Si 単結晶マイクロエレメントの破壊・疲労特性評価と水環境効果*

駒井 謙治郎*¹ 箕島 弘 二*¹
井上 茂 道*² 藤井 秀 敏*²Evaluation of Fracture and Fatigue Strength of Single-Crystal Silicon
Microelements and Influence of WaterKenjiro KOMAI, Kohji MINOSHIMA,
Shigemichi INOUE and Hidetoshi FUJII

Quasi static and fatigue tests of single crystal silicon microelements fabricated by micromachining (photoetching) were performed. The cantilever beam microelements were subjected to simple bending using a specially designed testing machine. Extremely small loads could be applied to a microelement by means of an electromagnetic actuator, and quasi static and fatigue tests could thereby be performed with sufficient precision. Silicon microelements deformed elastically until final catastrophic failure, giving a brittle nature. The fracture strengths increased with decreasing specimen size. Fatigue tests were performed, and the influence of water on fatigue strength was discussed. The fracture surface and sample surface were examined in detail using a scanning electron microscope (SEM) and an atomic force microscope (AFM), and the fracture mechanisms were discussed.

Key Words: Fracture, Fatigue, Environmental Effects, Fracture Strength, Testing Machine, Microelement, Single Crystal Silicon, Photoetching, Size Effect, Fractography, Atomic Force Microscopy, Micromachine

1. 緒 言

微細加工技術を結集したマイクロマシンの実現は、機械のサイズや効率に革新をもたらすとともに、メンテナンスや医療分野等で多大の貢献をなすものと期待されている⁽¹⁾⁽²⁾。従来はややもするとマイクロマシンの製作に重点が置かれてきたが、マイクロマシンの実用化は、機械としての信頼性確保、ひいてはそれを構成するマイクロエレメントの信頼性の上に成り立つものである。したがって実用可能なマイクロマシンの実現にあたっては、マイクロマシンを構成する微小機械要素である、マイクロエレメントの超微細加工技術やそれらのマイクロエレメントを組み合わせる機構の開発とともに、マイクロエレメントの機械的性質、疲労特性、摩擦・摩耗特性の評価、破壊機構の解明、寿命予測法の確立が必要不可欠である^{(3)~(8)}。

著者らは、電磁力により精密に微小な荷重を負荷することのできる、微小材料機械的特性評価装置を開発するとともに、それを用いて、ミクロンオーダーのシリ

コン単結晶マイクロエレメントの三点曲げ、四点曲げ試験を用い、その静的機械的特性に及ぼす異方性エッチングやダイシング加工などの加工法や試験片サイズの影響を検討した⁽⁸⁾。この結果、マイクロエレメント表面の粗さや荷重点直下における応力集中が、マイクロエレメントの機械的特性に大きな影響を与えることが明らかとなった⁽⁸⁾。そこで、本研究においては、荷重点直下の応力集中の影響が無視でき、しかもより表面粗さを小さくした異方性エッチング片持ばり試験片を用いて、静的曲げ試験を行った。併せて、変動応力下の疲労試験を空中と水中で実施して、強度に及ぼす水環境の影響について検討するとともに、試験片表面、破面を走査型電子顕微鏡(SEM)と原子間力顕微鏡(AFM)を用いて詳細に観察して、シリコン単結晶マイクロエレメントの破壊機構について検討を加えた。

2. 実 験 方 法

用いた試験片は、面方位(110)のシリコンウエハより異方性エッチング加工により長手方向が〈112〉となるように作成した三点曲げ試験片(断面形状:台形、厚さ:62 μm, エッチング面幅:55 μm, 研磨面幅:95 μm)⁽⁸⁾と片持ばり試験片である。片持ばり試験片サイズをまとめて表1に示す。三点曲げ試験片は、2, 3個が

* 原稿受付 1995年10月2日。

¹ 正員、京都大学大学院工学研究科 (〒606-01 京都市左京区吉田本町)。² 京都大学大学院。

Fig. 1 SEM Photographs of microcantilever beam specimens

Table 1 Dimensions of cantilever beam specimens

Width w (μm)	Thickness t (μm)	Length (μm)
195	30	2000
145	30	1500
95	30	1000
65	30	1000
45	30	500

" w " and " t " are defined in Fig. 2.

Fig. 2 Schematics of a microcantilever beam specimen

一組となっており、一つ一つ切り放して試験を行った⁽⁸⁾。片持ばり試験片は、図1にそのSEM写真を、また、図2に模式図を示すように、シリコンウエハ上に一列に並んで作成されている。試験の際は、それらの試験片をウエハごと切り出し、アルミニウム製ブロックに接着し、そのブロックを試験機に固定した。三点曲げ試験片と同様に、試験片上面は研磨面であり、側面および下面はエッチング面である。試験片断面は長方形であり、図1(b)、図2に示すように、試験片付け根部分が厚くなっている。図1(c)に示すエッチング面は、研磨面と比較すると粗さは大きい。AFMを用いて試験片研磨面とエッチング面を観察した結果を図3に示す。試験片研磨面の表面粗さは $R_a=0.19\text{ nm}$ であるのに対して、図3(b)に示すエッチング面の表面粗さは $R_a=60\text{ nm}$ である。一方、三点曲げ試験片の場合⁽⁸⁾は、研磨面で $R_a=0.62\text{ nm}$ 、エッチング面で $R_a=270\text{ nm}$ と、エッチング面での粗さが大きかった。なお、エッチング面には、図に示すように比較的大きな繰返し周期を有するうねりが観察されるが、この凹凸は片

(a) Polished surface

(b) Etched surface

Fig. 3 AFM topography of a microcantilever beam specimen

持ばり試験片の場合で約 200 300 nm 程度であった。いずれの試験片の場合も、表面粗さの小さい研磨面に引張応力が作用するように曲げ荷重を負荷した。

片持ばり試験片を用いた静的曲げ試験、および2種類の試験片を用いた疲労試験は、先に開発した電磁力により荷重を精密に負荷することのできる、微小材料機械的特性評価試験機⁽⁹⁾(荷重負荷レンジ: 0.1 mN 5 N, 荷重負荷精度: 0.02 mN, 荷重点最大変位: 250 μm , 荷重点変位測定精度: 0.1 μm)を用いた。荷重負荷には先端曲率 20 μm のダイヤモンド圧子を用い、一部の試験は高分解能ビデオマイクロスコープ(観察倍率: 200 倍, 焦点距離: 60 mm)による連続観察下で行った。なお、疲労試験条件は、応力繰返し速度 0.1 Hz, 応力比 0.01 である。三点曲げ試験における試験

片支持には直径 0.6 mm のドリルロッドを用い、スパン長さを 1500 μm とした。片持ばりを用いた試験では、図 2 に示す L が 350 μm あるいは 750 μm の位置に荷重を負荷した。試験は実験室空中で行ったが、一部の試験ではイオン交換水(比抵抗 $>1 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$)で湿らせた脱脂綿を用いて図 2 の斜線部を覆った、水環境条件下で疲労試験を行った。なお、破断後および中断試験後の試験片表面や破面を走査型電子顕微鏡(日本電子, JSM 5400 LV)および原子間力顕微鏡(Digital Instruments 社, Nanoscope III)で詳細に観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 片持ばり静的曲げ試験 図 4 に幅 95 μm の試験片を用いて静的曲げ荷重を負荷したときの荷重変位曲線を、また、荷重負荷直前と 70 mN のときの試験片の変形と破断後の試験片の様子をマイクロ스코プを用いて観察した結果を図 5 に示す。荷重変位曲線は、破断荷重が 100 mN にも満たない小さな値であるにもかかわらず、試験荷重範囲内で直線であり、静的曲げ試験が精度よく実施されたこと、また、シリコン単結晶は最終破壊に至るまで弾性変形を呈し、脆性的に破壊が生じたことが明らかである。先に報告した三点曲げ荷重負荷の場合⁽⁶⁾はドリルロッドでの荷重支持点の移動に伴い、荷重-変位曲線が下に凸の形状を有し、荷重支持点移動を補正する必要があり、また荷重負荷点での応力集中が試験結果に影響を与えた。しかしながら、片持ばりではそのような影響は生じず、本研究で扱う微小機械要素に対する評価試験法としては、三点曲げ試験に比べて片持ばりを用いた試験法のほうが優れている。

図 6(a), (b) に、曲げ試験より求めた引張破壊強度と試験片幅の関係を示す。おのおのの試験結果を●印で、平均値を○印で示したものである。各試験片幅

Fig. 4 Load displacement curve of a microcantilever (Width: 95 μm)

における試験片本数は 10 15 本である。片持ばり試験片は試験片付け根付近で板厚が厚くなっており、試験片付け根より 100 150 μm ほど離れた付近で破断した(図 2)。したがって、破断強度を求める際には、スパン長さとして荷重点から破断位置までの長さを採用した。図 6 より最小破壊強度は幅 45 μm の試験片以外は 2 GPa 程度とほぼ一定値を保つが、強度の最大値あるいは平均値は試験片幅が小さくなるにしたがい大きくなり、強度に対する寸法効果が現れている。シリコン単結晶の微小片持ばりを用いた曲げ試験において、最大値で 10 GPa という大きな破壊強度が報告されているが⁽³⁾、本研究で用いた片持ばりの破壊強度の最大値は 7.7 GPa であり、その値に近い大きな値となった。なお、先に述べたように、試験片は付け根より 100 150 μm ほど離れた付近で破断したが、このとき破壊強度が大きい場合は試験片根本に近い部分に、換言すれば、荷重点と破断点間の距離であるスパン長さが長い部分に、また強度が小さい場合はスパン長さが広く

(a) Just before loading

(b) Load: 70 mN

(c) Just after breakage

Fig. 5 Deformation of microcantilever specimen

分布する傾向となった。これは、シリコン単結晶は脆性材料であり表面欠陥に敏感であるため⁽⁹⁾、大きな欠陥がなく強度が大きい場合は、応力が大きくなる試験片根本付近で破壊するのに対して、比較的大きな欠陥をもつ場合はその欠陥部分から破壊に至り、スパン長さが広く分布する結果となったものである。

なお、異方性エッチング三点曲げ試験片では、試験片幅が 65-200 μm の範囲で最大破断強度が約 3 GPa、平均強度が約 2 GPa と、破断強度に試験片幅の依存性

(a) $L=350 \mu\text{m}$

(b) $L=750 \mu\text{m}$

Fig. 6 Relation between fracture strength and specimen width (microcantilever specimens)

Fig. 7 SEM photograph of fracture surface of a microcantilever beam specimen subjected to monotonic loading (Specimen width: 45 μm , Fracture strength: 6.8 GPa)

が見られず、また、強度自身も片持ばり試験片に比べて小さくなった⁽⁸⁾が、これは、荷重点圧子直下における応力集中に加え、エッチング面の表面粗さが片持ばり試験片に比べて大きかったためである。

図 7 に片持ばりの静的破壊試験で得た破面の SEM 写真を示す。図に示すようにラジアルマーキングをもとに起点(図中に矢印で示す)をたどることは可能であるが、SEM の分解能では起点が何であるかを確認することはできなかった。起点を半無限板中のき裂とし、シリコン単結晶の破壊靱性値を $K_{Ic}=0.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2(5)(6)}$ として、 $K_I=1.12\sigma(\pi a)^{1/2}$ を用いて欠陥の大きさを求めると数 nm 程度の大きさとなり、SEM による起点の確認は困難である。また、シリコン単結晶においては、金属材料やセラミックス材料と比較すると破面の粗さが非常に小さいことが特徴⁽⁸⁾⁽¹⁰⁾である。

3.2 疲労破壊特性

3.2.1 空中疲労特性 図 8, 9 に、三点曲げおよび片持ばり試験片を用いた疲労試験中の荷重負荷に伴

Fig. 8 Changes in displacement during fatigue tests (Three point bending specimen)

Fig. 9 Changes in displacement during fatigue tests (Microcantilever beam specimen)

Table 2 Fatigue lives of microcantilever beam specimens conducted in laboratory air
(Specimen width: 95 μm , Maximum load: 75 mN, $L=750\text{ }\mu\text{m}$, $R=0.01$)

Sample No.	1	2	3	4	5	6	7
N_f	3.6×10^4	17	<1	4.4×10^4	$>5.0 \times 10^4$	<1	$>5.0 \times 10^4$

Fig. 10 $S-N$ curves of three point bending specimens conducted in laboratory air

Fig. 11 Fatigue crack, initiated at the loading point (Laboratory air)

う荷重点変位の時間変化を示す。三点曲げ試験片の場合(図8)は、最大変位は室温の変化による試験機の熱膨張のため約3 μm の範囲で変動しているのに対して、変位幅の変動幅は約0.5 μm 以下であり、破断まで試験片コンプライアンスの値は一定値を保ったまま最終破壊に至ったことがわかる。

一方、片持ばり試験片の場合(図9)は、矢印で示す時点で試験を中断して、さらに破壊に至るまで荷重を負荷した結果を示すが、この場合も最大変位は室温の変化による試験機の熱膨張のため周期的に変化した。それに対して、変位幅に対する室温の変化の影響は最大変位に比較すると小さいが、2 μm 程度のばらつきを有しており、三点曲げ疲労試験の振幅のばらつきが0.5 μm であったことと比較するとばらつきが大きくなる結果となった。また、最大変位についても、繰返しに伴い減少する傾向にあるが、原因は不明である。

図10に三点曲げ疲労試験の $S-N$ 曲線を示す。図中

(a) Low magnification AFM image

(b) High magnification AFM image of Fig. 12(a)

Fig. 12 Specimen surface fatigued in laboratory air, imaged with AFM, (Microcantilever specimen)

左端の $n=0.5$ 上に三点曲げ強度の平均値を●印で、また標準偏差を線分で示す。三点曲げ試験片の場合はエッチング面の粗さが大きく、圧縮応力の働くエッチング面での応力集中により静的強度が定まった⁽⁸⁾ため、 $S-N$ 曲線の縦軸には最大圧縮応力をとって示している。三点曲げ疲労寿命は、静的曲げ強度の分布特性と対応して、広くばらつく結果となった。試験を中断して荷重点近傍をSEMを用いて観察した一例を図11に示すが、荷重点より長さ数 μm のき裂が観察され、荷重点圧子での応力集中によって疲労破壊が生じたことがわかる。

次に、荷重点圧子での応力集中が無視できる片持ばり試験片の疲労試験結果を表2に示す。試験は、 $L=750\text{ }\mu\text{m}$ の位置に最大荷重75 mNを負荷した。この場合、 $L=100\text{ }\mu\text{m}$ での最大応力は3.4 GPaとなる。疲労試験は、表中のSample Numberの順に行ったが、試験の順序に無関係に、疲労寿命が広く分布する結果となり、三点曲げ試験と同様であった。疲労試験後の試

Table 3 Fatigue lives of microcantilever beam specimens conducted in water
(Specimen width: 95 μm , Maximum load: 75mN, $L=750\text{ }\mu\text{m}$, $R=-0.01$)

Sample No.	1	2	3	4	5	6	7
N_f	$>5.0 \times 10^4$	$>5.0 \times 10^4$	4.9×10^4	4.5×10^4	9.2×10^2	7.5×10^3	6.8×10^2

(a) Laboratory air

(b) Water

Fig. 13 SEM photographs of fatigue fracture surface of microcantilever beam specimens

(a) Front view

(b) Top view

Fig. 14 SEM photograph of microcantilever beam specimen fatigued in water (Longitudinal crack is shown by arrow)

試験片表面を AFM を用いて観察した結果を図 12 に示す。試験片表面には一部異物による突起が観察されるが、疲労試験後の表面粗さは $R_a=0.12\text{ nm}$ であり、試験開始前後の表面粗さには差は認められず、nm オーダにおいても表面疲労損傷は観察されなかった。

(a) Low magnification AFM image

(b) High magnification AFM image of Fig. 15(a)

(c) Cross section of a crack observed in Fig. 15(b)

Fig. 15 Specimen surface fatigued in water imaged with AFM

(Microcantilever beam specimen, $n=5 \times 10^4$)

3・2・2 疲労強度に及ぼす水環境の影響 片持ばり試験片を用いて、疲労強度に及ぼす水環境の影響を検討した結果を表 3 に示す。水中疲労試験の荷重条件は空中疲労試験と同一である。試験は、表中の Sample Number の順に行ったが、空中疲労試験の場合と異なり、先に試験を行った番号の若い試験片よりも後から試験を行った番号の大きな試験片のほうが、疲労寿命が短くなる結果となった。水中疲労試験は、最大応力を有する試験片根本付近が水環境にさらされるように、イオン交換水に浸した脱脂綿を試験片根本におく

ことにより実現したが、この場合、疲労試験を行ってある試験片の周りの未疲労試験片も水環境に浸される。したがって、後に試験を行った試験片ほど長期間水中に浸漬される結果となり、疲労寿命が Sample Number が大きいほど低下する傾向となったものである。

空中疲労破面と水中疲労破面の代表的 SEM 写真を図 13 に示す。これより、水中疲労破面のほうが空中疲労破面に比べて、破面のマクロな凹凸が大きいことがわかる。これは、空中疲労では、静的曲げ試験と同様に単一き裂が発生・進展して最終破壊がもたらされたのに対して、水中疲労では、複数のき裂が発生・進展したことを示唆している。また、水中疲労では、図 14 に示すように試験片長手方向にき裂が進展する場合もあった。このような長手方向き裂は空中疲労ではまったく観察されず、水環境独特のものと考えられるが、このき裂発生・進展機構については、さらなる研究が必要である。

5×10^4 サイクル荷重を負荷した水中疲労試験片の根本付近の AFM 像を図 15 に示す。図 15(a) は、AFM 像を濃淡画像として表したものであり、各点での明るさがその点での高低を表しており、明るい部分が高い部分に、暗い部分が低い部分に対応する。また、併せて、濃淡バーに高さを示す。図 15 より明らかなように、試験片長手方向に対して直角方向に溝状の損傷が観察された。この溝状の損傷部の断面図を図 15(c) に示すように、損傷深さは約 20 nm 程度であり、水環境と疲労荷重の相乗効果により生じたものであり、水中においては、このようなき裂が発生・進展して最終破壊に至ったものと考えられる。従来、シリコン単結晶は、水環境では応力腐食割れは生じないと考えられていた⁽¹¹⁾ が、動的応力条件においては、水環境との相乗効果により nm オーダでき裂発生が促進される場合があるようであり、注意を要する。

4. 結 言

電磁力負荷方式により微小荷重を精密に負荷することのできる微小材料機械的特性評価試験機を用いて、異方性エッチングにより作成したシリコン単結晶マイクロエレメント片持ばり試験片と三点曲げ試験片を用いて、静的曲げ試験・疲労試験、さらに疲労強度に及ぼす水環境の影響を検討した。得られた結果をまとめると以下のようなものである。

(1) 三点曲げ試験片の破壊強度は、試験片表面粗さが大きく、しかも荷重負荷点直下の応力集中により破壊挙動が支配されるため、強度特性には試験片サイズの影響は見られなかった。しかし、表面粗さが小さく、かつ荷重負荷点直下の応力集中が無視できる片持ばり試験片では、試験片サイズが小さくなるほど最大破壊強度が大きくなるとともに、強度自身も三点曲げ試験片に比べて大きくなった。

(2) シリコン単結晶マイクロエレメントの試験方法としては、片持ばり試験片を用いるほうが三点曲げ試験片より優れている。

(3) 三点曲げ疲労試験においては、疲労が観察され、荷重負荷点よりき裂が発生・進展していることが確認された。

(4) 荷重点負荷直下の応力集中の無視できる片持ばり疲労試験においても、空中・水中いずれの環境においても、疲労挙動が観察された。

(5) 水中疲労では、水環境中にさらされている時間が長くなるほど、疲労寿命が短くなる傾向が見られた。

(6) 空中疲労においては、AFM を用いた nm オーダの観察においても表面疲労損傷は観察されなかったが、水中疲労においては、動的応力と水環境の相乗効果により生じた nm オーダの微小き裂が観察された。

文 献

- (1) 藤正巖・中島尚正・鎮西恒雄・井街宏、マイクロマシン開発ノートブック、(1991)、秀潤社。
- (2) 藤正巖、機誌、**97** 905 (1994)、311-314。
- (3) Johansson, S. and Schweitz, J. A., *J. Appl. Phys.*, **63** 10 (1988), 4799-4803。
- (4) Ericson, F., Johansson, S. and Schweitz, J. A., *Mater. Sci. Eng., A* **105/106** (1988), 131-141。
- (5) Ericson, F. and Schweitz, J. A., *J. Appl. Phys.*, **68** 11 (1990), 5840-5844。
- (6) Johansson, S., Ericson, F. and Schweitz, J. A., *J. Appl. Phys.*, **65** 1 (1989), 122-128。
- (7) Ogawa, H., Ishikawa, Y. and Kitahara, T., *Proc. 2nd Japan France Congress on Mechatronics*, (1994), 465-468。
- (8) 駒井謙治郎・箕島弘二・依秀男・井上茂道・砂子勝好、機論、**60** 569, A (1994), 52-58。
- (9) Suresh, S., *J. Hard Mater.*, **2** 1-2 (1991), 29-54。
- (10) 箕島弘二・遠藤道彦・宮脇毅・駒井謙治郎、機論、**61** 587, A (1995), 1587-1594。
- (11) Wong, B. and Holbrook, R. J., *J. Electrochem. Soc.*, **134** 9 (1987), 2254-2256。