

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 3 日現在

機関番号：13903

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360054

研究課題名(和文) 透過電子顕微鏡中共振圧縮疲労試験によるシリコンの疲労プロセスのその場観察

研究課題名(英文) In-situ TEM observation of silicon fatigue process using resonance compressive fatigue test

研究代表者

神谷 庄司(Kamiya, Shoji)

名古屋工業大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00204628

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,300,000円、(間接経費) 4,290,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、シリコンの疲労メカニズムを解明するため、TEM 内で疲労試験を実施し初期欠陥から疲労破壊に至るまでのプロセスを直視することを目的とした。櫛歯型アクチュエータを援用した圧縮・引張試験デバイスをSOI-MEMS技術により製作した。真空環境下でテスト構造に駆動電圧を印加し動作を確認した。応力比を任意に制御した疲労試験のため、ロードセル、 piezoアクチュエータ、静電プローブを組み込んだTEMホルダを開発した。繰返し圧縮荷重によりシリコン結晶内部の再結合中心となる欠陥集積を電子線誘起電流イメージングで確認し、本欠陥がシリコンの破壊強度の低下に深く関連することを見出した。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study is to observe directly silicon fatigue process from initial defect to fatigue fracture by in-situ TEM fatigue test for surveying the fatigue mechanism. Compressive-tensile test device with comb drive actuator was fabricated using SOI-MEMS technologies. TEG (test element group) device was electrically actuated by applying voltage under vacuum environment. For fatigue test with controlled stress ratio, TEM holder was developed by assembling a load cell, piezo actuator, and electrostatic probe. Under cyclic compressive load, accumulation of recombination defect was observed using electron beam induced current imaging. It was found that this defect was deeply related with decrease in fracture strength of silicon.

研究分野：機械工学

科研費の分科・細目：機械材料・材料力学

キーワード：シリコン MEMS 疲労試験 圧縮応力 TEM その場観察

1. 研究開始当初の背景

微小電子機械システム (Micro Electro-Mechanical Systems: MEMS) は現在急速に市場規模を拡大しており、次世代ユビキタスネットワーク社会の分散型マイクロセンサ・エネルギーデバイスのコアテクノロジーとして期待されている。構造材料として MEMS で多用されるシリコンは典型的な脆性材料であるが、従来の機械工学では予想し得なかった疲労破壊の事実が近年いくつも報告されている。MEMS には高周波数で繰り返し動作する機構も多く、医療用インプラントデバイスや航空宇宙用等、高信頼性を要求されるアプリケーションにおいては長期信頼性の定量評価が不可欠である。しかし金属材料の疲労に関する膨大な知識の蓄積に対してシリコンの疲労機構は全く不明であり、大きなばらつきのために疲労試験そのものすらむずかしいレベルとどまっている。環境中の水分で疲労寿命が著しく短くなることはよく知られており、湿潤空气中で疲労破壊した試験片の透過電子顕微鏡 (TEM) 観察を行って応力集中部で表面酸化膜が厚くなっている領域が見出されたことで、疲労は表面の酸化に起因すると一度は結論付けられた。しかし同様の報告はその後一切なされていない。一方、最近になって疲労寿命分布が金属の疲労き裂進展則であるパリス則に従うという解析結果や、シリコンの転位が常温でも容易に運動し得ることを示唆する観察結果が、相次いで報告されている。これらの損傷の観察には TEM が最大限の威力を発揮しているが、いずれも破断後の結果観察であり、破断の原因とそこへの過程を追及する観察は世界的にも例がなく、シリコンの疲労機構の真相は未だ闇の中にある。

2. 研究の目的

本研究では、TEM 内でシリコンの疲労試験を実施することで、世界に先駆けて初期欠陥から疲労破壊に至るまでのプロセスの真の姿を直視することを目的とする。これにより基本的疲労機構を解明し、応力状態と環境の変化に対する欠陥の応答を定量的に把握すれば、限られた実験結果のパリス則による盲目的記述から飛躍して、一般条件下の疲労寿命分布を初期強度分布から推定する手法を構築し得る。

3. 研究の方法

(1) TEM ホルダに搭載でき、かつ任意の応力比を制御可能な微小材料試験装置を設計し、これを MEMS 技術により製作した。本デバイスを駆動させるための TEM ホルダの開発を合わせて行った。
(2) シリコンの疲労プロセスには圧縮応力による損傷蓄積が強く示唆されている。これを受けて、圧縮疲労試験を実施し、サイクル数に伴う損傷蓄積過程を電子線誘起電流 (EBIC) により観察した。

(3) 圧縮疲労試験したシリコンの強度試験を行い、残存引張強度を評価し、初期強度との比較を行った。

(4) 疲労試験した試験片の TEM 観察を実施し、疲労プロセスで集積される欠陥の種類について検討した。またシリコンの疲労プロセスについて議論した。

4. 研究成果

(1) TEM 内疲労試験を目的とした共振デバイスおよびデバイス駆動のための TEM ホルダの開発

疲労試験デバイスの概要を図 1 に示す。本デバイスは板バネで支持された可動マスを櫛歯型静電アクチュエータで共振振動させることで、試験片に繰り返し荷重を負荷する機構となっている。試験片はデバイスとは独立して作製し、FIB (Focus ion beam) のデポジションによりデバイスの任意の位置に接合する。

MEMS 技術を用いてデバイス構造体を SOI 基板 (Device layer: 200 μm , Buried oxide layer: 2 μm , Handle layer: 300 μm) により製作した。製作手順は以下の通り。1) シリコン構造体を深堀エッチングで作製するため、そのマスク材として基板の両面にシリコン酸化膜を 1 μm 形成 (パイロジェニック酸化) する。2) 活性層に HMDS とレジスト (AZ1500 38cp) をスピコート (1st step: 500 rpm 10 sec, 2st step: 2000 rpm 30 sec, 膜厚 3.5 μm) した。3) プリベーク後 (90°C, 3 min)、レジストをパターンニングするため露光 (ズース・マイクロテック MA6, 9sec、紫外線照度: 10.6 mW/cm^2) と現像 (AZ300MIF デベロッパ, 60sec) を行った。4) その後、ポストベーク (120°C, 3 min) を行い BHF (HF:NH₄F=1:5) により酸化膜をエッチングした。5) 高真空グリスを用いて試料をマウント用基板に貼りつけ、DRIE 装置 (Etching rate: 1.14 $\mu\text{m}/\text{cycle}$) によりシリコンの深堀エッチングを行い、疲労試験用デバイスの構造体を形成した。6) 再度、支持層側に再度リソグラフィと DRIE 加工を行い、スルーホールを形成した。7) 最後にフッ酸により中間酸化膜をエッチングし、構造体をリリースした。製作した疲労試験デバイスを図 2 に示す。テスト構造 (TEG) を用いてアクチュエータの動作実験を行い、真空環境下で電圧を印加しアクチュエータが駆動することを確認した。

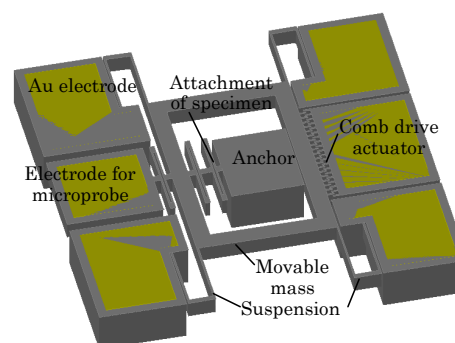


図 1 疲労試験デバイスの概要

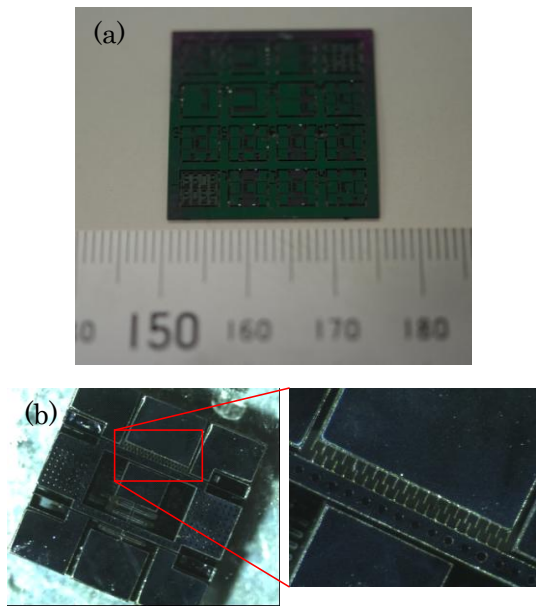
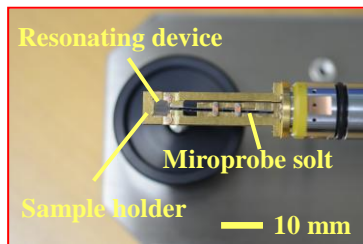


図2 製作した共振デバイス：(a) 種々の試験デバイス、(b) 光学顕微鏡写真



Assembled specimen stage with device

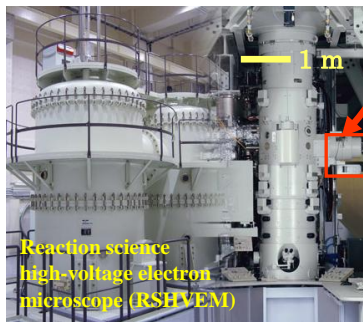


図3 開発した TEM ホルダと超高压電子顕微鏡

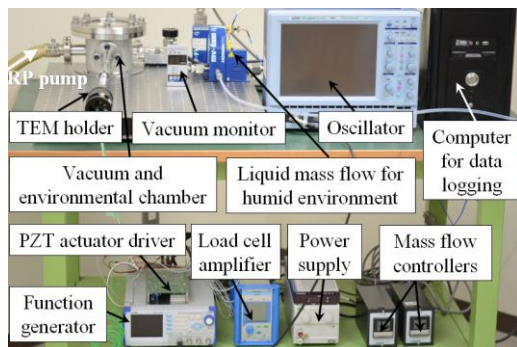


図4 TEM 環境下を模擬した外部試験装置

次に、任意の応力比の疲労試験を目的として、平衡点シフト用の静電マイクロプローブを設計・製作した。図3、図4に示すように、TEM 環境下での試験を想定し、TEM ホルダ、ロータリーポンプ、ピラニ真空ゲージ、酸素・水素・窒素ガスラインを組み込んだ外部試験装置を設計・製作した。

(2) 圧縮疲労試験と EBIC 観察

図5に本実験の模式図を示す。試験片は p 型単結晶シリコンウェハ(面方位:(001), 抵抗率:10~20 ohm cm)を用い、これを 0.3mm×50mm の短冊状にダイシングして作製した。本試験片には疲労試験時の応力集中源として楕円形状の溝が設計されており、図5に示す固定端から 1mm 離れた位置に深掘り反応性イオンエッチング (Deep Reactive Ion Etching, DRIE) によって形成した。また EBIC 観察のため、表面にはイオン注入による p-n 接合と Au 蒸着したオーミック電極を設けた。

次に、片持ち支持した供試体をマイクロメータヘッドにより荷重を負荷することで静的引張試験を実施した。試験で得られた破断時の変位を ABAQUS の異方性弾性モデルを用いた FEM 解析に適用し、楕円溝にかかる応力を算出した。これより、本試験片の楕円溝長軸端にかかる [110] 方向の平均破壊応力は 2.57GPa であった。圧縮疲労試験は 80 °C、RH80% の環境下において周波数 20Hz、サイクル数が $1.0 \times 10^6 \sim 1.0 \times 10^7$ に達するまで行った。楕円溝の長軸端付近にかかる最大繰り返し応力は、静的試験による平均破壊応力の 88% の 2.26GPa になるように設定した。

シリコンの疲労破壊には転位との関与が予測されているにも関わらず、疲労破壊後に転位の形跡が TEM 観察により確認された例はない。このことは転位よりも微細な欠陥が疲労破壊へ影響する可能性を示唆している。そこで本実験では、半導体内の結晶欠陥を電気的性質の変化により評価する観察手法の EBIC を用いて繰り返し荷重を受ける試験片の疲労損傷過程の観察を試みた。

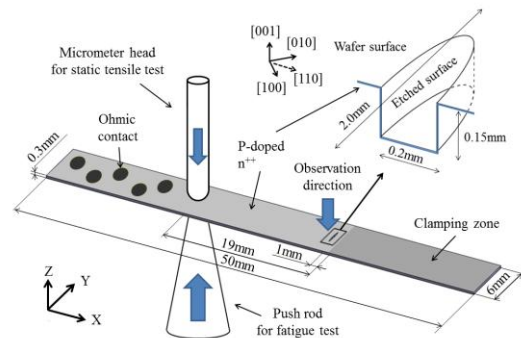


図5 圧縮疲労試験に用いた試験片

本観察では、SEM 中の加速電圧 30keV の電子線が p-n 接合面に侵入することで表面からの深さ約 10 μ m までの領域の電氣的性質に関する情報が得られている。疲労試験過程における楕円溝長軸端の EBIC 像と二次電子像 (Secondary Electron Image, SEI) を図 5 に示す。図 5(a)-(c)は楕円溝長軸端の疲労試験過程における EBIC 像であり、疲労試験前、3 \times 10⁶ サイクル、9 \times 10⁶ サイクル時に撮影した画像である。図 5(d)-(f)は EBIC 像と同サイクル数に撮影された SEI であり、SEI の長軸端と同位置を EBIC 像に破線として示した。図 5(a)-(c)より、サイクル数の増加に伴い先端付近にコントラストの暗領域が増加する様子が観察された。これは EBIC 観察において再結合中心となる欠陥の領域が増加することを表わしている。さらに図 5(d)-(f)の SEI では EBIC 像で増加した暗領域に対応した変化が確認されないことから、EBIC 像のコントラストの変化は表面の変形等による欠陥ではなくシリコン結晶内部の欠陥に起因するものと推察された。

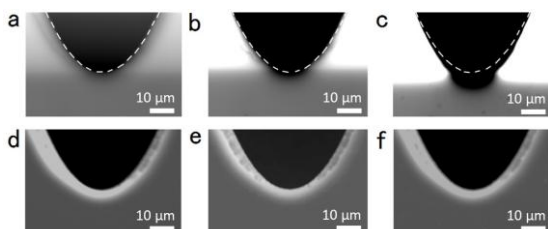


図 5 (a)-(c) 楕円溝先端の EBIC 画像、(d)-(f) 同 SEI 画像。左の画像(a), (b) は疲労前、中央(b), (c)はサイクル数 300 万回、右(c), (f) はサイクル数 900 万回。

(3) 疲労試験前後の静的引張強度の評価

疲労試験前後の静的引張試験を行った結果を図 6 に示す。横軸に静的破壊時における試験片の引張強度、縦軸に平均ランク法による累積破壊確率をそれぞれ示した。疲労試験後の静的破壊応力の平均値は 2.17GPa であり、初期の静的破壊応力の平均値である 2.57GPa と比較すると 16%の応力の低下が確認された。この強度低下の妥当性について、ノンパラメトリック法の Kolmogorov-Smirnov 検定を用いて統計的に検討した。KS 検定では、図 6 に示した疲労試験前後のデータを経験分布関数でそれぞれ整理し、2 つの強度分布が等しいという帰無仮説に対する有意確率を求めた。検定の結果として、帰無仮説は有意確率 5.3%で棄却され、この場合に対立仮説が成り立つ。また 2 つの経験分布関数より累積破壊確率の差が最大 61.9%であったことから、試験後の方がより破壊しやすいと考えられる。

これらより、繰り返し圧縮疲労試験による破壊応力の低下が確認されたことは、圧縮応力によって誘起された欠陥が疲労と関与することが強く示唆された。

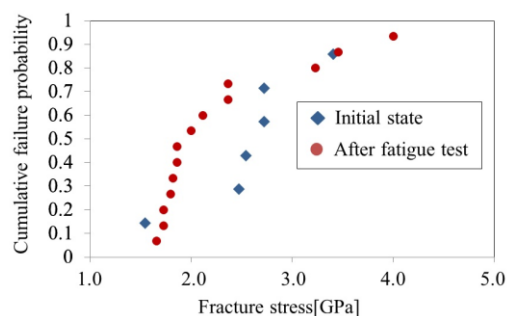


図 6 疲労試験前後の静的引張強度

(4) 疲労試験による欠陥集積の TEM 観察

EBIC で確認された欠陥の種類を特定するため、楕円溝先端から 2 μ m 厚の薄片を FIB (Focused ion beam) 加工により切り出し、TEM 観察を行った。ただし、2 μ m 厚の薄片を採用したため、100nm 以上の大きさの欠陥が観察対象となる。図 7(a), (b)に疲労試験前および 6 \times 10⁶ サイクルの繰り返し荷重を負荷した供試体から作製した薄片の TEM 像をそれぞれ示す。本観察結果から、疲労試験後の薄片には 100nm 以上に及ぶ転位のような欠陥の存在を確認することができなかった。このことは EBIC により検出された欠陥が点欠陥のように非常に微細な欠陥であり、さらにその微細な欠陥がシリコンの強度特性に大きく影響する可能性を示している。一方、80 $^{\circ}$ C、RH80%の試験環境下では、試料の表面酸化膜の膜厚に変化が生じないことも確認された。

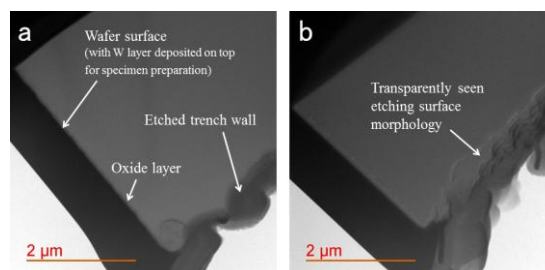


図 7 楕円溝先端の TEM 画像:(a) 疲労試験前、(b)疲労試験後

以上より、破壊応力よりも低い応力がかかる片振り圧縮疲労試験後に疲労が確認されたことで、通常の両振り疲労試験において圧縮応力による欠陥集積が強度低下をもたらし、引張応力によって破壊が生じることでシリコンの疲労寿命が決定されると考えられる。また、シリコンの疲労機構は圧縮による欠陥集積と引張による欠陥の急速な組織化で疲労破壊に至ると推察され、応力比を考慮したシリコンの疲労挙動の観察が今後の重要な課題となることが本研究により明確化された。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 4 件)

[1] S. Kamiya, T. Kita, H. Izumi, Defect accumulation and strength reduction in single crystalline silicon induced by cyclic compressive stress, Sensors and Actuators A, 査読有, 208, 2014, 30-36.

[2] V. L. Huy, S. Kamiya, K. Nagayoshi, H. Izumi, J. Gaspar, O. Paul, A prediction scheme of the static fracture strength of MEMS structures based on the characterization of damage distribution on a processed surface, Journal of Micromechanics and Microengineering, 査読有, 23, 2013, #45008.

[3] V. L. Huy, S. Kamiya, J. Gaspar, O. Paul, Statistical characterization of fracture strength and fatigue lifetime of polysilicon thin films with different stress concentration fields, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 査読有, 6, 2012, 1013-1029.

[4] V. L. Huy, J. Gaspar, O. Paul, S. Kamiya, Statistical characterization of fatigue lifetime of polysilicon thin films, Sensors and Actuators A, 査読有, 179, 2012, 251-262.

[学会発表] (計 16 件)

[1] 泉隼人、喜多俊文、田中健太郎、神谷庄司、繰り返し荷重によるシリコンの疲労損傷集積の観察、日本機械学会東海支部第 63 会総会講演会、2014. 3.18-19、名古屋市。

[2] 喜多俊文、神谷庄司、泉隼人、繰り返し圧縮応力によるシリコン単結晶中の欠陥形成と残存引張強度、日本機械学会 2013 年度年次大会、2013.9.8-11、岡山市。

[3] T. Kita, S. Kamiya, H. Izumi, EBIC observation of the defects in single crystalline silicon induced by mechanical compressive stress, The 27th International Conference on Defects in Semiconductors 2013 (ICDS2013), 21-26 July, 2013, Bologna, Italy.

[4] S. Kamiya, R. Hirai, H. Izumi, N. Umehara, T. Tokoroyama, Direct observation of damage accumulation process inside silicon under mechanical fatigue loading, The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators, and Microsystems (Transducers2013&EuroensorsXXXVII), 16-20 Jun. 2013, Barcelona, Spain.

[5] 向山諒太、泉隼人、宍戸信之、神谷庄司、単結晶シリコンの塑性特性における吸蔵水素の影響、日本機械学会東海支部第 62 会総会講演会、2013. 3.18-19、津市。

[6] 喜多俊文、神谷庄司、泉隼人、梅原徳次、野老山貴行、Vu Le Huy、小川将史、電子線誘起電流を用いた圧縮応力下におけるシリコン疲労損傷の観察、日本機械学会東海支部第 62 会総会講演会、2013. 3.18-19、津市。

[7] 平川創、泉隼人、生津資大、神谷庄司、異なる疲労機構に基づくシリコン微小構造物の寿命評価モデルの比較、日本機械学会 M&M2012 材料力学カンファレンス、2012.9.21-24、松山市。

[8] Lam Hoanson、泉隼人、神谷庄司、TEM 内疲労試験その場観察を目的とした MEMS 共振デバイスの開発、日本機械学会 2012 年度年次大会、2012.9.9-12、金沢市。

[9] Isram Md. Wahedul、泉隼人、小川将史、神谷庄司、単結晶シリコン薄膜の破壊挙動に及ぼす水と温度の影響の評価、日本機械学会 2012 年度年次大会、2012.9.9-12、金沢市。

[10] V. L. Huy, J. Gaspar, O. Paul, S. Kamiya, Estimation of the parameters determining strength and fatigue behaviors of arbitrarily-shaped polysilicon thin films, ASME2011 Pacific Rim Technical Conference & Exposition on Packaging and Integration of Electronic and Photonic Systems (InterPACK2011), 6-8 Jul. 2011, Portland, USA.

[11] 石川正芳、神谷庄司、泉隼人、宍戸信之、単結晶シリコンの疲労挙動とその環境依存性、日本機械学会 M&M2011 材料力学カンファレンス、2011.7.15-18、北九州市。

[12] 神谷庄司、土屋智由、池原毅、佐藤一雄、安藤妙子、生津資大、高島和希、異なる試験手法により得られたシリコンの疲労挙動の相互比較、第 3 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム、2011.26-27、船堀。

[13] H. Izumi, Y. Cheng, M. Ishikawa, S. Kamiya, M-T. Lin, Fracture behavior of silicon thin film under liquid water, 13th International Conference on Electronics Materials and Packaging (EMAP2011), 12-15 Dec. 2011, Kyoto.

[14] V. L. Huy, S. Kamiya, J. Gaspar, O. Paul, Identification of fatigue crack extension process in zero-tension cyclic stress test of polysilicon films, 25th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS2012), 29 Jan.- 2 Feb. 2012, Paris, France.

[15] 神谷庄司、繰り返し応力に対するシリコン MEMS 構造体の疲労寿命と信頼性評価、平成 13 年度第 10 回九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク講演会、2012 1/16、北九州市。

[16] S. Kamiya, Mysteries in fracture behavior of silicon and polysilicon micro-scale structures in various environments and under repeated loading, OKMETIC-Nagoya seminar 2012, Mar. 2 2012, Nagoya.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ

<http://microsystemreliability.web.nitech.ac.jp>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

神谷 庄司 (KAMIYA Shoji)

名古屋工業大学・工学研究科・教授

研究者番号：00204628

(2) 連携研究者

佐藤 一雄 (SATO Kazuo)

愛知工業大学・工学研究科・教授

研究者番号：30262851

中島 正博 (NAKAJIMA Masahiro)

名古屋大学・工学研究科・助教

研究者番号：80377837

泉 隼人 (IZUMI Hayato)

名古屋工業大学・工学研究科・助教

研究者番号：90578337

森谷 智一 (MORITANI Tomokazu)

名古屋工業大学・工学研究科・助教

研究者番号：50362322