

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 25 年 6 月 20 日現在

機関番号：13903

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2012

課題番号：23651137

研究課題名（和文） 生体埋込MEMS実現に向けた液中疲労試験と無限寿命ステンレスシリコンへの挑戦

研究課題名（英文） Mechanical fatigue test under liquid water toward bio-implantable MEMS structures with infinite lifetime

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

研究成果の概要（和文）：MEMS 技術を利用した医療用マイクロマシン等においては、特に生体内での使用を考慮した場合、水中を含む湿潤環境における長期信頼性の評価と向上が大きな問題となる。本研究では MEMS 構造に多用されるシリコンを対象にこれら水中および湿潤環境での強度試験および疲労試験を行い、水分の存在下における強度設計手法と、生体内の環境においても強度や疲労寿命の低下を抑制する方法論の確立とを目指した。液中疲労試験装置を開発し、これを用いて水溶液中におけるシリコンの機械特性を調査するとともに、シリコン内部の結晶欠陥を EBIC（電子線誘起電流）によって観察し、疲労過程における損傷の蓄積と環境との関係を調査した。一方、表面に吸着された水分子から解離した水素が内部に侵入し、機械特性の劣化を引起す可能性が見出されたため、その影響の一端を明らかにする実験をも実施した。さらにこれらを総合して、異なる環境に対する疲労寿命予測モデルの検討を行った。

研究成果の概要（英文）：For those structures in medical MEMS (Microelectromechanical Systems) devices, especially the case of implantable devices, evaluation and improvement of mechanical reliability under humid environment including underwater become an issue of importance. In this study, static strength test and fatigue lifetime test were carried out under wet and humid environment aiming at the establishment of strength design scheme for those silicon MEMS structures in the presence of water molecular and restraint of degradation in living body. For this purpose, static/fatigue testing system coping with liquid water environment was developed. Using this experimental setup, the fracture behavior and mechanical properties of single crystal silicon thin film was investigated under liquid water. Crystal defects in silicon were also observed using EBIC (Electron Beam Induced Current) to survey the correlation between damage accumulation process and environment during the fatigue process. On the other hands, possible deterioration of mechanical properties with proton and hydrogen dissociated from the surface water molecular and trapped in silicon crystal was investigated by using nano-indentation technique. Based on these results, prediction models for the fatigue lifetime in various environments were also surveyed.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,100,000	930,000	4,030,000

研究分野：複合新領域

科研費の分科・細目：マイクロ・ナノデバイス

キーワード：シリコン、MEMS、長期信頼性、水、環境効果

1. 研究開始当初の背景

MEMS (Microelectromechanical Systems, 微小電子機械システム)技術を利用した医療用マイクロマシンは、人体への負担が少ない低侵襲検査治療法として、今後大きな発展が期待されている。MEMSの構造材料には高硬度かつ生体に対して不活性である半導体シリコンが最も多用されている。

従来シリコンは典型的脆性材料のため疲労しないと考えられてきた。しかし、薄膜試験片に関して研究が進んだ結果、高真空中では疲労し難いが湿潤環境下では著しく疲労寿命が低下することが現在の共通認識となっている。このことから、環境中の水の存在がシリコンの強度と疲労特性に大きく影響することは明らかである。しかしながら、医療用、中でも特に生体埋込MEMSが長期間使用されるような水中での強度試験および疲労試験は、その環境がシリコンにとって過酷なものとして予測されるにもかかわらずほとんど調査されておらず、液中での環境耐久性や機械特性は一切解明されていない。とりわけ疲労破壊は、長期間にわたって人体中で機能しその故障が人命に直結する可能性のある生体埋込MEMSにとって重大な脅威であり、生体中での疲労特性解明なくして生体埋込MEMSの実用化は不可能である。

2. 研究の目的

本研究は生体内での使用で避けられない水中を含む湿潤環境での強度試験および疲労試験を行い、水分の存在下における強度設計手法と、生体内の環境においても強度や疲労寿命の低下を抑制する方法論の確立を目的とする。

3. 研究の方法

(1) 液中疲労試験装置を開発し、水溶液中でのシリコンの機械特性を明らかにする。また様々な環境条件における強度との比較を行った。

(2) シリコン内部の結晶欠陥をEBIC (Electron Beam Induced Current, 電子線誘起電流)で観察し、疲労過程における欠陥の集積と環境との関係性を評価した。

(3) 湿潤環境下におけるシリコンの疲労現象について、ガラスの標準的な応力腐食割れ(SCC, Stress Corrosion Cracking)のモデル、および金属材料の繰返し応力による疲労き裂進展に対するパリズ則のモデルを使用することにより、疲労寿命をそれぞれ定式化し、それらの計算結果と実験データとの整合性を比較・検討することで疲労メカニズムの推定を試みた。

(4) これまでに表面の水分子からシリコン結晶内部へ水素が供給されることが知られていたため、水中での特性劣化の基本的な機

構を調査すべく、高温水中に置いたシリコンの基本的な機械特性について、ナノインデンテーションにより詳細な評価を行った。

4. 研究成果

(1) 液中環境下のシリコン薄膜の強度分布

ピエゾ素子アクチュエータとロードセルからなる荷重負荷機構と、ヒータと温調器による水溶液の温度制御とを組合せ、図1に示す液中疲労試験装置を設計・試作した。試作した装置を用いて純水中でシリコン単結晶薄膜(厚さ4 μm 、幅20 μm 、長さ400 μm)の

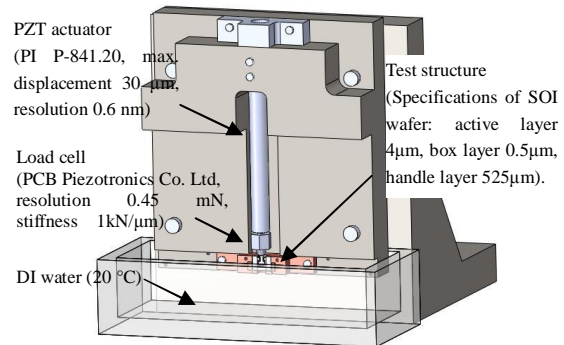


図1 液中疲労試験装置

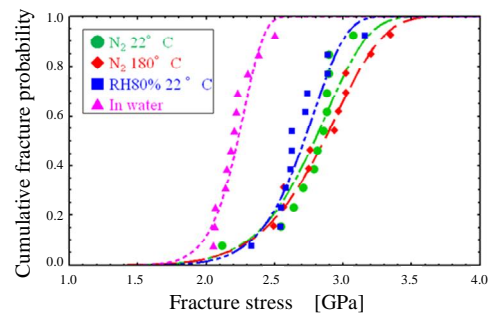


図2 異なる環境下におけるシリコンの強度分布の比較

静的強度試験を実施し、強度のばらつきを解析した。取得した実験結果を他の3種類の異なる環境下(窒素・高湿度・高温)で実施した結果と比較した様子を図2に示す。水環境下では窒素環境下に比べて静的強度が低下していることがわかる。

(2) 電子線誘起電流を用いたシリコンの疲労過程の微視観察

シリコンの疲労過程における欠陥の集積と環境との関係性をその場観察するため、図3(a)に示すようにESEM (Environmental Scanning Electron Microscope, 環境制御型電子顕微鏡)チャンバ内で疲労試験を行った。観察方法として、p-n接合を通過する電子ビームにより励起される電流(EBIC)の画像化を試みた。供試体となる微小曲げ試験片は単結晶シリコンをDRIE (Deep Reactive Ion Etching, 反応性

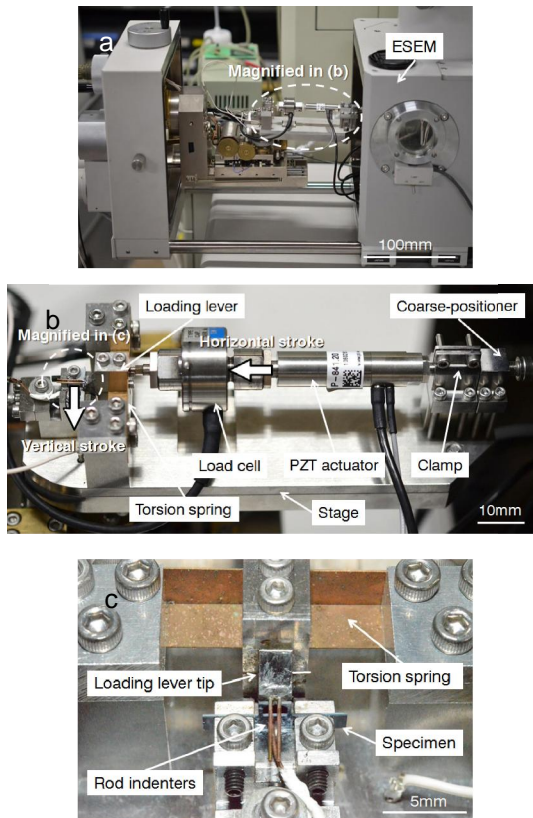


図3 ESEM 中疲労試験装置 ((a) ESEM と装置の外観、(b) 駆動部拡大、(c) 曲げ荷重負荷部の詳細

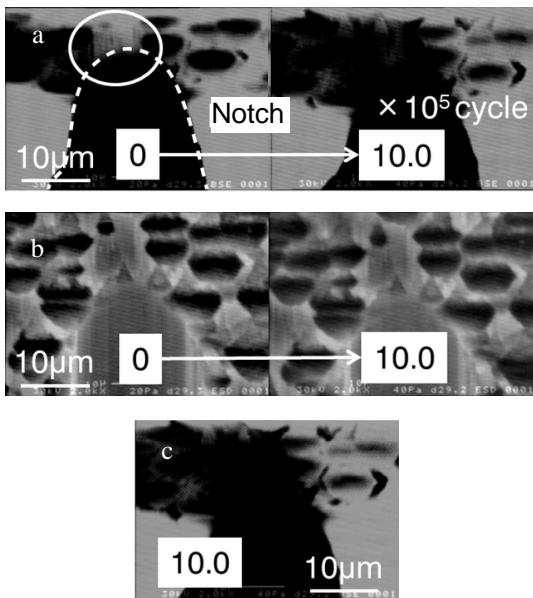


図4 疲労試験中の観察結果 ((a) 荷重負荷前と繰り返し荷重負荷後における試験片ノッチ先端部の EBIC 画像、(b) 二次電子像、(c) フッ酸処理後の EBIC 画像)

イオンエッチング) 加工することで製作し、EBIC 観察のためにエッチング面にイオンドープを行い、p-n 接合を設けた。図3 (b) および図3 (c) に示す疲労試験装置を ESEM 内

に設置し、試料のエッチング面に対して圧縮曲げ疲労負荷をかける実験実施した。

この実験の結果、図4 (a) に示すようにサイクル数の増加に伴って成長する、局所的な EBIC 画像の変化が観察された。一方、図4

(b) の SEI (Secondary electron image、二次電子像) には疲労前後で何ら変化が見られず、さらに疲労後にフッ酸で洗浄した後に得られた図4 (c) の EBIC 画像に変化がなかったことから、表面の形状や酸化膜とは無関係にシリコン内部の欠陥集積により EBIC 画像が変化していることがわかった。

(3) 応力腐食割れと転位移動とを考慮した異なる疲労寿命予測モデル

湿潤環境下におけるシリコンの疲労現象について、応力腐食割れと転位移動に基づく異なる疲労寿命予測モデルの定式化を行った。SCC の理論から予測される疲労寿命時間予測式 (式(1)) および疲労試験破壊サイクル数の予測式 (式(2)) をそれぞれ得た。

$$dt = \frac{1}{v_0} \exp(-b'\sigma\sqrt{c}) dc \quad (1)$$

$$N-1 = \frac{C_{co}}{C} \frac{2}{2-n} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{co}}\right)^{-2} \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_{co}}\right)^{2-n}\right] \quad (2)$$

これらのモデルを異なる温度と周波数における疲労試験結果に適用した。図5は時間を横軸に取って整理した疲労試験結果である。式(1)は化学反応速度論に準拠しているが、これをフィットした曲線が周波数ごとに分かち、同じ温度、湿度環境下でありながら異なる腐食反応速度を持つことを示す。つまり、これは周波数の変化で活性化エネルギーが変化することを意味しており、物理的に考えにくい結果となっている。また真空中においても高温の実験結果では疲労の傾向が見られることから、疲労のメカニズムが SCC に基づくものとは考えにくい。

図6はサイクル数を横軸に取った場合の疲労挙動であり、式(2)をフィットした結果は周波数の変化に関わらずほぼ同じ曲線として現れる。式(2)は金属の疲労を説明するパリス則から得られており、力学的条件に従ってサイクル毎に起こる転位の移動を反映するものと考えられる。これをフィットする際のパラメータ n, C が周波数に依存しないことは、シリコンの疲労もが転位移動のような力学的不可逆過程によるものであることを強く示唆している。一方、295K の大気中と 573K の真空中での結果に対する式(2)の各曲線が近い値を取ることから、疲労に対し温度の上昇と同等の影響を湿度変化が与えていることが考えられる。つまり、転位を疲労の原因とした場合、この実験結果は温度の低下に伴

う転位の移動度の低下と水分子の存在に関連した転位の移動に要する活性化エネルギーの低下が、転位移動の確率に対し等しい影響を与えているという環境の干渉効果を示唆している。

以上から、繰返し疲労試験の結果は SCC よりも転位による疲労メカニズムをより強く示唆するという結論を得た。

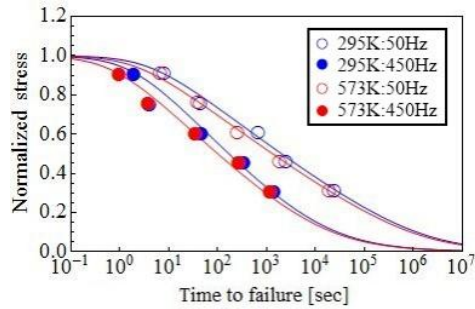


図 5 時間依存挙動として見た場合の疲労寿命分布 (式(1))

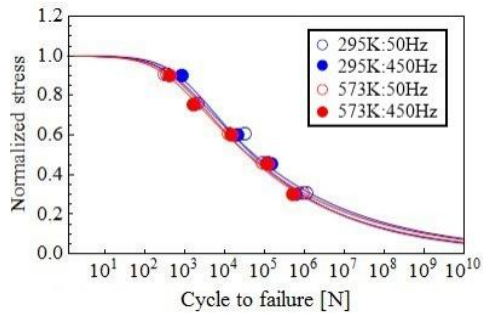
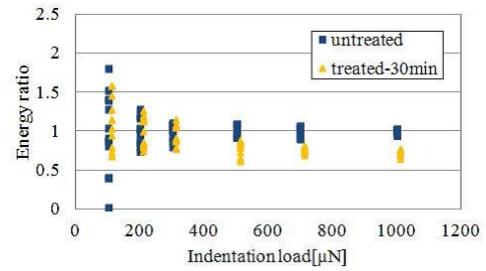


図 6 サイクル依存挙動として見た場合の疲労寿命分布 (式(2))

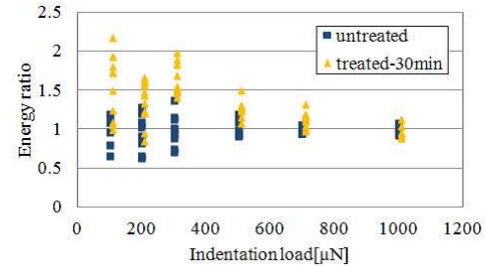
(4) シリコンの塑性特性に対する吸蔵水素の影響

3 種類の異なる抵抗率の単結晶シリコンを用いて、荷重制御によるナノインデンテーション試験を行い、吸蔵水素が塑性特性に及ぼす影響を実験的に調査した。沸騰水中に 30 分間放置する処理により、シリコンの結晶内部に水分子から解離した水素を供給した。

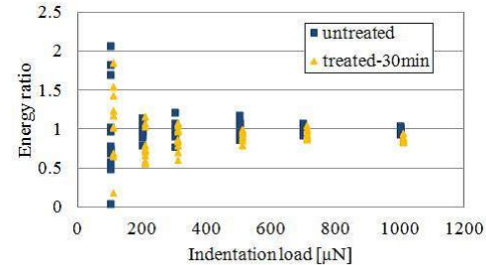
一定の負荷荷重条件下における未処理と沸騰水処理した試験片の塑性変形量を比較するため、未処理の塑性エネルギーの平均値で割り算した正規化塑性エネルギー (エネルギー比) を定義し、評価した。図 7(a)-(c) はインデント荷重を横軸に、エネルギー比を縦軸にとり、ウエハの種類ごとに実験結果をプロットしたものである。30 分間の煮沸処理条件下では、抵抗率 100~200Ωcm のウエハにおける塑性変形量の増大が最も顕著に表れた。一方、ノンドーブおよびヘビードープしたウエハでは吸蔵水素による効果が見られなかった。次に水素の拡散深さの影響を考慮するため、ヘビードープしたウエハを 8 時間煮沸処理して同様の試験を行った。長時間の煮沸処



(a) CZ wafer (0.001-0.005Ωcm), untreated and treated for 30 minutes



(b) CZ wafer (100-200Ωcm), untreated and treated for 30 minutes



(c) FZ (>20000Ωcm), untreated and treated for 30 minutes

図 7 エネルギー比とインデント荷重

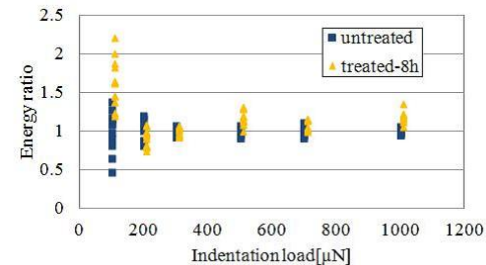


図 8 長時間煮沸処理したウエハによるエネルギー比とインデント荷重

理により、図 4 に示すように荷重 100μN で塑性変形量が顕著に増大することが確認された。

以上より、吸蔵した水素によって単結晶シリコンの塑性変形量が増大することが明らかとなった。また吸蔵水素にはドーパント (ボロン) の存在とその濃度が深く関わっていることが確認された。

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2件)

- [1] H. Izumi, R. Mukaiyama, N. Shishido, S. Kamiya, Effect of hydrogen on mechanical properties of single crystal surface, ASME InterPACK 2013, 査読有, 2013, accepted
- [2] M. Ogawa, S. Kamiya, H. Izumi, Y. Tokuda, Electronic properties of dislocations introduced mechanically at room temperature on single crystal silicon surface, Physica B, 407, 査読有, 2012, 3034-4037

〔学会発表〕(計10件)

- [1] H. Izumi, R. Mukaiyama, N. Shishido, S. Kamiya, Effect of hydrogen on mechanical properties of single crystal surface, ASME International Technical Conference & Exhibition Packaging and Integration of Electronic and Photonic Microsystems (InterPACK 2013), accepted, 2013.7.20, Burlingame, USA
- [2] 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 (Transducers 2013), accepted, 2013. 6.20, Barcelona, Spain
- [3] 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期総会講演会、2012. 3.19、津市
- [4] 喜多俊文、神谷庄司、泉隼人、梅原徳次、野老山貴行、Ve 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の疲労損傷の観察、日本機械学会東海支部第62期総会講演会、2013.3.19、津市
- [5] 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カンファレンス、2012.9.22、松山市
- [6] イスラムエムディワヘドゥル、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、2012.9.10、金沢市
- [7] 平井隆太郎、神谷庄司、泉隼人、梅原徳次、電子線誘起電流によるシリコンの疲労過程の微視観察、日本機械学会年東海支部第61期総会講演会、2012.3.16、名古屋市
- [8] H. Izumi, Y-C. Cheng, M. Ishikawa, S. Kamiya, M-T. Lin, Fracture behavior of silicon thin film under liquid water, International

Conference on Electronics Materials and Packaging (EMAP), 2011.12.14, Kyoto

- [9] Y-C. Cheng, H. Izumi, M. Ishikawa, S. Kamiya, M-T. Lin, Evaluation and comparison of fracture behavior of silicon thin films under various environmental conditions, The Japanese Society for Experimental Mechanics, 2011.8.30, Nara
- [10] M. Ogawa, S. Kamiya, H. Izumi, Y. Tokuda, Electronic properties of dislocations introduced mechanically at room temperature on single crystal silicon surface, 26th International Conference on Defects in Semiconductor (ICDS), 2011.7.21, New Zealand

〔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〕

ホームページ等

<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

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