顕微ラマン分光法を用いたサブミクロン空間分解能での アルミナ単結晶中の全応力成分測定†

来海博央* 山本真司** 太田航**
白木原香織*** 藤田雄一****

Measurement of Local Stress Components in Single Crystal Alumina by Using Raman Microspectroscopy with Sub-Micro Spatial Resolution

by

Hirohisa KIMACHI*, Shinji YAMAMOTO**, Wataru OTA**,
Kaori SHIRAKIHARA*** and Yuichi FUJITA****

Recently, it is very important to grasp the stress states in sub-micro scale area. In this study, components of stresses/strains in a single crystal sapphire are determined by Raman microspectroscopy with sub-micro spatial resolution. The sapphire belongs to a D_{3d} point group with two A_{1g} and five E_g vibration mode Raman lines. First, the relationships between the change of Raman shift and strain components for A_{1g} and E_g modes are theoretically derived based on energy change under mechanical loading. In these equations, 20 unknown parameters are included. Second, these parameters are experimentally determined. In A_{1g} and E_g modes, the relationships between Raman shift and applied strain indicate the linearity. Third, components of strains are determined by Raman microspectroscopy, and stresses are calculated by using Hook's law. Last, stress measurements around the notch root in the single crystal sapphire are conducted. The measured stresses are good agreement with the FEM results. Therefore, the applicability of Raman microspectroscopy to stresses/strains measurement in micro scale area is confirmed.

Key words: Raman microspectroscopy, Alumina, Stress/Strain components, Sub-micro scale area, FEM

1 緒 言

近年、ナノ・ミクロンオーダーの微小構造材が開発され、同領域におけるひずみ/応力状態の把握が必要不可欠となっている。現在、応力測定法として幅広く用いられている X 線回折法は、測定対象物が金属やセラミックなど幅広く、汎用性が高い有用な手法であるが、測定領域が数 $10\mu\text{m}$ 程度であり、^{1)~4)}微小構造物への適用には限界がある。一方、極微小領域のひずみ測定法としては透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた収束電子線回折 (CBED) 法が挙げられる。^{5)~8)}TEM では数 nm レベルでの測定が可能であるが、電子線を透過させるために試料を 100nm 以下に薄片化する必要があり、応力が解放されて実部材と異なる応力状態となる。これに対し顕微ラマン分光法は、測定対象物がシリコンやアルミナ等のラマン活性材に限られるが、非破壊、非接触によりサブミクロン空間分解能でひずみ/応力の測定が可能である。この顕微ラマン分光法を利用した測定例としては、シリコンウエハのひずみ/応力測定が挙げられる。^{9)~13)}この場合、測定されるひずみが一軸あるいは等二軸に仮定されたひずみ/応力の測定であり、実ひずみや実応力成分

を定量的に測定した例はほとんど無い。また、セラミックスの応力測定例としては、石英やサファイアの応力測定が報告されている。^{14)~17)}これらもシリコンと同様に一軸応力下での測定や一方向の応力成分の同定であり、全ひずみ成分・全応力成分の同定を行った例は皆無である。

そこで本研究では、顕微ラマン分光法でサブミクロン空間分解能でのひずみ/応力成分の同定を行った。第一に、原子振動エネルギーを用いてひずみとラマンシフトの関係を理論的に導出し、応力成分の同定を行うために必要なパラメーターを実験的に決定した。第二に、決定されたパラメーターを用いて局所ひずみ/応力成分の同定を行い、その妥当性について検証した。

2 材料およびひずみ測定理論

2.1 材料

本実験ではアルミナ ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) を用いた。結晶構造はコランダム構造で D_{3d} 点群に属し、¹⁸⁾ A_{1g} , A_{2g} , E_g , A_{1u} , A_{2u} , E_u の 6 個の振動モードを有する。この中でラマン活性な振動モードは A_{1g} , E_g であり、そのラマンスペクトルを Fig. 1 に示す。スペクトルピークは、 A_{1g} 振動モードの 418cm^{-1} , 645cm^{-1} , E_g 振動モードの 378cm^{-1} , 432cm^{-1} ,

† 原稿受理 平成 20 年 11 月 10 日 Received Nov. 10, 2008 ©2009 The Society of Materials Science, Japan

* 正 会 員 名城大学理工学部機械システム工学科 〒468-8502 名古屋市天白区塩釜口, Dept. of Mech. Eng., Meijo Univ., Tempaku-ku, Nagoya, 468-8502

** 学生会員 名城大学大学院 〒468-8502 名古屋市天白区塩釜口, Graduate School, Meijo Univ., Tempaku-ku, Nagoya, 468-8502

*** 正 会 員 鈴鹿工業高等専門学校機械工学科 〒510-0294 鈴鹿市白子町, Suzuka national college of tech., Shirako-cho, Suzuka, 510-0294

**** キヤノン(株) 〒146-0092 東京都大田区下丸子, Canon. Inc., Ota-ku, Tokyo, 146-0092

Fig. 1 Raman spectrum of polycrystalline Alumina.

451cm⁻¹, 578cm⁻¹, 751cm⁻¹で、計7つのピークが存在する。また、アルミナの各振動モードをラマンテンソルで表すと次式となる。¹⁹⁾

$$R(A_{1g}) = \begin{bmatrix} a & 0 & 0 \\ 0 & a & 0 \\ 0 & 0 & b \end{bmatrix}, \quad R_x(E_g) = \begin{bmatrix} c & 0 & 0 \\ 0 & -c & d \\ 0 & d & 0 \end{bmatrix}, \quad R_y(E_g) = \begin{bmatrix} 0 & -c & -d \\ -c & 0 & 0 \\ -d & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1)$$

2・2 座標系の定義

座標系として結晶座標系 (x, y, z) と試験片座標系 (X^P, Y^P, Z^P) を Fig. 2 の様に定義する。(a) は結晶座標系で、アルミナの結晶構造を六方晶近似して定義した。(b) は結晶座標系と試験片座標系の関係を示しており、オイラー角 (ϕ, ψ, χ) と方向余弦を用いた3回の回転操作によって関係付けられる。レーザーは Z^P 方向から照射する。

2・3 ひずみによるポテンシャル変化

負荷されたひずみによって原子間隔が変化し、ポテンシャル V も変化する。ここで微小変形における多軸ひずみ状態下でのポテンシャル変化量 V は、式 (1) のラマンテンソルから次式の様に表せる。

$$V = \sum_{ij} V_{ij} \varepsilon_{ij} = \left[\frac{1}{2} (V_{xx} + V_{yy}) (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + V_{zz} \varepsilon_{zz} \right] + \left[\frac{1}{2} (V_{xx} - V_{yy}) (\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) + 2V_{yz} \varepsilon_{yz} \right] + \left[\frac{1}{2} (-2V_{xy}) (-2\varepsilon_{xy}) + 2(-V_{zx}) (-\varepsilon_{zx}) \right] \quad (2)$$

ここで、 ε_{ij} は結晶座標系 (xyz) でのひずみ成分、 V_{ij} ($i, j = x, y, z$) は各ひずみ成分に対するポテンシャル変化率である。式 (2) の右辺の第1項が A_{1g} 振動モード、第2項が $E_g(x)$ 振動モード、第3項が $E_g(y)$ 振動モードに対応するポテンシャルエネルギーの変化量となる。この各振動モードに対応するポテンシャル変化は、Fig. 1 で示した各振動モードのラマンピークの移動量に対応するため^{15), 16)} 結晶座標系 (x, y, z) のひずみ負荷と各振動モードのラマンシフトの変化量は次式となる。

Fig. 2 Coordinate systems of Raman microspectroscopy.

$$\Delta\omega_{A_{1g}} = \bar{c}_0 (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + \bar{c}_1 \varepsilon_{zz} \quad (3)$$

$$\Delta\omega_{E_g} = \bar{d}_0 (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + \bar{d}_1 \varepsilon_{zz} \pm \sqrt{\left\{ \bar{d}_2 (\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) + \bar{d}_3 \varepsilon_{yz} \right\}^2 + \left(2\bar{d}_2 \varepsilon_{xy} + \bar{d}_3 \varepsilon_{zx} \right)^2} \quad (4)$$

従って顕微ラマン分光法によるひずみ/応力測定では、ラマンスペクトルのピークシフトの変化からひずみを決定する。 A_{1g} 振動モードには2つのピーク (418cm⁻¹, 645cm⁻¹) が存在する。各ピークに対しラマンシフトの変化量 $\Delta\omega$ を表す式 (3) は、式 (5) のように表すことができる。この2つのラマンシフトのピーク移動量から、各ひずみを次式で算出する。

$$\Delta\omega_{418} = \bar{c}_{0,418} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + \bar{c}_{1,418} \varepsilon_{zz} \quad (5)$$

$$\Delta\omega_{645} = \bar{c}_{0,645} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) + \bar{c}_{1,645} \varepsilon_{zz} \quad (6)$$

$$\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} = \frac{\bar{c}_{1,645} \Delta\omega_{418} - \bar{c}_{1,418} \Delta\omega_{645}}{\bar{c}_{0,418} \bar{c}_{1,645} - \bar{c}_{1,418} \bar{c}_{0,645}} \quad (7)$$

$$\varepsilon_{zz} = \frac{\bar{c}_{0,645} \Delta\omega_{418} - \bar{c}_{0,418} \Delta\omega_{645}}{\bar{c}_{1,418} \bar{c}_{0,645} - \bar{c}_{0,418} \bar{c}_{1,645}} \quad (7)$$

また E_g 振動モードについても、Fig. 1 のピーク強度を考慮して、378cm⁻¹, 432cm⁻¹, 578cm⁻¹, 751cm⁻¹ のラマンシフトに着目すると各ピークに対して式 (4) が成立し、ラマンシフトの移動量を測定することで $(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy})$, ε_{yz} , ε_{xy} , ε_{zx} を決定できる。さらに、式 (6), (7) と合わせることで全ひずみ成分が同定できる。

2・4 ひずみ同定のためのパラメーター

全ひずみ成分を同定するために必要なパラメーターは、 A_{1g} 振動モード (418cm⁻¹, 645cm⁻¹) に対する係数 $\bar{c}_{0,418}$, $\bar{c}_{1,418}$, $\bar{c}_{0,645}$, $\bar{c}_{1,645}$ の4個、 E_g 振動モードの各ピーク (378cm⁻¹, 432cm⁻¹, 578cm⁻¹, 751cm⁻¹) に対して4つの係数 $\bar{d}_{0,378}$, $\bar{d}_{1,378} \dots \bar{d}_{2,751}$, $\bar{d}_{3,751}$ の16個で、全20個である。

そこで本研究では、20個のパラメーターを決定するために、 A_{1g} 振動モードに対しては結晶方位が異なる2つの単結晶試験片、 E_g 振動モードに対しては4つの単結晶試験片を準備し、既知ひずみとラマンシフト量の関係から決定した。決定には、負荷ひずみを結晶方位により結晶座標系に換算したひずみとラマンシフト移動量を式 (3), (4) へ代入し、 A_{1g} 振動モードについて2つの方程式、 E_g 振動モードで4つの方程式、計6つの独立な方程式を連立させて、パラメーターを決定した。

2・5 応力への変換

応力の算出は、顕微ラマン分光法で測定されたひずみ成分を用いて、次式に示すフックの法則¹⁶⁾により決定した。

$$\begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & c_{14} & 0 \\ & c_{11} & c_{13} & 0 & -c_{14} & 0 \\ & & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & \frac{(c_{11} - c_{12})}{2} & 0 & c_{14} \\ sym. & & & & c_{44} & 0 \\ & & & & & c_{44} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{Bmatrix} \quad (8)$$

また、各スティフネス²⁰⁾の値を Table 1 に示す。

3 実験方法

3・1 材料および試験片

材料は、2・1 節で述べた単結晶アルミナを用いた。

パラメータの決定には、50mm×2.8mm×2.8mm の単結晶平滑試験片 (Fig. 3) を用い、測定面は鏡面仕上げとした。試験片の結晶方位は Fig. 4 に示すような 4 種類とし、 A_{1g} 振動モードに対しては試験片 A ($\phi = 0^\circ, \psi = 90^\circ, \chi = 30^\circ$)、試験片 B ($\phi = 90^\circ, \psi = 90^\circ, \chi = 30^\circ$) の 2 種類、 E_g 振動モードに対しては A_{1g} 振動モードの 2 種類に加えて、試験片 C ($\phi = 135^\circ, \psi = 90^\circ, \chi = 30^\circ$) と試験片 D ($\phi = 45^\circ, \psi = 90^\circ, \chi = 120^\circ$) の 4 種類とした。これらの結晶方位は、レーザーの入射方向と検出方向、偏光方向を考慮して、測定する振動モードのピーク強度が強くなる結晶方位を理論的に計算して決定した。¹⁷⁾

Table 1 Stiffness of single crystalline alumina.²⁰⁾

Stiffness	c_{11}	c_{12}	c_{13}	c_{14}	c_{33}	c_{44}
c_{ij} (GPa)	496.8	163.6	110.9	-23.5	498.1	147.4

Fig. 3 Smooth specimen to determine unknown parameters.

Fig. 4 Crystallographic orientation of smooth specimens.

局所応力測定には Fig. 5 に示す切欠き試験片を用いた。寸法は 50mm×5mm×5mm とし、中央に深さ $t = 1.163$ mm、曲率半径 $\rho = 0.01$ mm の切欠きを有している。測定面は (11 $\bar{2}$ 0) 面とし、鏡面仕上げとした。

3・2 実験装置

顕微ラマン分光装置 (東京インスツルメンツ製 Nanofinder30) の構成を Fig. 6 に示す。装置は、共焦点型光学顕微鏡、冷却 CCD 検出器、イメージング分光器、レーザー出力装置、制御用コンピュータ、ピエゾステージで構成される。分光計はシングルモノクロメーターとし、レーザーは固体レーザー (DPSS レーザー) で、中心波長 488nm、照射領域は約 700nm で、共焦点ピンホールにより 250nm の空間分解能を有している。ただし、最大ピーク強度に対して 10% 以下となる散乱領域 (共焦点領域外) を含めると最大 900nm 程度となるが 1 μ m 以下であり、さらに強度の 90% が共焦点領域であることからサブミクロン空間分解能が確保されている。一方深さ方向は最大 1000nm 領域となり、測定値は深さ方向を含めた 3 次元領域の平均値となる。また、本装置では入射側と検出側に回転制御が可能な偏光板と $\lambda/2$ 板を有しており、 A_{1g} 、 E_g のピークを選択的に抽出できる様にした。ステージは粗動ステージと精密ピエゾステージを備え、精密ステージは xy 方向に 100 μ m×100 μ m で、最小移動分解能 1.0nm である。また対物レンズ用ピエゾステージを備え、最大移動範囲 30 μ m、最小移動分解能 1.0nm で、焦点位置をナノオーダーで調整して測定した。

3・3 パラメータの決定方法

パラメータの決定には単結晶平滑試験片 (A, B, C, D) を使用した。実験の概略図を Fig. 7 に示す。荷重負荷には、内スパン 20mm、外スパン 35mm の四点曲げ治具を用いた。ひずみ測定は、試験片中央の引張・圧縮両面に貼付したひずみゲージで行い、ひずみ ε_{app} を $-500 \times$

Fig. 5 Dimensions of notch specimen.

Fig. 6 System of Raman Microspectroscopy.

Fig. 7 Schematic of 4-point bending.

10^{-6} から 500×10^{-6} ままで 50×10^{-6} 間隔で付与した。ラマンスペクトルの測定位置は、引張ひずみの場合には試験片の引張側の試験最表面、圧縮ひずみの場合には圧縮側の最表面とした。

3・4 単結晶切欠き材の局所応力測定

切欠きを有する単結晶アルミナの切欠き先端近傍の局所応力測定を行った。荷重負荷には、Fig. 8 に示す内スパン 20mm, 外スパン 35mm の四点曲げ治具を用いて行った。負荷ひずみは背面に貼り付けたひずみゲージにより測定した。顕微ラマン分光法による局所応力測定は、切欠き先端から背面方向へ Y^p 軸に沿って測定した。また、その妥当性を検証するために同モデルの有限要素解析を行った。有限要素解析には汎用有限要素法ソフト Marc

Fig. 8 Stress measurement for V-notch specimen.

Fig. 9 Finite element model of V-notch specimen.

Ver. 2005 を用い、要素分割には 20 節点 2 次 6 面体要素を用い、要素数 25794, 節点数 114519 とした。その要素分割モデルを Fig. 9 に示す。解析は、2・4 節で示した Table 1 の材料定数を用いて弾性解析とした。

4 実験結果

4・1 A_{1g} と E_g 振動モードの検出

同じ試験片に対し、偏光板と $\lambda/2$ 板を用いてレーザーの偏光方向を変化させてラマンスペクトルを測定した。試験片 A の結果を Fig. 10 に示す。(a) が A_{1g} モード (418cm^{-1} , 645cm^{-1}) のピークのみを抽出した場合 ($\lambda/2$ 板 90° , 偏光板 0°), (b) が E_g モードのピーク 2 つ (378cm^{-1} , 432cm^{-1}) のみを抽出した場合 ($\lambda/2$ 板 90° , 偏光板 90°) である。また、残りの E_g モードのピーク ($451, 578, 751\text{cm}^{-1}$) についても偏光角度を ($\lambda/2$ 板 0° , 偏光板 90°) にする事で抽出できる。この機構を用いて結晶方位に合わせて偏光方向を変えることで、結晶方位によっては検出が困難であった E_g モードについても高強度で検出することができる。

4・2 パラメーターの決定

4・1 節の偏光機構を用いて測定した試験片 A の A_{1g} と E_g 振動モードのラマンシフトのピーク移動量 $\Delta\omega$ と負荷ひずみの関係を Fig. 11 に示す。(a) が A_{1g} 振動モード, (b) が E_g 振動モードである。両振動モードともひずみに対するラマンシフトのピーク移動量 $\Delta\omega$ は線形関係を示した。

Fig. 10 Measurement of Raman spectrum for single crystalline Alumina by using half wave plate and polarizer.

試験片 B, C, D についても同様の傾向を示した。試験片 A の結晶方位に対しては、 A_{1g} 振動モードの 645cm^{-1} ならびに E_g 振動モードの 751cm^{-1} におけるひずみ感度が高かった。そこで各試験片の負荷ひずみに対するラマンシフトのピーク移動量と、負荷ひずみを結晶方位により結晶座標系に換算したひずみを式 (3), (4) に代入して、2・4 節で述べた未知パラメーターを決定した。 A_{1g} 振動モードの係数を Table 2 に、 E_g 振動モードに対する係数を Table 3 に示す。 A_{1g} 振動モードに対しては 4 個、 E_g 振動モードは 16 個のパラメーターを決定した。このパラメーターは材料固有の値である。詳細に検討すると、Fig. 11 (b) から E_g 振動モードのピークシフトの変化量にはばらつきが多い。これは、ピーク強度が A_{1g} 振動モードに比べて低い事が挙げられる。さらに E_g 振動モードのピークは、負荷をかけることで縮退が解け 2 つのピークに分離するが、本研究で使用した光路・装置では 2 つのピークを分離して評価することができないため、一つのピークとして評価しているためである。負荷をかけた場合、ピークはラマンシフトが低い側と高い側に分かれるが、低い側のピークはひずみに対してほとんど移動せず、高い側のみが移動する。¹⁵⁾ このため、本研究で評価したラマンシフトの移動量は高い側のピークの移動量に対応し、十分な線形性が得られていることから、パラメーターとして十分利用できる。今後さらなる高精度な測定を行うためには、この分離を検討する必要がある。

4・3 局所応力測定および FEM との比較

前節で決定したパラメーターを用いて、単結晶材料の切欠き先端近傍の応力測定を行った。その結果を Fig. 12 に示す。(a)~(f) は、それぞれ σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz} , τ_{xy} , τ_{yz} , τ_{zx} の応力分布である。縦軸は測定した応力成分、横軸は切欠き底からの距離 Y^p である。また有限要素法による解析結果も同時に示す。解析結果と比較すると、応力成分 σ_{xx} , σ_{zz} , τ_{xy} , τ_{zx} において精度よく測定できていることが見て取れる。特に、 σ_{zz} の分布で応力勾配が高い切欠き底近傍領域において FEM とよく一致しており、精度の良い応力測定が実施できている。また、その他の応力成分 σ_{yy} , τ_{yz} については、 E_g モードの影響を受けて若干の

Fig. 11 Relationship between change of wave number shift and applied strain for specimen A.

バラツキはあるものの、FEM との結果と概ね一致している。以上のことから、ひずみ成分の同定理論を導入することで、顕微ラマン分光法によるサブミクロンレベル局所領域における応力成分の測定が可能であることが示された。今後、前節で記述した E_g 振動モードの分離を考慮することで、さらなる高精度な局所応力測定が期待される。

Table 2 Coefficients of equation (3) for A_{1g} vibration mode.

Raman peak	418cm^{-1}		645cm^{-1}	
Parameters	$\bar{c}_{0,418}$	$\bar{c}_{1,418}$	$\bar{c}_{0,645}$	$\bar{c}_{1,645}$
$\bar{c}_{0,\omega}$ and $\bar{c}_{1,\omega}$ (cm^{-1})	-415.84	-927.42	-1311.22	-736.46

Table 3 Coefficients of equation (4) for E_g vibration mode.

Raman peak	378cm^{-1}				432cm^{-1}			
Parameters	$\bar{d}_{0,378}$	$\bar{d}_{1,378}$	$\bar{d}_{2,378}$	$\bar{d}_{3,378}$	$\bar{d}_{0,432}$	$\bar{d}_{1,432}$	$\bar{d}_{2,432}$	$\bar{d}_{3,432}$
$\bar{d}_{0,\omega} \sim \bar{d}_{3,\omega}$ (cm^{-1})	-2512.97	-1088.06	884.41	-48.159	-3506.21	-1409.31	1429.27	653.28
Raman peak	578cm^{-1}				751cm^{-1}			
Parameters	$\bar{d}_{0,578}$	$\bar{d}_{1,578}$	$\bar{d}_{2,578}$	$\bar{d}_{3,578}$	$\bar{d}_{0,751}$	$\bar{d}_{1,751}$	$\bar{d}_{2,751}$	$\bar{d}_{3,751}$
$\bar{d}_{0,\omega} \sim \bar{d}_{3,\omega}$ (cm^{-1})	641.56	-80.76	-545.60	141.57	-3210.01	-2020.55	979.30	-583.04

Fig. 12 Stress distributions along Y^p -axis from notch root in single crystalline alumina.

5 結 言

本研究では、顕微ラマン分光法によるサブミクロン領域での応力成分の同定を行った。特に、応力成分を同定する理論を展開し、未知パラメータを決定した上で、切欠き材における局所応力測定を行い検証した。以下に得られた結果を示す。

(1) 原子振動ポテンシャルから、ラマンシフトと結晶ひずみの関係式を展開し、各振動モードに対してひずみ成分の決定に必要な未知パラメータを明らかにした。

(2) 偏光板と $\lambda/2$ 板を用いてレーザーの偏光方向を変

えることで、 A_{1g} あるいは E_g 振動モードを選択的に抽出することが出来た。特に、従来検出が困難であった E_g 振動モードについても高強度で検出できた。

(3) 結晶方位が異なる4つの単結晶平滑試験片について、導入した偏光機構を用いて A_{1g} 、 E_g 振動モードを選択的に抽出し、 A_{1g} 振動モードに対して4個、 E_g 振動モードに対して16個、計20個の未知パラメータを決定した。本パラメータは材料固有の値であり、同材料の応力測定には決定した係数をそのまま利用する事ができる。

(4) 単結晶アルミナの切欠き試験片の局所応力測定を

行った。測定された各応力成分は FEM 解析結果とよく一致しておりサブミクロン空間分解能でのひずみ/応力成分を、顕微ラマン分光法によって精度よく同定できることを示した。

参 考 文 献

- 1) T. Yoshiike, N. Fujii and S. Kozaki, "An X-Ray Stress Measurement Method for Very Small Areas on Single Crystals", Japanese Journal of Applied Physics, Vol.36, pp.5764-5769 (1997).
- 2) H. Suzuki, K. Akita, Y. Yoshioka and H. Misawa, "X-Ray Stress Measurements of Single Crystal in Local Area Using Synchrotron Radiation", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.50, No.7, pp.783-789 (2001).
- 3) N. Tamura, A. A. MacDowell, R. Spolenak, B. C. Valek, J. C. Bravman, W. L. Brown, R. S. Celestre, H. A. Padmore, B. W. Batterman and J. R. Patel, "Scanning X-ray Microdiffraction with Submicrometer White Beam for Strain/Stress and Orientation Mapping in Thin Films", Journal of Synchrotron Radiation, Vol.10, pp.137-143 (2003).
- 4) K. Suzuki, M. Kawamura, T. Shobu, K. Tanaka and Y. Akiniwa, "Residual Stress and Deformation Characteristics of Thermal Barrier Coatings on Curved Substrate", Journal of The Society of Materials Science, Japan, Vol.55, No.7, pp.634-640 (2006).
- 5) Y. Tomokiyo, S. Matsumura, N. Kuwano, M. Kominami, T. Okuyama and K. Oki, "Application of Higher Order Laue Zone Patterns to Lattice Parameter Determination in Cu-based Alloys", Journal of Electron Microscopy, Vol.35, Issue 4, pp.359-364 (1986).
- 6) S. Christiansen, M. Albrecht, H. P. Strunk and H. J. Maier, "Strained State of Ge(Si) Islands on Si : Finite Element Calculations and Comparison to Convergent Beam Electron-Diffraction Measurements", Applied Physics Letters, Vol.64, pp.3617-3619 (1994).
- 7) Y. Wakayama, Y. Takahashi and S. Tanaka, "Convergent Beam Electron Diffraction Measurement for Local Strain Distribution in Si around a NiSi₂ Island", Japanese Journal of Applied Physics, Vol.36, pp.5072-5078 (1997).
- 8) T. Saito, T. Hirayama, T. Yamamoto and Y. Ikuhara, "Lattice Strain and Dislocations in Polished Surface on Sapphire", Journal of the American Ceramic Society, Vol.88, No.8, pp.2277-2285 (2005).
- 9) T. Ikebe, Y. Niitsu, E. Suzuki, T. Ikeda and Y. Ohkubo, "Stress Evaluation of Si Single Crystal with Laser Raman Spectroscopy", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers. Series A, Vol.65, No.638, pp.2157-2162 (1999).
- 10) V. T. Srikar, A. K. Swan, M. S. Ünlü, B. B. Goldberg and S. M. Spearing, "Micro-Raman Measurement of Bending Stresses in Micromachined Silicon Flexures", Journal of Microelectromechanical System, Vol.12, Issue 6, pp.779-787 (2003).
- 11) S. J. Harris, A. E. O'Neill, W. Yang, P. Gustafson, J. Boileau, W. H. Weber, B. Majumdar and S. Ghosh, "Measurement of the State of Stress in Silicon with Micro-Raman Spectroscopy", Journal of Applied Physics, Vol.96, Issue 12, pp.7195-7201 (2004).
- 12) M. Yoshikawa, M. Maegawa, G. Katagiri and H. Ishida, "Characterization of Anisotropic Stress around Si Trenches by Polarized Raman Spectroscopy", Journal of Applied Physics, Vol.78, Issue 2, pp.941-944 (1995).
- 13) W. M. van Spengen, I. De Wolf and R. Knechtel, "Experimental One- and Two-dimensional Mechanical Stress Characterization of Silicon Microsystems using Micro-Raman Spectroscopy", Proceedings of SPIE, Vol.4175, pp.132-139 (2000).
- 14) Y. Sakaida, K. Tanaka and K. Shirakihara, "Local Stress Measurement in Notched Sapphire by Raman Micro-spectroscopy", The Society of Materials Science, Japan, Vol.6, No.4, pp.295-300 (2000).
- 15) S. H. Shin, F. H. Pollak and Paul M, "Effects of Uniaxial Stress on The Raman Frequencies of TiO₂ and Al₂O₃", Proceeding of 3rd International Conference on Light Scattering in Solid, pp.401-405 (1975).
- 16) V. J. Tekkippe, A. K. Ramdas and S. Rodriguez, "Piezospectroscopic Study of the Raman Spectrum of α -Quartz", Physical Review B, Vol.8, No.2, pp.706-717 (1973).
- 17) Y. Takeda, N. Shibata, Y. Sakaida and A. Okada, "Application of Raman Spectroscopy to the Determination of Crystallographic Orientation and Mechanical Strain in Translucent Alumina", Ceramic Engineering and Science Proceedings, Vol.19, No.3, pp.493-500 (1998).
- 18) S. P. S. Porto and R. S. Krishnan, "Raman Effect of Corundum", The Journal of Chemical Physics, Vol.47, Issue 3, pp.1009-1012 (1967).
- 19) R. Loudon, "The Raman Effect in Crystals", Advances in Physics, Vol.13, Issue 52, pp.423-482 (1964).
- 20) J. B. Wachtman, Jr., W. E. Tefft, D. G. Lam, Jr. and R. P. Stinchfield, "Elastic Constants of Synthetic Single Crystal Corundum at Room Temperature", Journal of Research of the National Bureau of Standards-A. Physics and Chemistry, Vol.64A, No.3, pp.213-228 (1960).