

研究種目：若手研究(S)

研究期間：2007～2011

課題番号：19676002

研究課題名(和文) シリコンマイクロ構造体の高信頼化に資する表面酸化反応疲労現象の解明

研究課題名(英文) Explanation of reaction layer fatigue in silicon microstructure for development of highly-reliable MEMS devices

研究代表者

土屋 智由 (TSUCHIYA TOSHIYUKI)

京都大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60378792

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学、機械材料・材料力学

キーワード：シリコン、MEMS、引張試験、疲労試験、酸化、信頼性、

1. 研究計画の概要

本研究では、静電チャックを用いた薄膜引張試験方法による高温、高湿度などの様々な環境での引張疲労試験とデバイス構造を簡略化した静電駆動型振動子の共振振動疲労試験を用いて、シリコンの機械的材料としての信頼性を明らかにする。特に、信頼性が湿度に影響を受けることから表面の酸化に着目し、そのメカニズムを解明する。もって、実用化が進む微小電気機械システム(MEMS)デバイスに機械構造体として用いられるシリコンの機械的信頼性を明らかにし、より高信頼、高性能な MEMS の実現に寄与する。

2. 研究の進捗状況

(1) 引張疲労試験

独自に開発した静電チャックを用いた引張試験方法はチャック機構がコンパクトであるので、高温、高湿度、真空などの様々な環境での試験に適用し、単結晶シリコンの疲労特性データを収集している。

赤外線放射加熱を用いた高温薄膜引張試験装置について、従来問題になっていた試験片部の温度分布を改善するために、装置の改良を実施し、試験片の温度分布を60℃から20℃以下に改善した。この装置を用いて、600℃で引張試験を実施した。結果、ひずみ1%程度で塑性変形していると思われる試験結果を得た。

単結晶シリコンの表面層に形成される酸化膜層が試験片の破壊挙動に与える影響を評価するため、作製した試験片を酸化処理し、既知の膜厚の酸化膜層を有する試験片を作製し、引張試験を行った。結果、絶対強度に与える影響は小さかったが、破壊の起点が表

面から、界面、さらにはシリコン試験片の内部に変化することを観察した。これは、試験片の酸化処理による酸素析出欠陥の形成に起因するものと考えている。

単結晶シリコンの破壊挙動を理解するために同一の(110)シリコンウエハ上に試験片長手方向が<111>、<110>、<100>方位の引張試験片を作製し、強度評価を行った。強度は<110>試験片が他に比較して強度が高いことが明らかになった。また、破断面を観察するとすべて、<111>面での破壊でスタートしていることが確認できた。また、<110>試験片では切り欠きの先端でない位置から破壊していることがわかった。

雰囲気湿度制御可能な引張試験装置を用い、低湿度～高湿度領域における単結晶シリコン試験片の引張疲労試験を実施した。その結果、特に露点に近い高湿度(85～90%RH)において、疲労強度、疲労寿命の低下が観察された。

(2) 共振振動疲労試験

デバイス構造の信頼性試験手法として、扇形静電駆動単結晶シリコン振動子の共振振動疲労試験を行った。自励振回路を採用し、最大8個の試験片を並列で試験可能なシステムにより、振動疲労特性を評価した。これまでに明らかになったことは以下のとおりである。(i) 本試験片はばらつきが小さく、比較的少数の試験片でも統計解析が可能である。(ii) 疲労寿命におよぼす湿度の影響を評価した。(iii)(100)ウエハ上に作製した<110>、<100>試験片を評価し、約1.6倍の強度の差を観察した。

単結晶シリコンの引張荷重疲労試験片や共振振動疲労試験用振動子の印加応力の非

接触測定法として、顕微ラマン分光装置を導入し、試験中のその場観察を試みている。扇形振動子の応力集中部における単結晶シリコンのラマンスペクトルを観察し、振動振幅に対応したスペクトルの広がりを観察した。これらはこれまでに報告されている単結晶シリコンの応力印加によるラマンシフトの変化でよく説明でき、その場応力評価に用いることができることを確認した。

3. 現在までの達成度

②おおむね順調に進展している。

<理由>

独自の試験片把持方法（静電チャック）による薄膜引張試験方法は、単純でかつコンパクトな試験装置を実現でき、様々な環境での試験を容易に実現できることで試験手法として高く評価されている。また、高湿度環境下での引張疲労試験のデータは他に測定例が少なく、シリコンの破壊、疲労メカニズムを解明するために重要な成果である。

共振振動を用いた疲労試験についてはデバイスの製品化に必要な信頼性に関する基礎データの収集として非常に重要である。本研究では試料作製プロセスにおける加工精度を高めることで、疲労特性の解析、寿命予測に必要なばらつき小さいデータを取ることができている点で注目されている。また、結晶方位による疲労寿命の差異は高信頼なデバイスを設計する上で注目されるべき結果であると考えている。

4. 今後の研究の推進方策

当初、応力誘起参加腐食を繰返荷重による強度低下のメカニズムとして考えてきた。しかしながら(i)酸化膜の成長が観察されていない、(ii)酸化膜内の欠陥と破壊の関係が明らかでないなど問題点がある。また、近年ではシリコンの室温～100℃における破壊じん性の変化や室温での欠陥生成が報告されている。このため、現在は以下に示すメカニズムを考えている。

- 1) 繰返し荷重によるシリコンへの欠陥生成
- 2) 雰囲気の水に反応し、応力印加下での欠陥成長

このため、今後の実験をまず破壊現象の把握に注力し、特に結晶異方性を検討からシリコンの破壊を正しく理解することを目指す。また、計算機シミュレーションを用いた初期の欠陥形成や雰囲気の影響の解析、また、破壊の起点を中心にした透過電子顕微鏡観察なども外部と協力して実施し、シリコンの破壊と疲労の本質的な理解を目指したい。具体的には以下の4項目を実施する。

- a) 真空チャンバー内に試験装置を構成し、真空やガス置換した環境下で試験可能な高温引張試験装置を製作する。
- b) 単結晶シリコン試験片の引張試験、引張疲

労試験を下記に着目して実施する。単結晶シリコン試験片の破壊の結晶異方性評価、2) 高温、真空、高湿度における破壊評価。これらの結果から、単結晶シリコンの破壊モデルを検討する。

c) デバイス構造を用いた疲労試験を継続する。特に次の項目について検討する 1) 結晶異方性評価、2) 局所応力評価 3) 破壊直前の試験片や破壊後の試験片の欠陥観察。

d) MEMS シミュレーショタへの適用 (H23) MEMS デバイスの設計に特化した FEM、CAE ツールが構築されている。これらのシミュレータ上で上記の破壊、疲労寿命予測モデルを適用するための解析方法を提案する。

5. 代表的な研究成果

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 10 件)

① T. Ikehara, T. Tsuchiya, Measurement of anisotropic fatigue life in micrometre-scale single-crystal silicon specimens, *Micro & Nano Letters*, Vol. 5 No. 1, pp. 49-52 (2010). 査読有

② T. Tsuchiya, Y. Yamaji, K. Sugano, O. Tabata, Tensile and Tensile-Mode Fatigue Testing of Microscale Specimens in Constant Humidity Environment, *Experimental Mechanics*, Vol. 50 No.4, pp.509-516 (2010). 査読有

③ T. Tsuchiya, T. Ikeda, A. Tsunematsu, K. Sugano, O. Tabata, Tensile Testing of Single Crystal Silicon Thin Films at 600°C Using IR Heating, *Sensors and Materials*, Vol. 22 No. 1 pp. 1-12 (2010). 査読有

④ T. Ikehara, T. Tsuchiya, High-cycle fatigue of micromachined single-crystal silicon measured using high-resolution patterned specimens, *Journal of Micromechanics and Microengineering* Vol. 18, No.7, 075004 (2008). 査読有

[学会発表] (計 27 件)

① K. Miyamoto, K. Sugano, T. Tsuchiya, O. Tabata, Effect of Surface Oxide Layer on Mechanical Properties of Single Crystalline Silicon, *Material Research Society Meeting*, Boston, MA, Nov. 25-30, 2007, DD2.3, (*Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* Vol. 1052) 査読有

[図書] (計 1 件)

[その他]

ホームページ

<http://www.nms.me.kyoto-u.ac.jp>