

## 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 5 月 31 日現在

機関番号：34315  
 研究種目：若手研究（B）  
 研究期間：2011～2012  
 課題番号：23760103  
 研究課題名（和文） MEMS 技術を用いた薄膜構造材料の力学特性評価と破壊メカニズムの解明  
 研究課題名（英文） Evaluation of Mechanical Properties of Thin film Structure by Using MEMS Technology  
 研究代表者  
 安藤 妙子（ANDO TAEKO）  
 立命館大学・理工学部・准教授  
 研究者番号：70335074

## 研究成果の概要（和文）：

本研究では、マイクロ・ナノメートル領域におけるシリコン単結晶の破壊特性に影響を及ぼす要因を明らかにすることを目的としている。そのため、マイクロ・ナノスケール試料のための引張試験用マイクロデバイスの開発を行った。B と Ge が不純物として同時添加されたウェハにおいて、不純物濃度の異なるものを比較試料として用いた。結果、不純物濃度の上昇とともに、ヤング率・破壊応力が減少する傾向が明らかとなった。

## 研究成果の概要（英文）：

The objective of this study is to reveal the factor influencing the fracture property of single crystal silicon in micro- and nano-scale. We have developed the tensile testing device for dealing with microscale samples. Concentration of impurities (B and Ge) in three testing material were different from each other. Measured Young's modulus and fracture strength decreased with increasing the impurities concentration.

## 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	3,500,000	1,050,000	4,550,000

## 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：マイクロマシン・マイクロ材料・破壊力学・半導体材料

## 1. 研究開始当初の背景

マイクロスケールの構造体からなるマイクロマシンデバイスは、MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) と呼ばれ、単なる機械の小型化に留まらず、情報・通信から生体関係まで、機械システムの新しい応用分野を切り拓いている。現在 MEMS などの機械システムには、小型・高性能・高機能などの付加価値が必要であり、これを実現するために構成材料の物理特性を十分に理解することが重要である。したがって、優れた MEMS デバイスを開発するために、構成材料の機械的特性を初めとする物性値を、実際に使用する寸法、実際に使用する環境下で評価しなければな

らない。

MEMS 構造材料として一般的に用いられるものの一つに、シリコン単結晶がある。これまで完全な脆性材料であり疲労が起こらないと考えられてきたシリコン単結晶であるが、ナノスケールでは室温で塑性変形を起こすこと (X. Han, Adv. Mater. (2007)) や、マイクロスケールで疲労破壊を起こすこと (C. Muhlstein, J. MEMS (2001)) などが報告されている。

材料のスケールによって特性が変化するという背景のもと、報告者はこれまでマイクロスケールにおいて、MEMS 構造材料の機械特性評価を実施し、ヤング率や破壊強度、疲労強度などの計測に取り組み、以下のような

知見を得てきた。

(1) 厚さ 4  $\mu\text{m}$  のシリコン薄膜では 500  $^{\circ}\text{C}$  ですべりが発生し塑性変形が見られた。シリコンの塑性変形は、ミリメートル以上の試料では 600  $^{\circ}\text{C}$  以上でしかこれまでに報告されていない。(S. Nakao, T. Ando, et al., J. Micromech. Microeng., 16 (2006))

(2) 厚さ 4  $\mu\text{m}$  のシリコン薄膜では、70  $^{\circ}\text{C}$  で破壊靱性値が大きく上昇した。また高温で破壊した試験片には、破断面に転位が発生していることを観測した。このような脆性・延性遷移温度についても、これまでは 600  $^{\circ}\text{C}$  以上でしか報告されていない。(S. Nakao, T. Ando, et al., J. Micromech. Microeng., 18 (2008))

以上より、マイクロスケールでは変形や破壊のモードが比較的低い温度で変化することが明らかであるが、これらの現象のメカニズムについては未解明である。

## 2. 研究の目的

本研究は、マイクロ・ナノスケールにおけるシリコン単結晶薄膜の破壊現象を解明するための基礎的研究を実施し、実デバイスの設計指針として展開するための基盤となる研究を行う。具体的には以下のことを明らかにする。

(1) マイクロ・ナノスケール試料のための材料試験用マイクロデバイスを開発する。

① 100 nm～数  $\mu\text{m}$  厚さの薄膜試験片を有するシリコンチップに、試験片に荷重を加えるアクチュエータと試験片の変形量を計測するセンサを一体に組み込んだ、材料試験マイクロデバイスの設計と製作を行う。

② TEM (透過電子顕微鏡) 観察下での引張試験を可能にするために、上記マイクロデバイスを操作するための TEM ホルダを設計する。

(2) シリコン単結晶薄膜の破壊に及ぼす不純物の影響を評価する。

① 不純物の濃度が異なるシリコン単結晶についてマイクロスケールの引張試験を実施し、不純物がシリコン単結晶の破壊に及ぼす影響を系統的に調査する。

② シリコン単結晶薄膜構造体の高強度化・強靱化に及ぼす不純物の影響について考察を行う。

以上の実験・観察を系統的に実施することで、本研究終了時には、マイクロ・ナノメートルスケール領域での薄膜の破壊強度や破壊靱性を決定する要因を解明し、マイクロ・ナノ領域での破壊力学を確立していくことを最終的な目標としている

## 3. 研究の方法

(1) マイクロ・ナノスケール試料のための材料試験用マイクロデバイスを開発する。シリコンチップにアクチュエータとセンサを組み込む前に、それらが搭載されず、試験片のみ組み込まれた試験デバイスを作製する。

### ① 試験片形状設計

引張試験は材料に均一な応力を与えることが重要である。そこで、薄膜試験片により均一な応力を付加するための試験片の形状を、有限要素法を用いて解析し、最適な形状を決定する。

### ② 試験デバイスの設計

試験片を含む薄膜部分は厚さサブミクロンから数十ミクロン、長さ数百ミクロン程度になるため、試験片両端を把持して引張試験を行うことは非常に困難である。そこでこれまでに実施されてきた薄膜材料の引張試験法を参考に、マイクロマシニング技術を用いて試験片を試験デバイスに一体化する手法を用いる。有限要素解析により、形状確認を行っていく。

### ③ 作製プロセスの確立

フォトリソグラフィとドライエッチング加工を表面と裏面から行い、マイクロ引張試験デバイスの 3 次元微細構造体を実現する。

(2) シリコン単結晶薄膜の破壊に及ぼす不純物の影響を評価する。本研究では、B と Ge が同時添加されたシリコンウェハを用いる。それぞれの濃度が異なるウェハを用い、得られた機械特性の比較を行う。

① 不純物の濃度が異なるシリコン単結晶について、本研究で開発した試験デバイスを用いて引張試験を実施する。引張試験により、ヤング率・破壊応力を求め、それぞれ得られた結果の比較を行う。

② 論文調査などから、不純物と強度の関係を明確にし、高強度化・強靱化に対する不純物の影響を調べる。

## 4. 研究成果

(1) マイクロ・ナノスケール試料のための材料試験用マイクロデバイスの開発

### ① 試験片形状設計

薄膜試験片により均一な応力を付加するための試験片の形状を、有限要素法を用いて解析し、最適な形状を決定した。決定した試験片を図 1 に示す。試験部の寸法は、長さ 50  $\mu\text{m}$ 、幅 25  $\mu\text{m}$  であり、その両端に円弧形状を半径を 2 段階に設定して配置した。得られた有限要素解析の結果を図 2 に示す。円弧形状により、応力集中値が 1.02 % と非常に小さな値となり、試験部に均一な応力が付加できる形となった。

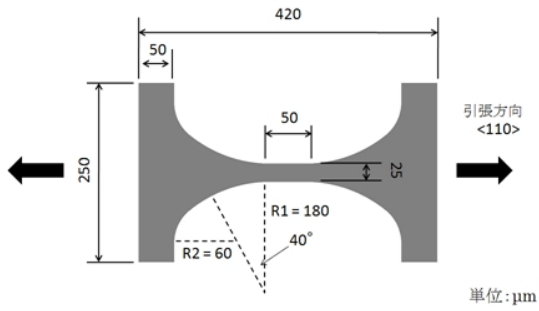


図1 試験片形状

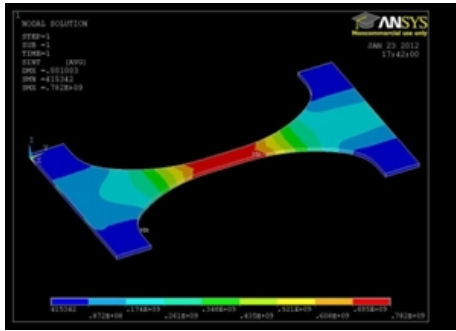


図2 試験片の応力分布解析

## ② 試験デバイスの設計

マイクロマシニング技術を用いて試験片を一体化した試験デバイスを設計し、有限要素解析により、形状確認を行った。設計したデバイスの形状を図3に示す。試験片の右側に4本のビームでフレームに固定された可動部を設けた。4本のサポートビームで支持することで可動部の平行移動をサポートし、引張試験中の試験片への曲げ応力の負荷を防いでいる。また試験片は微小で、小さな力でも壊れる恐れがあるため、ビームで固定することでプロセス中や引張試験装置へのアライメント時の試験片の破壊を防止することができる。デバイスの可動部とフレームには直径2.2mmの穴があり、この穴に固定棒を通して試験片を試験装置に固定する。また試験片に均一な応力が付加されているか確認するために、試験片、可動部、サポートビームのみのソリッドモデルを作製してANSYSを用いて有限要素解析を行った(図4)。試験部には均一に応力が負荷されており、曲げ応力はほとんどないことを確認した。



図3 試験デバイスの形状

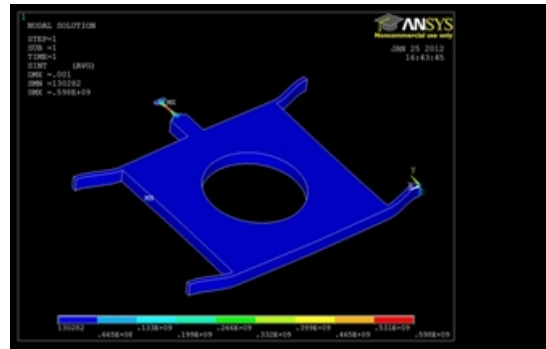


図4 試験片及び可動部の応力分布解析

## ③ 試験デバイスの作製

シリコン薄膜の引張試験デバイスは、厚さ340 μmのシリコンウエハを用いて作製した。図5に試験デバイスのプロセスフローを示す。リソグラフィとドライエッチングをウエハの両面から1回ずつ行うことで、デバイスを作製した。ドライエッチングの条件を最適化することで、裏面からの貫通エッチングにおいて、アスペクト比の高い加工が可能になった。作製したデバイスと試験片の拡大図を、図6に示す。

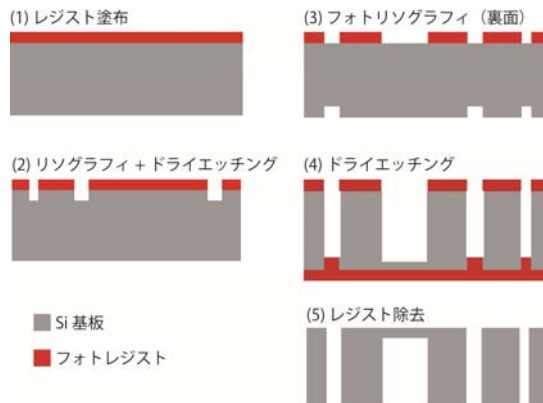


図5 作製プロセスのフロー

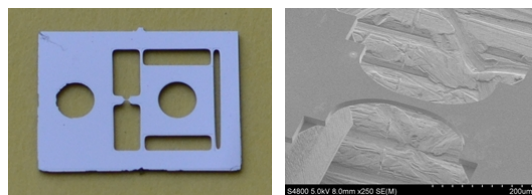


図6 作製した引張試験デバイス

(2) シリコン単結晶薄膜の破壊に及ぼす不純物の影響評価

① 不純物の影響評価

不純物の濃度が異なるシリコン単結晶について、本研究で開発した試験デバイスを用いて引張試験を実施した。本研究では、B と Ge が同時添加されたシリコンウェハを用いた。シリコンインゴットの作製には溶融したシリコンから種結晶を中心に再結晶させる CZ 法が用いられる。しかし CZ 法では、不純物の偏析係数により、融液の多い最初と融液の少ない最後の部分で不純物濃度が異なってくる。そこで、図7に示すようなインゴットのヘッド、ミドル、テイルから取り出したウェハを用い、試験デバイスを作製した。ウェハを取り出した部位における不純物濃度を表1に示す。

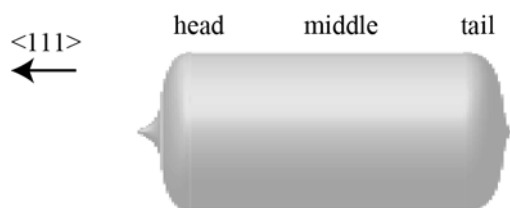


図7 シリコンインゴットにおける部位

表1 不純物濃度

部位	濃度 [atoms/cm <sup>3</sup> ]	
	B	Ge
head	4×10 <sup>18</sup>	2×10 <sup>19</sup>
middle	5×10 <sup>18</sup>	3×10 <sup>19</sup>
tail	6×10 <sup>18</sup>	4×10 <sup>19</sup>

引張試験により得られたヤング率と破壊応力をそれぞれ図8, 図9において比較した。ヤング率・破壊応力ともに、ヘッドからミドル・テイルにかけて値が減少していることがわかる。したがって、不純物濃度の上昇とともに、ヤング率・破壊応力が減少することが明らかとなった。

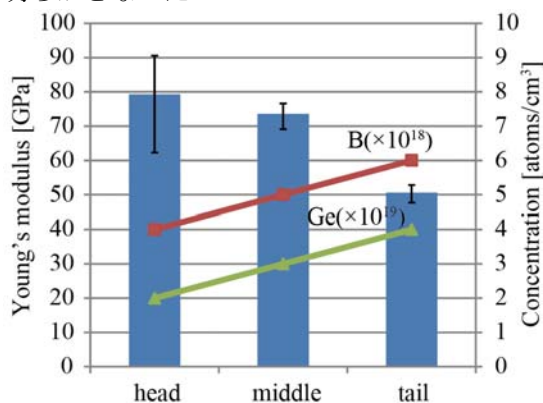


図8 測定したヤング率

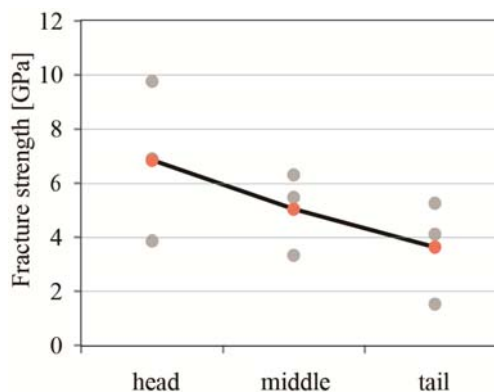


図9 測定した破壊応力

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)

[学会発表] (計2件)

- ① 発表者名：白田竜也、  
発表表題：シリコンインゴットの部位における機械特性の依存性をボロンとゲルマニウムのコドープシリコンによる評価、  
学会名等：日本機械学会 2013 年度年次大会、  
発表年月日：2013 年 9 月 8~11 日、  
発表場所：岡山大学 (岡山県)
- ② 発表者名：T. Shirata、  
発表表題：Dependence of Mechanical on Position in Silicon Ingot by Evaluating B and Ge Codoped Silicon、  
学会名等：The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems、  
発表年月日：2013 年 6 月 18 日、  
発表場所：バルセロナ (スペイン)

6. 研究組織

(1)研究代表者

安藤 妙子 (ANDO TAEKO)  
立命館大学・理工学部・准教授  
研究者番号：70335074