シリコン単結晶の X 線残留応力測定法*

斎藤 雄治^{*1}, 栗田 政則^{*2}, 澤口 義郎^{*3}X-Ray Residual Stress Measurement
of Silicon Single CrystalYuji SAITO^{*4}, Masanori KURITA and Yoshiro SAWAGUTI^{*4}Industrial Research Institute of Niigata Prefecture,
4-1-14 Shinsan, Nagaoka-shi, Niigata, 940-2127 Japan

An X-ray stress measuring method for a silicon single crystal is proposed. Various stresses σ_a were applied to a silicon single crystal wafer specimen, and the strains of different diffraction planes were measured by X-rays. The variation of peak positions at various ψ angles caused by various applied stresses σ_a was investigated. The measured peak positions were plotted in the $\sin^2\psi$ diagram for various applied stresses σ_a . Although the peak positions of different diffraction planes in the $\sin^2\psi$ diagram deviated from a straight line determined by the least squares method, the straight lines crossed at a point, and the slope M and intercept N of the straight line varied linearly with the applied stress σ_a . This shows that the peak position and the strain for a fixed ψ angle vary proportionally to the applied stress σ_a . For plane stress state, the residual stress of a silicon single crystal specimen can be determined using the slope M and intercept N .

Key Words: Residual Stress, Experimental Stress Analysis, Elasticity, Nondestructive Inspection, Stress Analysis, Silicon Single Crystals, X-Ray Stress Measurement, X-Ray Diffraction

1. 緒 言

工業上, シリコン単結晶は集積回路(IC)や太陽電池の基板にシリコンウエハとして多く使用されている。熱処理や機械加工などのシリコンウエハの製造工程で生じた残留応力は, 基板の変形や強度のみならず, 製品の歩留まり, 耐久性, 電気特性などに大きな影響を及ぼすので, シリコン単結晶の残留応力を高精度かつ迅速に測定する方法の開発が強く望まれている。

X 線応力測定法は, 結晶材料表面の局所の残留応力を非破壊的に測定することができる。巨視的に弾性等方性の多結晶材料に対しては, この X 線応力測定の理論はすでに確立されている。しかし, 集合組織材⁽¹⁾⁽²⁾や単結晶^{(3)~(7)}など弾性異方性をもつ材料も工業的に広く用いられており, 最近はこのような材料の X 線応力測定法の研究も多く行われている。

従来, 単結晶の X 線応力測定法では, 一般的には 6 個または平面応力を仮定した場合には 3 個の独立した方向のひずみを, 異方性弾性体に対するフックの式を用いて応力に変換し, 必要に応じて結晶座標系や試料座標系などに変換して応力を求めている^{(8)~(10)}。

Dupke ら⁽³⁾⁽⁴⁾は, 2 種類の X 線管球と四軸制御のゴニオメータを用いて, 研削加工したシリコン単結晶の深さ方向の応力分布を測定した。鈴木ら⁽⁵⁾⁽⁶⁾は, 二軸の試料揺動装置と位置敏感型比例計数管(PSPC)を用いて, シリコン単結晶の応力を X 線⁽⁵⁾またはシンクロトロン放射光⁽⁶⁾を用いて測定した。秋田ら⁽⁷⁾は, イメージングプレートを用いて Ni 基超合金単結晶の X 線応力測定を行った。これらの測定は, すべて上記の方法^{(8)~(10)}を用いて応力を求めている。

本研究で提案する単結晶の測定法は, 著者らが提案している非線形な $\sin^2\psi$ 線図をもつ材料に対する X 線応力測定法の理論⁽¹⁾⁽²⁾⁽¹¹⁾を単結晶に応用したものである。この理論は, 一定の ψ 角方向のひずみは応力に比例するという前提のみを用いて導かれているので, 等方性材料のみならず異方性材料でも弾性体であれば広く適用できる。

本研究ではこの理論を用いて, 平面応力状態における単結晶の複数の晶帯面から得られた非線形な $\sin^2\psi$

* 原稿受付 2002 年 6 月 17 日。

^{*1} 正員,新潟県工業技術総合研究所中越技術支援センター(〒940-2127 長岡市新産 4-1-14)。^{*2} 正員,長岡技術科学大学機械系(〒940-2188 長岡市上富岡町 1603-1)。^{*3} 東京エレクトロン AT 株式会社(〒407-8511 荏崎市藤井町 2381-1)。

E-mail: ysaitou@iri.pref.niigata.jp

線図上の回折線ピーク位置に最小二乗法を用いて当てはめた直線のご配と切片から応力値を求める方法を提案した。さらに、単結晶の晶帯面のひずみと応力の関係を用いて、任意の結晶構造をもつ単結晶の応力定数を理論的および実験的に求める方法を示すとともに、その実測例としてシリコン単結晶の応力定数を求めた。なお本研究では、測定精度の高い高角度の回折線を測定するために、特性X線にCrK β 線を用いてシリコン単結晶の応力測定を行った。

2. 任意の結晶構造をもつ単結晶のひずみと応力の関係

ここでは一般的な解析方法を示すために、単結晶は任意の結晶構造をもつものとし、結晶座標系[C]、結晶基準座標系[K]、試料座標系[S]および実験座標系[L]を設け、試料座標系[S]の応力とX線で測定する実験座標系[L]の垂直ひずみの関係式を求める。

結晶座標系[C]は図1のように、結晶軸をC₁、C₂およびC₃軸にとった座標系である。結晶基準座標系[K]は図1に示したように、任意の結晶座標系[C]を直交座標系に変換するために、K₁軸をC₁軸にとり、K₂軸をC₁-C₂面にとった直交座標系である。

試料座標系[S]は図2に示したように、S₁-S₂面を試料面に、S₃軸を試料面法線にとった直交座標系である。また実験座標系[L]は図1と図2に示したように、X線で測定する回折面L₁-L₂の法線をL₃軸とし、L₂軸を試料面S₁-S₂面にとった直交座標系である。すなわち、試料面と回折面の交線をL₂軸とする。このとき、L₂軸と直交するS₃、L₃およびL₁軸は同一の面内にあり、この面を ψ 面と呼ぶ。ここで、回折面法線L₃軸と試料面法線S₃軸とのなす角を ψ とする。

また、 ψ 面と試料面との交線をS ϕ 軸とし、S ϕ 軸と

S₁軸とのなす角を ϕ とする。S ϕ 軸はX線で応力を測定する方向である。さらに、結晶基準座標系[K]から実験座標系[L]へ、および試料座標系[S]から結晶基準座標系[K]への座標変換マトリックスをそれぞれ l^{LK} および l^{KS} とする。

ここで、X線で測定するL₃軸方向の垂直ひずみ ϵ_{33}^L を ϵ とおくと、 ϵ は結晶基準座標系[K]のひずみ ϵ_{kl}^K と次式の関係がある。

$$\epsilon = \epsilon_{33}^L = l_{3k}^{LK} l_{3l}^{LK} \epsilon_{kl}^K \dots\dots\dots (1)$$

なお、本論文で用いた添字 k, l, m, n, r および s はすべて1~3までの値をとり、Einsteinの総和規約に従うものとする。

次に、単結晶のひずみと応力の関係式を求める。結晶基準座標系[K]のひずみ ϵ_{kl}^K と応力 σ_{mn}^K の関係は、任意の結晶構造をもつ単結晶に対して次式で表せる。

$$\epsilon_{kl}^K = S_{klmn} \sigma_{mn}^K \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 S_{klmn} は結晶基準座標系[K]における単結晶のコンプライアンスである。

また、結晶基準座標系[K]の応力 σ_{mn}^K は、試料座標系[S]の応力 σ_{rs}^S を座標変換することにより次式となる。

$$\sigma_{mn}^K = l_{mr}^{KS} l_{ns}^{KS} \sigma_{rs}^S \dots\dots\dots (3)$$

式(1)に、式(2)と式(3)を代入すると

$$\epsilon = l_{3k}^{LK} l_{3l}^{LK} S_{klmn} l_{mr}^{KS} l_{ns}^{KS} \sigma_{rs}^S \dots\dots\dots (4)$$

を得る。式(4)は、任意の結晶構造をもつ単結晶のL₃軸方向の垂直ひずみ ϵ と試料座標系[S]の応力 σ_{rs}^S との関係式を表す式である。

3. 任意の結晶構造をもつ単結晶の応力測定

3.1 異なる回折面を用いた応力測定 等方性材

Fig. 1 Laboratory, crystal and standard crystal coordinate systems [L], [C], [K]

Fig. 2 Specimen and laboratory coordinate systems [S], [L]

料でも異方性材料でも弾性体であれば格子ひずみは応力に比例する。X線で測定する格子ひずみは回折線ピーク位置に比例するから、 x 軸方向に加える負荷応力を σ_a 、 x 軸方向の残留応力を σ_{0x} とすると、全応力 σ_t

$$\sigma_t = \sigma_{0x} + \sigma_a \quad \cdots \cdots (5)$$

によって生ずるピーク位置の変化 Δp_i は全応力 σ_t に比例する。このとき、比例定数は一般的にひずみ ε の方向すなわち ϕ 角によって異なる値をとるのでこれを k_{xi} とおくと、 Δp_i は

$$\Delta p_i = k_{xi} \sigma_t \quad \cdots \cdots (6)$$

となる。したがって、全応力 σ_t が加わったときのピーク位置 p_i は次式となる。

$$\begin{aligned} p_i &= p_{0i} + \Delta p_i \\ &= p_{0i} + k_{xi} \sigma_t \\ &= p_{0i} + k_{xi} (\sigma_{0x} + \sigma_a) \quad \cdots \cdots (7) \end{aligned}$$

ここに、 p_{0i} は全応力 $\sigma_t = 0$ における試験片のピーク位置である。

式(7)において、試験片に種々の負荷応力 σ_a を加えたときに、全応力 σ_t が降伏応力を越えなければ、残留応力 σ_{0x} は変化しないと考えられるので、式(7)から

$$k_{xi} = \frac{\partial p_i}{\partial \sigma_a} \quad \cdots \cdots (8)$$

となる。すなわち、 k_{xi} は一定の ϕ 角における負荷応力 σ_a に対するピーク位置 p_i の変化から求まる⁽²⁾⁽¹¹⁾。

式(4)において、X線で測定する格子ひずみすなわちピーク位置 p_i はすべての応力成分の影響を受ける。ここでは、平面応力状態の応力成分がピーク位置 p_i に及ぼす影響を考える。平面応力状態において、式(7)の p_{0i} は負荷応力の方向(x 軸方向)と直交する図2の L_2 軸方向(y 軸方向)の残留垂直応力 σ_{0y} および残留せん断応力 σ_{0xy} の影響を受けるので

$$p_{0i} = p_{00i} + k_{yi} \sigma_{0y} + k_{xyi} \sigma_{0xy} \quad \cdots \cdots (9)$$

となる。ここに、 p_{00i} は無応力状態の試験片のピーク位置、 k_{yi} と k_{xyi} は σ_{0y} と σ_{0xy} に対するピーク位置 p_i の変化を表す係数である。以下では、これらの係数 k_{xi} 、 k_{yi} 、 k_{xyi} をまとめて k_i 値と呼ぶ。

いま、 $\sin^2 \phi$ 線図が直線になるか否かにかかわらず、 $\sin^2 \phi$ 線図上の n 個のピーク位置 p_i に最小二乗法を用いて当てはめた直線を

$$p = Mx + N \quad \cdots \cdots (10)$$

とすると、この直線のこう配 M と切片 N は

$$M = \sum a_i p_i \quad \cdots \cdots (11)$$

$$N = \sum b_i p_i \quad \cdots \cdots (12)$$

となる⁽¹⁾⁽²⁾⁽¹¹⁾。ただし、 $\sum$ は $i=1 \sim n$ までの和をとることを表すものとし、

$$a_i = \frac{nx_i - \sum x_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad \cdots \cdots (13)$$

$$b_i = \frac{\sum x_i^2 - x_i \sum x_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad \cdots \cdots (14)$$

$$x_i = \sin^2 \phi_i \quad \cdots \cdots (15)$$

である。

$\sin^2 \phi$ 線図のピーク位置 p_i の各点に最小二乗法を用いて当てはめた直線のこう配 M と切片 N は、式(11)と式(12)に式(7)と式(9)を代入して整理すると

$$M = M_{00} + B_y \sigma_{0y} + B_{xy} \sigma_{0xy} + B_x \sigma_t \quad \cdots \cdots (16)$$

$$N = N_{00} + C_y \sigma_{0y} + C_{xy} \sigma_{0xy} + C_x \sigma_t \quad \cdots \cdots (17)$$

となる。ここに、 M_{00} と N_{00} は無応力状態の試験片の $\sin^2 \phi$ 線図のこう配と切片

$$M_{00} = \sum a_i p_{00i} \quad \cdots \cdots (18)$$

$$N_{00} = \sum b_i p_{00i} \quad \cdots \cdots (19)$$

を表し、 B_x 、 C_x 、 B_y 、 C_y 、 B_{xy} および C_{xy} は次式で与えられる。

$$B_x = \sum a_i k_{xi} \quad \cdots \cdots (20)$$

$$C_x = \sum b_i k_{xi} \quad \cdots \cdots (21)$$

$$B_y = \sum a_i k_{yi} \quad \cdots \cdots (22)$$

$$C_y = \sum b_i k_{yi} \quad \cdots \cdots (23)$$

$$B_{xy} = \sum a_i k_{xyi} \quad \cdots \cdots (24)$$

$$C_{xy} = \sum b_i k_{xyi} \quad \cdots \cdots (25)$$

式(16)と式(17)において残留応力 σ_{0y} と σ_{0xy} は一定であるので、式(16)と式(17)は非線形な $\sin^2 \phi$ 線図をもつ材料に対しても $\sin^2 \phi$ 線図の各ピーク位置 p_i に最小二乗法を用いて当てはめた直線のこう配 M と切片 N は、等方性材料の場合と同様に全応力 σ_t に比例することを示している。

なお、実験で用いたシリコン単結晶の試験片に対しては、後に述べるように k_{xyi} は零となるので式(24)と式(25)の B_{xy} と C_{xy} も零となる。この場合、残留応力 σ_{0x} と σ_{0y} は、式(16)と式(17)に式(5)を代入して $\sigma_a = 0$ とおくと

$$\sigma_{0x} = \frac{1}{D} \begin{vmatrix} M - M_{00} & B_y \\ N - N_{00} & C_y \end{vmatrix} \quad \cdots \cdots (26)$$

$$\sigma_{0y} = \frac{1}{D} \begin{vmatrix} B_x & M - M_{00} \\ C_x & N - N_{00} \end{vmatrix} \quad \cdots \cdots (27)$$

となる。ここに

$$D = \begin{vmatrix} B_x & B_y \\ C_x & C_y \end{vmatrix} \quad \cdots \cdots (28)$$

である。

単結晶や巨視的に弾性等方な多結晶体のように弾性定数が知られており、ひずみと応力の関係が得られている材料については、 k_{xi} と k_{yi} を求めることができるので、式(20)～(23)の B_x 、 C_x 、 B_y および C_y を決

定できる。

集合組織をもつ材料のように理論的に k_{xi} と k_{yi} が求まらない場合には、次のように実験的に B_x , C_x , B_y および C_y を求めることができる。式(5), (16) および式(17)より B_x と C_x は

$$B_x = \frac{\partial M}{\partial \sigma_a} \dots\dots\dots (29)$$

$$C_x = \frac{\partial N}{\partial \sigma_a} \dots\dots\dots (30)$$

となるので、これらの値はそれぞれ M - σ_a および N - σ_a 線図の直線のこう配として求まる。同様に、 B_y と C_y は試験片の y 軸方向に応力を加えたときの $\sin^2\psi$ 線図のこう配 M と切片 N の負荷応力に対する変化から求まる。

これらの式からわかるように、この測定法は最小二乗法の原理を用いてデータによく当てはまる直線を決定するという数学の理論とは全く異なり、直線とならないデータを直線で近似しているのではなく、応力によって生ずる $\sin^2\psi$ に依存する各ピーク位置 p_i の平均的变化を最小二乗法で決定した直線のこう配 M と切片 N の変化から求め、これから応力を決定する方法を提案したものである。この理論で用いているのは、ひずみ(ピーク位置 p_i に比例)が応力に比例するという式(7)および式(9)の前提のみであるから、この理論は本論文のように異なる回折面を用いた単結晶のみならず等方性多結晶材に対しても、また非線形な $\sin^2\psi$ 線図をもつ集合組織材⁽¹⁾⁽²⁾ や ψ スプリット材⁽¹¹⁾ などにも適用できる。

3.2 k_i 値の理論値 ここでは、3.1 節の測定理論を任意の結晶構造をもつ単結晶の応力測定に応用するために、式(7)および式(9)の k_i 値を求める。ま

ず、式(4)の ε , l_{3k}^{LK} および l_{3k}^{KS} は、測定するひずみの方向を表す ψ 角によって異なる値をとるので、これらの値に添字 i を付けて区別すると、次式となる。

$$\varepsilon_i = l_{3ki}^{LK} l_{3li}^{LK} S_{klmn} l_{mr}^{KS} l_{ns}^{KS} \sigma_{rs}^{S_i} \dots\dots\dots (31)$$

ここで、ブラッグの式からピーク位置 p_i は

$$p_i = p_{00i} - h_i \varepsilon_i \dots\dots\dots (32)$$

となる⁽¹¹⁾。ここに

$$h_i = \frac{360 \tan \theta_{00i}}{\pi} \dots\dots\dots (33)$$

で、 θ_{00i} は無応力状態の試験片のブラッグ角である。式(31)を式(32)に代入すれば、単結晶の応力 $\sigma_{rs}^{S_i}$ とピーク位置 p_i の関係が得られる。

次に、図2で $\phi=0$ rad, すなわち S_ϕ 軸(x 軸)を S_1 軸にとり、 S_1 軸と S_3 軸を含む ψ 面内に法線をもつ晶帯面を測定する場合を考える。このとき、 L_2 軸は測定する回折面の晶帯軸となる。式(31)で $\sigma_{rs}^{S_i} = \sigma_a$, $r=1$ および $s=1$ とおいて式(32)に代入し、式(8)を適用すると

$$k_{xi} = -h_i l_{3ki}^{LK} l_{3li}^{LK} S_{klmn} l_{m1}^{KS} l_{n1}^{KS} \dots\dots\dots (34)$$

となる。同様に、 k_{yi} と k_{xyi} は

$$k_{yi} = -h_i l_{3ki}^{LK} l_{3li}^{LK} S_{klmn} l_{m2}^{KS} l_{n2}^{KS} \dots\dots\dots (35)$$

$$k_{xyi} = -2h_i l_{3ki}^{LK} l_{3li}^{LK} S_{klmn} l_{m1}^{KS} l_{n2}^{KS} \dots\dots\dots (36)$$

となる。

任意の結晶構造をもつ単結晶に対しては、方向余弦 l_{3k}^{LK} などを式(34)~(36)に代入すれば、 L_2 軸を晶帯軸にもつ回折面に対する k_i 値の理論値が式(34)~(36)から求まる。

3.3 シリコン単結晶の k_i 値の理論値 次に、式(34)~(36)を用いて、シリコン単結晶の k_i 値の理論値を求める。本研究で用いたシリコン単結晶は、オリエンテーションフラット(オリフラ)方向が結晶の $[110]$ 軸、試料面の法線方向が結晶の $[001]$ 軸方向の配向をもつ立方晶である。立方晶の場合、結晶基準座標系 $[K]$ の K_1 , K_2 および K_3 軸は立方晶の結晶軸 $[100]$, $[010]$ および $[001]$ に一致する。

いま、図3のように試料のオリフラ方向を S_1 軸、試料面の法線を S_3 軸にとり、 S_1 軸(x 軸)方向に単軸応力 $\sigma_{11}^{S_1} = \sigma_a$ を負荷する場合を考える。本研究では、 L_2 軸を晶帯軸にもつ回折面の格子ひずみを測定したので、 K_1 軸と S_1 軸のなす角 β は $\pi/4$ rad となる。したがって、 l^{LK} と l^{KS} は次式となる。

$$l^{LK} = \begin{bmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} \cos \psi & \frac{1}{\sqrt{2}} \cos \psi & -\sin \psi \\ -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{2}} \sin \psi & \frac{1}{\sqrt{2}} \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \dots\dots (37)$$

Fig. 3 Specimen, laboratory and standard crystal coordinate systems $[S]$, $[L]$ and $[K]$

$$I^{KS} = \begin{bmatrix} 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{2} & 0 \\ 1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \dots\dots\dots (38)$$

また、立方晶単結晶のコンプライアンス s_{klmn} は

$$s_{klmn} = s_{12}\delta_{ki}\delta_{mn} + s_0\delta_{ks}\delta_{ls}\delta_{ms}\delta_{ns} + \frac{1}{2}s_{44}I_{klmn} \dots\dots\dots (39)$$

と表せる⁽¹²⁾。ここに、 δ_{ij} はクロネッカのデルタで

$$s_0 = s_{11} - s_{12} - \frac{1}{2}s_{44} \dots\dots\dots (40)$$

$$I_{klmn} = \frac{1}{2}(\delta_{kn}\delta_{lm} + \delta_{km}\delta_{ln}) \dots\dots\dots (41)$$

である⁽¹²⁾⁽¹³⁾。

また、式(34)～(36)に式(37)～(39)を代入して整理すると、シリコン単結晶の k_i 値の理論値は

$$k_{xi} = -\frac{h_i}{2}(s_{44} + s_0)\sin^2\psi - s_{12}h_i \dots\dots\dots (42)$$

$$k_{yi} = -\frac{h_i}{2}s_0\sin^2\psi - s_{12}h_i \dots\dots\dots (43)$$

$$k_{xyi} = 0 \dots\dots\dots (44)$$

となる。式(42)～(44)を式(20)～(25)に代入すれば、式(16)と式(17)の係数が求まる。

4. 実験方法

用いた試験片は、表面が結晶の(001)面、オリフラ方向が結晶の[110]方向のシリコンウェハから作製し、オリフラ方向を試験片の長手方向にとった。試験片の寸法は $98 \times 15 \times 0.5$ mm である。この試験片では、 $\psi = 15.6, 35.2$ および 54.7 deg にそれぞれ(115)、(224)および(333)面の回折線が得られる。

本研究では、回折線ピーク位置の測定精度を高くするために、通常 CrK β 線を除去するために用いているバナジウムフィルタを取り外して、CrK β 線を用いて高角度の回折線を測定した。

X線による応力測定には、(株)リガクのシンチレーションカウンタ型X線応力測定装置 MSF-1 M の本体に本研究室で開発したX線計数制御装置およびソフトウェアを搭載した装置を用いた。X線による回折線ピーク位置の測定は、試験片に四点曲げ負荷装置で種々の負荷応力 σ_a を加えながら、並傾法を用いた ψ 揺動法によって試験片の中央部を長手方向に表1の条件で行った。

負荷応力 σ_a は、四点曲げ負荷装置に取付けた小型ロードセルで測定した荷重から求めた。四点曲げ負荷装置の支点間距離は外側 90 mm、内側 50 mm である。応力値は(115)と(333)面のピーク位置を用いた2点法⁽²⁾、および(115)、(224)および(333)面を用いた n 点法⁽²⁾によって決定した。 n 点法では $\sin^2\psi$ 線図上にプロットしたこれら三つのピーク位置に最小二乗法を用いて当てはめた直線から、また2点法では2点を結んだ直線から、そのこう配 M と切片 N を求めた。

回折線強度の測定値はバックグラウンド(BG)とLPA 因子で補正した。測定した(115)と(333)面の回折線は 171.8 deg 付近の高角度に現れるため、X線応力測定装置では高角度側のBG強度を測定できない。そこで、本研究では、回折線の低角度側の 160 deg と 168 deg の2点を結んだ直線によってBG強度の直線を決定した。回折線ピーク位置は、補正した最大強度の50%以上のデータを用いて、ガウス曲線法⁽¹⁴⁾で決定した。

また本研究では、X線計数値固有の統計変動によって生ずる測定値のばらつきの大きさを表す95%信頼区間を前報⁽¹⁵⁾で提案した式を用いて求めた。後に示す図5～7については、測定値の95%信頼区間が ± 0.01 deg 以下のため信頼区間の表示を省略した。

また、図8～10については、測定値の95%信頼区間の最大値のみを示した。

5. 実験結果および考察

図4には、負荷前の試験片の(115)面の回折線プロファイルとこれを近似したガウス曲線を示した。ガウス関数は最大強度 $I_{\max}$ の50%以上の点を用いて決定したが、回折線プロファイルの各点がガウス関数でよく近似されていることが、図4からわかる。測定に用いたCrK β 線の強度はCrK α 線の強度の約 $1/8$ である⁽¹⁶⁾が、約 172 deg の高角度側に応力測定に十分な強度の回折線が得られていることが図4からわかる。

図5は、試験片に加えた種々の負荷応力 σ_a に対する三つの回折面(115)、(224)および(333)の n 点法による $\sin^2\psi$ 線図で、この図の縦軸には $p_i - p_{0i}$ をとつ

Table 1 Conditions for X-ray stress measurement

Characteristic x-rays	CrK β
Diffraction planes	(115), (333), (224)
Diffraction angle, deg	171.84, 140.30
ψ angle, deg	15.6, 54.7, 35.2
Filter	None
Tube voltage, kV	30
Tube current, mA	2
Step size, deg	0.05
Irradiated area, mm ²	6×10
Preset time, s	3
ψ -oscillation angle, deg	± 2

た。また図5には、各 σ_a に対する3点に最小二乗法を用いて当てはめた直線を示してある。 n 点法では、三つの異なる回折面を測定しているの、 $\sin^2\psi$ 線図上の各ピーク位置の変化量 $p_i - p_{0i}$ は直線にならないが、これらの直線群は前報⁽²⁾⁽¹¹⁾で述べた理論どおり一点で交わっていることが図5からわかる。また、前報⁽²⁾⁽¹¹⁾の理論式から求めた図5の直線群の交点は(0.291, 0)であり、この値は図5の直線群の交点に実際によく一致している。

図6は、試験片に加えた種々の負荷応力 σ_a に対する2点法による $\sin^2\psi$ 線図である。図6からわかるように、2点法による $\sin^2\psi$ 線図も図5に示した n 点法の場合と同様に、 $\sin^2\psi$ 線図の直線群は前報⁽²⁾⁽¹¹⁾で述べた理論どおり一点で交わっており、この交点は理論値(0.267, 0)によく一致している。なお、図5と図6のピーク位置 p_{0i} は、後の表5に示す試験片の残留応

力値 σ_{0y} と式(43)から求めた k_{yi} の理論値を式(9)に代入して求めた。無応力状態の試験片のピーク位置 p_{00i} にはシリコン粉末の(115)と(333)面の回折角 $2\theta_{00i}$ の測定値171.84 degおよび(224)面の測定値140.30 degを用いた。

図7は、一定の ψ 角におけるピーク位置 p の負荷応力 σ_a に対する変化で、図7のピーク位置 p の各点は一直線上によくのっている。これは、一定の ψ 角方向のピーク位置すなわち格子ひずみ負荷応力 σ_a に比例して変化すること、すなわち異なる回折面に対しても式(7)が成り立っていることを示している。

図8には、図7の直線のこう配である k_{xi} および式(42)から求めた k_{xi} の理論値を $\sin^2\psi$ に対して示した。この理論値の計算に用いたシリコンの単結晶コンプライアンスを表2⁽¹⁷⁾に示した。図8から k_{xi} の実測値は、理論値とほぼ一致していることがわかる。

Fig. 4 Diffraction line profile of (115) plane

Fig. 6 $\sin^2\psi$ diagram for various applied stresses σ_a for the 2-points method

Fig. 5 $\sin^2\psi$ diagram for various applied stresses σ_a for the n -points method

Fig. 7 Variation of peak position p with applied stress σ_a

図9と図10には、それぞれ n 点法により求めた図5の $\sin^2\psi$ 線図のこう配 M と切片 N の負荷応力 σ_a に対する変化を示した。図5の $\sin^2\psi$ 線図上の各ピーク位置は全く直線にのっていないにもかかわらず、こう配 M と切片 N は前報の理論⁽¹⁾⁽²⁾⁽¹¹⁾が示すように負荷応力 σ_a に対して直線的に変化していることが図9と図10からわかる。 B_x と C_x は、図9と図10の直線のこう配から求まる。なお、2点法の $\sin^2\psi$ 線図のこう配 M と切片 N も、負荷応力 σ_a に対して直線的に変化したが、その結果は省略した。

表3には、2点法および n 点法を用いて求めた B_x および C_x とそれらの95%信頼限界を前報の式⁽¹⁵⁾か

Table 2 Elastic compliances of silicon single crystal [TPa⁻¹] ⁽¹⁷⁾

S_{11}	S_{12}	S_{44}
7.681	-2.138	12.559

Fig. 8 Variation of the k_{xi} value with $\sin^2\psi$

Fig. 9 M - σ_a diagram for the n -points method

ら求めて示した。表4には、 B_x , C_x , B_y および C_y の理論値を示した。表3と表4から、 B_x および C_x の実測値は理論値とほぼ一致していることがわかる。

表5には、2点法および n 点法に対する表4に示した B_x , C_x , B_y および C_y の理論値を式(26)~(28)に代入して求めた試験片の残留応力 σ_{0x} , σ_{0y} とそれらの95%信頼限界を求めて示した。なお、この残留応力値は通常のX線応力測定と同様に、X線照射面積および有効侵入深さ⁽¹⁸⁾(約12 μm)内の平均値と考えられる。

6. 結 論

任意の結晶構造をもつ単結晶の異なる回折面の複数の晶帯面から得られた $\sin^2\psi$ 線図上の n 個($n \geq 3$)の

Table 3 95% confidence limits of B_x and C_x [deg/GPa]

	2-points method	n -points method
B_x	-12.50 ± 0.09	-12.61 ± 0.09
C_x	3.36 ± 0.04	3.67 ± 0.04

Table 4 Theoretical values of B_x , C_x , B_y and C_y [deg/GPa]

	2-points method	n -points method
B_x	-12.99	-13.07
C_x	3.44	3.71
B_y	-2.87	-2.58
C_y	3.47	2.69

Table 5 95% confidence limits of measured residual stress σ_{0x} and σ_{0y} [MPa]

	2-points method	n -points method
σ_{0x}	1.3 ± 1.0	4.2 ± 1.0
σ_{0y}	-27.9 ± 2.3	-54.7 ± 1.9

Fig. 10 M - σ_a diagram for the n -points method

回折線ピーク位置 p に最小二乗法を用いて決定した直線, または2点 ($n=2$) を結んだ直線のこう配 M と切片 N から応力を決定する n 点法および2点法による単結晶のX線応力測定法を提案し, これをシリコン単結晶の応力測定に応用した。得られた主な結論は次のとおりである。

(1) 一定の ϕ 角における負荷応力に対するピーク位置 p_i の変化を表す係数 k_{xi} を求める理論式を導き, これをシリコン単結晶の k_{xi} の実測値と比較した結果, 両者はよく一致した。

(2) 上記の k_{xi} から応力計算に必要な B_x および C_x を求める方法を示した。

(3) n 点法および2点法による $\sin^2\phi$ 線図上の直線のこう配 M と切片 N は, 負荷応力 σ_a に比例して変化する。

(4) 一定の ϕ 角に対する回折線ピーク位置 p および格子ひずみは, 負荷応力 σ_a に比例して変化する。

(5) n 点法および2点法において, 種々の負荷応力 σ_a に対する $\sin^2\phi$ 線図の直線群は一点で交わり, この交点の座標は理論値にほぼ一致した。

文 献

- (1) 栗田政則・斎藤雄治, 集合組織をもつ材料のX線応力測定法, 機論, **62**-596, A (1996), 1104-1110.
- (2) 栗田政則・佐藤純明, 非線形な $\sin^2\phi$ 線図をもつ材料のX線応力測定法, 機論, **64**-623, A (1998), 1778-1785.
- (3) Dupke, R. and Reimers, W. (Hauk, V. ほか3名編), Evaluation of Near Surface Residual Stresses in Abrasive Machined Silicon Wafers, *Residual Stresses*, DGM Informationsgesellschaft, (1993), 873-880.
- (4) Dupke, R. and Reimers, W., Residual Stress Evaluation and Damage Characterization of Machined Silicon Wafers using X-ray Diffraction, *Proc. Fourth Int. Conf. on Residual Stresses*, Society for Experimental Mechanics, (1994), 1097-1105, Bethel, USA.
- (5) 鈴木裕士・秋田貢一・三沢啓志, シリコン単結晶のX線応力測定, 材料, **49**-5 (2000), 534-540.
- (6) 鈴木裕士・秋田貢一・吉岡靖夫・三沢啓志, シンクロトン放射光による単結晶微小部のX線応力測定, 材料, **50**-7 (2001), 783-789.
- (7) 秋田貢一・宮川俊樹・寛幸次・三沢啓志・児玉昭太郎, Ni基超合金単結晶のX線応力測定, 日本材料学会第33回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, (1997-7), 119-122.
- (8) 井村徹, 細管X線装置と発散X線回折法, 金属物理, **7** (1961), 72-79.
- (9) Imura, T., Weissmann, S. and Slade J. J. Jr., A Study of Age-Hardening of Al-3.85% Cu by the Divergent X-ray beam Method, *Acta. Cryst.*, **15** (1962), 786-793.
- (10) 小長哲郎・本田和男, 結晶振動細束X線回折法による微小領域の応力測定と二, 三の応用, 機誌, **73**-618 (1970), 972-979.
- (11) Kurita, M. (Green, R. E. ほか2名編), A New Theory of X-ray Stress Measurement with its Applications, *Nondestructive Characterization of Materials*, X (2001), 105-111, Elsevier Science Ltd.
- (12) 大南正瑛, マイクロメカニクス入門, (1980), 108-111, オーム社.
- (13) 文献(12)の5ページ.
- (14) 栗田政則, ガウス曲線法によるX線応力測定の基礎理論, 非破壊検査, **39**-3 (1990), 243-249.
- (15) 栗田政則, 定時計数法によるX線応力測定における応力定数および弾性定数の統計学的解析, 機論, **55**-511, A (1989), 590-597.
- (16) Cullity, B. D. and Stock, S. R., *Elements of X-Ray Diffraction*, (2001), 19, Prentice Hall.
- (17) Simmons, G. and Wang, H., *Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties*, (1971), 85, The MIT Press.
- (18) Noyan, I. C. and Cohen, J. B., *Residual Stress: Measurement by Diffraction and Interpretation*, (1987), 134, Springer Verlag.