

## 引張下におけるナノスケールシリコンの変形破壊挙動を支配する内部因子の解明

立命館大学 理工学部  
安藤 妙子

### 1. 研究目的

半導体 IC から始まったマイクロ・ナノテクノロジーの発展は著しく、高性能化に加え、MEMS (Micro Electro Mechanical Systems: マイクロマシン) などの機械要素を集積化して応用が多様化している。MEMS においてはナノスケール構造体がセンシング部材や駆動体として活用されるため、ナノ構造の強度、変形などの機械的物性の理解は電気的特性と同様に重要な課題である。

シリコンは MEMS において最も一般的に使用されているが、脆性でいわゆる“割れやすい”材料である。申請者らはこれまでマイクロスケールシリコンで見られる特異的な現象を報告してきた。

(1) 厚さ  $4\mu\text{m}$  のシリコン薄膜を  $500^\circ\text{C}$  で引っ張った結果、くびれを生じる塑性変形を確認した。

(2) 厚さ  $4\mu\text{m}$  の薄膜の破壊靱性値の温度に対する変化から、低温の  $70^\circ\text{C}$  で脆性延性遷移現象が起きることを確認した。

これら、マイクロスケールで観察された特異な現象である低温での塑性変形・延性破壊などは、結晶内部に存在するまたは成長した欠陥に起因するものと考えている。

上記の(1)(2)における塑性変形や延性は、引張変形による転位すなわち2次元の欠陥が影響する。したがって結晶内部の2次元、3次元欠陥はマイクロスケールの材料の特性を劇的に変化させる。しかし、それらの現象の要因特定はマイクロスケールでは容易ではなく、推測の域を出ていない。

シリコン結晶内部で起こっている欠陥の発生・成長などの様子を解明し、マイクロスケールの変形破壊に結びつけることは、シリコンを主材料とする MEMS の使用環境の特定だけでなく、実用環境に適した有用な材料の設計に結びつけることができる。しかしながらデバイス主構造のナノスケール化や、不純物シリコンの材料設計を適切に進めることでこれまで同様にシリコンを用いることができれば、すでに確立している技術を利用して迅速にデバイスの開発を進めることができる。したがって、ナノスケールの試料において、引張変形で生じる欠陥の影響を相対的に顕現できるようにして欠陥と特異な現象の関係性を明確にすることが本研究の目的である。

## 2. 研究内容

### (1) 実験デバイスの設計・製作

試験用のアクチュエータが一軸方向に動作して荷重を加えたとき、観察点が両側引張状態となり観察位置が移動することなく、定点観測できる構造をもつ引張試験デバイスを製作する。実際には最終破断時までの観察点の変位を 50 nm とする。試験片に負荷する応力は 10 GPa は必要と推定している。

### (2) 薄膜寸法と変形破壊挙動の関係性

本研究では試験する薄膜寸法を 1  $\mu\text{m}$  程度から数十 nm まで減少させたものを用意して引張試験、破壊靱性試験を行い、系統的に薄膜寸法と変形破壊挙動の関係性を明らかにしていく。

### (3) 応力集中と破壊挙動の関係性

通常のマクロ・マイクロスケールでは応力集中によってき裂の発生と破断へと至る現象が、ナノスケールにおいては転位の発生や成長に影響を及ぼしているのではないかと考えている。そこで、U型とV型の切欠きを同時に導入し、どちらから破断するかを確認する。

## 3. 実験結果

実験用のデバイスはシリコンのマイクロマシニングを利用して作製した。デバイスの作製では、試験片となる部分を Si で作るために SOI (Silicon On Insulator) ウエハを使用した。フォトリソグラフィでパターニングを行った後、DRIE (Deep Reactive Ion Etching) によるエッチングの工程を 2 回繰り返して試験片等を含むデバイス構造を作製した。図 1 に製作した試験デバイスを示す。

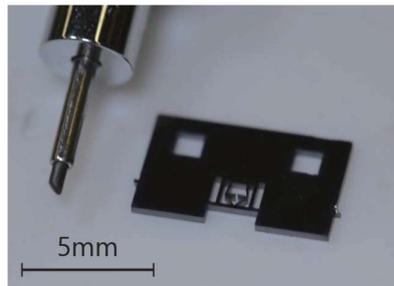


図 1 シリコンマイクロマシニングで作製した実験用デバイス

本研究では、薄膜厚さと破壊挙動の関係性を調べるため、厚さ 200nm と 500nm の 2 種類の試験片を作製した。引張破壊後の試験片の破断面を TEM 観察した様子を図 2 に示す。破断面から転位が成長している様子が、TEM 写真内の黒い線として観察できる。膜厚 200 nm の場合、室温、200 °C、350°C のすべての温度条件で転位が観察できた (図 2 (a)(b)(c))。したがって膜厚 200 nm では延性モードで破壊したと考えられる。一方膜厚 500 nm の場合、室温では転位が発生しなかった (図 2 (d)) のに対し、200°C、350°C では転移を確認できた (図 2 (e)(f))。以上の結果より、膜厚 500 nm 試験片の脆性-延性遷移温度は室温と 200

°C の間にあると考えられる．また図 2 (a) と (d) の比較から，室温における脆性－延性遷移は膜厚 200 nm と 500 nm の間にあることが明らかとなった．

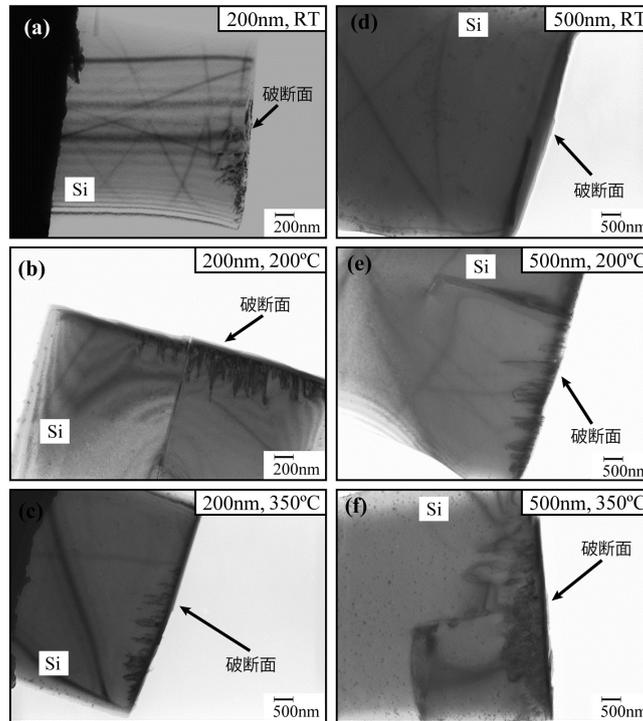


図 2 破断試験片の TEM 写真

さらに，試験片に U 型と V 型の切欠きを同時に導入し，転位の発生しやすい高温 (450°C) 加熱環境下で引張試験を行った．100nm 以上の試験片厚さでは全て応力集中の大きい V 型から破断しているが，厚さが 90nm 以下になると U 型から破断することが観察できた．

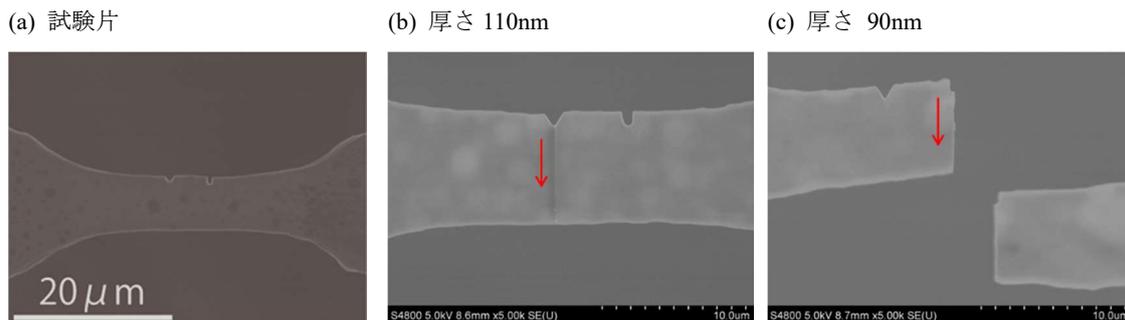


図 3 U 型 V 型切欠きを有する試験片

本実験において，U 型 V 型の切り欠きには同量の変位と熱が加わっている．したがって，単純に試験片が薄くなることで破断挙動が変化することは明らかである．その結果，厚さ 90nm では転位が V 型の切り欠き底周辺に十分に成長してき裂の進展を阻害し，もう一つの応力集中部である半円状の切り欠きから破断したものと考えられる．すなわち，厚さが薄くなったことで応力集中部に発生した局所応力がき裂の発生ではなく，転位の発生に寄与す

る結果となった。

#### 4. まとめ

本研究では、シリコン結晶内部で引張変形から破壊に至るだんかいで生じる現象を明らかにするために、TEM 内において引張試験を実施できる実験デバイスを開発し、実際の破壊の様子を観察した。実験結果から、シリコンのナノスケールにおける破壊挙動の寸法依存性を、試験片破断部の比較によって観測した。結果として、ナノスケールにおけるシリコンの破断において、転位とき裂の関係は大きな影響を及ぼすことが試験片断面部の観察において確認した。