されている一方で脆性材料であるがために強度、疲労の問題が早くから指摘されている。90年代前半から多数の研究者が薄膜の強

度評価法の開発、測定を行ってきている。さらに、疲労特性についても研究がすすみ、表面自然酸化膜が繰り返し応力により成長するとともにこの酸化膜中に亀裂が生成し、この亀裂を通じて自然酸化膜が成長するというプロセスを繰り返して、最終的にその亀裂がある臨界長さに達すると破壊するというメカニズムが提案されている。

研究代表者は多結晶シリコン微細構造体を有するセンサデバイスの研究開発を通じて、早くからマイクロ材料の機械的特性の測定的重要性について着目し、マイクロ材料に適した新たな引張試験方法を提案し、これを用いて幅広いマイクロ材料の機械的物性を測定してきた。

## 2. 研究の目的

本研究では、静電チャックを用いた薄膜引張試験方法による高温、高湿度などの様々な環境での引張疲労試験とデバイス構造を簡略化した静電駆動型振動子の共振振動疲労試験を用いて、シリコンの機械的材料としての信頼性を明らかにする。特に、信頼性が湿度に影響を受けることから表面の酸化に着目し、そのメカニズムを解明する。もって、実用化が進む微小電気機械システム (MEMS) デバイスに機械構造体として用いられるシリコンの機械的信頼性を明らかにし、より高信頼、高性能な MEMS の実現に寄与する。

## 3. 研究の方法

### (1) 薄膜引張試験/疲労試験装置の開発

薄膜に適した静電チャック方式(図 1)を適用することで、コンパクトな各種特殊環境下での試験装置を実現する。真空中、高温用、高湿度環境での引張、引張疲労試験装置を製作した。

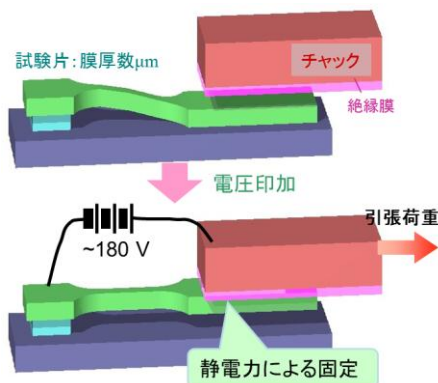


図1 静電チャック：静電力を垂直抗力として摩擦で把持する

(2) 単結晶シリコンの引張試験、引張荷重疲労試験：大学内の設備で製作、あるいは MEMS ファウンダリに依頼して製作した単結晶シリコン試験片に対して、真空中、高温（～600℃）、湿度制御下（25～90%RH）で引張試験、

引張疲労試験を行った。また、シリコンの破壊/疲労のメカニズムを検討するため、破壊の起点となるエッチング加工面の表面状態が異なる試験片や、切欠きを形成した試験片、さらに表面を酸化した試験片に対する引張試験を行い、その強度や破壊状態を評価した。

### (3) 共振振動を用いた高サイクル疲労試験

単軸引張荷重の疲労試験では繰り返し周波数が 100Hz 以下で、 $10^6$  回程度の疲労試験を行った。しかし、デバイスの信頼性を保証し、 $10^{10} \sim 10^{12}$  回の超高サイクル疲労特性を明らかにするために新たな手法が必要であった。そこで、静電型振動子を大振幅で長期間共振振動させる方法で、超高サイクルの疲労試験を行った。自励振回路と一定振幅制御回路で安定に長期間共振振動疲労試験を行う。結晶方位の異なる単結晶シリコン振動子を作製し、結晶方位の依存性と試験環境の依存性を評価した。

## 4. 研究成果

### (1) 単結晶シリコンの引張試験

① 赤外線放射加熱を用いた高温薄膜引張試験装置を製作し、従来問題になっていた試験片部の温度分布を 60℃ から 20℃ 以下に改善した。この装置を用いて、600℃ で引張試験を実施した。平均強度は室温での 3.3GPa から 600℃ で 2.7GPa に低下したが、ばらつきはほとんど変化しなかった。ひずみ 1% 程度で塑性変形していると思われる荷重 - 伸び曲線を得た。破断面を観察したところ(図 2)、破断面は (110) と (111) 面で構成され、(111) 面に平行にすべり面が観察された。

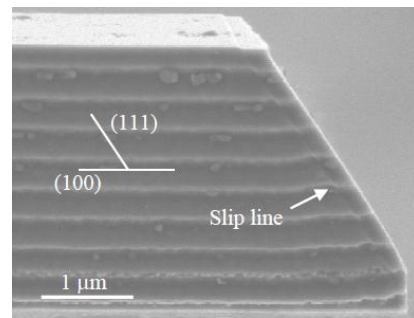


図2 600℃で引張試験した単結晶シリコンの破断面

② 単結晶シリコンの表面層に形成される酸化膜層が試験片の破壊挙動に与える影響を評価するため、作製した試験片を酸化処理し、既知の膜厚の酸化膜層を有する試験片を作製し、引張試験を行った。強度（破断ひずみ）の変化は有意な変化が得られなかった。破断面観察によると破壊の起点が表面から、界面、さらにはシリコン試験片の内部に変化することを見出した。これは、試験片の酸化処理による酸素析出欠陥の形成に起因するものと推察している。

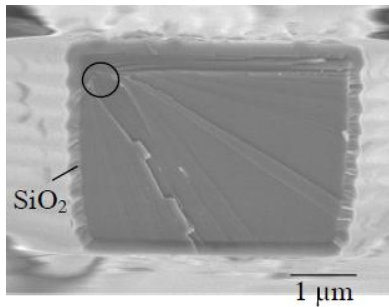


図3 表面を酸化した単結晶シリコンの引張試験破断面。○印が破壊の起点

③単結晶シリコンの破壊挙動を理解するために同一の(110)シリコンウエハ上に試験片長手方向が<111>, <110>, <100>方位の切欠付き引張試験片を作製し、強度評価を行った。(図4)

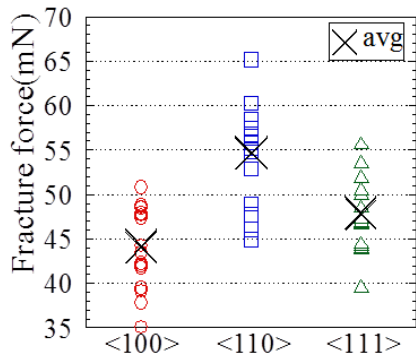


図4 切欠き付き単結晶シリコン試験片の破断荷重の結晶方位依存性

破断荷重は<110>試験片が他よりも高い。また、破断面を観察するとすべて(111)面で破壊が開始していることが確認できた。また、<110>試験片では切り欠きの先端でない位置から破壊していることがわかった。(図5)

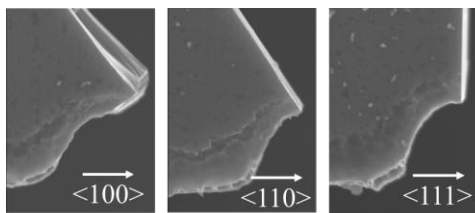


図5 切欠き付き単結晶シリコン試験片の破断面。結晶方位による破壊様式の差異

破断面の面方位を考慮し、破壊が(111)面の垂直応力で支配されると仮定して、切欠き表面での応力を有限要素解析によって評価した。(111)面の垂直応力は<110>試験片では破壊の起点に対応した位置で最大となることが分かった。また、切欠き表面上の応力分布を考慮してワイブル統計解析をした

ところ<111>、<110>試験片の強度が単一のワイブル分布のパラメータでよく表現できることが確認された。これは上記の仮定、破壊が(111)面の垂直応力で説明できることを確認したといえる。

④単結晶シリコンの破壊の起点が試験片の表面、特にドライエッチングで形成される側面にある。この加工による表面形態の影響を評価するために、試験片の形状を加工するプロセスの条件が異なり、結果として加工面の荒さが大きく異なる試験片(切欠きなし)について引張試験を行った。得られた引張強度の平均値は加工状態によって2倍の範囲に分布した。(図6)これに対して結晶方位による強度の差異は小さく、また、加工状態によってそれらの傾向は大きく異なっていた。

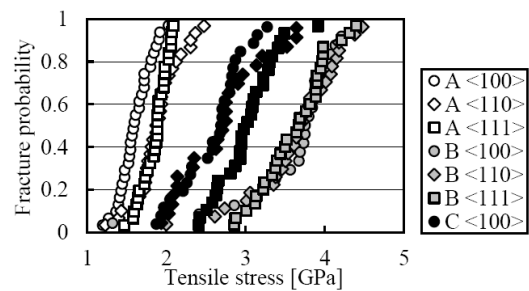


図6 加工状態の異なる単結晶シリコン試験片の引張強度の結晶方位依存性

図7は加工状態のもっともよく、強度が高い試験片Cの破断面である。すべての試験片で(111)面の破断面が支配的である。ただし、<110>試験片のみ破壊の初期は(110)面が観察されている。破壊は試験片の上面の角部に形成された加工による切欠き状の荒れであり、この寸法と強度の相関を(111)試験片で調べたところ強度が切欠き寸法の平方根に反比例する関係が得られた。

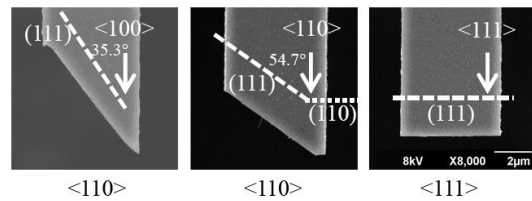


図7 単結晶シリコン引張試験片の破断面

(2)引張荷重疲労試験

雰囲気湿度制御可能な引張試験装置を用い、低湿度～高湿度領域における単結晶シリコン試験片の引張疲労試験を実施した。その結果、特に露点に近い高湿度(85～90%RH)において、疲労強度、疲労寿命の低下が観察された。(図8)この段階では試験片の加工条件があまりよくなく、初期強度のばらつきが大きいため、統計的な解析は困難であった。

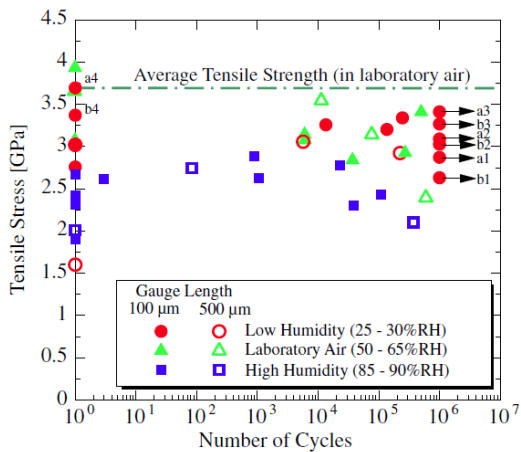


図 8 単結晶シリコンの疲労強度の環境湿度依存性

### (3) 共振振動疲労試験

デバイス構造の信頼性試験手法として、扇形静電駆動単結晶シリコン振動子の共振振動疲労試験を行った。自励振回路を採用し、最大 8 個の試験片を並列で試験可能なシステムにより、振動疲労特性を評価した。

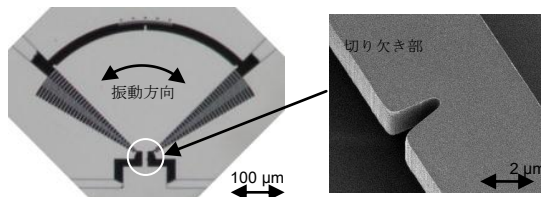


図 9 共振振動疲労試験用静電駆動共振振動子

#### ① 疲労寿命測定

(100)ウエハから作製した<110>、<100>梁構造の曲げ振動疲労試験を行った。試験片の作製において、加工による荒れを最小限にするように作製したとことばらつきが小さく、比較的少数の試験片でも統計解析が可能であることが明らかになった。湿度を 25%RH と 50%RH に変えて測定し、疲労寿命におよぼす湿度の影響を評価した。高湿度での低下ほどの変化ではないが、S-N 曲線の傾きに有意な差を認めた。結晶方位により、疲労寿命が大きく異なることを見出した。<100>方位の振動子は<110>に比べて約 1.6 倍の高い疲労強度(変位角)を持っていた。これは結晶方位による効果と弾性率の異方性による効果に起因するものと理解される。

#### ② 低サイクル寿命試験

本手法による一定振幅疲労試験は共振周波数 40kHz 程度の共振振動を用いるために  $10^4$  回以下の比較的低い繰り返し回数の試験を行うことが困難である。これは後述する疲労寿命モデルの確認のためには問題であった。そこで、共振振動で振幅を増大させる疲労試験を適用した。このとき、振幅制御回路

の設定値を緩やかに増大させる方法とスタート時に過大な振幅に設定し、比較的急速に増大させる 2 種類の方法で行った。一定振幅の疲労試験と合わせて結果を図 10 に示す。

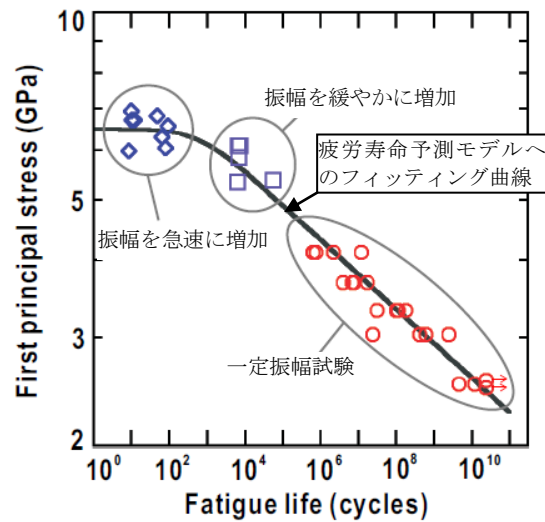


図 10 単結晶シリコンの S-N 曲線

#### ③ 寿命のモデリング

図 10 に示すように単結晶シリコンの S-N 曲線は  $10^3$  回程度まで強度がほとんど低下していない領域があり、その後ほぼ一定の傾きで強度が低下する結果を得ている。これを微小な亀裂が繰り返し荷重によって成長する亀裂進展モデルとよく一致することを確認した(図 10 中のフィッティング曲線)

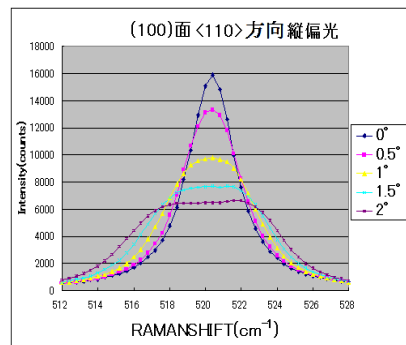


図 11 共振振動している単結晶シリコン MEMS 構造の顕微ラマン分光による応力測定

#### ④ 顕微ラマン分光を用いたメカニズム検討

単結晶シリコンの引張荷重疲労試験片や共振振動疲労試験用振動子の印加応力の非接触測定法として、顕微ラマン分光装置を導入し、試験中のその場観察を試みた。まず、共振振動している扇形振動子の応力集中部に連続励起光を照射して、単結晶シリコンのラマンスペクトルに振動振幅に対応したスペクトルの広がりを観察した(図 11)。これらは単結晶シリコンの応力印加によるラマンシフトの変化でよく説明でき、その場応力評価

に用いることができることを確認した。図 12 はスペクトル幅の切欠き周辺マッピングであり、切欠き周辺での応力集中と、結晶方位による切欠き周辺での応力の非対称を表している。

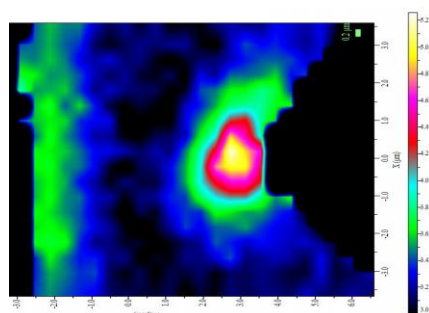


図 12 共振振動中の単結晶シリコン MEMS 構造局所応力分布

さらに、時間分解応力測定を目指して、パルスレーザや MEMS 光チョップによる励起光の変調を試みており、MEMS 光チョップを顕微ラマン分光装置に組み込んだシステムでの応力測定の可能性を示した。

#### 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 17 件)

① 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、電気学会センサ・マイクロマシン部門誌、Vol. 132-E, No. 9, accepted (2012). 査読有

② T. Ikehara, T. Tsuchiya, Measurement of anisotropic fatigue life in micrometre-scale single-crystal silicon specimens, Micro & Nano Letters, Vol. 5 No. 1, pp. 49-52 (2010). 査読有

DOI: 10.1049/mnl.2009.0073

③ T. Tsuchiya, Y. Yamaji, K. Sugano, O. Tabata, Tensile and Tensile-Mode Fatigue Testing of Microscale Specimens in Constant Humidity Environment, Experimental Mechanics, Vol. 50 No.4, pp.509-516 (2010). 査読有

DOI: 10.1007/s11340-009-9258-1

④ T. Tsuchiya, T. Ikeda, A. Tsunematsu, K. Sugano, O. Tabata, Tensile Testing of Single Crystal Silicon Thin Films at 600°C Using IR Heating, Sensors and Materials, Vol. 22 No. 1 pp. 1-12 (2010). 査読有

⑤ T. Ikehara, T. Tsuchiya, High-cycle fatigue of micromachined single-crystal silicon measured using high-resolution patterned specimens, Journal of Micromechanics and Microengineering Vol.

18, No.7, 075004 (2008). 査読有

DOI:10.1088/0960-1317/18/7/075004

〔学会発表〕(計 31 件)

① K. Miyamoto, K. Sugano, T. Tsuchiya, O. Tabata, Effect of Surface Oxide Layer on Mechanical Properties of Single Crystalline Silicon, Material Research Society Meeting, Boston, MA, Nov. 25-30, 2007, DD2.3, (Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 1052) 査読有

〔図書〕(計 3 件)

① 佐藤 一雄、土屋智由、シリコンの破壊と疲労(第 1 編 第 12 章 3 節) 服部敏雄他編：破壊力学大系、エヌ・ティー・エス、東京、2012、p. 211-219.

〔その他〕

ホームページ

<http://www.nms.me.kyoto-u.ac.jp/wiki/?SiFatigue>

#### 6. 研究組織

(1) 研究代表者

土屋 智由 (TOSHIYUKI TSUCHIYA)

京都大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60378792

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし

(4) 研究協力者

池原 毅 (TSUYOSHI IKEHARA)

(独)産業技術総合研究所・主任研究員

研究者番号：10344102