単結晶シリコン超精密切削面の微視的構造*

柴田隆行** 藤井 茂*** 小野 敦† 牧野英司**

Crystallographic Characterization of Surface Damage in Diamond-Turned Single-Crystal Silicon

Takayuki SHIBATA, Shigeru FUJII, Atsushi ONO and Eiji MAKINO

Diamond-turned single-crystal silicon surfaces and formed chips were studied by transmission electron microscope (TEM) method. The crystallographic structure of ductile-regime turned surfaces consisted of amorphous material forming a thin surface layer with underlying dislocations generated by the $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$ slip systems. Continuous chips were also converted into amorphous material by turning. As depth of cut increased, microcracks were partially formed through the accumulation of excessive dislocations, and consequently brittle fractures occurred. Under these conditions, no continuous chips were obtained. The chips were fragmented and polycrystalline, and contained many crystal defects. At a greater depth of cut, where the material removal mechanism was governed by brittle fracture, the turned surfaces were covered with microcracks, and few dislocations were observed in the damaged layer. Even though the continuous chips had been obtained using a diamond tool with a sharp cutting edge, their structure remained that of single crystal. TEM observations revealed that amorphization and $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$ slip deformation are essential in realizing ductile-regime turning of single-crystal silicon.

Key words: diamond turning, ductile-regime turning, single-crystal silicon, transmission electron microscopy characterization, surface damage, slip deformation, brittle fracture

1. 緒 言

硬ぜい材料の機械加工面の微視的構造については、とりわけシリコンやゲルマニウムなどの半導体結晶材料において古くから関心が寄せられていた。1950年代ころには加工面のエッチング速度や電気抵抗の測定、あるいはX線ロッキングカーブ法などによって加工変質層を同定しようという試みがなされていた¹⁾。当時はシリコン、ゲルマニウムなどの硬ぜい材料は、高温では転位の運動によって塑性的な性質を示すが、室温では転位の運動は起こらないというのが一般的な考えであった^{2)~4)}。しかし、機械加工面の転位の存在を指摘する意見もあり^{5)~7)}、上記のような間接的な評価手法に頼らず、直接的に加工面を観察する評価法の確立が切望されていた。1963年にSticklerら⁸⁾は透過型電子顕微鏡によってシリコンの砥粒加工面を直接に観察し、室温においても転位が導入されることを示した。その後、透過型電子顕微鏡による機械加工面の微視的構造に関する報告がいくつかなされており、単結晶シリコン加工面の結晶構造は、表層に形成されるアモルファス相と内部に導入される転位層からなることが明らかになっている^{9)~12)}。しかしながら、観察手法の難しさから系統的な研究はほとんど行われておらず、加工条件と加工変質層の結晶学的構造との関係はいまだ明らかにされていないのが現状である。

このような背景のもと、ぜい性材料の延性/ぜい性遷移機構を解明するためには、加工面の微視的構造ならびに原子レベルでの被削材の変形挙動を明らかにすることが重要な課題と認識し、これまでに単結晶シリコン切削面の結晶学的構造¹²⁾およ

び形成される加工変質層の結晶方位依存性¹³⁾について報告した。本報では、透過型電子顕微鏡による詳細な観察から、延性からぜい性へ遷移する過程での加工変質層および切りくずの結晶学的構造を明らかにし、延性モード切削の実現に必要な不可欠となる被削材の変形挙動について考察した。

2. 切削実験および方法

2.1 実験条件

切削実験には日立精工(株)製の超精密旋盤(DPL-100)を使用した。試料は、単結晶シリコンウエハ(信越半導体(株)製CZ型、直径5インチ、厚さ0.625mm)から直径11mmの円板状に切り出したものと外形85mm、内径45mmの形状に切り出したものを使用した。前者(ディスク試料と呼ぶ)は主軸端面にオフセットして固定し、試料面上をほぼ単一の結晶方位に切削した。一方、後者(ウエハ試料と呼ぶ)は、試料の中心と主軸の回転中心とが一致するように固定し、試料面上のすべての結晶方位を連続して切削した。送り量 $10\mu\text{m/rev}$ 、主軸回転数1000rpm一定とし、切込み量を変化させ正面旋削を行った。切削速度は、ディスク試料およびウエハ試料でそれぞれ2.7~3.9m/s、2.4~4.5m/sである。切削中は白灯油を噴霧給油した。工具には、単結晶ダイヤモンドR刃バイト(大阪ダイヤモンド工業(株)製)を使用し、すくい角を -20° 、 -40° の2種類とした(いずれもノーズ半径0.8mm、逃げ角 10°)。切削前後の工具刃先の状態は、走査型電子顕微鏡(日本電子(株)製JSM-5200、以下SEM)によって逐次観察し、切れ刃稜丸み半径を評価した。

2.2 観察試料

切削面の加工変質層および切りくず構造は、透過型電子顕微鏡(日本電子(株)製JEM-200CX、以下TEM)によって観察した。図1¹²⁾¹³⁾は、TEM観察を行った試料の切削面性状(微分干涉顕微鏡写真)を示したものである。いずれも切削面は(001)である。各試料の切削条件の詳細は表1に示すとおりで

* 原稿受付 平成10年12月28日

** 正会員 北海道大学大学院工学研究科(札幌市北区北13条西8丁目)

*** 北海道大学大学院(現、三洋電機(株);群馬県邑楽郡大泉町坂田1-1-1)

† 北海道大学大学院(現、松下技研(株);川崎市多摩区東三田3-10-1)

Fig. 1 Surface features of turned samples for TEM analysis

Table 1 Cutting conditions for turning samples shown in Fig. 1

Sample	a	b	c	d	e
Cutting direction	$[\bar{1}\bar{1}0]$	$[\bar{1}00]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	$[\bar{1}00]$
Depth of cut	100 nm		500 nm		1 μm
Rake angle		-40°			-20°
Cutting edge radius	150 nm		240 nm		<50 nm
Remarks		Disk		Wafer	

ある。表には参考のため切削後の切れ刃稜丸み半径の値も示している。(a)はほぼ完全な延性モード切削となった試料であり、(b)、(c)は延性・ぜい性両モードでの切削となったものである。また、(d)、(e)は大部分がぜい性破壊によるクラックに覆われた切削面となった試料である。

3. 実験結果および考察

3.1 切削面の微視的構造

図2に典型的な切削面のTEM像(明視野像)を示す(図1(c)の試料に対応)。切削面、切削方向はそれぞれ(001)および $[\bar{1}\bar{1}0]$ であり(以下(001) $[\bar{1}\bar{1}0]$ 切削と呼ぶ)、観察は切削方向に対し垂直な断面で行っている。また、比較のため未切削試料の断面TEM像(明視野像)を図3に示す。未切削の試料では、表層付近に試料の厚さの違いに起因する等厚干渉しま以外には、転位などの結晶欠陥は観察されない。一方、切削試料の断面には、多数の結晶欠陥が導入されていることがわかる。図のように表層約150 nmの厚さはアモルファスとなっている。他の条件で切削した場合や被削材の結晶方位を変化させた場合にも、表層はアモルファスとなり相転移が起こることをすでに報告した⁽¹²⁾⁽¹³⁾。静水圧の下では約11 GPa以上でシリコンは β -Sn構造へ相転移することが知られているが、アモルファス相の形成は認められていない⁽¹⁴⁾。1988年にClarkeら⁽¹⁵⁾がピッカース圧子の微小押込みによってシリコンのアモルファス化が起こることを初めて報告しており、以後、ポリシング⁽⁹⁾、スクラッチング⁽¹⁰⁾および超精密研削⁽¹¹⁾においてもアモルファス相が形成されることが報告されている。また、図からアモルファス相直下の内部層には多数の転位が認められ、結晶の内部ではすべり変形が起こっていることを示している。Burgersベクトルの解析からこれらの転位はシリコンのすべり系である $\{111\}\langle 110 \rangle$ に起因することがわかっている⁽¹²⁾。さらに、活動するすべり系の種類は被削材の結晶方位に依存し、その予測はSchmid因子の計算結果から可能となることもすでに報告した⁽¹³⁾。また、図のように、部分的に転位密度が高い領域(図中矢印)が存在し、その領域にはモアレじまが観察されクラックが発生していることがわかる。このように、クラックの周辺は転位が高密度に絡み合った状態となっている。

Fig. 2 Cross-sectional TEM image of turned surface showing typical crystal defect

Fig. 3 Cross-sectional TEM image of unturned sample

Fig. 4 Cross-sectional TEM image showing detail of microcrack

図4はクラック部分を拡大した断面TEM像(明視野像)である。観察は切削方向に対し垂直な方向で行っている。図中に矢印で示したようにクラックの開口部分にアモルファス相が認められる。切削方向から判断すると、表層に形成されたアモルファス相が塑性流動し、クラック開口部分のすきまを埋めたものと思われる。

Fig. 5 Cross-sectional TEM images of the same turned surface observed under different conditions and their electron diffraction patterns

図5は(001)[$\bar{1}00$]切削面の断面TEM像(明視野像)である。(a)は切削方向にほぼ平行に観察しており、(b)は[$0\bar{1}0$]方向を軸にわずかに切削方向に傾けている。表層は前述の(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]切削と同様にアモルファス化している。また、図中で観察されている転位は、すべり系(111)[$01\bar{1}$]および($\bar{1}\bar{1}1$)[$0\bar{1}\bar{1}$]に起因する2種類となっている¹⁵⁾。両者のTEM像を比較すると(a)では表層に近い部分の転位が明りょうに観察できるのに対し、(b)では内部に存在する転位がはっきりとみられる。これは表層と内部(バルク)で結晶方位がわずかに異なっていることを示している。電子線回折像に示したように(004)に対応する菊池線の移動量から傾きを求めると¹⁶⁾、表層はバルクに対し切削方向に約 1° 傾いていることがわかった。単結晶シリコンの切削においては、少数のすべり系の活動によって変形が起こる¹⁵⁾。このため、特定のBurgersベクトルをもつ転位が多数存在することによって結晶が傾き、小傾角粒界的になっていると考えられる¹⁷⁾。切削表面が切削方向にわずかに傾く現象は他の方位に切削した試料でも認められた。

図6は切込み量 $1\mu\text{m}$ で切削したときの(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]切削面の断面TEM像(明視野像)である。(a)に示したように、微分干渉顕微鏡の観察結果(図1(d))に対応するように大部分がクラックに覆われていた。また、クラックのみられない表層付近のわずかな領域では、(b)に示したように転位が観察されるものの、切込み量 100nm よりもむしろその深さは小さくなっていた。同様な傾向は、他の結晶方位に切削した場合にも認められた¹⁵⁾。このように、ぜい性破壊が支配的となる場合には、すべり変形が十分に起こる前にへき開面での破壊が起こっており、延性・ぜい性両モードでの切削となる条件下でクラックが発生した場合(図2)とは加工変質層の構造が結晶学的に大きく異なっていることがわかる。このことは、クラックの発生機構が両者で異なることを示唆している。すなわち、延性・ぜい性両モードでは転位が高密度に絡み合った領域を起点としクラックが発生するのに対し、ぜい性破壊が支配的となる場合のクラックの発生には転位は寄与しないことを示す結果といえる。しか

Fig. 6 Cross-sectional TEM images of surface turned at depth of cut of $1\mu\text{m}$

Fig. 7 TEM image (a) and electron diffraction pattern (b) of continuous chip obtained by turning at depth of cut of 100nm along the [$\bar{1}\bar{1}0$] direction in the (001) disk

しながら、このようなクラック発生機構については今後さらに検討が必要である。

3.2 切りくずの結晶構造

図7、図8はそれぞれ(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]および(001)[$\bar{1}00$]切削で得られた典型的な切りくずのTEM像(明視野像)である。切込み量はいずれも 100nm である。図から切削方向の違いによって切りくずの外観は大きく異なっている。前者はほぼ完全な延性モード切削となったときの典型的な切りくずである(図1(a)に対応)。図から外観は流れ型の切りくずとなっており、塑性変形による材料除去がなされたことがわかる。また、表面には切りくず流出方向に沿って筋状のコントラストが認められる。

Fig. 8 TEM image (a) and electron diffraction pattern (b) of fragmented chips obtained by turning at depth of cut of 100nm along the $[100]$ direction in the (001) disk

(a) Overview of chips

(b) Detail of chip morphology

Fig. 9 SEM photographs of continuous chips obtained by turning at depth of cut of 1μm in the (001) wafer using diamond tool with sharp cutting edge

これは、工具刃先の微小な凹凸が転写されたことによって部分的に切りくず厚さに違いが生じたためである。しかし、結晶組織や転位などは観察されず、電子線回折像がハローパターンを示していることから、切りくずの構造はアモルファスであることがわかる。一方、後者は延性・ぜい性両モードでの切削となった場合に得られた典型的な切りくずである（図1(b)に対応）。(001) $[110]$ 切削のような連続した切りくずとはなっておらず針状に細かく分断されており、安定な材料除去がなされていないことがわかる。また、個々の切りくず内には、微結晶組織や結晶欠陥に起因するものと思われるコントラストが観察される。電子線回折像にはハローパターンと回折斑点の両者が認められることから、切りくずは完全にはアモルファスとはなっておらず結晶構造を保っていることがわかる。

図9は、切込み量1μmの条件で(001)ウェハを切削したときに得られた切りくずのSEM写真である。工具は未使用のものを使用し、切削後も切れ刃稜丸半径は50nm以下とほとんど摩耗が認められなかった。図1(d)および(e)に示したよ

(a) Overview of chip

(b) Detail of chip

(c) Electron diffraction pattern

Fig. 10 TEM images and electron diffraction pattern of continuous chip shown in Fig. 9

うに、切削面にはクラックやチッピングが多くみられ、ぜい性破壊による材料除去が支配的であるにもかかわらず、連続した切りくずが排出されていることがわかる。(b)の拡大写真をみると切りくず表面には微小な突起が認められ、切込み量100nmで得られた流れ型の切りくずのなめらかな表面性状とは大きく異なっている。切りくず表面のこれらの突起は、切削面にみられたチッピング部分に対応しているものと考えられる。すなわち、工具刃先の前下方（被削材内部）に向かって伝播したクラックが途中その方向を変え切削面に達することによって¹⁰⁾、被削材の一部が除去され切りくずとともに排出され、その結果、切りくず表面に突起が形成されたものと思われる。図10に切りくずのTEM観察結果（明視野像）を示す。(a)の一部分を拡大した(b)をみると切りくず内部には転位像が明りょうに観察される。(c)の切りくずの電子線回折像には、アモルファス相の存在を示すハローパターンが認められるものの回折斑点が明りょうに現れている。これより、切込み量1μmで得られた切りくずは単結晶であり被削材の結晶構造をそのまま保っていることがわかる。一方、切れ刃稜丸半径が約400nmと摩耗した工具を用いた場合には、連続した切りくずとはならず、図11(a)に示すような細かく分断されたブロック状となった（明視野像）。また、切りくず内部には多数の欠陥がみられるが、(b)の電子線回折像からその結晶構造はほぼ単結晶のままであることがわかる。

以上に述べた切削面および切りくず構造の観察結果から、切込み量1μmの条件でも切れ刃が鋭利な工具を用いて切削を行っ

(a) TEM image

(b) Electron diffraction pattern

Fig. 11 TEM image and electron diffraction pattern of fragmented chips obtained by turning at depth of cut of $1\mu\text{m}$ in the (001) wafer using worn diamond tool

た場合には、排出される切りくずの形状は連続したものとなった。しかし、その結晶構造はほぼ単結晶のままであり、延性モード切削で得られた切りくずのようにアモルファス化が認められない。また、図4で述べたように仮にクラック開口部分にアモルファス相が塑性流動したとすれば、結晶質よりもアモルファス化した方が塑性変形が起こりやすくなると考えられる。このことから切削面表層でのアモルファスへの相転移が十分に起こることが延性モード切削を実現するために重要であるといえる。このことは、延性モード切削機構の一つの要因としてアモルファスへの相転移が不可欠であることを示す結果である。

4. 結 論

単結晶シリコンを被削材とし超精密切削実験を行い、TEM観察によって形成される加工変質層および切りくず構造を結晶学的に解析し、延性モード切削に必要な被削材の変形挙動を考察した。得られた結果をまとめると次のとおりである。

- (1) 切削面の微視的構造は、表層に形成されるアモルファス相と内部に導入される転位層からなる。さらに、切込み量が大きくなるとクラックが発生し、その周囲は転位が高密度に絡み合った状態となる。しかしながら、ぜい性破壊がより支配的となる切削条件下では、転位の活動が十分に起こらず、表層はクラックに覆われたものとなり転位はほとんど認められない。
- (2) 延性モード切削が実現される場合には、切りくずは流れ型となり、その構造はアモルファスとなる。一方、延性・ぜい性両モードでは、切りくずは針状に細かく分断され完全にはアモルファスとはならず結晶構造を保っている。さらに、ぜい性破壊が支配的となる領域では切りくずはブロック状となり、その構造はほぼ単結晶のままである。

(3) 切削によって導入される転位は、シリコンのすべり系である $\{111\}\langle 110 \rangle$ に起因する。また、少数のすべり系の活動によって変形が起こる単結晶シリコンの場合には、特定のBurgersベクトルをもつ転位の存在によって表層付近の結晶が切削方向にわずかに傾く。本実験ではその傾きは約 1° となっていた。

(4) 上記(1)～(3)の結果から、延性モード切削の実現には、切削面表層でのアモルファス相への相転移とすべり変形に起因する材料除去が必要不可欠である。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、超精密旋盤を提供いただいた日本軽金属(株)および日立精工(株)の関係各位に深く謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) T. M. Buck : Damaged Surface Layers - Semiconductors, in *The Surface Chemistry of Metals and Semiconductors*, ed. H. C. Gatos, John Wiley & Sons, New York, (1960) 107.
- 2) C. J. Gallagher : Plastic Deformation of Germanium and Silicon, *Phys. Rev.*, **88**, 4 (1952) 721.
- 3) F. Seitz : The Plasticity of Silicon and Germanium, *Phys. Rev.*, **88**, 4 (1952) 722.
- 4) G. L. Pearson, W. T. Read Jr. and W. L. Feldmann : Deformation and Fracture of Small Silicon Crystals, *Acta Met.*, **5**, 4 (1957) 181.
- 5) R. L. Hopkins : Elastic Strain Energy Stored in Mechanically Disturbed Surfaces, *Phys. Rev.*, **98**, 8 (1955) 1567.
- 6) D. Baker and H. Yemm : The Depth of Surface Damage Produced by Lapping Germanium Monocrystals, *Brit. J. Appl. Phys.*, **8**, 7 (1957) 302.
- 7) J. W. Allen : On a New Mode of Deformation in Indium Antimonide, *Phil. Mag.*, **4**, 15 (1959) 1046.
- 8) R. Stickler and G. R. Booker : Surface Damage of Abraded Silicon Specimens, *Phil. Mag.*, **8**, (1963) 859.
- 9) S. Johansson, J. -Å. Schweitz and K. P. D. Lagerlöf : Surface Defects in Polished Silicon Studied by Cross-Sectional Transmission Electron Microscopy, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 7 (1989) 1136.
- 10) 簗和恭子, 角野浩二 : スクラッチングによるシリコン結晶のアモルファス化, *日本金属学会会報*, **31**, 12 (1992) 1079.
- 11) K. E. Puttick, L. C. Whitmore, C. L. Chao and A. E. Gee : Transmission Electron Microscopy of Nanomachined Silicon Crystals, *Phil. Mag.*, **69**, 1 (1994) 91.
- 12) T. Shibata, A. Ono, K. Kurihara, E. Makino and M. Ikeda : Cross-Section Transmission Electron Microscope Observations of Diamond-Turned Single-Crystal Si Surfaces, *Appl. Phys. Lett.*, **65**, 20 (1994) 2553.
- 13) T. Shibata, S. Fujii, E. Makino and M. Ikeda : Ductile-Regime Turning Mechanism of Single-Crystal Silicon, *Prec. Eng.*, **18**, 2/3 (1996) 129.
- 14) J. Z. Hu, L. D. Merkle, C. S. Menoni and I. L. Spain : Crystal Data for High-Pressure Phases of Silicon, *Phys. Rev.*, **B34**, 7 (1986) 4679.
- 15) D. R. Clarke, M. C. Kroll, P. D. Kirchner and R. F. Cook : Amorphization and Conductivity of Silicon and Germanium Induced by Indentation, *Phys. Rev. Lett.*, **60**, 21 (1988) 2156.
- 16) 上田良二 : 電子顕微鏡, 共立出版, (1986) 183.
- 17) A. H. Cottrell : Structure of Crystal Boundaries, Dislocations and Plastic Flow in Crystals, Oxford University Press, (1953) 89.
- 18) 上田完次, 真鍋圭司, 渡辺充彦 : 硬脆材料のき裂制御加工の研究, 1992年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (1992) 25.