シリコン単結晶の X 線応力測定の方法[†]

田 中 啓 介^{*} 秋 庭 義 明^{*}
水 野 賢 一^{***} 白木原 香 織^{**}

A Method of X-Ray Stress Measurement of Silicon Single Crystal

by

Keisuke TANAKA^{*}, Yoshiaki AKINIWA^{*}, Kenichi MIZUNO^{***} and Kaori SHIRAKIHARA^{**}

An X-ray method is proposed to measure the stress in a specimen made of silicon single crystal wafer which has the [001] direction perpendicular to the surface. In an X-ray diffractometer with parallel beam optics, X-ray profiles were recorded by a scintillation counter while the specimen was oscillated. The X-ray measurement conditions were first determined, and then the method was successfully applied to measure the loading stress in a silicon single specimen subjected to four-point bending. The oscillation of the specimen between ± 1 to 2deg during recording is necessary to determine the peak position. The miss-setting of $25\mu\text{m}$ does not influence the measured stress value. The uniaxial stress was applied in [110] direction (longitudinal direction with $\varphi = 0\text{deg}$) of the specimen and three stress components, σ_{11} , σ_{22} and σ_{12} , were determined from the measurement of strains in three directions, $\varphi = 0, 90$, and 45deg . From the diffractions of 115 and 333 for two directions $\varphi = 0$ and 90deg , the stresses, σ_{11} and σ_{22} , were determined by the $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ method. The shear stress component, σ_{12} , was determined from the strain measurements of two directions, $\varphi = 26.565$ and 63.435deg by using the diffractions of 004 and 133. The measured stress of σ_{11} is 102% of the applied stress and the two other components, σ_{22} and σ_{12} , were nearly zero. The uniaxial state of stresses in plate under four point bending was confirmed as predicted by the finite element method.

Key words: Silicon single crystal, X-ray stress measurement, Four-point bending, Plane stress state, Measurement condition

1 緒 言

半導体デバイスは、異種材料の接合や積層により構成されているため、製造時の残留応力ばかりでなく、作動時において材料間の熱膨張係数差による熱応力が発生する。これらの応力は、接合界面のはく離や配線の断線、シリコン基盤内への転位の発生などの材料力学的問題を引き起こす。¹⁾ また、マイクロマシンの要素として MEMS (Microelectromechanical systems) においてもシリコンの技術が利用されており、マイクロ構造体中の残留応力は変形や破壊挙動に大きく影響する。²⁾ したがって、このような半導体デバイスや MEMS デバイスの信頼性の確保のためには、内部の応力の制御が重要であり、かつ半導体デバイスや MEMS デバイス内の各構成部寸法はサブミクロンオーダーであり、シリコンについては多結晶ばかりでなく、単結晶の応力測定が必要になる。

単結晶の X 線応力測定法に関しては、小長ら³⁾、須山ら⁴⁾、鈴木ら⁵⁾によって報告されている。これらは単結晶の異なる三つ以上の方向のひずみを測定し、それらから平面応力状態の応力成分を決定する方法である。これらの方法は、ひずみの決定に無応力状態での格子定数 d_0 を必要としている。一方、斎藤ら⁶⁾は同一晶帯軸上の二つの回折から一軸応力状態での応力を決定する方法を提案しており、この場合 d_0 の高精度測定を必要としない。X

線検出器としては、須山ら⁴⁾、鈴木ら⁵⁾は位置敏感型検出器 (PSPC: Position sensitive proportional counter) を、一方、斎藤ら⁶⁾はシンチレーション検出器を使用しているが、揺動範囲などの測定条件が測定値に与える影響について、検討が十分ではない。

本研究では、斎藤ら⁶⁾の同一晶帯軸上の二つの回折から一軸応力状態での応力を決定する 2 点法を発展させ、一般の平面応力状態での応力を決定する方法を提案する。ついで 4 点曲げを加え、負荷応力を測定することから測定精度の検討を行った。なお、最近鈴木ら⁷⁾は、同型面からの回折を用いて単結晶の応力を測定する手法を提案しているが、その手法と比較して、本手法は複雑なゴニオ系を必要とせずに解析方法も簡便である。

2 単結晶における応力測定

2・1 応力とひずみの関係

本研究ではシリコン単結晶で、通常の半導体デバイスでよく使用されている (001) 面を表面とするシリコンウエハの面内応力測定を対象とする。Fig. 1 のように試料法線 [001] 方向を z 軸、また、試料面内で [110] を x 軸に、 $[\bar{1}10]$ 方向を y 軸とする。 x 軸方向の垂直応力を σ_{11} とし、 y 軸方向の垂直応力を σ_{22} とする。また、せん断応力を σ_{12} とする。 ψ 傾いた OP 方向の垂直ひずみを ε_ψ とする。Fig. 1 に示す座標系で σ_{11} , σ_{22} , σ_{12} が作用

[†] 原稿受理 平成 14 年 10 月 17 日 Received Oct. 17, 2002

^{*} 正 会 員 名古屋大学工学研究科 〒464-8603 名古屋市中千種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

^{**} 学生会員 名古屋大学大学院 〒464-8603 名古屋市中千種区不老町, Graduate Student, Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

^{***} 名古屋大学大学院 〒464-8603 名古屋市中千種区不老町, Graduate Student, Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

するとき, ε_ψ は単結晶コンプライアンス s_{ij} を用いると以下のようになる.⁸⁾

$$\varepsilon_\psi = \left[\frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 2\sigma_{12} \sin 2\varphi) + \frac{s_{44}}{4} (\sigma_{11} - \sigma_{22}) \cos 2\varphi \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (1)$$

ここで, s_0 は以下の式で与えられる.

$$s_0 = s_{11} - s_{22} - \frac{s_{44}}{2} \quad (2)$$

また, X線測定では, ひずみは回折角の変化から算出される.⁹⁾

$$\varepsilon_\psi = -\frac{1}{2} (2\theta - 2\theta_0) \cot \theta_0 \quad (3)$$

ここで $2\theta_0$ は無ひずみの時の回折角である.

式 (1) より $\varphi = 0, 45\text{deg}$ および 90deg の3方向のひずみを測定すれば, 応力 $\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{12}$ を決定することができる. 3点以上の測定から誤差を最小となるように決定する方法が従来の手法^{3)~5)}である. このときの測定ひずみは回折強度が強いこと, および測定のし易さから任意に選択されていた. 今回はこれとは異なり, 多結晶体の $\sin^2 \psi$ 法⁹⁾を拡張した手法による応力測定法を検討する. この手法は繊維配向をする多結晶薄膜に対して利用されている方法と類似している.^{8), 10)}

2・2 垂直応力 σ_{11}, σ_{22} の決定

Fig. 1 での $\varphi = 0\text{deg}$ 方向の応力とひずみの関係は式 (1) より

$$\varepsilon_\psi = \left[\frac{1}{2} (s_{44} + s_0) \sigma_{11} + \frac{1}{2} s_0 \sigma_{22} \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (4)$$

となり, $\varphi = 90\text{deg}$ 方向では

$$\varepsilon_\psi = \left[\frac{1}{2} s_0 \sigma_{11} + \frac{1}{2} (s_{44} + s_0) \sigma_{22} \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (5)$$

となる. 上式より $\varphi = 0\text{deg}$ および 90deg 方向で ε_ψ と $\sin^2 \psi$ の関係を求めるとその直線の勾配から, 垂直応力 σ_{11} および σ_{22} が決定できる. 等方体では $s_0 = 0$ であるので σ_{11} は $\varphi = 0\text{deg}$ 方向, σ_{22} は $\varphi = 90\text{deg}$ 方向の測定のみから決定できるが, 弾性異方性が強いとき直角2方向の測定が必要である.

Fig. 2 に (001) 面の標準ステレオ投影図を示す. ここで, Fig. 1 の $\varphi = 0\text{deg}$ で, 傾斜角を変化させたとき Fig. 2 に示す $[1\bar{1}0]$ を軸とする晶帯に属する面, すなわち,

Fig. 1. Coordinates system of single crystal specimen.

Fig. 2. Standard (001) stereographic for cubic single crystal.

(001), (115), (113), (112), (111) 面からの回折が得られる. シリコン単結晶に対して Fe-K α 特性 X 線を用いた場合, 004, 115, 224, 333 回折が測定可能である. また, Fig. 1 の $\varphi = 90\text{deg}$ の場合, (110) 晶帯に属する面からの回折で, 004, $\bar{1}15$, $\bar{2}24$, $\bar{3}33$ 回折が測定可能である.

上記の回折で注目すべき点は, 115 と 333 回折の無ひずみでの面間隔が等しい点である. そのため, この2点の回折角の測定をもとに $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図を描き, その傾きから応力が決定できる. このとき, 無ひずみでの回折角の絶対測定を必要としないために, 測定精度が高くなることが予測される. さらに, ψ の異なる回折も使用して3点ないしは4点の測定を行い $\sin^2 \psi$ 線図を求めることも可能であるが, このときの縦軸は ε_ψ とすることが必要であり, そのため, 回折角からひずみを算出する場合には無ひずみ回折角の正確な測定が必要となる.

$\varphi = 0\text{deg}$ 方向の $\varepsilon_\psi - \sin^2 \psi$ 線図の傾きは式 (4) を $\sin^2 \psi$ で微分することにより以下ようになる.

$$M_1 = \frac{\partial \varepsilon_\psi}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{1}{2} (s_{44} + s_0) \sigma_{11} + \frac{1}{2} s_0 \sigma_{22} \quad (6)$$

一方, $\varphi = 90\text{deg}$ 方向の $\varepsilon_\psi - \sin^2 \psi$ 線図の傾きは式 (5) を $\sin^2 \psi$ で微分することにより以下ようになる.

$$M_2 = \frac{\partial \varepsilon_\psi}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{1}{2} s_0 \sigma_{11} + \frac{1}{2} (s_{44} + s_0) \sigma_{22} \quad (7)$$

式 (6), (7) の2式を連立して解くことにより垂直応力, σ_{11}, σ_{22} を決定する. また, 2点法で $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の傾きから応力を求める場合には式 (3) を式 (6), (7) に代入して以下の式を得る.

$$M_1' = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = -\tan \theta_0 \left(\frac{180}{\pi} \right) [(s_{44} + s_0) \sigma_{11} + s_0 \sigma_{22}] \quad (8)$$

$$M_2' = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = -\tan \theta_0 \left(\frac{180}{\pi} \right) [s_0 \sigma_{11} + (s_{44} + s_0) \sigma_{22}] \quad (9)$$

2・3 せん断応力 σ_{12} の決定

せん断応力 σ_{12} を決定するためにもう1つの測定角 φ

の測定が必要となる。これには2つの方法が考えられる。

(1) 方法1

$\varphi = 45\text{deg}$ 方向の応力とひずみの関係は式 (1) より次式となる。

$$\varepsilon_{\psi} = \left[\frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 2\sigma_{12}) \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (10)$$

このときの $\varepsilon_{\psi} - \sin^2 \psi$ 線図の傾きは式 (10) を $\sin^2 \psi$ で微分することにより以下のようになる。

$$M_3 = \frac{\partial \varepsilon_{\psi}}{\partial \sin^2 \psi} = \left[\frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 2\sigma_{12}) \right] \quad (11)$$

$\varphi = 45\text{deg}$ 方向で、Fe-K α 線で得られる回折は 004 と 022 である。しかし、それぞれの回折角は 004 回折で 90.96deg 、022 回折で 60.55deg となり、低角度過ぎて精度は期待できない可能性がある。

(2) 方法2

そこで、 $\varphi = 45\text{deg}$ 方向から $\pm 18.435\text{deg}$ ずれた $\varphi_1 = 26.565\text{deg}$ と $\varphi_2 = 63.435\text{deg}$ の2方向の 133 と $\bar{1}33$ を測定する。このときの回折角は $2\theta = 101.96\text{deg}$ である。これから以下のようにして σ_{12} を決定する方法を以下に示す。

$\varphi_1 = \cos^{-1}(2/\sqrt{5}) = 26.565\text{deg}$ 方向に対して、式 (1) より次式を得る。

$$\varepsilon_{\psi}(\varphi = 26.565\text{deg}) = \left[\frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 1.6\sigma_{12}) + \frac{\sigma_{11} - \sigma_{22}}{4} s_{44} \times 0.6 \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (12)$$

また、 $\varphi_2 = \cos^{-1}(1/\sqrt{5}) = 63.435\text{deg}$ 方向に対して、式 (1) より次式を得る。

$$\varepsilon_{\psi}(\varphi = 63.435\text{deg}) = \left[\frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 1.6\sigma_{12}) - \frac{\sigma_{11} - \sigma_{22}}{4} s_{44} \times 0.6 \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (13)$$

$\varphi = 45\text{deg}$ は φ_1 と φ_2 のちょうど間にあるので、式 (12)、(13) の和より以下の式をえる。

$$\bar{\varepsilon}_{\psi} = \frac{1}{2} [\varepsilon_{\psi}(\varphi = 26.565\text{deg}) + \varepsilon_{\psi}(\varphi = 63.435\text{deg})] = \left[\frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 1.6\sigma_{12}) \right] \sin^2 \psi + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (14)$$

このときの $\bar{\varepsilon}_{\psi} - \sin^2 \psi$ 線図の傾きは式 (14) を $\sin^2 \psi$ で微分することにより以下のようになる。

$$M_4 = \frac{\partial \bar{\varepsilon}_{\psi}}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{s_{44} + 2s_0}{4} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + 1.6\sigma_{12}) \quad (15)$$

前の 2.2 の方法で σ_{11} 、 σ_{22} が既知とすると、式 (15) よりせん断応力 σ_{12} を決定することができる。

3 実験方法

3.1 材料および試験片

シリコンは、立方晶であり、格子定数は JCPDS カード No. 27-1402 より $a = 0.357\text{nm}$ である。また、その弾性定数を Table I¹⁾ に示す。

単結晶応力測定用試験片には、Fig. 1 に示すように試験片法線方向が [001]、長さ方向がオリフラ方向 [110]

Table I. Elastic stiffness and compliance of silicon single crystal.

Stiffness (GPa)	c_{11}	c_{12}	c_{44}	c_0
	165.77	63.924	79.619	-57.389
Compliance ($10^{-2}/\text{GPa}$)	s_{11}	s_{12}	s_{44}	s_0
	0.7681	-0.2137	1.256	0.3538

となるように切り出したシリコンウエハを使用した。試験片形状は幅 10mm、厚さ $560\mu\text{m}$ 、長さ 65mm である。試験片には、背面にひずみゲージ (KYOWA KFG-1N-120-C1-11L1M2R) を添付した。

3.2 X線応力測定条件

試験片を外スパン 40mm、内スパン 20mm の4点曲げ治具¹¹⁾に取り付け、試験片長手方向に応力を負荷した。測定面背面に貼付したひずみゲージ出力が 0, 100, 200, 300, 400, 500, 600×10^{-6} となる計 7 点で X 線による応力測定を行った。

測定には回折用ディフラクトメータ (マックスサイエンス製 MXP18) で、特性 X 線は Fe-K α を使用した。光学系は、発散スリット 0.5deg、受光スリット 0.5deg の平行ビーム法であり、側傾法の場合には縦制限スリット 1mm を装着した。応力測定において、 $\varphi = 0\text{deg}$ 方向の測定面には $[\bar{1}10]$ 方向を晶帯軸とする 115, 333 回折を使用した。 $\varphi = 90\text{deg}$ 方向の測定面には $\bar{1}15$, $\bar{3}33$ 回折を使用した。せん断応力 σ_{12} の測定に関して、まず予備実験で 2.3 の方法 1 も検討したが、方法 2 に比較して精度が悪かった。そのため、以下では方法 2 を用いて測定を行った。 $\varphi = 26.565\text{deg}$ 方向の測定面には 004, 133 回折を $\varphi = 63.435\text{deg}$ 方向の測定面には 004, $\bar{1}33$ 回折をそれぞれ使用した。

回折ピークを正確に決定するため、測定中に θ 角の揺動を行った。これは並傾法において ψ 角の揺動に対応する。測定条件については Table II に示す。なお、表中の ψ 角は、格子定数と X 線の波長から算出した値である。また、揺動条件は負荷応力測定に用いた条件であり、本研究において実験で決定した最適条件である。 $\varphi = 0\text{deg}$ 方向と $\varphi = 90\text{deg}$ 方向の測定は並傾法で行い、 $\varphi = 26.565\text{deg}$ 方向、 $\varphi = 63.435\text{deg}$ 方向の測定は側傾法で行った。なお、測定はそれぞれ 3 回ずつ行い、回折角はそれらの平均を用いた。3 回の測定の差は 1/1000 程度でほとんど無かった。回折角は、測定プロファイルよりバックグラウンド、LPA 因子の補正、K α_2 線回折を除去した後のプロファイルに対して半価幅中点法でピークを決定した。

3.3 測定条件の検討

揺動範囲の決定に先立ち、まず揺動を行わずに並傾法の各 ψ での回折角と積分強度を測定した。115 回折では $\psi = 15.79\text{deg}$ ($\sin^2 \psi = 0.074$) を中心として、 13.79deg から 17.99deg の範囲を 0.5deg の間隔で測定し、さらに範囲を絞って細かく測定した。一方、333 回折では $\psi = 54.74\text{deg}$ ($\sin^2 \psi = 0.667$) を中心として、 52.74deg から 56.74deg の範囲を 0.5deg の間隔で測定し、さらに範囲を絞って細かく測定した。

Table II. X-ray conditions for stress measurement (MXP18).

Characteristic X-ray	Fe-K α			
Filter	Mn			
Measuring method	Iso-Inclination method		Side-Inclination method	
Diffraction	115 $\bar{1}15$	333 $\bar{3}33$	004	133 $\bar{1}33$
Diffraction angle, 2 θ (deg)	135.69	135.69	90.96	101.96
Inclination angle, ψ (deg)	15.79	54.74	0	46.51
Irradiated area (mm ²)	3 $\times$ 3		5 $\times$ 5	
θ -oscillation angle (deg)	$\pm$ 2.0		$\pm$ 1.5	
θ -oscillation speed (deg/min)	20			
Tube voltage (kV)	30			
Tube current (mA)	80			

次に揺動範囲の影響を検討するため、並傾法での、115 回折では $\psi = 15.79\text{deg}$ ($\sin^2\psi = 0.074$) を中心として、333 回折では $\psi = 54.74\text{deg}$ ($\sin^2\psi = 0.667$) を中心として θ 角 ($=\psi$ 角) 揺動範囲を $\pm 1.0\text{deg}$, $\pm 1.5\text{deg}$, $\pm 2.0\text{deg}$ の 3 種類に設定し、回折角の測定をした。一方、側傾法での 004 回折と回折では、それぞれ $\psi = 0\text{deg}$ と 46.51deg に設定後、 θ 角揺動範囲を $\pm 1.0\text{deg}$, $\pm 1.5\text{deg}$, $\pm 2.0\text{deg}$ の 3 種類に設定し、回折角の測定をした。

最後に試験片位置あわせの誤差の回折角に対する影響を検討する。本実験装置では、試料位置の設定はダイヤルゲージを用いて行っている。これで設定した位置を正位置として、 $\psi = 0$ の状態で、正位置から試験片 z 方向にずらし、115 回折では $\psi = 15.79\text{deg}$ とし、333 回折では $\psi = 54.74\text{deg}$ として回折角を測定した。位置設定の z 方向移動量は、正位置から $\pm 25\mu\text{m}$, $\pm 50\mu\text{m}$ とした。なお、この測定においては、Table II の条件で揺動を行った。

4 実験結果および考察

4.1 測定条件の回折角に及ぼす影響

115 回折線の測定において $\psi = 15.79\text{deg}$ を中心として、 13.79deg から 17.79deg を 0.5deg の間隔で行った場合、 $\psi = 16.29\text{deg}$ 以外ではピークが得られなかったの、 $\psi = 15.79\text{deg}$ から $\psi = 16.79\text{deg}$ の範囲を 0.1deg ずつ細かく分割して測定した。その中でピーク強度の高かった $\psi = 16.09\text{deg}$ から $\psi = 16.29\text{deg}$ の範囲をさらに分割し、 0.02deg ずつ測定した。回折角と得られた積分強度の関係を Fig. 3 に示す。積分強度が最も大きかったのは $\psi = 16.234\text{deg}$ である。一方、 ψ を 15.79deg として揺動を行った時の回折角と最も近かったのは $\psi = 16.246\text{deg}$ であった。これらの値は $\psi = 15.79\text{deg}$ から 1deg も離れていないので、 $\psi = 15.79\text{deg}$ ($\sin^2\psi = 0.074$) とした時には少なくとも $\pm 1.0\text{deg}$ の揺動を行えばよいということになる。333 回折において積分強度が最も大きかったのは $\psi = 55.116\text{deg}$, ψ を 54.74deg として揺動を行った時の回折角と最も近かったのは $\psi = 55.184\text{deg}$ であった。115 回折と同様に $\psi = 54.74\text{deg}$ ($\sin^2\psi = 0.667$) とした時には少なくとも $\pm 1.0\text{deg}$ の揺動を行えばよいということになる。また、 $\psi =$ の値を 15.327deg および 16.248deg に変えて

Fig. 3. Changes of diffraction angle and integral intensity with $\sin^2\psi$ for the case without θ -oscillation (115).

揺動を行って測定した回折角はほとんど同じであった。ここで重要なことは Si 単結晶の様に回折線のプロファイル ($K\alpha_2$ 除去後) の半価幅が 0.8deg 程度と非常に小さい場合、設定のわずかな誤差が大きな回折角のシフトを引き起こすので、揺動が不可欠であるといえる。

ついで、揺動範囲の影響について検討する。Fig. 4 に並傾法において揺動範囲を変えたときのピーク位置を示す。ここで $\pm 1.5\text{deg}$ のときの回折角を基準とした。図において、ピーク位置はほとんど変化していない。ゆえに、並傾法において揺動範囲の影響はほとんど無いといえる。また Fig. 5 に側傾法における揺動範囲を変化させたときのピーク位置の変化を示す。図においては揺動範囲による差はほとんど無い。

Fig. 4. Change of diffraction angle with θ -oscillation angle (iso-inclination method).

Fig. 5. Change of diffraction angle with θ -oscillation angle (side-inclination method).

ついで、位置あわせの誤差の影響について検討するため、115回折と333回折について、ひずみ無しおよびひずみを 500×10^{-6} 加えた状態での回折角を測定した。Fig. 6に正位置から z 方向にずらした時の回折角を示す。正位置から $\pm 25\mu\text{m}$ ずらしたときの変動幅は $\pm 0.004\text{deg}$ 程度である。この角度のずれが $\sin^2\psi = 0.074$ か 0.667 で生じた場合 $\Delta 2\theta / \Delta \sin^2\psi = 6.7 \times 10^{-3}\text{deg}$ で、これを M_1' とすると σ_{11} の誤差として 3MPa 程度で小さい。これは鈴木ら⁵⁾のPSPCの場合に比して非常に小さい。

4.2 垂直応力 σ_{11} , σ_{22} の決定

$\varphi = 0\text{deg}$ 方向のそれぞれの負荷ひずみにおける $2\theta = \sin^2\psi$ 線図を Fig. 7に示す。Fig. 7において $\sin^2\psi = 0.074$ に対応するデータは115回折から、 $\sin^2\psi = 0.667$ に対応するデータは333回折から得られた。図において負荷ひずみが0のときの傾きが正であり、引張残留応力が存在することが分かる。4点曲げを加えた場合、板厚が 0.56mm と薄い、付録に示すように一軸応力状態となっている。ここで、一軸応力のとき式(4)より

$$\sin^2\psi = -2s_{12}(s_{44} + s_{00}) \quad (16)$$

において交わる。この値はTable Iの値を用いると 0.266 となり Fig. 7中の交点とほぼ一致している。

Fig. 6. Change of diffraction angle with miss-setting in the z direction.

シリコン単結晶の $[110]$ 方向に一軸応力 σ_{11} を加える場合、軸方向の応力 σ_{11} とひずみ ε_{11} の関数は次式となる。

$$\sigma_A = \varepsilon_{11} / (s_{11} - 0.5s_0) \quad (17)$$

ここで、試験片が薄いため ε_A の計算を行うのにひずみゲージベース厚さ ($15.5\mu\text{m}$)、接着剤の厚さ ($6\mu\text{m}$) および侵入深さ T ($\varphi = 0\text{deg}$, 90deg では $T = 11.664\mu\text{m}$, $\varphi = 26.565\text{deg}$, 63.435deg では $T = 11.2495\mu\text{m}$) を考慮し、モニタしたひずみ ε_A と ε_{11} の関係を考慮し次式となる。

$$\sigma_A = \left(\frac{560}{(560 + 2(6 + 15.5))} \right) \times \left(\frac{(560 - 2T)}{560} \right) \times \frac{\varepsilon_A}{(s_{11} - 0.5s_0)} \quad (18)$$

Fig. 7より求めたそれぞれの負荷ひずみの傾き M_1' と式(18)より求めた負荷応力の関係を Fig. 8に示す。このときの傾きは $1/K = -0.00232 (\text{deg}/\text{MPa})$ となった。式(8)において、応力状態を一軸応力とした場合の理論値は $1/K = -0.00227 (\text{deg}/\text{MPa})$ である。したがって、誤差は約 2.2% である。

$\varphi = 90\text{deg}$ 方向のそれぞれの負荷ひずみにおける $2\theta =$

Fig. 7. 2θ - $\sin^2\psi$ diagram for single crystal specimen ($\varphi = 0\text{deg}$).

Fig. 8. Relation between slope of $2\theta - \sin^2\psi$ diagram and applied stress ($\varphi = 0\text{deg}$).

Fig. 10. Relation between slope of $2\theta - \sin^2\psi$ diagram and applied stress ($\varphi = 90\text{deg}$).

$\sin^2\psi$ 線図を Fig. 9 に示す. ここで, 一軸応力のとき式 (5) より

$$\sin^2\psi = -2s_{12}/s_0 \quad (19)$$

において交わる. この値は Table I の値を用いると 1.208 となる. Fig. 9 より求めたそれぞれの負荷ひずみの傾き M_2' と負荷応力の関係を Fig. 10 に示す. このときの傾きは $1/K = -0.000569(\text{deg/MPa})$ となった. 式 (9) において, 応力状態を一軸応力とした場合の理論値は $1/K = -0.000498(\text{deg/MPa})$ である. したがって, 誤差は約 14.3% である.

4・3 セン断応力 σ_{12} の決定

せん断応力 σ_{12} の決定には 2.3 の方法 2 を用いて測定を行った. $\varphi = 26.565\text{deg}$ 方向と $\varphi = 63.435\text{deg}$ 方向のひずみの平均を $\varphi = 45\text{deg}$ 方向のひずみの代わりとして採用した. それぞれの負荷ひずみにおける線図を Fig. 11 に示す. ここで, 一軸応力のとき式 (14) より

$$\sin^2\psi = -4s_{12}/(s_{44} + 2s_0) \quad (20)$$

Fig. 9. $2\theta - \sin^2\psi$ diagram for single crystal specimen ($\varphi = 90\text{deg}$).

において交わる. この値は Table I の値を用いると 0.4353 となる. 格子ひずみは式 (3) を用いて算出した. 無負荷状態での回折角 $2\theta_0$ は負荷ひずみが 100×10^{-6} から 600×10^{-6} までの回折角を直線近似し, そのときの切片を無負荷状態での回折角 $2\theta_0$ として採用した. Fig. 11 より求めた傾き M_4 と負荷応力との関係を Fig. 12 に示す. このときの傾きは $1/K = 4.94 \times 10^{-6}(1/\text{MPa})$ となった. 式 (15) において, 応力状態を一軸応力とした場合の理論値は $1/K = 4.90 \times 10^{-6}(1/\text{MPa})$ である. したがって, この時の誤差は約 0.82% である.

4・4 測定応力と負荷応力の関係

Fig. 7 と Fig. 9 より求めた M_1' , M_2' を式 (8), 式 (9) に代入し, 連立して解くことにより, σ_{11} , σ_{12} を求めた. これら求めた σ_{11} , σ_{12} と Fig. 11 より求めた M_4 を式 (15) に代入し, 式 (15) を解くことにより σ_{12} を求めた. 負荷した応力による測定応力の変化をみるためにそれぞれの測定応力から無負荷時の測定残留応力を引く. なお,

Fig. 11. $\epsilon_\psi - \sin^2\psi$ diagram for single crystal specimen $((\varphi_1 + \varphi_2)/2)$.

Fig. 12. Relation between slope of $\varepsilon_{\psi} - \sin^2\psi$ diagram and applied stress $((\varphi_1 + \varphi_2)/2)$.

Fig. 13. Relation between measurement stress and applied stress for single crystal specimen.

残留応力は $\sigma_{11} = 31\text{MPa}$ 、および $\sigma_{22} = 18\text{MPa}$ の引張残留応力であった。測定応力と負荷応力の関係を Fig. 13 に示す。図において、実線は最小 2 乗法による回帰直線であり、破線は $\sigma_{11} = \sigma_A$ 、 $\sigma_{22} = \sigma_{12} = 0$ の線である。X 線測定された応力 σ_{11} は負荷応力の 1.018 となり、2% 程度高かった。一方、 σ_{22} 、 σ_{12} は σ_{11} に比較して小さく、ほぼ 2% である。つまり、シリコン単結晶の 4 点曲げにおいて一軸応力とみなせる。

5 結 言

シリコン単結晶の X 応力測定のために、同一晶帯軸上の二つの回折から決定する 2 点法を発展させた平面応力測定法を提案した。この手法における測定値に及ぼす測定条件の影響を検討するとともに、4 点曲げ負荷応力を測定し、以下の結論を得た。

(1) 平行ビーム X 線を使用した場合、ピークの決定には揺動は不可欠であり、揺動範囲は ± 1.0 から 2.0deg

くらいで、最大強度の位置を含む場合回折角は揺動範囲に影響しない。一方、 $25\mu\text{m}$ の位置移動で 3MPa くらいの応力誤差であり、PSPC に比して小さい。

(2) シリコン単結晶に 1 軸応力を負荷した場合、試験片長手方向 (荷重方向) $\varphi = 0\text{deg}$ 方向の応力測定の結果、応力定数は単結晶から計算される値との差は 2.2% である。一方、横方向 $\varphi = 90\text{deg}$ 方向の応力定数の測定値の計算値との差は 14.3% である。また、 $\varphi = 45\text{deg}$ 方向の測定値の計算値の差は 0.82% である。

(3) 単結晶の弾性定数を使用して求めた荷重軸方向の応力 σ_{11} は負荷応力の 101.8% であり、一方、横方向の応力 σ_{22} 、およびせん断応力 σ_{12} は 2% 程度であり、十分な精度で応力測定が可能である。

(4) 本研究で提案した方法は、単結晶の 110 方向およびその直角方向の垂直応力の測定には、無ひずみの回折角の測定は不要であるが、せん断応力の決定には無ひずみの回折角の高精度測定が必要である。

付録 平板の 4 点曲げの弾性有限要素法解析

薄板の曲げでは、板厚が板幅に比較して小さい場合、板の中央では平面ひずみとなり、いわゆる平板の曲げの理論を適用しなければならない。本実験で使用したシリコン単結晶は、板幅 10mm に対して板厚が 0.56mm であり、平面ひずみとなる可能性がある。そこで、内スパン 20mm 、外スパン 40mm の 4 点曲げを加えた場合の試験片表面での応力分布を、異方性を考慮した 3 次元の有限要素法 (FEM) 解析を行う。4 点曲げの対称性を考慮して Fig. 14 のような長さ 40mm 、幅 10mm 、厚さ 0.56mm の試験片の 1/4 の領域を解析する。座標系は σ_{11} は試験片長手方向、 σ_{22} は試験片幅方向、 σ_{33} は試験片厚さ方向とした。計算に用いた物性値を Table III に示す。これらの物性値はシリコン単結晶において $[110]$ を x 軸、 $[1\bar{1}0]$ を y 軸、 $[001]$ を z 軸として Table I より求めた。

Fig. 14. Analyzed area of silicon single crystal (Dimensions are in mm).

Table III. Material properties for FEM analysis.

Young's modulus (GPa)	E_{11}	E_{22}	E_{33}
	169	169	130
Poisson's ratio	ν_{12}	ν_{23}	ν_{31}
	0.062	0.278	0.278
Shear modulus (GPa)	G_{12}	G_{23}	G_{31}
	50.9	79.6	79.6

Fig. 15. Stress distribution from center.

このとき、試験片の表面のひずみと応力の関係は次のようになる。

$$\varepsilon_{11} = \frac{\sigma_{11}}{E_{11}} - \nu_{12} \frac{\sigma_{22}}{E_{22}} \quad (21)$$

$$\varepsilon_{22} = \frac{\sigma_{22}}{E_{22}} - \nu_{12} \frac{\sigma_{11}}{E_{11}} \quad (22)$$

有限要素法のメッシュは、試験片長手方向に24、試験片厚さ方向に4、試験片幅方向に25にそれぞれ分割し、要素としては20節点の直方体の2次要素を使用した。要素数は2400、節点数は12095である。境界条件としてはCC'D'Dの面をx方向に固定し、CABDの面をy方向に固定する。さらにAA'をz方向に固定する。また、EE'

にz方向に0.285871mmの変位を与えた。

試験片中心(x方向拘束面)のCC'の節点における応力と中心からの距離の関係をFig. 15に示す。ここでそれぞれの応力は σ_{11} の理論値で割ることにより正規化されている。図中には平面ひずみ $\varepsilon_{33} = 0$ の場合、式(22)から求められる σ_{22} の値も示した。 σ_{11} に比べ σ_{33} は小さな値となっていてほぼ零である。 σ_{22} は平面ひずみとしたときの理論値よりも平面応力としたときの σ_{22} である零に近くなっている。以上より板幅10mm板厚0.56mmの平板の4点曲げの試験片表面では中心付近の応力状態は一軸状態になっているとみなすことが出来る。

参考文献

- 1) 太田裕之, 三浦英生, 北野 誠, 材料, **45**, 1322 (1996).
- 2) X. Zhang, T-Y. Zhang, M. Wong and Y. Zohar, Proc. 10th IEEE Inter. Work Shop, Nagoya, 535 (1997).
- 3) 小長哲郎, 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) 斎藤雄治, 星野公明, 丸山秀彰, 栗田政則, 日本材料学会第36回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 285 (2000).
- 7) 鈴木裕士, 秋田貢一, 三沢啓志, 日本材料学会第38回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 65 (2002).
- 8) K. Tanaka, Y. Akiniwa, T. Ito and K. Inoue, JSME Inter. J., Ser. A, **42**, 224 (1999).
- 9) 日本材料学会編, "X線応力測定法", p.54 (1981) 養賢堂.
- 10) 田中啓介, 石原啓策, 井上 馨, 材料, **45**, 1138 (1996).
- 11) H. J. McSkimin and J. P. Andreatch, Jr., J. Appl. Phys., **35**, 2161 (1964).