

331 切欠き付きシリコン微小試験片の曲げ強度の評価

Evaluation of Bending Strength of Notched Silicon Micro Specimen

○ 日野 宗明 (東京電機大・院)
正 辻 裕一 (東京電機大・理工)

石川 洋祐 (東京電機大・院)

Shumei HINO, Yosuke ISHIKAWA and Hirokazu TSUJI
Tokyo Denki University, Ishizaka, Hatoyama, Hiki-gun, Saitama

Four-points bending micro specimen with V-groove notch were fabricated to perform strength tests of microstructures for micromachine elements. The V-groove notch was formed by the photo lithography and the anisotropic etching on specimen made of (100) single-crystalline silicon wafer. Assuming that the crack length equals the notch depth, because that the notch root had a radius of curvature of submicron order, the fracture toughness was obtained by static bending testing. The fracture toughness of single-crystalline silicon shows nearly constant value except for extremely shallow notch.

Key words: Fracture toughness, Micromechanical testing, Micromaterial, V-groove notched specimen, Anisotropic etching, Single-crystalline silicon

1. 緒言

近年、マイクロマシンは医療分野や工学分野など多岐に渡る分野で注目を集めている。マイクロマシンは数 mm 以下から 10 nm 以上という寸法の部品を用いて製作される超小型の機械であり、米国における MEMS (Micro Elector Mechanical Systems) という領域が登場して以来、センサやアクチュエータなど様々な研究がなされてきた。これらの微小構造用材料として、加工に半導体プロセスであるフォトリソグラフィが利用できることから、単結晶 Si を用いる例が多い^{(1)~(3)}。単結晶 Si の微小構造の製作において、微細加工と共に構造の立体化が要求されることより異方性エッチングが多く用いられる。

異方性エッチングによる立体微小構造では、各所に切欠き部、段差等の応力集中部が生じ、それらが強度的に弱点となり得る。静的荷重下で用いるとき、これらの応力集中部が破壊の原因となる。

本研究では、フォトリソグラフィおよび異方性エッチングにより、V 溝切欠きを導入した単結晶 Si 試験片を製作した。また、製作した V 溝切欠き試験片について微小材料試験機を用いて静的曲げ荷重を負荷し、破壊靱性を求めることで破壊靱性値および評価方法を検討することを目的としている。

2. 試験片の概要

マイクロマシンの可動機構には、弾性ヒンジ等の弾性変形を利用した構造が多用されている。このような微小構造物では製作過程で生じる切欠き部、段差等の応力集中部が存在する。本研究で製作する試験片は、V 溝切欠

きを導入した試験片である。

試験片の材質として単結晶 Si を用い、面方位(100)、厚さ 0.53mm の 4 インチシリコンウエハを用いる。

2.1 V 溝切欠き試験片の製作

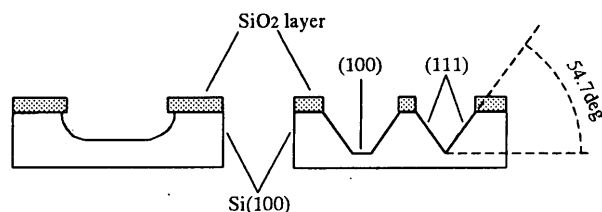
V 溝切欠き試験片は SiO₂ 薄膜を堆積させた後、フォトリソグラフィによりマスク形状にパターニングする。その後、ダイシングソーにより、長手方向が<100>方向となるように長手方向 11 mm×幅方向 6 mm に切断した。異方性エッチングにより、切断した試験片に V 溝を導入した。V 溝幅がそれぞれ 5, 10, 20, 40, 80, 120, 160 μm および平滑試験片の計 8 種類の試験片を製作した。

2.2 異方性エッチングの原理

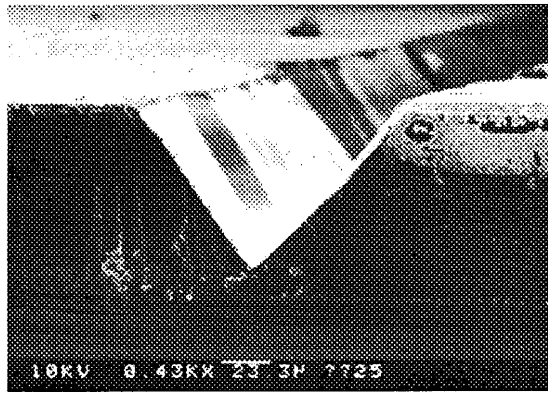
図 1(a)に等方性エッチングによる加工断面を示す。等方性エッチングでは、エッチャントの選択によりすべての方向に等しい速度でエッチングが進むことからレジスト膜などのエッチングに利用されている。図 1(b)に異方性エッチングの加工断面を示す。試験片の材料である単結晶 Si は、エッチング速度に結晶方位の影響が出やすく、面方位によってその特性は大きく異なる。KOH 水溶液等のアルカリ性溶液でエッチングをすると、面方位によりエッチ速度が異なり、(111)面と(100)面は 1:200 の速度差でエッチングされる。この現象を利用するのが異方性エッチングであり、マイクロマシニングにおける構造の立体化に利用されている。(100)面をエッチングすることにより、図 1(b)左に示す、(100)面を底面とする台形溝や、エッチング時間を制御することにより、図 1(b)右に示す、(111)面が露出する V 溝を製作することも可能である。

2.3 試験片の製作結果

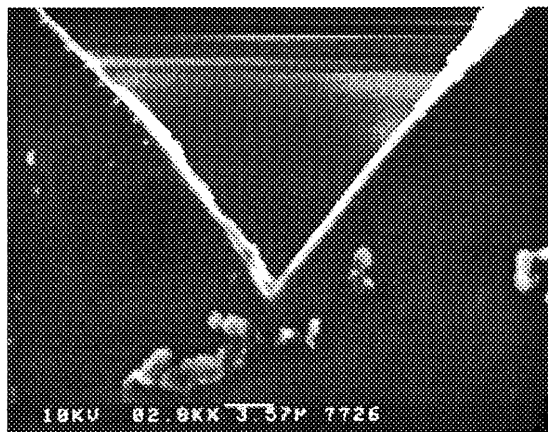
図 2(a)に、35wt% の KOH 水溶液で 3 時間エッチングした V 溝切欠きの SEM 写真を示す。図 2(b)に、V 溝切欠き先端を 2800 倍で撮影した写真を示すが、V 溝底部におけるこの倍率でも切欠き底曲率半径が確認できなかった。製作した V 溝はサブミクロンオーダーの曲率半径を持っていると考えられる。溝の角度の実測値は 70.5° であり、(111)面が 54.7° でエッチングされることから、(111)面が現れていることが確認できた。V 溝深さは溝の角度と溝幅より求まる。溝幅が 120 μm の試験片では、溝深さは 85 μm となる。



(a) Isotropic etching (b) Anisotropic etching
Fig.1 Isotropic etching and anisotropic etching for silicon.



(a) V-groove notched specimen



(b) V-groove notch root

Fig.2 SEM photographs of specimen.

3. 静的曲げ試験による破壊靱性評価

3.1 静的曲げ試験

製作した平滑試験片を含む 8 種類の試験片に、4 点曲げ荷重を負荷し曲げモーメントを与え、破断に至るまで変位させた。破断時の変位を破壊変位とした。図 3 に切欠き深さに対する破壊変位の影響を示す。破断時に得られた干涉縞より破壊変位を測定したところ、平滑試験片が最大値を示し、切欠き深さの増加に伴い減少する傾向が認められた。また、どの試験片でも弾性変形を呈し、更に変位を与えると(100)に沿って脆性的に破断に至った。試験片長手方向を<110>方向に切り出した試験片の静的曲げ試験を実施したところ、その破面は(100)に沿って破断した。また破面には、へき開破壊の特征的模様であるリバーパターンがき裂伝ば方向に沿って観察された。

3.2 破壊靱性評価

それぞれの V 溝切欠き試験片の切欠き底の曲率半径はサブミクロンオーダーであることから切欠き深さをき裂長さとして想定し破壊靱性値 K_c をそれぞれ

$$K_c = \sigma_0 \sqrt{\pi a} \cdot F_1 \left(\frac{a}{W} \right) \quad (1)$$

$$F_1(\xi) = 1.122 - 1.40\xi + 7.33\xi^2 - 13.08\xi^3 + 14.0\xi^4$$

により近似計算した。ただし式(1)の有効範囲は $\xi < 0.6$ 、 $\xi = a/W$ であり、本試験片全てにおいて式(1)は有効範囲内である。ここで a はき裂長さ、 W は試験片厚さ、 σ_0 は破断時の曲げ応力で破断時の変位から求めている。図 4 に切欠き深さに対する破壊靱性値の影響を示す。また、図

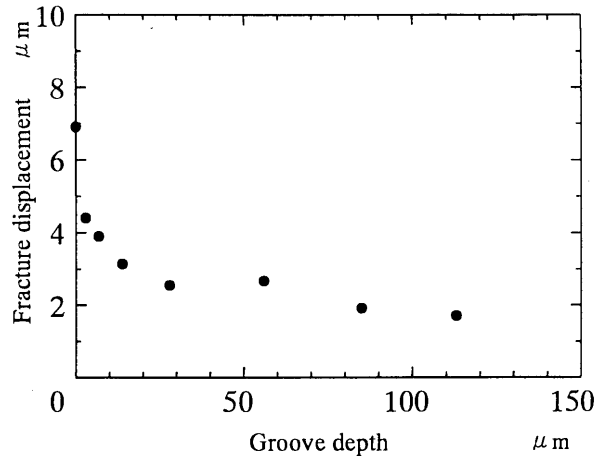


Fig.3 Effect of groove depth on fracture displacement.

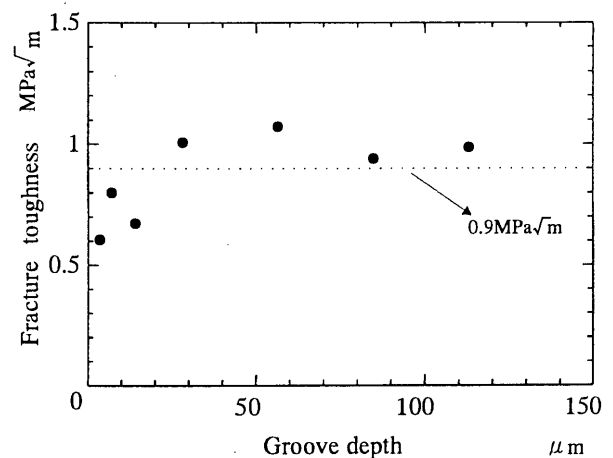


Fig.4 Effect of groove depth on fracture toughness.

中の点線は Ericson らによる IF 法により測定した Si の破壊靱性レベル $K_c=0.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ である⁽⁴⁾。結果、切欠き深さの小さい領域において小さい値となったが、大きくなると一定の値を示し IF 法による Si の破壊靱性値 $K_c=0.9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ とほぼ同じ値となった。切欠き深さの極端に小さい試験片では、破壊靱性値がき裂長さの比 a/W の影響を受けるため減少したと考えられる。

4. 結言

1. 単結晶 Si 製の V 溝切欠き試験片を、異方性エッチングおよびフォトリソグラフィを用いることにより製作した。SEM の観察結果より、(111)面が切欠き部として露出すること、切欠き底がサブミクロンオーダーの曲率半径を持っていることが確認できた。
2. V 溝切欠き試験片について静的曲げ試験を実施した。切欠きをき裂と想定することにより単結晶 Si の破壊靱性を求めた。切欠き深さの大きい領域では一定の値を示し、IF 法による破壊靱性値ともほぼ一致した。

参考文献

- (1) 駒井, 材料, 46-12, (1997), 1442.
- (2) 神谷, 坂, 阿部, 材料, 47-1, (1998), 100.
- (3) 佐藤, 精密工学会誌, 61-10, (1995), 1373.
- (4) Ericson, F. and Schweitz, J. -A., *J. Appl. Phys.*, 68-11, (1990), 5840.