

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 26 日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560803

研究課題名(和文) DBTT周辺のSiシャッフル転位とグライド転位の本性と破壊靱性値の関係

研究課題名(英文) The relation between the fracture toughness value and the nature of Si shuffle and glide dislocations around DBTT

研究代表者

坂 公恭 (Saka, Hiroyasu)

名古屋大学・工学(系)研究科(研究院)・名誉教授

研究者番号：90023267

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円

研究成果の概要(和文)：Siは半導体デバイスに広く用いられている。しかし、最近、長時間、応力下で使用すると、これまでの経験では説明ができない現象が観察されている。すなわち、疲労の発現、100近傍での破壊靱性値の向上などである。これらの現象には、機械的性質を担う転位が関与しているはずである。そこで、100～400の中温度におけるジグザグ状のshuffle-set転位の本性を明らかにした。このようなshuffle-set転位の変態が破壊靱性値の向上にどのように関連しているかを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：Silicon is widely used as semiconductor devices. Recently, the phenomena which can not be explained within the known knowledge are observed under the long term load environment. Those are (1) the fatigue phenomenon, and (2) the modification of fracture toughness at around 100 degree of Celsius. These phenomena should originate in the property of dislocations which determine the mechanical properties of the material. To explain these phenomena, (1) the nature of zigzag shaped shuffle-set dislocations in the middle range of temperatures between 100 and 400 degree of Celsius, and (2) the relation between the transformation of these shuffle-set dislocations and the modification of the fracture toughness are clarified.

研究分野：材料物理学

キーワード：破壊靱性値

1. 研究開始当初の背景

Si は半導体デバイスに広く用いられている。Si は脆性材料ではあるが、機械的強度もかなり良く、微細加工法が確立されているために、MEMS (Micro Electro-Mechanical System) の重要な機械的部品としても広く利用されている。しかし、最近、長時間、応力下で使用すると、これまでの経験では説明ができない現象が観察されている。すなわち、①疲労の発現、②100°C近傍での破壊靱性値の向上などである。

これらの現象には当然、機械的性質を担う転位が関与しているはずである。しかし、用いられている Si は無転位の完全結晶であり、しかも約 600°C の DBTT (延性脆性遷移温度) 以下では基本的には転位は運動しないと考えられてきている。

しかし、高圧力下やスクラッチ、圧痕の下では DBTT 以下でも転位が活動することも知られている。さらに複雑なことには DBTT 以上の温度で活動する転位は glide-set と呼ばれる転位であるのに対して、DBTT 以下の(圧力下で活動する)転位は shuffle-set と呼ばれる転位であり、両者はその性質を全く異にしている。すなわち、

① glide-set 転位は Shockley の部分転位に分解している 不完全転位 であるのに対して、shuffle-set は分解をしていない 完全転位 である。

② glide-set 転位のパイエルス-ナバロ (P-N) の谷は $\langle 110 \rangle$ 方向を向いているのに対して、shuffle-set 転位の P-N 谷は $\langle 110 \rangle$ のほかに $\langle 112 \rangle \langle 113 \rangle$ 方向を向いている。

③ いずれの場合も、Si の共有結合性のために、P-N 谷に直線的に沿っている。ところが最近、100°C ~ 400°C の範囲でスクラッチによって導入した shuffle-set 転位がジグザグ状を呈しており、低温で導入された shuffle-set 転位と明らかな違いを示すことが発見された。これは shuffle-set 転位の P-N 力が極めて小

さい可能性があることを示唆しており、100°C 以上で観察された破壊靱性値の向上とも関係がある可能性が極めて高い。しかし、その詳細はまだ解明されていない。

2. 研究の目的

- ① 100 ~ 400°C の中温度におけるジグザグ状の shuffle-set 転位の本性を明らかにする。
- ② このような shuffle-set 転位の変態が破壊靱性値の向上にどのように関連しているか。あるいは破壊靱性値の更なる向上にどう結びつけることができるかを明らかにする。

3. 研究の方法

- ① 広い温度範囲で導入した転位について、詳細に調べる。
- ② Shuffle-set 転位についてはその形態を、glide-set 転位については SFE の温度依存性に重点を置く。
- ③ これらの結果と破壊靱性値との相関をつける。

4. 研究成果

(1) Si 中の転位の本性を以下のように同定した。

1) ステージ I : 液体窒素 ~ 300K

直線的な shuffle 転位

2) ステージ II : 300K ~ 370K

やや折れ曲がった shuffle 転位

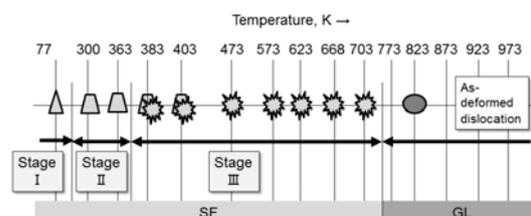
3) ステージ III : 370K ~ 750K

細かく折れ曲がった shuffle 転位

4) 750K 以上

分解した glide 転位

(図参照)。



(2) 細かく折れ曲がった shuffle 転位は 60° 転位であり、らせん転位ではない。この折れ曲がりを shuffle-glide 遷移の前駆現象と考え、らせん転位の交叉迂りが

shuffle-glide 遷移を支配する機構とは考えがたい。

(3) レーザー照射という極端条件下で Si 中に転位を導入すると、極めて特異な転位が導入されることが分った。これらの転位の本性について予備的な成果を得た。

(4) 4H-SiC 中の貫通転位の芯構造に関し、詳細な電子顕微鏡観察を行い、その構造を決定した。

半導体のエピ膜では貫通転位が種々の性能劣化を招来する。

step-control epitaxy technique 法で成長させた 4H-SiC エピ膜中の貫通転位の方向を理論的に求めた。その結果、貫通刃状・貫通らせん転位のいずれにおいても転位線はこれまで漠然と仮定されていた [0001] 軸よりずれることを示した。

(5) また、glide-set 転位の SFE の測定のために予備的に行った Cu-Al 合金において、38 年という超長時間の自然時効(室温)後に化学的相互作用(鈴木効果)が発現していることを示した。

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 7 件)

①Tomoko Okuno and Hiroyasu Saka, Electron microscope study of dislocations introduced by deformation in a Si between 77 and 873 K. J. Materials Science, (査読あり) **48**, 2013, 115-124

②Shoichi Onda, Hiroki Watanabe, Yasuo Kitoa, Hiroyuki Kondo, Hideyuki Uehigashi, Norikazu Hosokawa, Yoshiyuki Hisada, Kenji Shiraishi and Hiroyasu Saka

Transmission electron microscope study of a threading dislocation with $b = \langle 0\ 001 \rangle + \langle 1-10\ 0 \rangle$ and its effect on

leakage in a 4H-SiC MOSFET

Philosophical Magazine Letters(査読あり), 2013, Vol. 93, No. 8, 439-447, <http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2013.798047>

③The dissociation modes of threading screw dislocations in 4H-SiC
Shoichi Onda, Hiroki Watanabe, Yasuo Kitou, Hiroyuki Kondo, Hideyuki Uehigashi, Yoshiki Hisada, Kenji Shiraishi and Hiroyasu Saka
Philosophical Magazine Letters(査読あり), 2013 Vol. 93, No. 10, 591-600, <http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2013.826395>

④Inclination of a threading dislocation in an epilayer of 4H-SiC, Hiroyasu Saka, Hiroki Watanabe, Yasuo Kitou, Hiroyuki Kondo, Fusao Hirose, and Shoichi Onda, Japanese J. Appl. Physics(査読あり), 53, 111302 (2014), <http://dx.doi.org/10.7567/JJAP.53.111302>

⑤Long-term natural ageing of a dissociated dislocation in a Cu-13.43 at.% Al alloy
Hiroyasu Saka, Philosophical Magazine Letters(査読あり), 2014Vol. 94, No. 7, 455-459, <http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2014.926033>

⑥水中レーザーピーニングによって Si 中に形成された欠陥構造の透過電子顕微鏡観察
日本金属学会誌(査読あり), 79(2015)No. 6. 308-314.
doi:10.2320/jinstmet.J2915021

⑦佐々木勝寛, 荒井重勇, 着本享, 坂 公恭, その場加熱実験と環境電子顕微鏡法, 軽金属 第 64 卷 10 号 489-498.

[学会発表] (計 7 件)

①泉地勇生、高木誠、岩田博之、日影達夫、坂公恭、「Si 単結晶の曲げ強度に及ぼす

- 圧痕の影響」、2015 年日本金属学会春期講演大会、2015 年 3 月 19 日、東京大学
- ②倉田和也、高木誠、岩田博之、日影達夫、坂公恭、「室温における Si 単結晶の疲労」、2014 年日本金属学会秋期講演大会、2015 年 9 月 25 日、名古屋大学
- ③水流一平、高木誠、岩田博之、坂公恭、「Si 単結晶のマイクロトライボロジー」、2014 年日本金属学会秋期講演大会、2015 年 9 月 25 日、名古屋大学
- ④水流一平、高木誠、松室昭仁、岩田博之、坂公恭、「種々の環境下における Si 単結晶のマイクロトライボロジー」、2013 年度精密工学会春季大会学術講演会、2015 年 3 月 18 日、東京大学
- ⑤倉田和也、高木誠、松室昭仁、岩田博之、坂公恭、「Si 単結晶の曲げおよび疲労挙動」、2013 年度精密工学会春季大会学術
- ⑥ 坂公恭「鈴木効果再訪」、日本金属学会秋季大会(2014)
- ⑦ Sir Peter Hirsch の 90 歳の誕生日を祝う科学シンポジウム (Oxford,UK)2015.4.14(招待講演)H.Saka

〔図書〕(計 1 件)

結晶転位論(丸善出版)印刷中
〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

坂公恭 (SAKA, Hiroyasu) 名古屋大学
大学院工学研究科・名誉教授
研究者番号：90023267

(2) 研究分担者

佐々木 勝寛 (SASAKI, Katsuhiko) 名古屋大学大学院工学研究科・准教授
研究者番号：00211938