シンクロトロン放射光による単結晶微小部の X 線応力測定[†]

鈴木 裕 士* 秋 田 貢 一**
吉 岡 靖 夫*** 三 沢 啓 志**

X-Ray Stress Measurements of Single Crystal in Local Area Using Synchrotron Radiation

by

Hiroshi SUZUKI*, Koichi AKITA**, Yasuo YOSHIOKA*** and Hiroshi MISAWA**

X-ray stress measurements in a local area of a single crystal silicon were carried out using synchrotron radiation. In the experiment, the beam line 3A (BL3A) in the Photon Factory of the High Energy Accelerator Research Organization, Tsukuba, Japan, was utilized. The $\chi\psi$ -oscillation method was used as the oscillation method of a specimen for detecting a perfect diffraction profile. In the case of using synchrotron radiation, a wavelength can be selected using a monochromator so that the diffraction angle may become high angle where the highly-accurate strain measurement is possible. Therefore, accuracy of the stress measurement is improved more than using characteristic X-rays. The stresses in three steps were applied on a specimen using a four-point bending device. The diffraction angles of three different diffraction planes were measured in each step using the $\phi 50\ \mu\text{m}$ collimator, and the stresses were calculated from the peak shift. The measured stresses agreed well with the applied stresses evaluated using a strain gage. Also, the stress distribution near the edge of the circular hole of the diameter of $400\ \mu\text{m}$ which was made on a single crystal silicon was measured using the $\phi 30\ \mu\text{m}$ collimator. The stress was applied using a four-point bending device, and the stresses were measured at five points from the edge of the circular hole to $240\ \mu\text{m}$. The measured stress distributions agreed with the FEM result. However it is necessary that the beam size is more decreased in order to obtain the stress distributions more accurately.

Key words: Single crystal, Synchrotron radiation, X-ray stress measurement, $\chi\psi$ -oscillation method, Stress distribution

1 緒 言

各種デバイスの微小化や、その信頼性評価の高精度化に対する要求が厳しくなるに伴い、部材の微小部における高精度応力評価技術^{1), 2)}が重要となってきた。

結晶質材料の微小部応力測定において、結晶粒寸法以下の領域で応力測定を行う場合、結晶方位および弾性異方性を考慮した単結晶の応力測定法が必要となる。X 線応力測定法は、X 線の回折現象を利用して測定される結晶面法線方向のひずみから応力を求めるものであり、単結晶の三軸応力状態を決定できる。また、部材の応力を大気中または環境中で測定でき、実機への適用性にも優れている。しかし、単結晶における X 線応力測定は、結晶の揺動が必要なため、その実験的困難さから報告例が限られている。^{2) ~ 5)}

筆者らは、単結晶の X 線応力測定法の確立を目的として、応力測定精度に影響する要因の検討を行ってきた。⁵⁾ 単結晶の X 線応力測定では、異なる複数の回折面のひずみを測定する必要があるが、特性 X 線では、波長が

離散値であるため、応力測定精度上有利な高角度の回折線が得られる回折面と特性 X 線の組み合わせが限られる。一方、シンクロトロン放射光（以下 SR）は、モノクロメータにより任意波長の $K\alpha$ 二重線のない単色 X 線が得られるため、多くの回折線を高角度側に回折でき、高精度応力測定が期待できる。また、一般的な実験室の X 線源と比較すると、極めて高輝度、高平行度の X 線を得られることから、現状では直径数 μm オーダまで照射領域を絞ることが可能になっている。^{6) ~ 8)}

本研究では、これまでに実験室の特性 X 線を用いて開発してきた単結晶 X 線応力測定用の結晶揺動装置を、放射光実験施設に持ち込み、SR により単結晶の微小部 X 線応力測定を試みた。X 線照射域は、第一段階として約 $\phi 50\ \mu\text{m}$ と $\phi 30\ \mu\text{m}$ とし、単結晶試験片を用いて、曲げ負荷による応力検定および応力集中部近傍の応力分布測定を行った。

2 測 定 理 論

単結晶の応力とひずみの関係は、英ら⁹⁾により明らか

[†] 原稿受理 平成 12 年 6 月 19 日 Received June 19, 2000

* 学生会員 東京都立大学大学院 〒192-0397 八王子市南大沢, Graduate Student, Tokyo Metropolitan Univ., Minami-Ohsawa, Hachioji, 192-0397

** 正 会 員 東京都立大学大学院工学部研究科機械工学専攻 〒192-0397 八王子市南大沢, Dept. of Mech. Eng., Tokyo Metropolitan Univ., Minami-Ohsawa, Hachioji, 192-0397

*** 正 会 員 武蔵工業大学工学部エネルギー基礎工学科 〒158-8557 東京都世田谷区玉堤, Dept. of Energy Sci. & Eng., Musashi Inst. of Tech., Setagaya-ku, Tokyo, 158-8557

にされている。ここでは簡単に記述する。試験片座標系 P_i , 結晶座標系 X_i , 実験室座標系 L_i および ϕ , ψ を, Fig. 1 (a) に示すように定義する。また, それぞれの座標系間の変換マトリクスを Fig. 1 (b) に示す。

実験室座標系における L_3 方向のひずみ ϵ_{33}^L は, 試験片座標系の 6 つの応力成分 σ_{ij}^P により次式のように表される。

$$\epsilon_{33}^L = \gamma S \pi \sigma_{ij}^P \quad (1)$$

$$= f(\sigma_{11}^P, \sigma_{22}^P, \sigma_{33}^P, \sigma_{23}^P, \sigma_{31}^P, \sigma_{12}^P)$$

ここで, S は弾性コンプライアンスを示す。次に, X 線の侵入深さが浅いことから, 平面応力状態を仮定すると,

$$\sigma_{33}^P = \sigma_{23}^P = \sigma_{31}^P = 0 \quad (2)$$

式 (1) と (2) より, 式 (1) は次式のように表される。

$$\epsilon_{33}^L = \gamma S \pi \sigma_{ij}^P = f(\sigma_{11}^P, \sigma_{22}^P, \sigma_{12}^P) \quad (3)$$

したがって, 異なる三つの回折面のひずみを測定することで, 試験片座標系の応力 σ_{ij}^P を求めることが可能である。

次に, X 線応力測定手順を示す。はじめに, 回折面と使用する波長の組み合わせを決定し, 次いで, 試験片の方位から求めた X 線入射角 ψ , ϕ に基づいて試験片を取り付け, 揺動しながら回折線を測定する。

3 試験片の設置誤差が X 線応力測定に及ぼす影響

単結晶の X 線応力測定は, 結晶揺動を必要とするため, 結晶揺動装置の回転精度や試験片の設置誤差が, 応力測定精度に影響を及ぼす。⁵⁾

試験片設置誤差が生じた場合の, X 線光路の模式図を

(a) Coordinate system.

(b) Transformation matrices.

Fig. 1. Three coordinate systems and their transformation matrices and definition of ψ and ϕ .

Fig. 2 に示す。 L を試験片設置誤差とする。PSPC を用いた単結晶における X 線応力測定の場合の, 試験片設置誤差と応力誤差の関係は, 著者らにより既に報告されており, 次のように表される。⁵⁾

$$2\theta_1 = 2\theta_0 + \frac{L' \sin 2\eta - (R_0 - L' \cos 2\eta) \tan(2\theta_0 - 2\theta')}{\Delta t} \quad (4)$$

ここで, R_0 : 揺動中心から PSPC までの距離, $2\theta'$: 試験片に応力 σ が生じたときの回折角, $2\theta_0$: 無応力状態の回折角, $2\theta_1$: 試験片設置誤差が生じたときの検出器が示す回折角, $2\eta = 180 - 2\theta_0$ 。なお, Δt は PSPC の目盛り 1° あたりの長さを示し, 次のように表される。

$$\Delta t = \frac{R_0 \tan \alpha}{\alpha} \quad (5)$$

ここで, α は PSPC の検出角度範囲の二分の一を示す。また L' は, 回折条件を満たす方向に試験片を傾けた場合の, 揺動中心から X 線照射位置までの距離を示し, 次式で表される。

$$L' = \frac{L}{\cos(\psi - \eta)} \quad (6)$$

したがって, $2\theta_0$ と $2\theta_1$ の関係から算出した応力 σ_1 および試験片に生じた実際の応力 σ を用いて, 応力誤差 $\Delta\sigma$ は以下のように表される。

$$\Delta\sigma = \left| \frac{\sigma_1 - \sigma}{\sigma} \right| \quad (7)$$

単結晶の応力測定において, 試験片設置誤差と応力誤差の関係を, 以下の条件について理論的に検討する。

(1) 特性 X 線を用いて応力測定を行う場合。

(2) モノクロメータにより, 全測定面の回折角が 154° になるように波長を選択し, 応力測定を行う場合。

単結晶試料としては, 本実験に用いた試験片と同方位のシリコン単結晶試験片を仮定し, 回折の組み合わせを 135 , 224 , $2\bar{2}4$ の三回折とした。応力誤差の計算に用いたパラメータは Table I に示すとおりである。

σ_{11} における応力誤差を試験片設置誤差で整理した結果を Fig. 3 に示す。両条件を比較すると, 条件 (1) は (2) の約 4.3 倍の応力誤差が生じている。したがって, 条件 (2) のように, モノクロメータを利用して, 全測定面の回折角を高角側に回折させることができれば, 設置誤差

Fig. 2. X-ray path to PSPC in the case of occurring displacement error of specimen.

Table I. Parameters for the calculation of the stress error.

2θ , deg		Case (1)	Case (2)
	531 family	153.99 (CoK α)	154 ($\lambda=0.1789\text{nm}$)
	422 family	121.66 (FeK α)	154 ($\lambda=0.2160\text{nm}$)
R_0 , mm		600	
2α , deg		9.5	
σ , MPa		50

Fig. 3. Result of arranging the stress error at the displacement error.

に対する応力誤差変化量は小さくなり、測定精度が向上することがわかる。なお、条件(2)は、負荷応力測定条件と同様であり、応力測定精度を10%以内にするためには、試験片設置誤差を約 $60\mu\text{m}$ 以内にする必要がある。

4 実験方法

4.1 光学系

実験は、高エネルギー加速器研究機構における放射光実験施設 (Photon Factory: PF) 内のビームライン 3A (以下 BL3A) で行った。BL3A の光学系¹⁰⁾ の模式図を Fig. 4 に示す。蓄積リング内から取り出した SR を、光源より 16.2m 下流にある M1 ミラーにより垂直方向の平行性を高め、20.2m の位置にある Si (111) の二結晶モノクロメータに導入する。このモノクロメータの角度を調整することにより、約 5keV ~ 15keV (0.248nm ~ 0.0826 nm) の範囲の任意波長の単色 X 線を取り出すことが可能である。最後に、23.2m の位置にある M2 ミラーを経

Fig. 4. Layout of beam line BL3A.

て、実験ステーション内にビームを導入する。なお、本実験では、モノクロメータの第2結晶と M2 ミラーの曲げにより、それぞれ水平方向および垂直方向に集光して、ビームの強度低下を防止した。

Fig. 5 は、実験に用いたゴニオメータのレイアウトを模式的に示したものである。回折線の検出には、チャンネル分割数が 512ch、検出窓長が 100mm の位置敏感型比例計数管 (以下 PSPC) を用い、PSPC - 試料間距離が 200mm ~ 600mm まで移動可能なレール上に設置した。一般に、PSPC - 試料間距離は 200mm 程度に設定するのが普通であるが、単結晶の回折強度は多結晶のそれに比べて格段に強いと、SR ではビーム平行度も高いので、角度分解能を向上させるために 600mm に設定することができる。モノクロメータにより、測定しようとする回折線の回折角 2θ が 154° に生じるような波長を選択することとし、PSPC を $2\theta = 154^\circ$ に設置した。結晶揺動法として、 $\chi\psi$ 揺動法⁵⁾ を用いた。揺動条件は、 χ 方向に連続で $\pm 5^\circ$ 、 ψ 方向に 0.01° 刻みで $\pm 0.1^\circ$ のジグザグ揺動とした。

測定領域がミクロンオーダーになると、揺動中心と測定位置のずれは、局所的な応力測定を行う上で測定精度上問題となる。したがって、揺動中心と照射位置をできる限り一致させる必要があり、また、揺動中心に対する試験片の設置精度を向上させる必要がある。揺動中心と照射位置を一致させる作業には、Fig. 6 に示すように、 χ

Fig. 5. Layout of the goniometer for X-ray stress measurement.

Fig. 6. Layout of microscopes for specimen alignment.

ステージに対してほぼ垂直方向からの望遠顕微鏡（焦点距離 360mm）および、それと直角方向からの顕微鏡、そして芯出用調整治具を用いた。芯出用調整治具は、XY ステージ上に取り付けた $\phi 1\text{mm}$ のピン先に、 $\phi 20\mu\text{m}$ のワイヤを設置した構造になっており、それを結晶揺動装置の ϕ ステージ上に設置した。そのワイヤの先端を揺動中心と一致させ、二方向からの顕微鏡のクロスマークとワイヤの先端を一致させた。次に、揺動中心に設置した X 線感光紙に X 線を入射し、照射位置を確認した。その照射位置と望遠顕微鏡のクロスマークのずれを測定してピンホールの位置を調整した。最終的には、揺動中心に感光紙を設置し、 ϕ ステージを 180° 回転させ、その回転前後における二つの照射位置が完全に重なるようにコリメータの位置を調整した。以上の作業により、揺動中心と照射位置を約 $\pm 20\mu\text{m}$ の精度で一致させた。試験片設置では、予め揺動中心と一致させた垂直方向からの顕微鏡のクロスマークに測定点を一致させることで、常に揺動中心と測定点が $\pm 20\mu\text{m}$ の精度で一致するようにした。したがって、Fig. 3 より試験片設置精度に起因する応力測定誤差は $\pm 5\%$ 以内である。

4・2 負荷応力測定

厚さ $450\mu\text{m}$ 、面方位 (001)、オリエンテーションフラット方位 [110] であるシリコンウエハより、長手方向方位が [110] となるように、長さ 40mm、幅 5mm の短冊状試験片を切り出した。4 点曲げ負荷装置により、[110] 方向に三段階の曲げ負荷を与え、試験片表面の応力を SR から取り出した X 線により測定した。4 点曲げ負荷装置の負荷ピンの内側のスパンは 10mm、外側のスパンは 30mm である。試験片のがたつきを押さえるために、約 15MPa の予負荷を与え、その状態を初期状態とした。測定は、135, 224, $2\bar{2}4$ の 3 回折とした。 224 および $2\bar{2}4$ 回折は、Fe-K α 線による回折角が 121.66° と低角度であり、特性 X 線ではひずみの高精度測定は困難である。そこで本研究では、回折角が 154° になる波長を選択することで、422 型回折を選択しても、ひずみの高精度測定が可能であるか否かを検討した。 $\phi 50\mu\text{m}$ ピンホールを用い、PSPC 一試料間距離は、高角度分解能を得るために 600mm とした。負荷応力は、試験片裏面に貼付したひずみゲージの出力、および、シリコン単結晶の剛性マトリクスから計算したヤング率を用いて計算した。シリコン単結晶の剛性マトリクスは、 $C_{11} = 167.4\text{GPa}$ 、 $C_{12} = 65.2\text{GPa}$ 、 $C_{44} = 79.6\text{GPa}$ であり、¹¹⁾ これより計算される [110] および [100] 方向のヤング率は、それぞれ 170 GPa および 130 GPa である。Table II に回折角測定条件を示す。なお、本実験で使用した試験片において、11 方向に対する 22 方向のポアソン比は 0.07 であり、平板の曲げと梁の曲げの両仮定における応力値はほぼ同程度である。本論文では梁の曲げを仮定して応力解析を行った。

4・3 微小円孔近傍の応力分布測定

試験片は、長手方向方位 [110]、面方位 (001)、幅 4 mm、厚さ 3mm、長さ 40mm のシリコン単結晶で、表面中央部にプラズマエッチングにより $\phi 400\mu\text{m}$ 、深さ

Table II. Experimental condition of stress measurement in a $\phi 50\mu\text{m}$ region.

Diffraction plane	135	224	$\bar{2}24$
Wavelength, nm	0.1789	0.2160	
ϕ -angle, deg	116.57	90	0
ϕ -angle, deg	32.31	35.26	
χ -oscillation range, deg	± 5 (Continuous)		
ϕ -oscillation range, deg	± 0.1 (0.01deg step)		
Applied stress, MPa	21, 44, 66		
Diameter of pinhole, μ m	50		

$400\mu\text{m}$ の円孔を加工したものである。4 点曲げ負荷装置により、[110] 方向に 29MPa の曲げ応力を与え、円孔エッジ部から、 $30\mu\text{m}$ 、 $90\mu\text{m}$ 、 $140\mu\text{m}$ 、 $190\mu\text{m}$ 、 $240\mu\text{m}$ の位置における応力を測定した。試験片のがたつきを押さえるために、初期状態として約 8MPa の応力を負荷し、各測定点における、初期状態と負荷状態の回折角を測定した。実験の迅速化を図るために、波長の調整が 1 回で済む $3\bar{1}5$ 、 $\bar{1}35$ 、315 の同型の 3 回折を選択した。 $\phi 30\mu\text{m}$ ピンホールを用いたが、 $\phi 50\mu\text{m}$ ピンホールの場合よりも回折強度が若干低下したため、PSPC 一試料間距離を 500mm とした。負荷応力は、試験片裏面に貼付したひずみゲージの出力、および、シリコン単結晶の剛性マトリクスから計算したヤング率を用いて計算した。Table III に回折角測定条件を示す。

実験結果を FEM 解析結果と比較した。汎用有限要素解析プログラム NISA II により FEM 解析を行い、本実験に用いた試験片の 1/4 モデルを用いた。要素モデルは 8 節点 3 次元ソリッド要素で、総要素数は 2976、総節点数は 3833 であり、円孔近傍の要素サイズは細かくした。なお、シリコン単結晶の異方性を考慮し、結晶方位に対応したヤング率およびポアソン比を与えた。

5 実験結果および考察

5・1 照射域サイズの測定

本実験において使用した $\phi 30\mu\text{m}$ および $\phi 50\mu\text{m}$ ピンホールにより得られる、試験片表面における照射域サイズを明らかにするために、 $\phi 50\mu\text{m}$ ピンホールを用いた場合の照射域サイズの測定を行い、また、その結果から、 $\phi 30\mu\text{m}$ ピンホールを用いた場合の照射域サイズを、以下に示す式 (8) より理論的に推定した。

$\phi 50\mu\text{m}$ ピンホール出口より 150mm 離れた実際の試験片設置位置に、水平方向に移動可能なナイフエッジを設

Table III. Experimental condition of measurement of stress distribution near the edge of the circular hole.

Diffraction plane	$3\bar{1}5$	315	$\bar{1}35$
Wavelength, nm	0.1789		
ϕ -angle, deg	26.57	63.43	153.43
ϕ -angle, deg	32.31		
χ -oscillation range, deg	± 5 (Continuous)		
ϕ -oscillation range, deg	± 0.1 (0.01deg step)		
Applied stress, MPa	29		
Diameter of pinhole, μm	30		

置し、X線が遮られる方向に $5\mu\text{m}$ ずつ段階的に移動させ、水平方向のX線強度分布を測定した。その結果をFig. 7に示す。測定したX線強度分布を微分して得られた微分曲線の半値幅を水平方向照射域サイズと定義すると、¹²⁾ 約 $40\mu\text{m}$ となり、照射域サイズは約 $\phi 40\mu\text{m}$ であることが確認された。

ここで、ピンホール径を D_P 、 D_P' と仮定し、また、それぞれの照射域径を D 、 D' と仮定すると、 D と D' の関係は次のように表される。

$$D' = \frac{D_P'}{D_P} D \quad (8)$$

式(8)と $\phi 50\mu\text{m}$ ピンホールを用いた場合の照射域サイズから、 $\phi 30\mu\text{m}$ ピンホールを用いた場合の照射域サイズを推定すると、約 $\phi 24\mu\text{m}$ であった。

5・2 回折線形状

特性X線およびSRを用いて、 $\chi\psi$ 揺動法により測定した135回折の回折強度曲線の例を、それぞれFig. 8(a)、(b)に示す。

特性X線による測定では、Co-K α 線を用い、照射域は $\phi 0.8\text{mm}$ とした。Fig. 8(a)に示すように、プロファイル

Fig. 7. Area of the measurement region on the specimen.

(a) Characteristic X-ray. (b) Synchrotron radiation.

Fig. 8. Examples of 135 diffraction profile.

は約 1° 程度の差で完全に分離しており、強度比はほぼ2:1である。これはCo-K α_1 とCo-K α_2 による回折角の差および強度比に等しい。したがって、 $\chi\psi$ 揺動法により、正確な回折線の検出が可能であることが確認できた。

一方、SRによるX線は、特性X線とは異なり単色X線であるので、K α 二重線の問題が生じず、Fig. 8(b)に示すように単一ピークになる。また、半値幅は約 0.12° であり、特性X線を用いた場合のK α_1 線の半値幅約 0.6° と比較して、約5分の1であった。バックグラウンドは、ほぼ0カウントであった。したがって、これらを総合すると、特性X線を用いたときと比較して、回折角測定精度が格段に良いことがわかる。実際に $\phi 200\mu\text{m}$ コリメータを用いて、315回折における回折角の繰り返し3回測定を行った結果、その繰り返し測定精度は 0.001° 以下であった。したがって、 $\phi 50\mu\text{m}$ 以下のコリメータを用いる場合の繰り返し測定精度を推定すると、 $\phi 200\mu\text{m}$ コリメータを用いた場合と同程度であると考えられる。

5・3 負荷応力測定

Fig. 9に、各回折面の回折角の測定値と理論値とを比較した結果を示す。理論式(3)において、 σ_{11} を負荷応力、 σ_{12} 、 σ_{22} を0MPaと仮定して計算したひずみ ϵ_{33}^1 、および初期状態における回折角 $2\theta_0$ から、各負荷応力にお

Fig. 9. Comparison of measured and theoretical diffraction angle of three different planes on each applied stress.

ける回折角 2θ を推定し, それを理論値とした. それぞれの回折面における負荷応力に対するピークシフトは, 理論値とほぼ一致した.

Fig. 10 に, 測定応力と負荷応力の関係を示す. σ_{11} , σ_{22} は主応力に一致すると考えられ, σ_{12} は (110) 面内に働くせん断応力に一致する. したがって, 梁の曲げを仮定すると, 理論的には σ_{11} は負荷応力に等しく, また, σ_{22} , σ_{12} は負荷応力に関係なく 0MPa となる. Fig. 10 の縦軸および横軸は, いずれも初期状態からの相対的变化量を示す. 測定した全回折面の回折角の繰り返し測定精度が, $\phi 200\mu\text{m}$ コリメータを用いて測定した $3\bar{1}5$ 回折の繰り返し測定精度に等しいと仮定すると, σ_{11} の応力測定誤差は $\pm 6\text{MPa}$ 以内であると推定できる.

σ_{11} は, 一段階目までは負荷応力と比較して約 10MPa 程度小さい値であったが, 二段階目以降は理論値とほぼ一致した. 一段階目において, σ_{11} と負荷応力との差が大きいのは, 予荷重の大きさに問題があると考えられる. 予荷重の大きさから計算した各負荷ピンにかかる荷重は約 0.26N であり, 試験片に十分な負荷を加えることができなかったと考えられる. したがって, 初期状態において十分な変形状態ではなかったために, 一段階目の σ_{11} が理論値と比較して小さくなったと考えられる. そのため, 二段階目を初期状態と仮定すると, 理論通りの応力変化が得られる. 一方, σ_{12} , σ_{22} は, それぞれの負荷に対して約 0MPa であり, 理論値と一致した関係が得られた. 以上より, SR を用いることで, 特性 X 線では高精度ひずみ測定が困難な回折面を使用しても, 単結晶材料の $\phi 50\mu\text{m}$ 領域内の高精度応力測定が可能であることが確認された.

5・4 微小円孔近傍の応力分布測定

応力測定結果と FEM 解析結果を比較した結果を Fig. 11 に示す. 本論文における FEM 解析条件の妥当性を検討するために, 総要素数を 4032, 総節点数を 5135 に増

Fig. 10. Result of X-ray stress measurement.

Fig. 11. Result of measurement of stress distribution near the edge of the circular hole of $\phi 400\mu\text{m}$.

やし, また円孔近傍における要素をより細かくして応力解析を行った. その結果, 本論における FEM 解析条件の場合と比較して, 円孔エッジ部における最大応力は約 1% 増加したに過ぎず, 本論文における FEM 解析条件が妥当であることが確認された. なお, σ_{11} の応力測定誤差は, 前述したように $\pm 6\text{MPa}$ 以内であると推定できる.

σ_{22} , σ_{12} は, 解析でもほとんど 0MPa に近く, 実験結果もその範囲にある. σ_{11} の測定値は, FEM 解析値と比較して, 全体的に 2 ~ 10MPa 程度小さい値を示したが, 円孔エッジ部に近づくほど σ_{11} は大きくなり, 応力集中の様子が測定できている. また, 円孔エッジ部より $30\mu\text{m}$ の位置における σ_{11} の測定値は少し低いが, これは円孔エッジ最近傍において, 相当大きな応力こう配があり, その値が平均化されているためであると考えられる. したがって, より正確な応力分布を測定するためには, さらにビームを絞った測定が必要であると考えられる.

6 結 言

$\chi\psi$ 揺動のできる結晶揺動装置を用いて, SR によるシリコン単結晶の微小領域における X 線応力測定を行った結果, 以下の結言が得られた.

(1) 高輝度, 高平行度という SR の特徴を生かすことで, 特性 X 線では実現が困難であった約 $\phi 30\mu\text{m}$ の領域における単結晶の高精度応力測定が可能であることを示した.

(2) SR では, モノクロメータを利用することで, X 線を高角側に回折させるように波長を選択することが可能であるため, 特性 X 線を用いた場合と比較して応力測定精度が格段に向上する.

(3) 今回はビームサイズを $\phi 30\mu\text{m}$ で実験を行ったが, 単結晶を扱う上ではビームサイズをより小さくしても応力測定は理論上可能である. 但し, 応力測定では二軸回

転揺動を必ず行う必要があり、この回転精度に測定の可能性が依存する。今後は、ビームをさらに絞り、それに見合う回転精度を上げることで、極微小領域の測定を可能にしようと考えている。

放射光実験でお世話になった、高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所の田中雅彦氏、森 丈晴氏、および、新居浜工業高等専門学校の川崎宏一教授に謝意を表する。試験片の加工にご協力いただいた、東成エレクトロビーム株式会社の山田義和氏ほか関係各位、および、FEM による応力解析にご協力いただいた、東京都立大学工学部のニハット・アックシュ博士に謝意を表する。実験は、高エネルギー加速器研究機構の放射光実験施設 (PF) の BL3A で行った (受理番号 99G037)。また、本研究には、平成 11 年度文部省科学研究費補助金 (奨励研究 (A) : 課題番号 11750086) を使用した。記して謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) 坂井田喜久, 白木原香織, 田中啓介, 第 35 回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 80 (1999).
- 2) A. Ward III and R. W. Hendricks, Procs of ICRS-5, 1054 (1997).
- 3) 小長哲朗, 本田和男, 日本機械学会誌, **73**, 972 (1970).
- 4) 須山雄二郎, 大谷眞一, 吉岡靖夫, 材料, **48**, 1437 (1999).
- 5) 鈴木裕士, 秋田貢一, 三沢啓志, 材料, **49**, 534 (2000).
- 6) 津坂佳幸, 横山和司, 竹田晋吾, 浦川理史, 高井健吾, 伊吹高志, 籠島 靖, 松井純爾, 木村 滋, 木村英和, 小林憲司, 泉 弘一, 第 13 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 76 (2000).
- 7) 萩谷健治, 大政正明, 大隅一政, 芳賀信彦, 日下勝弘, 村上和隆, 野口幸子, 香村芳樹, 荒井章司, 第 13 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 101 (2000).
- 8) H. Biermann, B. V. Grossmann, S. Mechsner, H. Mughrabi, T. Ungar, A. Snigirev, I. Snigireva, A. Souvorov, M. Kocsis and C. Raven, Scripta Materialia, **37**, 1309 (1997).
- 9) 英 崇夫, 藤原晴夫, 材料, **33**, 372 (1984).
- 10) K. Kawasaki, T. Mori, A. Mikuni and H. Iwasaki, Rev. Sci. Instrum., **63**, 1047 (1992).
- 11) A. J. Dekker, “固体物理”, p.351 (1968) コロナ社.
- 12) 大柳宏之編, “シンクロトロン放射光の基礎”, p.428 (1996) 丸善.