微小材料機械的特性評価試験機の試作と シリコン単結晶微小素子の破壊特性評価*

駒井 謙治郎^{*1}, 箕島 弘二^{*1}, 俵 秀男^{*3}
井上 茂道^{*3}, 砂子 勝好^{*2}

Development of Mechanical Testing Machine for Microelements and Fracture Strength Evaluation of Single-Crystalline Silicon Microelements

Kenjiro KOMAI, Kohji MINOSHIMA, Hideo TAWARA,
Shigemichi INOUE and Katsuyoshi Sunako

Quasi-static bending tests of single-crystalline silicon microelements fabricated by dicing and photoetching were performed. The microelements fabricated by photoetching (specimen width: 65–200 μm , thickness: 45–60 μm) were subjected to three-point bending, with two-support roll length of 1.5 mm. For this purpose, the authors have developed a specially designed testing machine (load range: 0.1 mN–5 N, accuracy: 0.02 mN), which enables mechanical testing including fatigue of microelements. Loads were applied to a specimen by means of an electromagnetic actuator, and the displacement was measured with a differential transformer (measuring accuracy: 0.1 μm). Mechanical testing of microelements could be thereby performed with sufficient precision. Single-crystalline silicon microelements deformed elastically until final catastrophic failure, showing a brittle nature. The influences of the fabrication process and specimen width on fracture strength were investigated, and the dominating factor on the strength was discussed.

Key Words: Fracture, Fracture Strength, Material Testing, Testing Machine, Microelement, Single-Crystalline Silicon, Size Effect, Fabrication Process, Dicing, Photoetching, Micromachine

1. 緒 言

マイクロマシンは、数十 nm から 1 mm 程度の寸法の部品を用いて製作される超小形の機械であり、最近大きな注目を集めつつある^{(1)~(4)}。現時点においては、その実用化にはほど遠い段階にあるが、日本においては通産省工業技術院を中心に産・官・学共同で研究開発を進めるマイクロマシン大形プロジェクトが、平成 3 年度から始まっており、シリコン基板上にギヤ、マイクログリッパ、モータ、センサなどが試作されている。

マイクロマシン用構造材料としては、すでに超 LSI 製作などに対して技術的蓄積があるフォトファブリケーションを基本とする微細加工技術が利用できることや、情報処理機能を付与するための電子回路を同時に加工できることから、シリコン単結晶を用いることが基本となっている。フォトファブリケーションに用いられるエッチングには、等方性のものと異方性のもの

がある。前者の場合、アンダカットが生じるためアスペクト比の大きい部品を作ることができないのに対して、後者によれば基板と垂直方向の加工が可能であり、アスペクト比の大きい部品を作ることができる。さらに、機械加工に属するダイシング加工、プラズマを用いる反応性エッチング、LIGA プロセスなどさまざまな加工法が開発されている。

本研究においては、異方性エッチング、ならびにダイシング加工によって作成したシリコン単結晶微小素子について、微小材料機械的特性評価試験機を新たに開発して三点曲げ試験を行い、曲げ強度に及ぼす寸法効果と加工法の影響について検討を加えた。

2. 実験方法

2.1 試験片 本研究では、シリコンウエハより異方性エッチングおよびダイシング加工により作成したシリコン単結晶試験片を用いて、機械的性質に及ぼす加工法、試験片幅、結晶方位の影響を検討した。異方性エッチングによる試験片の面方位は(110)、長手方向は〈112〉である。試験片の SEM 写真を図 1 に、試験片研磨面の原子間力顕微鏡写真を図 2 に示す。試験

* 原稿受付 平成 5 年 6 月 28 日。

^{*1} 正員, 京都大学工学部 (〒606 京都市左京区吉田本町)。

^{*2} 准員, 住友電気工業(株) (〒554 大阪市此花区島屋 1-1-3)。

^{*3} 学生員, 京都大学大学院。

(a) 3個一組の試験片(表面研磨面(A面)より観察,
 $l=2000\ \mu\text{m}$, $a=95\ \mu\text{m}$, $t=62\ \mu\text{m}$)

(b) 試験片表面研磨面(A面)および側面
($a=95\ \mu\text{m}$, $t=62\ \mu\text{m}$)

(c) エッチング面(B面)方向より見た試験片

(d) エッチング表面(B面)および側面

図1 異方性エッチング試験片

片は異方性エッチングによる選択溶解のため、断面は図3に示すように台形状となっている。表1に今回用いた試験片断面寸法を示す。図3で底面にあたるA面は研磨面であり、試験片縁、表面とも確認できる欠陥は存在せず[図1(a), (b)], 図2に示す原子間力顕微鏡による観察では表面粗さは $R_{\text{max}}=0.78\ \text{nm}$ であった。これに対して、B面および側面はエッチング面であり、研磨面と比較すると粗さは大きい[図1(c), (d)]。試験では、A面に引張応力が作用するように三点曲げ荷重を負荷し、試験片幅を変えて10本前後の試験を行った。

ダイシング加工試験片の場合は、表2に示す4種類の表面研磨四点曲げ試験片を用いて、機械的性質に及ぼす異方性の影響を調べた。また、試験片寸法効果を

表1 異方性エッチング試験片の寸法

Thickness $t\ (\mu\text{m})$	Side height $H\ (\mu\text{m})$	Bottom width $a\ (\mu\text{m})$	Top width $b\ (\mu\text{m})$
45	10	70	15
		100	45
		150	95
		200	145
62	37	65	25
		95	55
		145	105
		195	155

図2 試験片研磨面(A面)の原子間力顕微鏡写真(走査範囲: $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$, 単位: μm)

図3 試験片断面形状

表 2 ダイシング加工試験片の寸法

Wafer	Longitudinal direction	Polishing	Width w (mm)	Thickness t (mm)	Length ℓ (mm)
(110)	$\langle 112 \rangle$	Both sides	4.97	0.300	60
(100)	$\langle 110 \rangle$	One side	4.97	0.402	
(110)	$\langle 110 \rangle$	One side	4.97	0.402	
(110)	$\langle 100 \rangle$	One side	4.96	0.405	

表 3 ダイシング加工試験片の寸法

Wafer	Longitudinal direction	Polishing	Width w (mm)	Thickness t (mm)	Length ℓ (mm)
(110)	$\langle 112 \rangle$	Both sides	0.17	0.300	30
			0.27		
			0.47		
			0.97		
			1.97

(a) 外観

(b) 三点曲げ荷重負荷部

図 4 微小材料機械的特性評価試験機

調べるため、表 3 に示す 5 種類の試験片(各々 10 本前後)を用いて試験を行った。

2・2 曲げ試験 ミクロンオーダの微小素子を対象とした試験機については、すでに片持ばり試験機が報告されている⁽⁵⁾⁽⁶⁾が、これは静荷重のみを負荷できるものであり、繰返し荷重を負荷でき、疲労試験機と

表 4 微小材料機械的特性評価試験機の仕様

Load	
Type of loading	Electromagnetic
Range	0.1 mN - 5 N
Accuracy	0.02 mN
Displacement	
Measuring method	D. T. F.
Range	250 μ m
Accuracy	0.1 μ m
3-point bending jig	
Span	1 - 10 mm (Variable)
Support	ϕ 0.6 Drill rod
Monotonically increasing load	
Cyclic load	
Frequency	0.01 - 0.1 Hz
Waveform	Triangular

しての諸機能を備えたものはいまだ報告されていない。本研究においては、このためとくに試作した電磁力負荷方式微小材料機械的特性評価試験機[図 4(a)]を用いて、異方性エッチング微小試験片の強度試験を実施した。試験機は、微小圧縮試験機(島津製作所, MCTM シリーズ)をベースとして、微小試験片の評価が行えるように、荷重負荷レンジ、変位レンジを変更し、さらに、単調増加荷重のみならず、繰返し疲労荷重負荷を可能ならしめたものである。仕様を表 4 に示す。試験機はパーソナルコンピュータにより制御され、データ収集、グラフ表示の一括処理が可能である。

荷重負荷には先端半径 20 μ m のダイヤモンド圧子を、試験片支持には直径 0.6 mm のドリルロッドを用いて三点曲げ荷重(支持スパン長さ=1.5 mm)を負荷した[図 4(b)]。この場合、付属のテレビカメラにより試験片の装着状態を確認できるようになっている。

荷重負荷速度は、表面応力値で 15 MPa/s に設定し、破断までの所要時間を約 100 s とした。また、高品位マイクロ스코プ(キーエンス社・VH-W 200 形、観察倍率 200 倍、観察距離 60 mm)による試験片の連続その場観察と記録が可能である。なお、ダイシング加工試験片に対しては、四点曲げ試験機を用いた。中央支点間距離、外側支点間距離はそれぞれ 16 mm、28.3 mm である。

3. 実験結果および考察

3・1 異方性エッチング試験片 図 5 に、微小材料機械的特性評価試験機を用いて、厚さ 62 μm 、幅 95 μm の試験片の三点曲げ試験を行ったときの荷重-荷重点変位曲線を示す。また、図 6 (a)~(c) に図 5 中に A-C で示す時点における試験片の変形の様子を高品位マイクロ스코プにより観察した結果を示す。図 5 の荷重-荷重点変位曲線は、わずかであるが下に凸の形状を呈している。これは、試験片の支持に直径 0.6 mm と比較的大きなドリルロッドを用いたため、荷重増加とともに試験片と支持ドリルロッドとの接触点が移動して、荷重支持スパン長さが試験中に短くなった影響が現れたものである。そこで、繰返し演算により各荷重における真の試験片支持スパン長さを求め、試験片支持点を基準として求めた荷重点変位を横軸に、また $(L/L_0)^3$ を測定荷重にかけて補正を施した荷重を縦軸にプロットした、補正荷重-変位曲線を図 7 に示す。ここで、 L : 各荷重における真の試験片支持スパン長さ、 L_0 : 無負荷時の試験片支持スパン長さ(=1.5 mm)である。補正荷重-変位曲線は、破断荷重が 500 mN にも満たない小さな値にもかかわらず、試験荷重範囲内ではほぼ直線となっており、荷重と変位が精度よく測定されたことがわかる。これより、シリコン単結晶は最終破壊に至るまで弾性的挙動を呈し、脆性的に

図 5 異方性エッチング試験片の荷重-変位曲線 (補正前, $a=95 \mu\text{m}$, $t=62 \mu\text{m}$)

破壊が生じていることがわかる。

三点曲げ試験より求めた縦弾性係数と試験片幅の関係を図 8 に示す。縦弾性係数を求めるにあたっては、図 5 に示すスパン長さ補正前の、ほぼひずみが 0.2% となるまでの荷重と変位の関係より算出した。これより求めた弾性係数は、図 7 に示したスパン長さ補正後の荷重-変位関係より求めた値とほぼ一致した。図中、縦弾性係数の平均値を□印(厚さ 45 μm)と○印(厚さ 62 μm)で、各板幅の標準偏差を線分で示している。すべての試験片の弾性係数の平均値は約 165 GPa、標準偏差は 20 GPa であった。ばらつきが比較的大きかったのは、試験片エッチング面上の $\pm 3 \mu\text{m}$ 程度のうねりによる断面二次モーメントの計算値からのずれにある。

引張応力および圧縮応力を受ける面でそれぞれ計算

(a) 荷重負荷前(図 5 の A 点)

(b) 荷重=160 mN, 変位=35 μm (図 5 の B 点)

(c) 荷重=400 mN, 変位=80 μm (図 5 の C 点)

図 6 異方性エッチング試験片($a=95 \mu\text{m}$, $t=62 \mu\text{m}$)の曲げ変形挙動

した破断強度(以下、引張強度、圧縮強度と呼ぶ)と試験片幅の関係を図9, 10に示す。図8と同様に、試験片の強度の平均値を□印(厚さ45 μm)と○印(厚さ62 μm)で、標準偏差とともに示したものである。試験片幅によらず破断応力のばらつきが大きく、しかも試験片断面が台形状であり、圧縮応力面の幅が引張応力面より小さいため、圧縮強度はつねに引張強度より大きくなっている。また、厚さ45 μm 、62 μm いずれも、試験片幅の変化に対して引張強度、圧縮強度分布にあまり大きな変化は見られない。最小引張強度は、試験片厚さによらずほぼ1 GPaであるが、最大引張強度について見ると、厚さ62 μm のほうが厚さ45 μm の場合より、2倍弱大きくなっており、最大値は3 GPaに達している。

台形状の断面形状を有する試験片では、圧縮応力はつねに引張応力より大きな値となること、異方性エッチング試験片では引張応力が負荷される研磨面は極めて滑らかであり、高倍率観察によっても試験片縁の加

エギズ等の欠陥がまったく見られない[図1(b)]のに対して、圧縮応力が負荷されるエッチング面は表面粗さが大きく[図1(d)], 応力集中部を有することより、最終破壊は圧縮破壊によってもたらされたものと考えられる。エッチング加工された幅=75~240 μm 、厚さ=8~16 μm 、スパン=75~500 μm のシリコン単結晶片持ばりの曲げ試験においては、最大値で10 GPaという大きな曲げ強度が報告されているが⁽⁶⁾、本研究で用いた異方性エッチング試験片ではエッチング面の応力集中のため、これより小さい曲げ強度となった。

3.2 ダイシング加工試験片

3.2.1 異方性効果 ダイシング四点曲げ試験結果を表5に示す。この場合も、異方性エッチング試験片と同様に、最終破壊に至るまで応力とひずみはほぼ比例し、脆性的に破壊が生じた。曲げ強度について見

図7 荷重-変位曲線(補正後)

図9 引張強度(平均値と標準偏差)と試験片幅の関係(異方性エッチング試験片)

図8 弾性係数(平均値と標準偏差)と試験片幅の関係(異方性エッチング試験片)

図10 圧縮強度(平均値と標準偏差)と試験片幅の関係(異方性エッチング試験片)

表 5 ダイシング加工試験片の機械的性質

	Fracture stress (MPa)	Fracture strain (%)	Elastic modulus (GPa)
(110)<112>beam	703	0.245	180 ± 3
(100)<110>beam	431	0.166	168 ± 10
(110)<110>beam	552	0.210	172 ± 3
(110)<100>beam	493	0.236	134 ± 5

図 11 曲げ強度(平均値と標準偏差)と試験片幅の関係(ダイシング加工試験片)

ると、はりの上面(シリコンウエハ面)の面方位や試験片長手方向方位に関係なくばらついている。一方、弾性係数について見ると、はりの上面の面方位には依存しないが、はりの長手方向の結晶方位と良好な対応関係にあり、 $\langle 100 \rangle \rightarrow \langle 110 \rangle \rightarrow \langle 112 \rangle$ の順にその値は増加した。シリコン単結晶はダイヤモンド形の結晶構造を有しており、 $\langle 111 \rangle$ 方向の共有結合で構成されている。すなわち、 $\langle 111 \rangle$ の方位に近づくほど剛性が増加したものである。なお、いずれの結晶方位においても、得られた値は報告されている値⁽⁶⁾⁽⁷⁾とほぼ一致した。

3・2・2 寸法効果 曲げ強度と試験片幅の関係を図 11 に示す。曲げ強度の最大値、最小値、平均値いずれも試験片幅に依存せず、ほぼ一定値を示した。曲げ強度の最大値は 820 MPa であり、エッチング加工により作成した同程度の幅の試験片の最大曲げ強度 5～10 GPa⁽⁵⁾⁽⁶⁾、あるいは前述の異方性エッチング加工試験片の最大曲げ強度 3 GPa と比べて相当に低下した。これは、ここで用いた試験片がダイシング機械加工で作成しており、試験片切り出し時に加工損傷を受けたためである(後述)。以上をまとめると、試験片幅の減少に伴う曲げ強度の上昇は見られず、曲げ強度は試験片幅によらずほぼ一定の範囲(600～800 MPa)に分布

(a) マクロ破面

(b) 引張応力側における欠陥

(c) リバーパターン

図 12 (100)<110> ダイシング加工試験片の破面

し、その平均値はほぼ一定値を保つことがわかる。したがって、この場合の試験片の強度支配因子は、試験片表面の微視的な欠陥ではなく、3・2・3 項でその写真を示すように、試験片幅に関係しない巨視的な試験片縁に存在する加工損傷であると結論される。

3・2・3 破面・表面観察 シリコン単結晶は、典型的な脆性材料であり、曲げ試験においては、試験片は破壊時にばらばらに飛散する。試験片表面に接着テープを貼ると試験片の飛散は防げるが、ばらばらに破壊することは同様であり、試験片の破壊をもたらした起点の同定・観察は非常に困難であった。しかし、異方性

図 13 ダイシング加工によりもたらされた縁欠陥 [(110) <112> 試験片]

を調べる実験において、(100) <110> はりは、比較的大きな、表面長さ $3.2\ \mu\text{m}$ 、深さ $1.2\ \mu\text{m}$ の欠陥が試験片表面に存在し、このため低応力 ($\sigma_B = 431\ \text{MPa}$) で破壊し、観察可能な破面が得られた。破面のマクロ写真を図 12(a) に示す。破面には、引張応力面に破壊の起点と思われる欠陥 [図 12(b)] と、その欠陥起点部から放射状に進展したへき開破壊の特徴であるリバーパターン [図 12(c)] が観察された。この欠陥を無限平板内の長さ $2c = 3.2\ \mu\text{m}$ のき裂として $K_I = \sigma(\pi c)^{1/2}$ を用いて近似計算した K_I 値は、 $K_I = 0.97\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ であり、また半無限板中の深さ $a = 1.2\ \mu\text{m}$ のき裂として $K_I = 1.12\sigma(\pi a)^{1/2}$ を用いて近似計算した値は、 $K_I = 0.94\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ であった。これらの値はいずれも、シリコン単結晶の破壊靱性値 ($K_{IC} = 0.9\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)⁽⁵⁾⁽⁶⁾ とほぼ一致した。

曲げ試験においては、試験片表面のきずや粗さが試験結果に大きな影響を与える。ダイシング加工試験片はエッチングを施しておらず、表面粗さは極めて小さい状態 (研磨面: $R_{\text{max}} = 0.78\ \text{nm}$, 非研磨面: $R_{\text{max}} = 115\ \text{nm}$) にあるが、試験片縁には加工損傷が多数存在していた。加工損傷は試験片幅に関係なくほぼ同程度であったが、表裏で損傷の大きさと形状に相違が見られた。すなわち、加工損傷の小さい面 (試験片表側) の縁には最大 $10\ \mu\text{m}$ の深さの比較的曲率半径の大きい鱗状の欠け [図 13(a)] が、試験片裏側の縁には最大 $20\ \mu\text{m}$ の深さの鋭い先端をもった欠け [図 13(b)] が多数分布していた。これらの欠陥のため、ダイシング加工を施した試験片の曲げ強度は、試験片幅に依存しなかったものである。

4. 結 論

異方性エッチングとダイシング加工により作成したシリコン単結晶微小素子について、新たに開発した微

小材料機械的特性評価試験機を用いて、曲げ試験を行い、曲げ強度に及ぼす寸法効果、加工法の影響について検討を加えた。得られた結果をまとめると以下のとおりである。

(1) 本開発微小材料機械的特性評価試験機により、マイクロマシンオーダの試験片の曲げ試験が、十分な精度でもって可能である。

(2) 微小寸法のシリコン単結晶は最終破壊に至るまで弾性的挙動を呈し、脆性的に破壊する。

(3) 試験片寸法の減少に伴う曲げ強度の上昇は見られず、曲げ強度はほぼ一定の範囲にばらつきをもって分布した。これは、異方性エッチング試験片においてはエッチング面の粗さ、ダイシング加工試験片においては試験片縁に残された加工損傷が試験片の強度を支配したためである。

(4) ダイシング加工によって作成した試験片の曲げ強度は、エッチング加工試験片に比べて低下した。これは、試験片縁に残された加工損傷により引張強度が大きく低下したことによる。

本研究の実施にあたっては、平成 4 年度文部省科学研究費補助金試験研究 B(1) (課題番号 04555023) の補助を受けた。記して謝意を表する。

文 献

- (1) 江刺, 応用物理, 60-3(1991), 227.
- (2) 林, 精密工学会誌, 57-1(1991), 23.
- (3) 藤正・中島・鎮西・井街, マイクロマシン開発ノートブック, (1991), 秀潤社.
- (4) 江刺, 機械の研究, 43-12(1991), 1267.
- (5) Johanson, S. and Schweitz, J., *J. Appl. Phys.*, 63-10(1988), 4799.
- (6) Ericson F. and Schweitz, J., *J. Appl. Phys.*, 68-11(1990), 5840.
- (7) 五十嵐, 日本機械学会関西支部第 194 回講習会教材, (1992), 47.