

薄膜材料のオンチップ引張試験ならびに疲労試験

安 藤 妙 子

目次

第1章 序論

1.1 本研究の背景	1
1.2 本論文の構成	5

第2章 薄膜材料の機械的特性評価技術の現状

2.1 マイクロマシンにおける薄膜機械特性の重要性	7
2.2 薄膜材料の機械的特性評価法の調査	10
2.2.1 引張試験	10
2.2.2 曲げ試験	12
2.2.3 共振試験	14
2.2.4 バルジ試験	15
2.2.5 微小押し込み試験	16
2.2.6 超音波音速測定法	17
2.2.7 基板の反り	18
2.2.8 ラマン散乱法	19
2.3 引張試験に関する最近の研究	20
2.3.1 引張試験片の製作法	20
2.3.2 試験機の改良	21
2.4 疲労試験に関する最近の研究	24
2.4.1 薄膜材料の疲労試験方法	24
2.5 従来技術による薄膜材料特性の評価結果	26
2.6 まとめ	28

第3章 オンチップ引張試験法の提案

3.1 オンチップ引張試験法の原理・特長	29
----------------------	----

3.2 オンチップ法によるヤング率，破断応力，破断ひずみの評価	32
3.3 試験デバイスの製作	35
3.3.1 チップの基本加工プロセス	35
3.3.2 任意の方位の単結晶シリコン試験片の加工プロセス	35
3.4 測定系	41
3.4.1 準静的試験システムの試作	41
3.4.2 動的試験システムの導入	42
3.5 まとめ	45
 第4章 単結晶シリコンの引張試験	 47
4.1 引張試験の実施	48
4.1.1 荷重 - 変位特性	48
4.1.2 試験片の伸びの解析	50
4.1.3 試験片断面積の評価	51
4.1.4 結果と考察	53
4.2 3点曲げ試験との比較	57
4.2.1 3点曲げ試験の実験方法	57
4.2.2 機械的性質の比較	59
4.3 まとめ	63
 第5章 単結晶シリコンの疲労試験	 65
5.1 試験方法	66
5.2 疲労試験結果	68
5.2.1 実験結果	68
5.2.2 シリコンの疲労に関する考察	72
5.3 まとめ	75

第 6 章 結論	．．．．． 77
謝辞	．．．．． 81
参考文献	．．．．． 83
付録	．．．．． 91

第 1 章 序論

1.1 本研究の背景

半導体集積回路の微細加工技術を応用したマイクロマシニング技術は、機械システムの超小型化だけでなく、様々な要素を統合した集積化機械システムを実現することができる。シリコンチップ上の微小領域に、センサ・アクチュエータ・制御回路を統合した機械システムは、マイクロマシンあるいは MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) と呼ばれる。1980 年後半より脚光を浴び始めたマイクロマシンは、基礎研究の段階から製品開発の段階を迎え、計測、情報、光学、化学、医療などの分野で新しいデバイスが次々に実現している。特にセンサにおいては、圧力センサや加速度センサなどが実用化にいたって久しい。このようにマイクロマシンが急速に注目されたのは以下のような理由による。

- (1) マイクロマシニング技術により、従来の機械加工では不可能であった微小な機械システムを実現できる。
- (2) 微小な領域に、センサやアクチュエータなどの機械要素と電子回路を集積化することができるため、より小型でより高性能な機械システムを構築できる。
- (3) マイクロマシニング技術により、微小な機械システムを一括大量生産できるためコストの削減が可能となる。

マイクロマシンを作製するに当たり、半導体集積回路の微細加工技術の応用であるマイクロマシニング技術が採用されており、これが機械システムと電子回路の統合を可能にしている。このため、マイクロマシンを構成する材料は、これまでに機械的な用途で使われた実績のない半導体材料が積極的に用いられる。現在、マイクロマシンの材料としては単結晶シリコンが主流となっている [1]。その要因は以下の通りである。

- (1) 半導体製造分野で主に使われてきた材料であり、加工技術などの蓄積がある。
- (2) 一括製作による大量生産が可能である。

(3) 機械構造部品としての強度を十分に持つ材料である .

(4) 純度の高い材料が安価で手に入る .

単結晶シリコンの他 , 基板に成膜した多結晶シリコン , シリコン化合物 , 金属なども主要な材料である . しかし , これらの薄膜材料は電氣的な特性が明らかになっている一方で , 機械的な特性は十分には解明されていない . マイクロマシンの機能と信頼性を保証するには , 構造体に用いられる薄膜材料の機械的特性を十分に把握しておく必要がある . しかしながら , 薄膜材料の機械的特性はバルク材の特性と異なるために , 従来の材料データベースは役に立たない . さらに同じ構成の材料でも機械的特性値は , 成膜装置や成膜条件などのプロセス条件に依存して大きく変化する . また , 膜厚が非常に薄くなった場合 , 結晶粒界の効果や表面の影響が現れるといわれている . したがって使用する薄膜材料に対して , 同じプロセス条件と寸法の薄膜材料の機械的特性を , 改めて計測する必要がある . しかしながら , 現在薄膜材料の機械的特性を評価する方法が確立していないため , デバイス製作者が自らが使用する材料の機械的特性を独自の手法によって評価しているのが現状である .

薄膜の機械的特性評価の目的で , これまで引張試験 , 曲げ試験 , 共振試験 , バルジ試験などの様々な手法が微細な試験材料に対して適用されている . その結果 , 弾性係数 , 内部応力 , 破断強度など , デバイスの機能を決定する重要なパラメータが徐々に明らかになりつつある . これらの手法の中で , 引張試験は材料のヤング率や降伏・破断特性を最も直接的に評価できる手法である . しかし評価対象が薄膜の場合 , 以下の点が困難となる .

(1) 試験片のハンドリング .

(2) 試験片を試験機に固定すること .

(3) 試験片の微小な伸びの検出 .

このため , 従来は曲げ試験やバルジ試験などといった引張試験以外の方法により , 薄膜の評価が行われてきた . しかしながら , 材料の強度を測定する目的では , 試験片内に均一応力場を生じ , 応力を直接測定できる引張試験法に期待するところは大きい .

このような状況のもと , 1995 年頃より国内外で薄膜の引張試験法に関する研究が報告され始

めた [2-7] . 薄膜材料の引張試験に固有な問題を解決するため , 従来のマクロ材料に対する引張試験法とは異なる , 新しい技術の導入が必要である . 前述した薄膜試験法に関する問題点を克服するために , その手法にはおのおの独自の工夫が取り込まれている . たとえば試験片を試験機に固定するとき , 試験片を把持するために ,

(1) 試験片と負荷機構との一体製作により把持を排除した方法 [7]

(2) 静電力により試験片を吸着して把持する方法 [6]

などが開発された . また , 試験片のわずかな伸びを測定する方法として ,

(1) 試験片上に形成した標点からの反射光を干渉パターンとして検出する方法 [4]

(2) 2 視野顕微鏡による標点の移動距離を画像でとらえる方法 [5]

などの新手法が提案されている . 今後もさらに引張試験法に関する研究が進み , 新しい手法の提案が行われるものと思われる . これと並行して , 様々な提案の中から , 汎用性ならびに信頼性・再現性の高い方法を標準化し , 薄膜の引張試験法を確立しなければならない .

マイクロマシンの信頼性を保証するためには , 材料の破壊強度とならんで構造材料の疲労寿命もまた , マイクロマシンデバイスを実現していく際に知らなければならない特性である . 薄膜の疲労については破断強度の評価よりもさらに立ち後れており , 試験方法の確立 , さらに破壊メカニクスの解明が望まれている . 薄膜の疲労試験を引張試験で行う場合 , 微小試験片を把持したまま動的負荷を与えることが困難であるため , これまでは曲げモードの試験法が主に開発されてきた [8-11] . これまでに提案された方法は , 単結晶シリコンの構造を厚さ方向に共振させたもの [8] , 多結晶シリコンの薄膜を面内で曲げモードで共振させるもの [9-10] , などがある . これらの疲労強度評価の研究により , 単結晶シリコンや多結晶シリコン薄膜が , 大気中や高湿度環境中で動的負荷により破壊することが報告されている . 曲げモードでの疲労試験が徐々に行われつつある一方 , 引張試験による疲労試験への要望が高まっているがその研究例は少なく , 金属膜についての報告など数点のみである .

本研究では , マイクロマシンデバイスの設計を支援しその信頼性を保証するために , 薄膜材料の機械的特性を評価する目的で , 従来困難とされてきた引張試験法を開発し , マイクロマシン材

料ではもっとも一般的な材料である単結晶シリコンを対称とし、特性評価を行った。筆者らは薄膜の引張モードの試験の技術的な問題を根本的に解決する「オンチップ引張試験法」を提唱し、微小寸法材料の引張試験法に有効であることを実証した。本試験法は、薄膜試験片とそれに負荷を加える荷重機構とが集積化されたシリコンチップを使って評価を行うところに特徴がある。

本論文では、オンチップ引張試験法の原理を紹介し、試験デバイスの作製方法、試験装置について述べる。本研究では、単結晶シリコンの3方位（ $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ ）に試験を行い、提案した新しい試験法の効果を実証した。さらにこの方法が引張モードの疲労試験にも適用できることを主張し、新たに疲労試験システムを構築して、疲労試験を実施した。以上のように静的および動的な引張試験を実施し、オンチップ引張試験法が薄膜材料の機械的特性評価法として高いポテンシャルを持っていることを示した。

1.2 本論文の構成

第1章では、序論として本研究の背景および目的について述べる。

第2章では、これまでに提案・実施されてきた、薄膜材料を対象とする機械的特性の評価技術について、文献により調査した結果を述べ従来技術の問題を明らかにする。つぎに、近年のマイクロマシニング技術の進歩により、新しい方式の材料試験が可能になってきたことを示し、その研究の現状について述べる。以上の調査結果をもとに、微小で取り扱いが難しい薄膜材料の試験技術が十分に確立していないことを示す。

第3章では、マイクロマシンで用いられるようなミクロンサイズの薄膜材料について、引張試験・疲労試験が実施できる「オンチップ引張試験法」を提案する。本方法は、マイクロマシニング技術により薄膜試験片と荷重負荷機構とが一体的に形成された「オンチップ引張試験デバイス」を用いることを特徴とする。本章では「オンチップ引張試験」の原理について述べる。続いて、引張試験デバイス構造を実現するために開発した、マイクロマシニングプロセスを示す。このプロセスにより、単結晶シリコンの<100>、<110>および<111>方位の試験片を作製した。最後に、本研究において静的および動的に引張試験を行うことを目的として導入した試験装置について述べる。

第4章では、提案したオンチップ引張試験法の実証を目的として、単結晶シリコン試験片に対して引張試験を行い、それぞれの方位のヤング率および破断ひずみの測定結果を示す。さらに、本試験法で得られたヤング率の値と、別途実行したバルク材の曲げ試験によって得たヤング率の値、ならびにバルク材料の文献値を比較し、本試験法の精度について考察する。

第5章では、提案したオンチップ引張試験デバイスが引張モードの疲労試験に発展的に適用できることを論じる。この目的で新たに疲労試験システムを設計・製作し、実際に単結晶シリコン試験片に対して疲労試験を行った結果を示す。また、疲労試験と引張試験の結果を比較し、単結晶シリコンの疲労強度について考察する。

第6章では、本論文から得られる結論を述べ、最後に今後の課題について述べる。

第2章 薄膜材料の機械的特性評価技術の現状

本章では、微小材料の機械的特性評価技術の現状を概観するため、これまでに提案・実施されてきた、微小材料を対象とする機械的特性の評価技術について文献により調査した結果を述べ、従来技術の問題を明らかにする。つぎに、近年のマイクロマシニング技術の進歩により新しい方式の材料試験が可能になってきたことを示し、その研究の現状について述べる。

2.1 マイクロマシンにおける薄膜材料特性の重要性

マイクロマシンの機能や動作は、それを構成する微小構造材料の機械的特性値に大きく依存する。表 2-1 に機械的特性値が微小機械要素の設計に与える影響を示す。ヤング率と内部応力はデバイスの機能や動作特性を決める重要な物性値である。薄膜ダイヤフラムを受圧素子に用いる圧力センサでは、薄膜のヤング率や内部応力によって感度が決まる。薄膜の梁を振動子に用いる加速度センサやジャイロの場合、ヤング率と内部応力は振動子の固有振動数に影響を与える。内部応力が薄膜の厚さ方向に分布していると、基板からの分離後の薄膜構造体には反りを生じる。この反りの抑制は、薄膜の片持ち梁構造を持つデバイスを設計・製作する上で避けては通れない問題である。引張強度はデバイスの設計に不可欠な物性値である。大変形を伴って動作する薄膜

表 2-1 薄膜の機械的特性とデバイス機能の関係

ヤング率	動作特性 (例：弾性構造のバネ定数，機械共振子の固有振動数)
内部応力	加工精度 (例：内部応力分布に起因する薄膜構造体の反り)
引張強度	機械強度
疲労強度	寿命
摩擦摩耗	寿命，動作特性 (例：摺動機構のスティックング)

構造体の場合、特に重要となってくる。疲労強度はデバイスの信頼性を左右する重要な物性値である。引張強度や疲労強度は、材料の使用環境（雰囲気、温度、湿度など）によって変化する。特に、表面の効果が顕著に現れる微小材料の場合、デバイスの実用化にあたってはその影響を明らかにしておく必要がある。摩擦と摩耗は、回転機構、リンク機構あるいはスライダ機構などの摺動部分を有する微小構造体において重要な問題である。

MEMS デバイスでは、これまで機械的な用途で使用された実績のない構造材料が多用されている。表 2-2 に主な MEMS 材料、膜厚、適用デバイス例を示す。MEMS 材料の中でも、単結晶及び多結晶シリコン、Ni めっき材は、数 μm の膜厚を得ることが可能なことから、機械部材としての使用頻度が高く様々な構造部に用いられる。特に数百 μm 以上の厚い構造体を必要とする場合には、単結晶シリコン、Ni めっき膜が用いられる。バルク材の単結晶シリコンに関してはすでに多くの物性値が精密に測られており、金属材料と比較しても遜色ない値が得られている。しかしながら、薄膜化した材料の物性値はバルク材のそれとは異なるうえ、同じ膜でもプロセス条件（成膜装置、成膜条件、熱処理など）に依存して大きく変化する。各種のプロセス条件が電気的特性に与える影響はかなり明らかになっているが、機械的特性に与える影響についてはほとんど分かっていない。また、膜厚が非常に薄くなった場合に、結晶粒界の効果や表面の効果が現れるといわれている。このようなことから、薄膜材料の性質の評価はその製造条件を特定した上で、実際に使われる寸法で行う必要がある。このため、デバイス製作者は自らが使用する材料の機械的特性を自らの手で評価しなければならないのが現状である。しかしながら、薄膜材料を対象とした機械的特性の測定・評価技術は確立されておらず、これがマイクロマシン開発の障害となっている。

表 2-2 薄膜材料とそれを用いた応用デバイス

薄膜材料	典型的な膜厚 (μm)	適用デバイス例	機械的構造部
単結晶Si	数 μm ~ 数100 μm	圧力センサ 加速度センサ 振動子 スキャニングミラー 流体機械	ダイアフラム 片持ち梁 支柱, ベースプレート ヒンジ フレーム
多結晶Si	数 μm 以下	圧力センサ 加速度センサ 振動子 スキャニングミラー	ダイアフラム 片持ち梁 支柱, ベースプレート ヒンジ フレーム
シリコン酸化膜	10 μm 以下	AFMプローブ 流体機械	ダイアフラム 片持ち梁
シリコン窒化膜	1 μm 以下	AFMプローブ スキャニングミラー	ダイアフラム 片持ち梁
金属スパッタ薄膜	1 μm 以下	スキャニングミラー 流体機械	ダイアフラム ヒンジ
形状記憶合金 (スパッタ薄膜)	数 μm 以下	アクチュエータ 流体機械	ダイアフラム 片持ち梁
圧電素子薄膜	数 μm 以下	アクチュエータ 流体機械	ダイアフラム 片持ち梁
Niめっき膜	数 μm ~ 数100 μm	加速度センサ 振動子 流体機械	ダイアフラム 片持ち梁 支柱, ベースプレート ヒンジ フレーム
ポリイミド樹脂	数 μm 以下	スキャニングミラー 流量センサー	ベースプレート, ヒンジ
PMMA樹脂	数 μm ~ 数100 μm	光学素子	支柱, ベースプレート フレーム

2.2 薄膜材料の機械的特性評価法の調査

微小な薄膜材料を対象とする機械的特性試験法を過去の文献から調査し、表 2-3 にまとめて示した。材料の降伏、破壊等の問題を扱うには引張試験が最も直接的である。しかし、表中にコメントしたように、対象材料が小さくなるにしたがって、引張試験の実施が困難になる。すなわち、(1) ゲージ長が短く伸びひずみの検出が困難、(2) 微小な試験片を試験機にアライメントするのが困難、(3) 試験機に接着するまでの取扱いで試験片にダメージが加わる、(4) 接着の信頼性が不安、等の問題があった。微小材料に対する引張試験の実施がこのように難しいことから、これに代わる様々な方法が考案されてきた。以下にそれらの試験法の特徴や問題点について述べる。

2.2.1 引張試験

引張試験は、材料の弾性率や強度といった機械的特性を直接評価できる手法であり、バルク材の特性評価にもっとも一般的に用いられてきた。断面積 A の試験片の一端に軸方向の荷重 F で引っ張られたとき、ヤング率は以下の式で表される。

$$E = \frac{F}{A} \frac{l}{\Delta l} \quad (2-1)$$

ここで、 l は試験片の長さ、 Δl は試験片の伸び量である。

引張試験を薄膜材に適用するとき、以下の問題点が生じる。

- (1) 薄膜試験片の厚さはサブミクロン～数十ミクロン、長さは 1 mm 程度であるため、試験片のハンドリングが非常に困難であること。
- (2) 薄膜試験片は脆性材料であることが多く、ハンドリングの際の微小な負荷や衝撃で破損すること。
- (3) 試験片の両端を機械的に把持して試験機に固定することが困難なこと。
- (4) 試験片に生じる微小な力や伸びの検出が困難であること。

薄膜の引張試験を行う場合、これらの問題点を解決するため、試験片や試験機に改良を加えた手法が用いられる。これらの薄膜の引張試験については、2.3 節において詳述する。

表 2-3 微小材料の機械的特性評価技術

方 法		測定対象	材 料	長 所	短 所, 問 題 点	関連論文
単軸引張試験		ヤング率 ポアソン比 降伏応力 破壊応力	バルク材 梁材 薄膜	・最も直接的な応力測定方法	・伸びひずみの検出が困難 ・試験片の取り扱いが困難 ・接着剤による試験片固定に不安 ・試験片の加工プロセス ・試験片の断面寸法の測定精度	2, 3, 4, 5, 6, 7, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21
曲げ試験 (3点曲げ, 片持ち梁の曲げ)		ヤング率 降伏応力 破壊応力	バルク材 梁材 薄膜	・試験片の入手が容易 ・材料を選ばない ・測定系が比較的簡単	・大たわみを示す材料では単純な材料力学計算が適用できない ・薄膜には大きなひずみを加えられない ・片持ち梁の端部固定条件の正確なモデル化が難しい ・厚さ方向に応力勾配が生じる ・試験片の断面寸法の測定精度	20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29
共振試験		ヤング率	梁材 薄膜	・試験片の入手が容易 ・非接触測定	・エアダンピングの影響 ・片持ち梁の端部固定条件の正確なモデル化が難しい ・密度の測定精度 ・試験片の断面寸法の測定精度	14, 29, 30, 31, 32, 33
バルジ試験		ヤング率 内部応力 ポアソン比 付着力[1]	薄膜	・試験片の入手が容易 ・非接触測定	・膜の中央は2軸引張状態 ・膜の輪郭部で破断するため破壊応力が正確に分からない	20, 21, 22, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42
微小押込試験		硬さ ヤング率	バルク材 薄膜	・試験片の入手が容易 ・材料を選ばない ・高温環境でも測定可能 (極微小インデントは適用不可)	・ぜい性材料の破壊の判定が難 ・降伏応力の特定に難	12, 20, 21, 22, 43, 44, 45, 46, 47, 48
超音波音速測定法		ヤング率 ポアソン比	バルク材 薄膜		・密度の測定精度	12, 49
基板の反りの測定		内部応力	薄膜	・非接触非破壊測定 ・測定系が簡単	・膜厚方向の応力分布は考慮できない	12, 14, 20, 50, 51, 52
ラマン散乱法		内部応力	結晶	・非接触非破壊測定 ・空間分解能に優れる ・顕微鏡下での in-situ 観察が可能	・試料表面が鏡面の場合測定不能 ・単結晶や配向した材料しか評価できない ・不透明体の評価ができない	53
X線・電子線回折		内部応力	結晶	・試料形状を問わない ・非接触非破壊測定	・試料は結晶材料に限られる ・材料の弾性定数が既知である必要がある	12, 52, 54
座屈	プロフィールの測定	内部応力	薄膜	・測定系が簡単	・圧縮応力のみが対象 ・座屈した薄膜の長さの測定精度が低い	55
	座屈が発生する梁の寸法測定	内部応力	薄膜	・測定系が簡単	・圧縮応力のみが対象	50, 56
	静電力による梁の不安定誘起	内部応力 ヤング率	薄膜	・応力状態が圧縮, 引張とも可能	・検出の精度が低い	57, 58
基板と分離後の膜の伸縮		内部応力	薄膜	・応力状態が圧縮, 引張とも可能	・長さの変化は一般にごく小さく測定困難	59, 60, 61
粘着テープ試験		付着力	薄膜	・測定系が簡単	・定量性	12
スクラッチ試験		付着力	薄膜	・やや定量的に付着力が分かる		45, 62, 63, 64, 65
ロッド引き剥がし法 (引張, 引き倒し, 捻り)		付着力	薄膜	・測定系が簡単	・定量性	63, 66
摩擦・摩耗試験		摩擦 摩耗	バルク材 薄膜	・材料を選ばない	・固有の試験条件で通用, 一般化が困難	45, 62

2.2.2 曲げ試験

曲げ試験法としては，3点曲げ（あるいは4点曲げ）試験，片持ち梁の試験がある．ウィスカのように単体で取り扱える微小材料に対しては3点曲げの適用が便利である．一方，基板上に形成した薄膜では，エッチングで片持ち梁に加工して試験する方が扱いやすい．しかし，曲げ試験で材料に加え得るひずみの大きさは膜厚と曲げ半径の比で決まるから，曲げ試験では薄膜の降伏や破壊に関する特性を計測するには本質的に限界がある．

（A）3点曲げ試験

棒あるいは梁状の試験片を1組のナイフエッジやロッドなどで単純支持し，その中央に図2-1に示すように鉛直方向の荷重を加える．このとき試験片に加わる荷重とたわみ量から，ヤング率や降伏応力などが得られる．試験材料には，直径20~30 μm のウィスカ [28] や，同程度の厚さの梁 [25] を使用している．ヤング率 E は，以下の式で求められる．

$$E = \frac{l^3}{48I} \frac{F}{\delta} \quad (2-2)$$

ここで l は支点間距離， I は断面二次モーメント， F は加えた荷重， δ は荷重点のたわみ量である．

また，基板上に薄膜を形成した組み合わせ梁を用いて，薄膜材の機械的特性を評価することもできる．組み合わせ梁のヤング率は

$$t^2(4\theta - 1)E_f^2 + t(5\theta + 6t\theta - 2)E_fE_s + (\theta - 1)E_s^2 = 0 \quad (2-3)$$

ここで， E_f ， E_s はそれぞれ薄膜と基板のヤング率， t は基板と薄膜の厚さの比， θ は成膜前後の

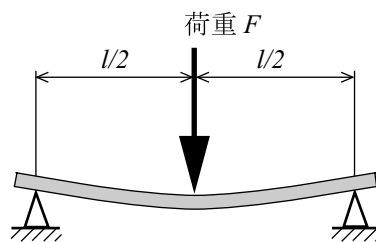


図 2-1 3点曲げ試験

梁のたわみ角の比，である．

3点曲げ試験法の利点として，試験片の入手が容易なこと，荷重・変位検出系が単純なこと，試験片を試験機に固定する必要がないことなどが挙げられる．しかし，試験片には厚さ方向に応力勾配が生じ，得られた材料の強度等は必ずしも単軸引張から得られる値と一致しない．また，大たわみ状態になったとき，通常の弾性解析での計算が困難となる．

(B) 片持ち梁の曲げ試験

一端を固定した片持ち梁の自由端に，図 2-2 のように鉛直方向の荷重を加え，加えた荷重と変位を検出する．負荷機構には，SEM 中に設置したプローブや，後述する微小押し込み試験で用いる圧子などがある．片持ち梁が単独の薄膜材料である場合，3点曲げ同様，ヤング率と降伏応力の計測が可能である．ヤング率 E は以下のように表される．

$$E = \frac{l^3}{3I} \frac{F}{\delta} \quad (2-4)$$

ここで， l は固定端から荷重点までの距離， I は断面二次モーメント， F は加えた荷重， δ は荷重点のたわみ量である．

片持ち梁の曲げ試験も3点曲げ同様，基板上に薄膜を形成した組み合わせ梁を用いて，薄膜材の評価を行うことも可能である[27]．この場合，弾性定数の計測は不可能だが，残留応力や破断特性などを評価することができる．

片持ち梁の曲げ試験の場合，マイクロマシニングによって比較的容易に試験片を作製すること

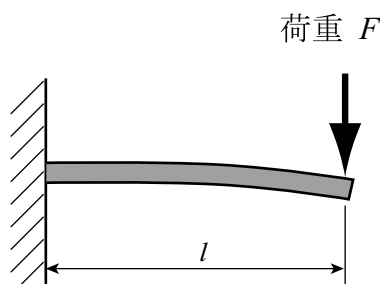


図 2-2 片持ち梁の曲げ試験

ができるため、様々なサイズの試験片を大量に用意できる。またその他の特徴も 3 点曲げ試験と同様であり、荷重や変位の検出機構は単純である一方、大たわみ状態での解析が難しくなる。また、試験片の厚さ方向に分布荷重となる。これらの他、マイクロマシニングで作製された試験片の固定端の境界条件が実際の解析モデルと若干異なることも問題として挙げられる。また、組合せ梁の薄膜特性評価においては、ポアソン比を仮定しなければならない。

2.2.3 共振試験

共振試験は、微小片持ち梁や両端固定貼梁の固有振動数から、薄膜のヤング率を測定する方法である。励起された梁の振動は、電気的あるいは光学的に検出でき、比較的簡単な試験法である。片持ち梁の場合、図 2-3 に示すように、片持ち梁と基板の間の電圧を正弦波状に変化させ、静電力によって加振する。片持ち梁の振動をレーザの反射光を受光することによって検出し、片持ち梁の振幅を付加電圧の周波数の関数としてプロットする。

共振周波数と材料特性の関係は

$$f_0 = 0.162 \frac{t}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2-5)$$

で与えられる。ここで、 E はヤング率、 l は梁の長さ、 t は梁の厚さ、 ρ は密度である。 $1/L^2 \cdot f_0$ の

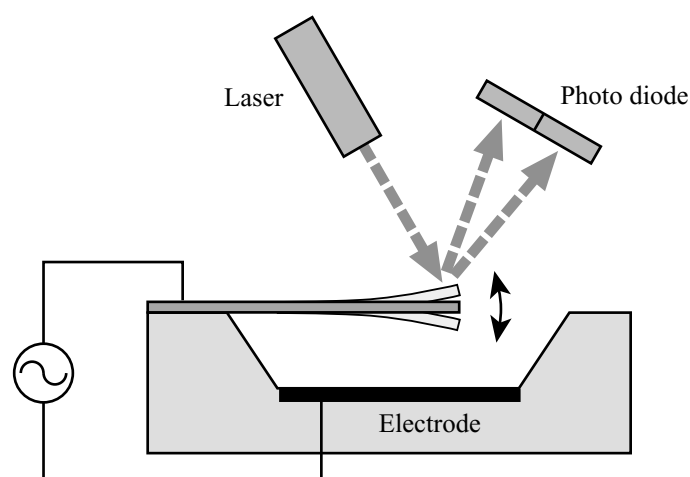


図 2-3 片持ち梁の共振試験

関係をグラフにプロットし、最小二乗法で得られた直線の傾きからヤング率を算出することができる。

また膜厚が数 nm~ 数 μm と非常に薄いとき、シリコンやガラスなどの基板上に成膜した片持ち梁を用いて、薄膜材の特性評価を行うこともできる。膜厚 t_f が基板の厚さ t_s に比べて十分小さいとき、薄膜のヤング率 E_f は、

$$E_f = \frac{1}{3} \left(\frac{2\Delta f}{f_0} \frac{t_s}{t_f} + \frac{\rho_f}{\rho_s} \right) E_s \quad (2-6)$$

で与えられる。ここで、 f_0 は成膜前の梁の共振周波数、 $\Delta f = f - f_0$ は成膜による共振周波数の変化、 ρ_f 、 ρ_s はそれぞれ薄膜および基板の密度、 E_s は基板のヤング率である。

共振試験法は非破壊、非接触で容易に測定することができるため、マイクロマシン材料の特性評価に適している。また梁を加振するので、梁の疲労特性の評価にも応用することができる。しかし、薄膜の共振は空気のダンピングの影響を受けやすいため、減圧下で試験するなど測定条件に留意する必要がある。また、薄膜材料の密度を正確に測定することが困難であり、ヤング率の算出の際に密度を仮定しなければならない。さらに、固定端の境界条件で解析モデルと一致しないといった問題点が生じる。

2.2.4 バルジ試験

基板に測定する被測定薄膜を成膜した後、基板の一部を裏側からエッチングで取り除いた、円形もしくは矩形型の薄膜メンブレンが測定対象となる。薄膜の両面に圧力差を与えたとき、薄膜は一方へたわむ (図 2-4)。メンブレンに上から圧力 P を加えるとメンブレンは下方に最大たわみ δ を発生する。このときの、長方形メンブレンの圧力-たわみ関係の理論式はエネルギー最小原理を用いて次式のように表される。

$$\frac{P}{\delta} = C_1 \frac{t}{a^2} \sigma + C_2 \frac{t}{a^4} E \delta^2 \quad (2-7)$$

$$C_1 = \frac{\pi^4}{64} (1 + n^2) \quad (2-8)$$

$$C_2 = \frac{\pi^6}{32(1-\nu^2)} \left\{ \frac{9+2n^2+9n^4}{256} - \frac{(4+n+n^2+4n^3-3n\nu(1+n^2))^2}{81\pi^2(1+n^2)+128n+\nu(128-9\pi^2(1+n^2))} \right\} \quad (2-9)$$

ここで、 t はメンブレンの膜厚、 $2a$ は短辺の長さ、 $2b$ は長辺の長さ、 C_1 、 C_2 はメンブレン形状

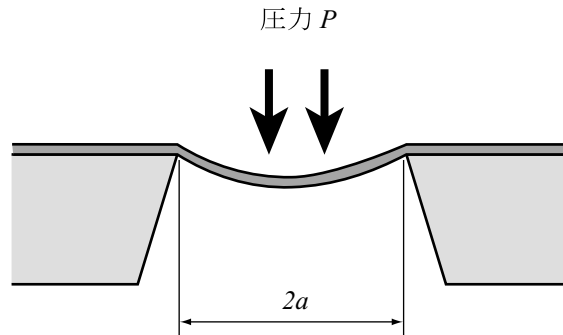


図 2-4 バルジ試験

$n = a/b$ とポアソン比 ν から定められる定数である。

内部応力 σ とヤング率 E がそれぞれ δ の 0 次及び 2 次の項に独立に現れているので、メンブレンに加える圧力を変化させながらたわみを測定し、得られたデータを上式に最小二乗法で当てはめることによってこれらの量を同時に求めることができる。メンブレン隔壁の輪郭を変えることによって、さらにポアソン比を測定した例もある[44]。また、従来はバルジ試験の適用が困難であった薄膜を、シリコン窒化膜などを下地にした複合メンブレンとすることによって、様々な薄膜のヤング率・内部応力評価に適用できる[43]。

バルジ試験は膜に対して機械的に非接触な手法であるが、メンブレン周縁部に応力集中が生じるため、降伏応力あるいは破壊応力が正確には求められない。

2.2.5 微小押し込み試験

図 2-5 (a) に示すように基板上に形成した薄膜に圧子を押し込みながら、薄膜に負荷した荷重と押し込んだ変位量を測定していく方法である。ナノインデンテーション試験により、弾性変形、塑性変形、および破壊挙動などを知ることができ、また押し込んだ圧子の荷重と変位の関係からヤング率と硬さが得られる。従来のピッカース硬さ試験を、微小圧子による押し込み試験機を導入することで薄膜に適用できるようになった。圧子にはダイヤモンド三角すいが用いられる。

図 2-5 (b) に微小押し込み試験で得られる荷重 - 変位曲線の例を示す。除荷直後の変形を弾性

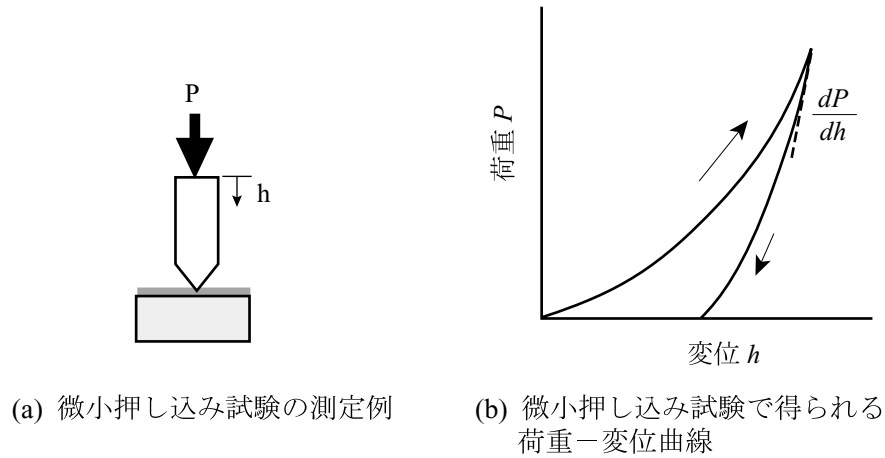


図 2-5 微小押し込み試験法

変形と見なして，最大荷重における荷重 - 変位曲線の接線の勾配をもとにヤング率 E_{eff} を得る．

$$E_{eff} = \frac{1}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A}} \frac{dP}{dh} \quad (2-10)$$

ここで P は荷重， A は圧痕の面積である．また β は圧子形状に依存する無次元の定数で，ピッカース（三角すい）圧子の場合 $\beta=1.034$ である．圧子自体の変形を考慮して，次式より薄膜のヤング率が得られる．

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2-11)$$

ここで， $E_i=1141$ GPa， $\nu_i=0.07$ である．

ナノインデンテーション試験では，圧子を深く押し込むと基板の影響が生じるが，圧子の押し込み深さが膜厚の $1/10 \sim 1/5$ 以下であれば基板の影響は無視できるとされている．

圧子が薄膜と接触するため，ナノインデンテーション試験は室温に限られる．In-situ 試験法の開発が今後の課題である．

2.2.6 超音波音速測定法

超音波の伝播速度は伝播する物質の弾性係数によって決まるため，音速を測定することによりそれを求めることができる．薄膜の膜面にそって伝播する超音波のモードには，横波（せん断波あるいは弾性波: shear wave）と縦波（対称ラム波: symmetrical Lamb wave）とがある．膜厚が超

本方法において降伏応力の大小を比較することはできるが、降伏応力の定量化にはモデル化を必要とする。また、圧子の先端の摩耗に起因する測定の再現性の問題がある。

音波の波長（～0.1 mm）に比べて十分小さいとき、横波と縦波の音速はそれぞれ、

$$v_{sh} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (2-12)$$

$$v_L = v_{sh} \sqrt{\frac{2}{1-\nu}} \quad (2-13)$$

で与えられる。ここで、 G は剛性率、 ρ は密度、 ν はポアソン比である。よって、音速 v_{sh} 、 v_L を測定すれば G と ν が決まり、

$$E = 2G(1+\nu) \quad (2-14)$$

よりヤング率 E が決まる。

薄膜の音速の測定にはパルスエコー法が用いられる。水晶振動子の表面に短冊状の薄膜を垂直に取付け、超音波パルスを薄膜中に送り込み、開放端で反射されて戻ってくるエコーを観測して、パルスが薄膜中を往復する時間を測定して音速を求める。

2.2.7 基板の反り

薄膜を形成した基板の反りから、薄膜の内部応力を推定することは、LSI の製造技術分野で広く行われている。基板形状を円形でなく図 2-6 のような短冊状とすれば、簡単な解析解をつかって、反りの大きさから内部応力を計算できる。膜厚が基板に対して十分薄く、薄膜の膜厚方向に応力分布がないと仮定すると、内部応力は以下のように与えられる。

$$\sigma = \frac{4Et^2\delta}{3(1-\nu)t_f l^2} \quad (2-15)$$

ここで、 E は基板のヤング率、 ν は基板のポアソン比、 t は基板の厚さ、 t_f は薄膜の厚さ、 l は基板の長さ、 δ は荷重点の変位量である。

片持ち梁に薄膜を蒸着すると、薄膜の内部応力によって梁がたわむ。片持ち梁全体に渡って膜厚分布がないと仮定すれば、このたわみ量を測定して内部応力を求めることができる。この方法は蒸着中の連続測定が可能であることから、薄膜の成長中に薄膜全体に働く力と膜厚を連続的に測定して、内部応力の膜厚依存性を求めることにも用いられている。薄膜の厚さが基板の厚さに

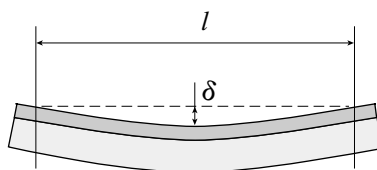


図 2-6 基板の反り

比べて十分小さいとき，内部応力は，

$$\sigma = \frac{Et^2\delta}{3(1-\nu)t_f l^2} \quad (2-16)$$

で与えられる．

2.2.8 ラマン散乱法

物質に応力が加わると，原子間の結合長や結合角が変化して，フォノンの周波数が変化したり，スプリットが起こる．たとえば，結晶格子に圧縮力が働くと，格子定数が小さくなり原子間結合力が強くなる．従って振動数が高くなり，高周波側にピークが移動する．逆に引張力が作用すれば，低周波側にピークが移動する．ピークの移動量と応力の関係を校正しておけば，ピーク位置から応力を求めることができる．

ラマン散乱法の特長は，レーザを顕微鏡で絞って試料に照射できるのでミクロンオーダーの高い空間分解能で局所評価が可能であること，顕微鏡下で応力をかけながらの in-situ 観察が容易なこと，非破壊測定であること等が挙げられる．問題点として，応力測定は単結晶や配向した材料などに限られること，光の大部分を反射する金属の測定ができないこと，不透明体の内部応力測定ができないことなどが指摘される．

2.3 引張試験に関する最近の研究

引張試験は材料のヤング率や降伏・破断特性を最も直接的に評価できる方法であるが、評価対象が薄膜の場合、2.2.1 に挙げたような問題点が生じる。したがって薄膜の引張試験の場合、試験片、試験装置などを改良した試験法を新たに開発する必要があった。このため、前節で述べたような、引張試験以外の方法により評価が行われてきた。しかしながら、マイクロマシンデバイスを構成する材料の強度を評価する目的では、薄膜試験片に均一な応力場を加えて、ヤング率、降伏応力、破断ひずみ等を最も直接的に評価できる点で、依然として引張試験に期待するところが多い。

1995 年頃より、国内外の学会において、独自に開発した技術を用いてマイクロマシン材料の引張試験を実現しようとする研究が報告されるようになってきた。本節では、最近の引張試験に関する研究を試験片の製作、試験装置の改良といった新たな技術に着目して述べる。

2.3.1 引張試験片の製作法

薄膜試験片は、一般にマイクロマシニング技術を用いて作製する。薄膜試験片単体では、試験片のハンドリングや試験機への固定の際に試験片に損傷を与えてしまうおそれがある。試験片への損傷をさけるために、図 2-7 のように試験片を作製する際に試験片の両端にフレームやストライプラインなどを同時に作製し、試験片を補強する方法がある。試験機に固定してから、試験片両側の補強材を取り除き、試験を開始する。また、試験片を基板上に犠牲層エッチングによって一括加工し、基板から分離せず、そのまま試験機に固定して引張試験を行う方法もある。これらのように、試験片作製後、試験を開始するまでの間試験片を直接取り扱うことのないような方法がとられている。

試験材料としては、研磨によって薄くした単結晶シリコン、あるいはエピタキシャル成長した単結晶シリコン膜 [3]、CVD による多結晶シリコン薄膜 [4]、スパッタ蒸着した金属薄膜 [15] などが適用されている。

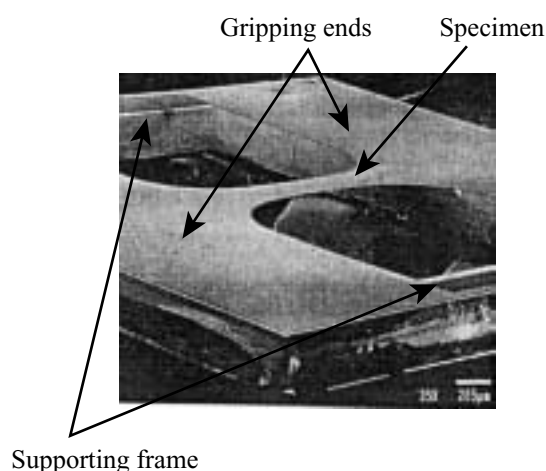


図 2-7 枠によって保護された薄膜試験片 [8]

2.3.2 試験機の改良

薄膜の引張試験を行う際、問題になるのは以下の2点である。

(1) 試験片を試験機に固定する方法

(2) 試験片の伸び量を測定する方法

これらをともに解決した例は少ないが、それぞれの問題を解決する目的で開発された研究例を紹介する。

小川ら[5]は引張試験機のクロスヘッドの並進性を高めるために、クロスヘッドに相当する部分にT字型ばね機構を導入した(図2-8)。また、2視野顕微鏡で試験片上の一对の標点をそれぞれ拡大し、画像処理によって微小な伸び変位を測定している。一方、Sharpeら[4]は伸び変位を測定する目的で、試験片表面に形成した金属標点到レーザ光を照射し、反射光の干渉を応用して測定している(図2-9)。金属の材料試験の分野でよく用いられているISDG (Interferometric Strain/Displacement Gage) といわれる変位測定法である。標点を試験片の幅方向に形成することで、ポアソン比の評価も可能である。このような画像処理を用いた伸びの計測方法は、試験片上にいかにして標点を形成するかという問題があるが、微小な伸びの評価に有効であると考えられる。

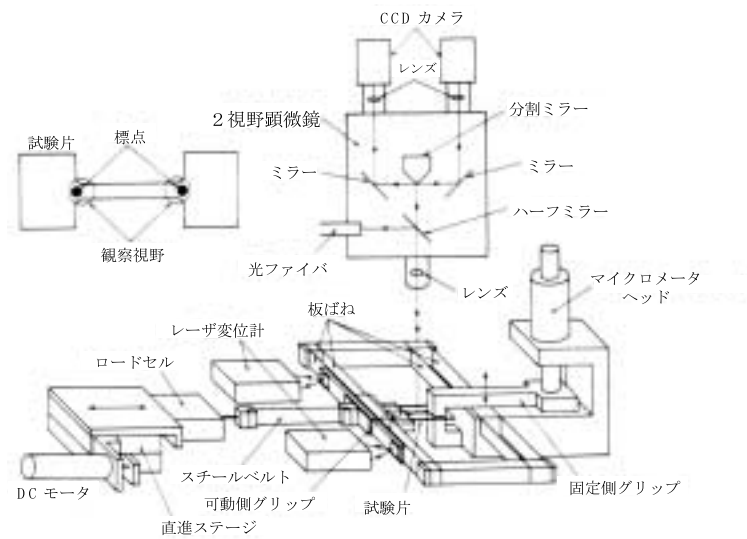


図 2-8 T 字型ばね機構と 2 視野顕微鏡

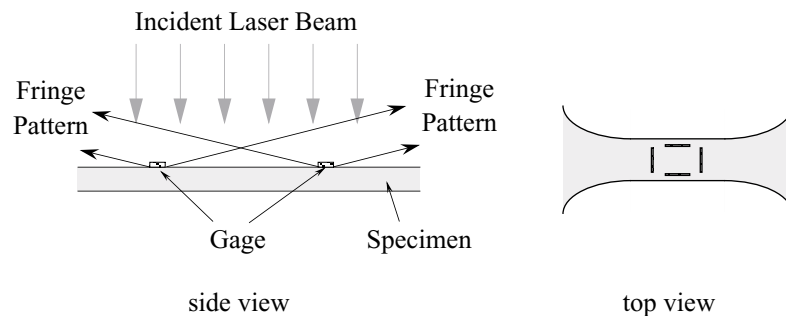


図 2-9 ISDG 法

Greek ら [2] はシリコン基板上に形成した多結晶シリコン薄膜の引張試験を行うにあたり，表面マイクロマシニングをつかって，試験片の一端を基板に固定，試験片中央部ならびに他端を基板表面から分離して形成した（図 2-10）．引張機構は SEM 内部で操作されるが，試験片の一端に形成された孔にロッドを引っかけて引張る方式に多少の問題がある．これに対し，土屋ら [6]

は、同様に表面マイクロマシニングをつかって形成した引張試験片で基板から浮上した側の端部を静電的に吸引固定する引張機構を開発した（図 2-11）。SEM 中での駆動とはいえ、シリコン基板上に大量に並べて形成された試験片を次々に引張ることができる。

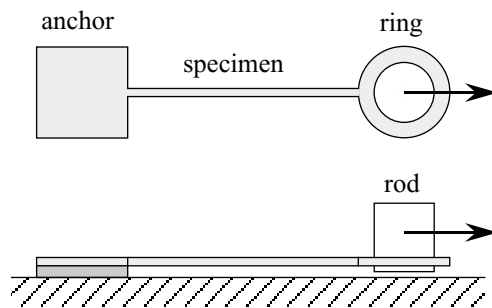


図 2-10 リング構造による試験片の把持

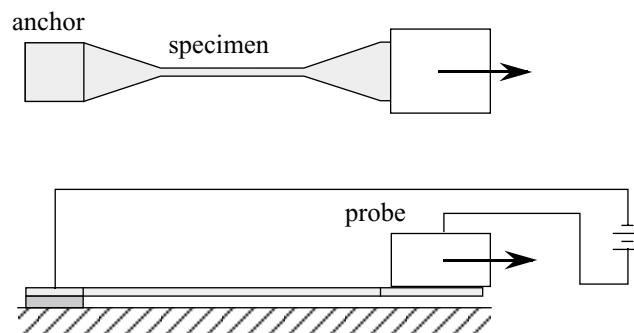


図 2-11 静電力による試験片の把持

2.4 疲労試験に関する最近の研究

マイクロマシンの信頼性を確保するために、その構成材料の疲労強度を知ることは、必要欠くべからざる重要な問題である。繰返し応力によって生じる材料の破壊に対する評価は、デバイスの寿命の予測に際して欠くことができない。

マイクロマシン材料の疲労試験もまた、各研究者によって独自のデバイスを使って研究されている。現在行われている疲労試験に関する研究を以下にまとめる。

2.4.1 薄膜材料の疲労試験方法

Brown ら[8]や Kahn ら[10]は、切り欠きあるいは予き裂を導入した梁に、くし歯によって *In-plane* で静電駆動するアクチュエータを共振させて繰返し応力を加えるデバイスを作製した。Brown は扇形のデバイスの根本部に、切り欠きの入った梁を設け、一辺のくし歯からデバイスを駆動させ、もう一方のくし歯で駆動量を検出している(図 2-12)。このデバイスを使って、多結晶シリコンの疲労破壊を評価している。Tuchiya ら[9]は、4本の梁に支えられたマスを共振させ、単結晶シリコンの疲労破壊を評価した(図 2-13)。また Komai ら[11]は、3点曲げあるいは片持ちはり曲げといった曲げ試験法を適用し、外部から繰返し荷重を与えることによって、単結晶シリコンの疲労を評価している。

一方で、引張試験による疲労強度の調査は、Read ら[15]によって金属薄膜に関して低サイクル疲労強度を評価した報告もあるが、その数はまだ少ない。これは、薄膜材の引張試験における問題点を克服しつつ、材料に繰返し負荷を与えることが困難であるためである。

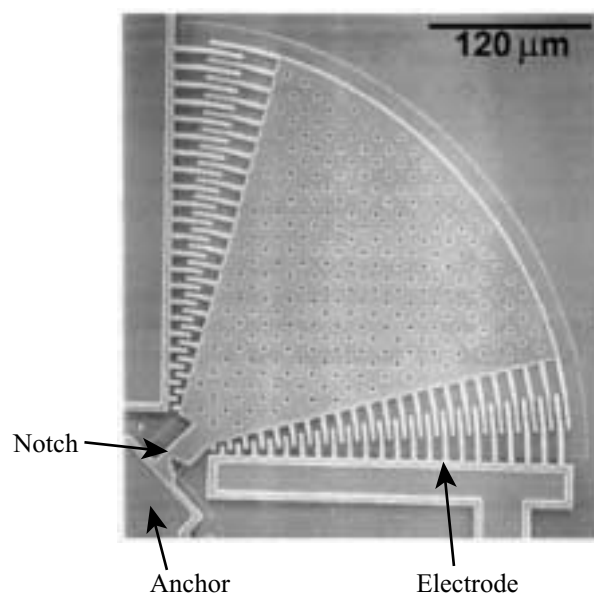


図 2-12 疲労試験用くし歯型デバイス [18]

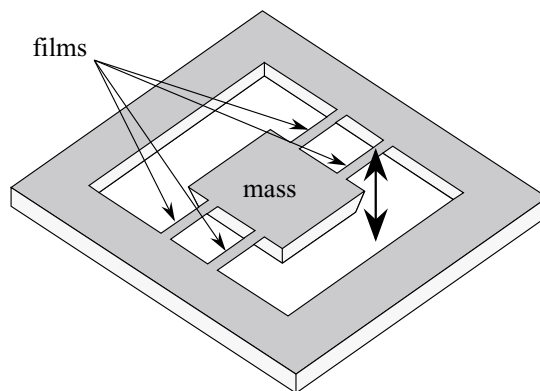


図 2-13 共振ビーム型デバイス

2.5 従来技術による薄膜材料特性の評価結果

単結晶シリコンのヤング率, 破断応力, および破断ひずみについて, 従来の材料評価技術で測定された値を調査した. 表 2-4 に調査結果をまとめて示す. 単結晶シリコンのヤング率は, その結晶方位に応じて異なる値を示している. また, シリコンの厚さが十数ミクロンになると, 300 μm のものに比べて破壊強度が 5 ~ 10 倍程度大きくなっていることが分かる. これは, 材料の強度に影響を与えるような欠陥の密度が前者と後者で同程度と仮定した場合, 材料の寸法が小さい方がその欠陥を持つ確率が低くなるためと考えられる.

表 2-4 単結晶シリコンの機械的特性値

結晶方位	膜厚 (μm)	試験片加工条件	試験法	ヤング率 (GPa)	破壊強度 (GPa)	破断歪み (%)	文献
<100>	405	Dicing (110) wafer	4 点曲げ	134 ± 5	0.493	0.236	Komai [25]
	14	10^7 n-diffusion with mask + KOH etching	片持ち梁曲げ	—	2.0 (max 5.6)	1.5 (max 4)	Johansson [26]
	8 - 16	10^7 n-diff. without mask + KOH etching	片持ち梁曲げ	—	4.3 (max 6.0)	2.5 (max 5)	
<110>	402	Dicing (100) wafer	4 点曲げ	168 ± 10	0.431	0.166	Komai [25]
	402	Dicing (110) wafer	4 点曲げ	172 ± 3	0.552	0.210	
	14	10^7 n-diffusion with mask + KOH etching	片持ち梁曲げ	177 ± 18	3.9 (max 10.1)	2 (max 6)	Johansson [26]
	8 - 16	10^7 n-diff. without mask + KOH etching	片持ち梁曲げ		3.9 (max 4.9)	2 (max 3)	
	13	Epitaxy	引張	104	0.255 – 0.819	—	Read [3]
	0.6 - 3	Boron diffusion + EPW etching	引張	$122 \pm 2.08 (\sigma)$	max 3.4	max 3.6	Ding [14]
	1 - 4		共振	$125 \pm 1.17 (\sigma)$	—	—	
<111>	f 20	Whisker	3 点曲げ	190	—	2.6	Pearson [28]
<112>	300	Dicing (110) wafer	4 点曲げ	180 ± 3	0.703	0.245	Komai [25]
	45, 62	KOH etching (110) wafer	3 点曲げ	$165 \pm 20 (\sigma)$	1 – 3	—	

また、シリコン酸化膜、窒化膜、多結晶シリコン薄膜についても同様に機械的特性を表 2-5 にまとめた。シリコン化合物や多結晶シリコン薄膜では、同じ材料であっても成膜条件によってヤング率が異なることがわかる。また、破断強度においては現段階ではまだ未知数である。

表 2-5 各種薄膜の機械的特性値

材料	膜厚 (μm)	試験片 加工条件	試験法	ヤング率 (GPa)	破壊応力 (GPa)	内部応力 (GPa)	文献
SiO_2	0.425	Thermal-wet 960 °C	共振	57	—	—	Petersen [31]
	0.325	Thermal-dry 960 °C		67	—	—	
	0.4	Sputter 250 °C		92	—	—	
Si_3N_4	0.35	CVD 840 °C		146	—	—	
	0.29	Sputter 250 °C		130	—	—	
	0.2	LPCVD 790 °C $\text{SiH}_2\text{Cl}_2:\text{NH}_3=20:170$, 0.6 Torr	バルジ	290	—	1	Tabata [37]
	0.5	Plasma CVD 300 °C $\text{SiH}_4:\text{N}_2=15:535$, 0.5 Torr	バルジ (複合膜)	210	—	0.110	
Poly-Si	0.2	LPCVD 630 °C $\text{SiH}_4:\text{N}_2=20:110$, 0.4 Torr	バルジ (複合膜)	160		- 0.180	
	10	LPCVD	引張	—	0.566	—	Schweitz [2]
	2	LPCVD		—	0.768	—	
	3.5	LPCVD (MUMPs)	引張	170	1.2	—	Sharpe [4]
	1.8	LPCVD 520 °C + Anneal 1000 °C	引張	—	2.0 - 2.7	—	Tsuchiya [6]

2.6 まとめ

微小材料の機械的特性評価技術の現状を概観するため、これまでに提案・実施されてきた、微小材料を対象とする機械的特性の評価技術について文献により調査した結果を述べ、従来技術の問題を明らかにした。また、近年のマイクロマシニング技術の進歩により新しい方式の材料試験が可能になってきたことを示し、その研究の現状について述べた。

マイクロマシンの研究基盤ならびに産業基盤を確立するには、このような材料特性評価に関する研究活動が質・量ともに充実して集大成されなければならない。それには、以下に述べる階層的な課題解決が必要と考える。

(1) 薄膜材料の機械的性質を実験的に評価するための手法の確立

現状ではデバイスの研究開発が材料特性評価技術よりもはるかに先行しているが、マイクロマシンの機能、信頼性、市場性を論じるには、まず材料評価手法の確立が緊急の課題である。現在ようやく、評価法の標準化を目指した国のプロジェクトがスタートしたところである。

(2) 薄膜材料の機械的性質に関する知見のデータベース化

データベースは、各種CADによる設計支援システムの利用と相まって、マイクロマシンデバイスの産業基盤を確立するのに寄与すると考える。デバイスシミュレータ、プロセスシミュレータの試作・製品化例が最近相次いで発表されているが、これらを使って有効な情報を得るには、材料特性に関するデータベースがその背後に存在することが前提条件になる。

(3) マイクロ理工学の確立

材料の機械的特性の寸法効果は、従来、理論的に予測・指摘されてきたが、果たしてマイクロマシン材料は、その寸法の微細化によって強化されるのかという命題にはまだ十分な回答が得られていない。マイクロ理工学がこのような面から確立される必要がある。

第3章 オンチップ引張試験法の提案

引張試験は材料のヤング率や降伏・破断特性を最も直接的に評価できる方法である。しかし評価対象が薄膜の場合、2.2.1 で述べたようにいくつかの問題点が生じる。筆者らの研究室では、このような薄膜引張試験の技術的な問題を根本的に解決できる「オンチップ引張試験法」を発明し、微小寸法材料の引張試験法として提案している。

本章では、提案したオンチップ引張試験法の原理、オンチップ引張試験で用いる試験デバイスの製作方法、実際に試験を行うための測定系について述べる。

3.1 オンチップ引張試験法の原理・特長

図 3-1 はオンチップ引張試験で用いるチップの概略図である。チップは、薄膜試験片、レバー、トーションバー、フレームから構成される。これらの構造はマイクロマシニングにより一体的に加工される。

引張試験の原理をチップの断面図（図 3-2）を用いて説明する。レバー端部に鉛直下向きの荷重を加えると、レバーがトーションバーの軸心を中心にして回転し、その結果試験片は水平方向に引張りを受ける。加えた荷重、試験片に生じた引張力、トーションバーに生じたトルクの間にはモーメントのつり合いが成り立つ。図 3-3 は荷重点に負荷した荷重 - 変位を模式的に示したものである。荷重 - 変位関係はまず実線のように推移していき、試験片が破断する。試験片の破断後は、トーションバーのねじり剛性に相当する荷重 - 変位が測定される。つまり、加えた荷重は試験片を引張る力とトーションバーをねじる力とから成り立っているため、加えた荷重からトーションバーのねじり反力を差し引いて計算すれば試験片の引張力を求めることができる。また、試験片の伸びはレバーの回転変位を測定して計算することができる。

以下に本方法の特徴を述べる。

-
- (1) 試験片と荷重負荷機構（ロードレバー・トーションバー）とが一体化されているため，従来の薄膜引張試験法で問題となっていた試験片のハンドリングや固定などの作業を行う必要がない．
 - (2) 試験片の伸びが，この原理によって荷重点の変位に拡大して検出されるため，マイクロマシンに用いられる脆性材料の評価に適している．
 - (3) 単軸引張試験のみならず，繰り返し荷重を加えて疲労試験を行うこともできる．

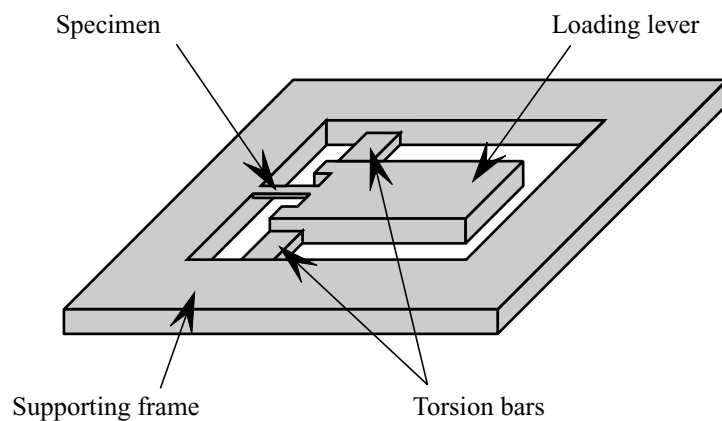


図 3-1 試験チップ構成図

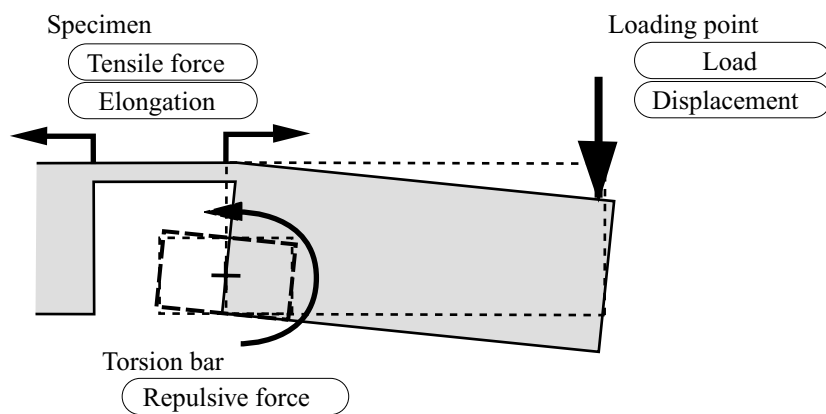


図 3-2 試験チップ中心の断面図

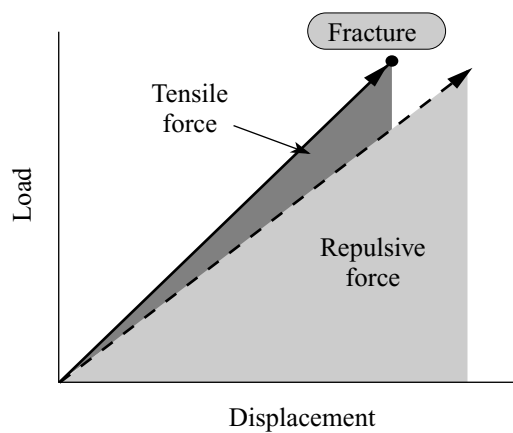


図 3-3 荷重点における各作用力の関係

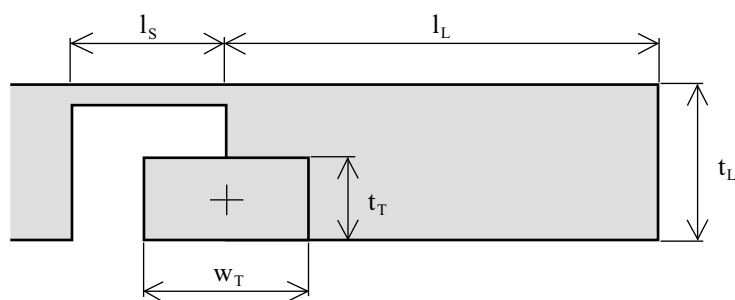
3.2 オンチップ法によるヤング率，破断応力，破断ひずみの評価

図 3-4 および図 3-5 に示すように，ロードレバーの長さを l_L ，高さを h_L ，トーションバーの幅を w_T ，厚さを t_T ，長さを l_T とする．レバー高さ h_L は，ウェハの厚さ（レバーの厚さ） t_L とトーションバーの軸心高さ $t_T/2$ から

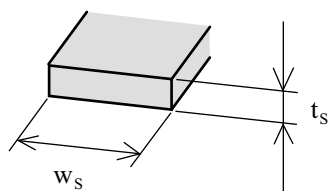
$$h_L = t_L - \frac{t_T}{2} \quad (3-1)$$

により定められる．試験片には，応力集中を緩和する目的でその両端に円弧形状が設けてある．応力分布が一定となる試験片平行部分の幅を w_S ，厚さを t_S ，長さを l_S とする．ロードレバーに荷重 W を加えたとき，荷重点が下方に δ だけ変位し，トーションバーはねじり角 θ とトルク T を生じ，試験片は引張力 F と伸び λ を生じるとする（図 3-5）．試験片の伸び λ は，平行部分の伸び λ_S と円弧部分の伸びを足し合わせた値であり，

$$\lambda_S = n\lambda \quad (0 < n < 1) \quad (3-2)$$



(a) チップ中心断面



(b) 試験片断面

図 3-4 試験チップの形状

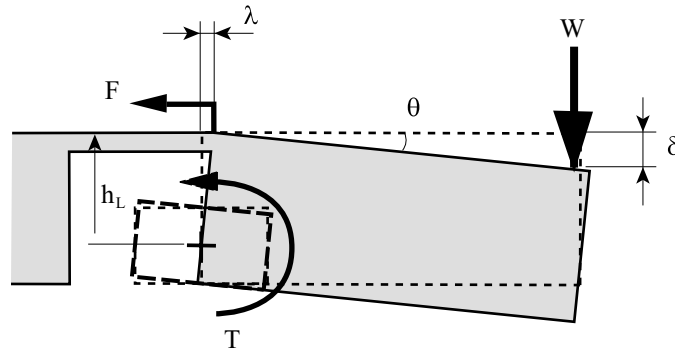


図 3-5 垂直負荷を受ける試験デバイス

なる関係があるとする。

ねじり角 θ が微小の時、試験片の伸び λ と荷重点の変位 δ の関係は次のようになる。

$$\frac{\lambda}{h_L} = \frac{\delta}{l_L} = \theta \quad (3-3)$$

これより、試験片の平行部分の伸び λ_s は、

$$\lambda_s = n \frac{h_L}{l_L} \delta \quad (3-4)$$

と表されるので、試験片の公称ひずみ ε は、

$$\varepsilon = \frac{\lambda_s}{l_s} = \frac{n}{l_s} \frac{h_L}{l_L} \delta \quad (3-5)$$

となる。

荷重 W のうち、トーシヨンバーのトルクと釣り合う成分を W_T とする。トーシヨンバーの軸心周りにおけるモーメントのつり合いは次のようになる。

$$Wl_L = Fh_L + W_Tl_L \quad (3-6)$$

これより、引張力 F は、

$$F = \frac{l_L}{h_L} (W - W_T) \quad (3-7)$$

と表されるので、試験片に生じる公称応力 σ は、

$$\sigma = \frac{1}{w_s t_s} \frac{l_L}{h_L} (W - W_T) \quad (3-8)$$

となる。式 3-5、式 3-8 およびフックの法則より、試験片のヤング率 E は

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{l_s}{n w_s t_s} \left(\frac{l_L}{h_L} \right)^2 \left(\frac{W}{\delta} - \frac{W_T}{\delta} \right) \quad (3-9)$$

となる．

測定した荷重 - 変位関係（図 3-3）において，試験片破断前後の直線の傾き $\frac{W}{\delta}$ ， $\frac{W_T}{\delta}$ から，式 3-9 を用いてヤング率を求める．試験片が破断した時点の荷重点変位 d から，式 3-5 より破断ひずみを求める．求めたヤング率および破断ひずみからフックの法則により破断応力を求める．

3.3 試験デバイスの製作

3.3.1 チップの基本加工プロセス

薄膜引張試験に用いる試験片,およびチップは微細な形状を有する.このような形状を加工するためのアプローチとして,マイクロマシニング技術がある.マイクロマシニング技術は,半導体プロセス技術を応用したものであるが,このプロセスを大きく分類すると,(a) フォトリソグラフィによるパターニング,(b) エッチングなどによる材料除去,の2つの工程からなる.アスペクト比の高い3次元構造が必要とされるとき,異方性エッチングと呼ばれる技術が有効である.

異方性エッチングは,液体のエッチャントを使うウェットエッチングと,ガスなどをエッチャントとするドライエッチングに大別できる.ウェットエッチングはウェハの結晶方位によるエッチレートの違いを利用するもので,特定の結晶方位,また特定のマスク形状にしか適用できない.一方ドライエッチングはウェハに入射するイオンの入射方向によるエッチレートの違いを利用するもので,任意の2次元パターンに対して結晶方位に依存せず適用できる.しかし,ドライエッチングによるエッチング深さは,最近開発された ICP-RIE で 100 μm オーダーの加工が実現したものの,通常はたかだか 10 μm 程度であるのに対し,ウェットエッチングでは数百 μm の深さまで容易に加工が可能である.

本研究で用いるチップは,チップ表面に試験片,下部にトーションバーが組み込まれるといった,複雑な構造をしており,また,ウェハを貫通する部分も持っている.このような3次元構造を実現するために,製作には,アルカリ溶液を用いた化学的エッチングを施すことにした.この利点は,

1. エッチレートが大きく,深いエッチングに適すること.
2. 加工形状はシリコンの結晶構造に由来するため,加工精度・再現性に優れること.

以上の2点である.

3.3.2 任意の方位の単結晶シリコン試験片の加工プロセス

異方性エッチングによる一連のプロセスから得られる試験チップは,加工性・再現性に富む.

しかし、異方性エッチングの持つ性質上、 $\langle 110 \rangle$ 方位の単結晶シリコン試験片以外の試験片は作製できない。また本来は、試験片平行部に均一な応力分布を生じさせるために、肩部には応力集中緩和用の円弧部分 (R) を設けなければならないが、

R を持つ $\langle 110 \rangle$ 方向以外の試験片を得るために、単結晶シリコンの異方性エッチングによるプロセスに、以下の 2 点を加えた。

(1) RIE の導入

(2) SOI (Silicon On Insulator) ウェハの使用

以下に単結晶シリコン試験片を持つ試験デバイスの作製方法を示す。

厚さ $1\ \mu\text{m}$ の酸化膜を介して貼り合わされた SOI ウェハを素材とする。SOI ウェハ上部の活性層の部分に試験片を作製する。試験片以外の負荷機構となる構造 (ロードレバー、トーションバー、フレーム) は、下部側のシリコン基板を異方性エッチングを用いて作製する。したがって、

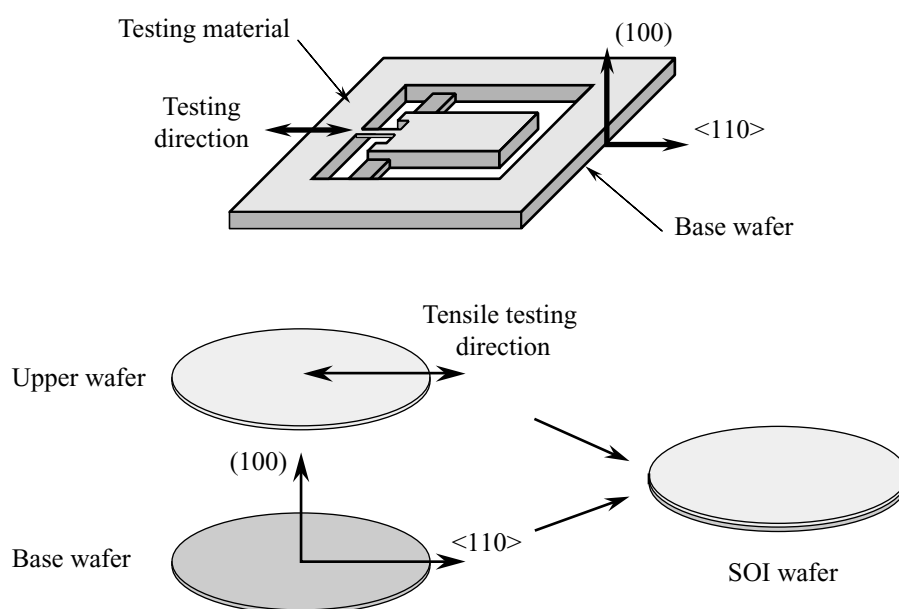


図 3-6 SOI ウェハより作製される試験チップ

活性層の引張方向となる結晶方位と、基板ウェハの $\langle 110 \rangle$ 方位が平行である（図 3-6）。本研究では、単結晶シリコンの $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ の 3 方位について引張試験を行うため、図 3-7 に示すように 3 種類の SOI ウェハを用意した。

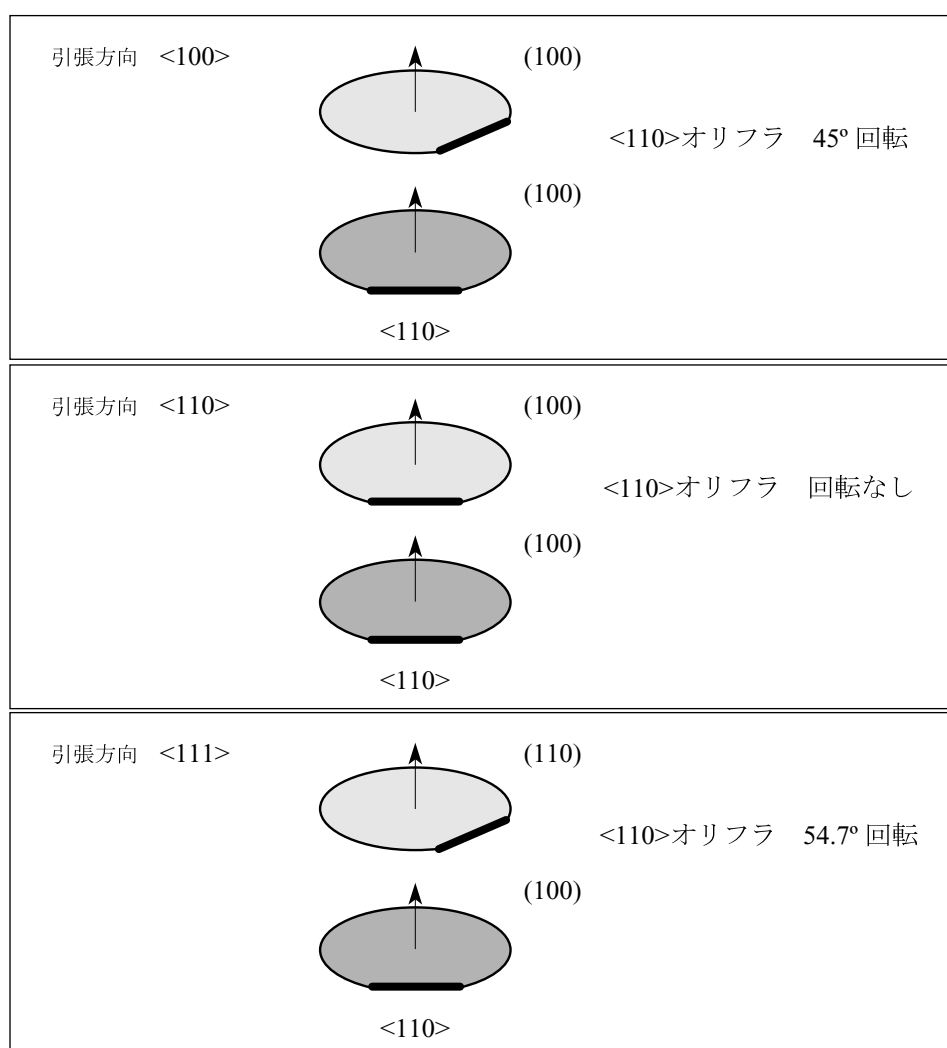


図 3-7 SOI ウェハの張合わせ仕様

加工プロセスの詳細を以下に示す（図 3-8）。

第 1 工程では、R を持つ試験片の形状を形成するために、活性層の結晶方位に依存せずにエッチングを行うことのできる RIE (Reactive Ion Etching) を用いる。RIE とは、反応ガスがプラズマ化して生成した励起活性種（ラジカル）による化学的なエッチングと同時に、プラズマ中のイオンが電界によりウェハに垂直入射して物理的にスパッタエッチング（イオンアシストエッチング）を行うことで、エッチング速度の比較的速い異方性エッチングを実現するものである。エッチングマスクにはフォトレジストを用いる。試験片、ロードレバー、フレームの輪郭を有するマスクを施し、活性層のみをエッチングする。エッチングは中間酸化膜に達するまで行う。

第 2 工程・第 3 工程は、70 °C の 20 wt.% TMAH 水溶液を用いた異方性エッチングにより加工を行う。第 2 工程では、露出した中間酸化膜はそのままにして、試験片などの第 1 工程で形成された形状をマスクで完全に保護する。その上で異方性エッチングによって上面から加工する。このエッチングによりトーションバーの厚さを決定する。

第 3 工程では、ウェハの裏面にトーションバーの輪郭を覆うマスクを施し、裏面から中間酸化膜層が現れるまで異方性エッチングを行う。このエッチングでは中間酸化膜がエッチングストップ層となるので、試験片の裏面がエッチングにより侵されることはなく、非常に表面の滑らかな試験片を得ることができる。

試験片の幅および長さの加工精度は第 1 工程で用いた RIE のエッチング特性に依存する。RIE のエッチング速度は、同一のウェハ上でも位置により異なる。チップ内における試験片の幅の値の変動は 1 μm 以下であるが、チップ間で比較すると幅の値には差が出てくる。したがって、試験片の寸法は作製後にチップ毎に測定する必要がある。

このプロセスにより作製したチップの写真を図 3-9、図 3-10 に示す。それぞれのチップの諸元を表 3-1 に示す。チップ A では第 4 章で述べるように、伸びが 2 % 以下の範囲内でしか測定できなかった。チップの各構造の寸法を最適化して、約 6 % の伸びまで測定できるようにしたのがチップ B である。試験片の両端部には応力集中を緩和するための円弧および幅広の薄膜支持部を設けてある（図 3-9 (b)、図 3-10 (b)）。試験片の裏面は、第 3 工程のエッチング中も SOI の中間酸化膜により保護されていたため、非常になめらかな表面となっている。

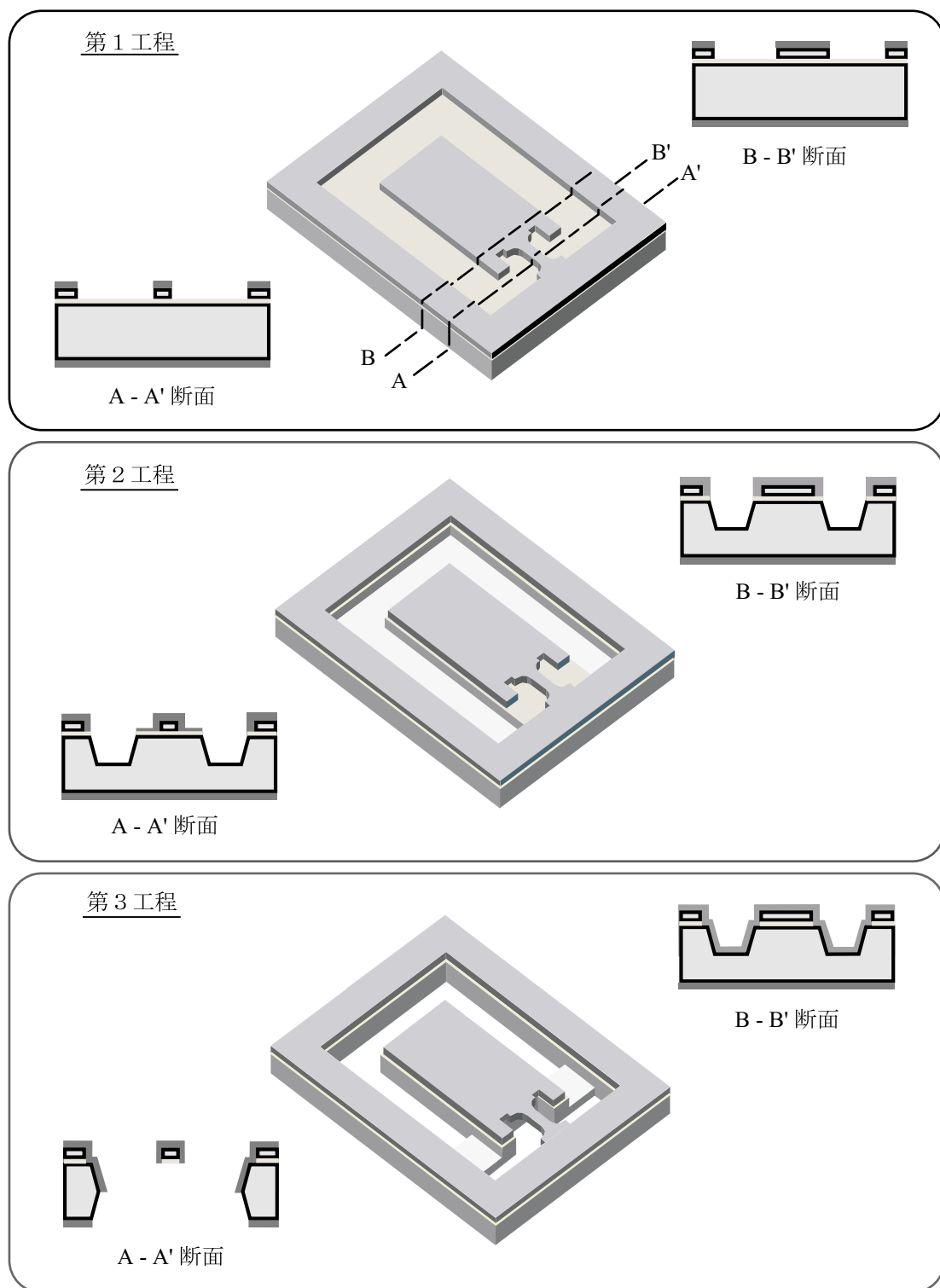
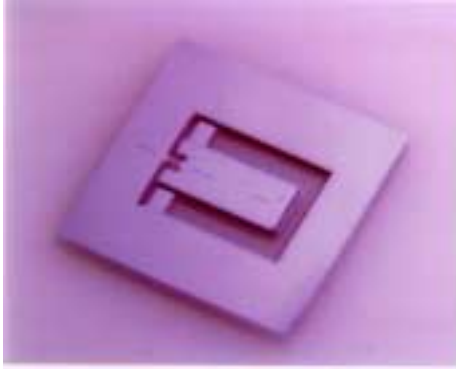
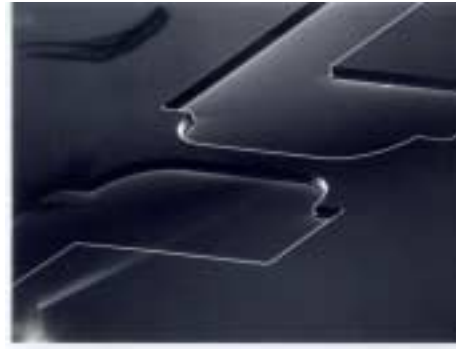


図 3-8 SOI ウェハからの試験チップ作製法

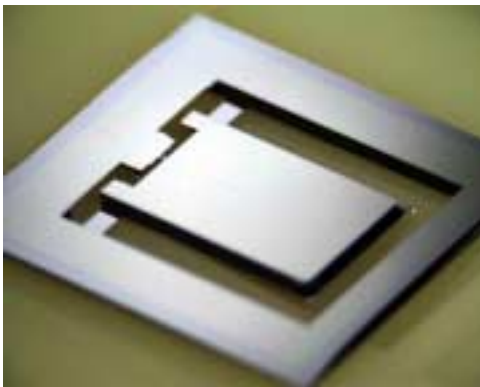


(a) デバイス全体図

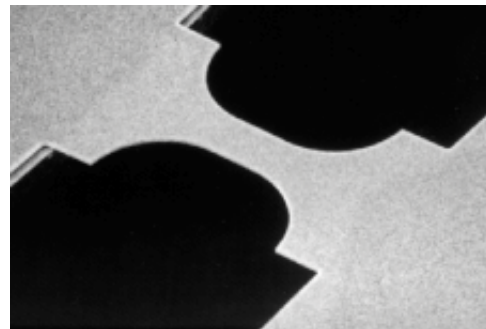


(b) 試験片の SEM 写真

図 3-9 作製した試験デバイス：チップ A



(a) デバイス全体図



(b) 試験片の SEM 写真

図 3-10 作製した試験デバイス：チップ B

表 3-1 作製した各チップの諸元

		チップ A	チップ B
device	size	12mm × 12mm × 0.4mm	15mm × 15mm × 0.5mm
specimen	thickness	14 ~ 21 μm	5 μm
	width	100 μm	50 μm
	length	400 μm	50 μm
torsion bar	thickness	200 ~ 220 μm	130 ~ 170 μm
	width	600 ~ 700 μm	600 ~ 700 μm
	length	1 mm	1 mm

3.4 測定系

3.4.1 準静的試験システムの試作

ミクロンオーダの微小試験片を対象とした引張試験機については、荷重の負荷や検出にピエゾアクチュエータ、ロードセルなどを用いたもの、変位検出に顕微鏡や CCD カメラ、センサを用いたものが報告されているが、これはそれぞれのテストデバイスに適した試験機であり、そのままオンチップ引張試験に適用することはできない。

本研究においては、チップ上で引張試験を行うためにとくに製作した測定系を用いて、試験片の機械的特性の評価を実施した。

測定系の概略図を図 3-11 に示す。試験チップはナイフエッジが取り付けられた真空ステージの上に置かれ、ステージ側を減圧して吸着させることにより、固定した。試験片の xy 方向は、

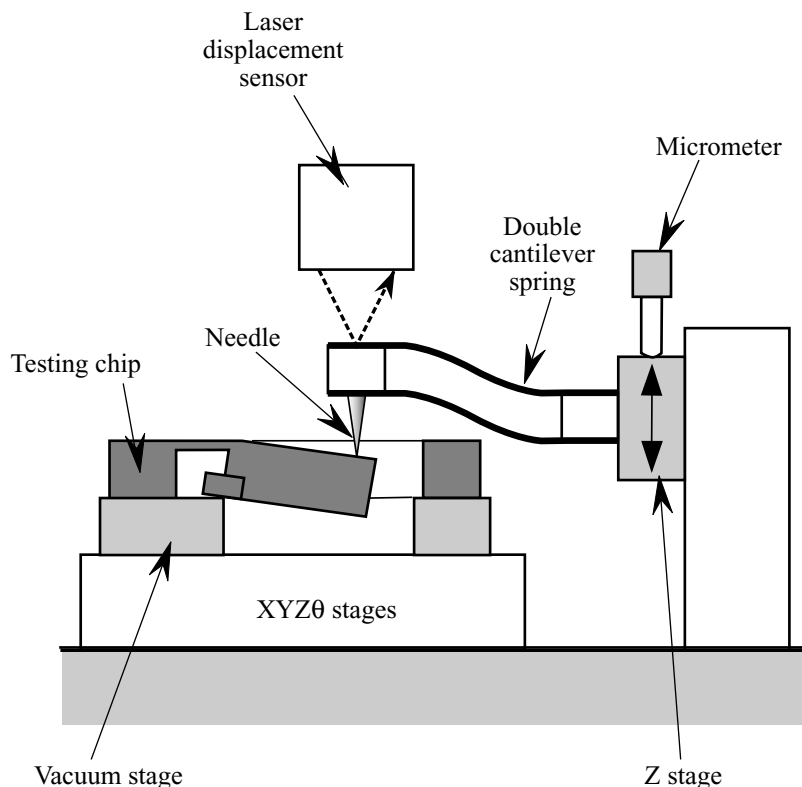


図 3-11 オンチップ引張試験で用いる測定系

顕微鏡下で XYZ θ ステージを用いて位置合わせが行われる。

荷重負荷には平行板ばねを用い、一端を Z ステージに固定し、このステージを押し下げることにより、板ばねの残りの一端である自由端に取り付けられた針によってロードレバーの先端に荷重を加える。このときの固定端の変位をマイクロメータ、自由端の変位をレーザ変位計で読み取り、求めた平行板ばね全体の変形量と、あらかじめ校正された平行板ばねのばね定数から、加えた荷重を算出できる。

また、平行板ばねの自由端のヘッドの上面は平行移動するため、板ばね自由端の垂直変位がそのままチップの荷重点の変位となる。したがって、非接触で荷重点の変位を検出することができる。

この測定系の利点は、安価であり、試験材料に応じた試験機への転用が可能であること、平行板ばねを用いることにより、試験チップへの垂直負荷を可能にしていること、である。

3.4.2 動的試験システムの導入

オンチップ引張試験において、動的に荷重を加えるために MTS 社製 Tytron™250 微小荷重用試験機を導入した。本試験装置では準静的、または動的に微小荷重を加えることができる。装置の概略図を図 3-12 に示す。本装置は、試験機、制御装置、パワーアンプ、コンピュータで構成されている。試験機本体内のアクチュエータはエアベアリングで支持され、リニア DC サーボモータを用いた閉ループ制御によって、水平方向に高精度な動作が得られる。アクチュエータの変位はリニアモータからのフィードバック信号から検出する一方、荷重の検出はロードセルによって行う。しかし、変位を高精度に検出するため、ひずみゲージ式の高分解能変位計（分解能：0.1 μm ）をアクチュエータに取り付け、コントロールユニットに組み込んだ。変位計、ロードセルを含めた本試験装置の仕様を表 3-2 に示す。

パーソナルコンピュータ上で、アクチュエータの制御を行うとともに、変位や荷重の情報をリアルタイムで表示し、データの処理を行う。入力信号は直線的な負荷の他、三角波・矩形波・正弦波のような形状から選択でき、これらによる繰返し負荷が可能である。本研究では、変位を制御する試験方式を採用した。これは、荷重制御よりも試験デバイスに対して、相対的により高精

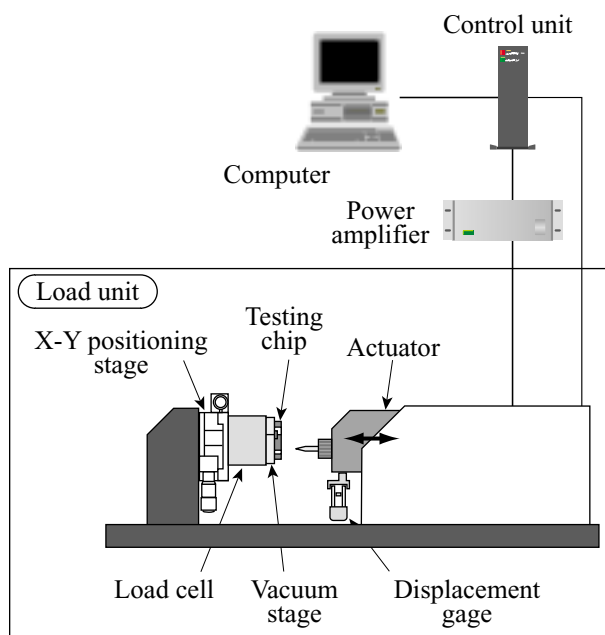


図 3-12 測定装置の概略図

表 3-2 Tytron™ 250 試験装置の仕様

Actuator	type	linear DC servo
	speed	max. 0.5 m/s min. 1 $\mu\text{m/h}$
	frequency	max. 50 Hz
Dispalacement (high-resolution displacement gage)	range	± 50 mm
	range	± 2 mm
	resolution	0.1 μm
Load	range	± 1 N
	resolution	0.1 mN

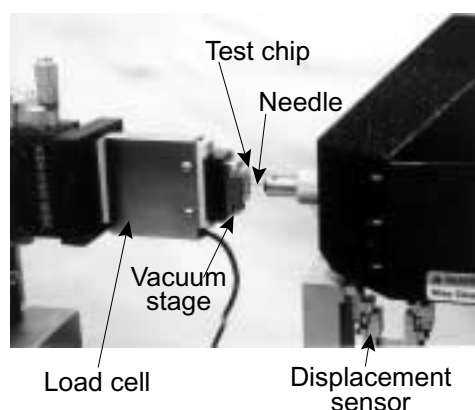
度な駆動を実現できるためである。変位制御で測定を行うため、試験片の破断は荷重の変化で検知できる。したがって、荷重の変化に対してトリガを設定し、試験片の破断を検出した。

測定システム全体の写真を図 3-13 (a) に示す。この試験システムでは、(1) 試験チップをステージ上に正確に固定すること、(2) ロードレバー上の定めた位置に荷重を加えること、が重要であ

る．試験の手順は以下の通りである．まず，試験チップと真空ステージの位置合わせを試験機外部の顕微鏡の下で行い，真空吸着によって試験チップをステージに固定する．チップを吸着したままの真空ステージを試験機上に移動し，ロードセルの端面に鉛直縦置きにして取り付け，試験チップがアクチュエータと正対するようにセットする．真空吸着は十分に強く，試験中にチップが移動することはない．一方，アクチュエータの先端に取り付けた負荷用のステンレス製の針の先端とチップとの位置合わせは，ロードセル側の XY ステージで行う．実験を開始すると，アクチュエータはゆっくりとチップ側へと移動し，アクチュエータ上の針がレバーに接触した時点から，測定を開始する．実験中の負荷部分の拡大写真を図 3-13 (b) に示した．中央に試験チップとレバーを押している針がある．高分解能変位計はアクチュエータの下に取り付けられており，また，ロードセルは写真左の XY ステージ端面に固定されている．



(a) 全体図



(b) チップ拡大図

図 3-13 測定系写真

3.5 まとめ

微小で取り扱いの困難な試験材料を評価するために、試験片と荷重負荷機構とが同一のシリコンチップ上に集積化された「オンチップ引張試験デバイス」を考案した。本方法により、マイクロマシンで用いられるようなミクロンサイズの薄膜材料について引張試験・疲労試験が実施できる。本試験法の主な特長は次の2点である。(1)試験片と荷重負荷機構(ロードレバー・トーションバー)とが一体化されているため、従来の薄膜引張試験法で問題となっていた試験片のハンドリングや固定などの作業を行う必要がない。(2)試験片の伸びが、この原理によって荷重点の変位に拡大して検出されるため、MEMS デバイスに用いられる脆性材料の評価に適している。

3.3 節では、単結晶シリコンの試験片を持つ試験デバイスを、SOI ウェハから作製する方法を述べた。試験デバイスは基本的に3段階のエッチング工程により作製される。3.4 節では、引張試験・疲労試験で用いる試験装置について述べた。

第4章 単結晶シリコンの引張試験

単結晶シリコンは MEMS デバイスを構成する最も基本的な構造材料となっている．その背景には次のような理由がある．

- (1) 半導体集積回路の素材として流通している純度の高い材料が容易に手に入ること
- (2) 半導体製造分野で蓄積された優れた微細加工技術を応用することができること
- (3) プリアセンブル，バッチプロセスによる大量生産で，コストを安くできること
- (4) センサやアクチュエータと同じチップ上に信号処理回路を形成して，よりインテリジェントなデバイスを実現できること
- (5) 機械構造を構成する材料として十分な強度をもつこと

本章では，作製した引張試験デバイスを用いて単結晶シリコンのヤング率および破断ひずみの評価を行い，得られた結果とバルク材の値とを比較，検討する．試験片の引張軸の結晶方位は， $\langle 100 \rangle$ ， $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ の3種類とする．次いで，バルク材である単結晶シリコンの梁を使って3点曲げ試験を行い，引張試験の結果との比較し，破壊強度が試験片の加工処理によって大きく劣化することを述べる．．

4.1 引張試験の実施

薄膜をマイクロマシンの構造材料として使用するとき、ヤング率はデバイスの機能を決めるのに必要な物性値であり、引張強度はデバイスの動作特性に影響する。したがって、薄膜のヤング率・引張強度をデバイスの設計段階であらかじめ把握しておく必要がある。本節では、単結晶シリコンのヤング率、および破断ひずみを明らかにした。

ここで薄膜の引張試験は、以下の2種類の寸法の試験片を持つチップに対して行った。

(1) チップ A

長さ：400 μm 幅：80 μm 厚さ：15 ~ 22 μm

(2) チップ B

長さ：50 μm 幅：50 μm 厚さ：5 μm

また、試験方位は $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ の3方位である。

4.1.1 荷重 - 変位特性

平行板ばねによる荷重 - 変位測定系を用いて測定した結果の一例を、図 4-1 に示す。ここでは $\langle 111 \rangle$ 方位のチップ A を測定した。測定開始後、荷重は試験片に加わる引張力とトーションバーに加わるねじり反力の成分で成り立つ。図 4-1 に示したように、破断後はトーションバーのねじり反力のみの成分となり、破断前後の荷重の差が引張力の成分を表している。

図 4-1 より、荷重と変位は試験荷重範囲内でほぼ直線となっており、本試験法により、試験デバイスに加わる荷重と変位が精度よく測定されていることが確認できる。また、試験片が破断するまでこのように荷重と変位の関係が直線であることから、単結晶シリコンが弾性変形し、破断に至ったことがわかる。

図 4-2 に、Tytron 250 測定系でチップ B に対して試験を行ったときの、荷重 - 変位特性を示す。チップ B は、第 5 章で述べる疲労試験における被測定デバイスである。このため、疲労試験に用いる測定系によって引張試験を行い、後にその結果を比較することにした。Tytron 250 測定系による試験では、デバイスに加える変位を制御した。平行板ばね測定系では荷重速度を制御

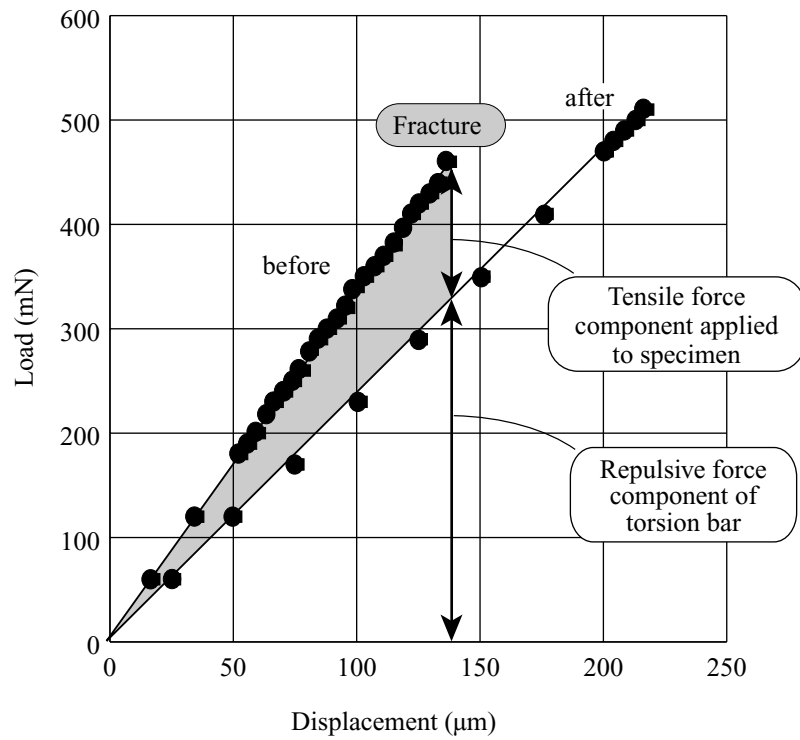


図 4-1 板ばね測定系で検出した荷重点における荷重と変位の関係

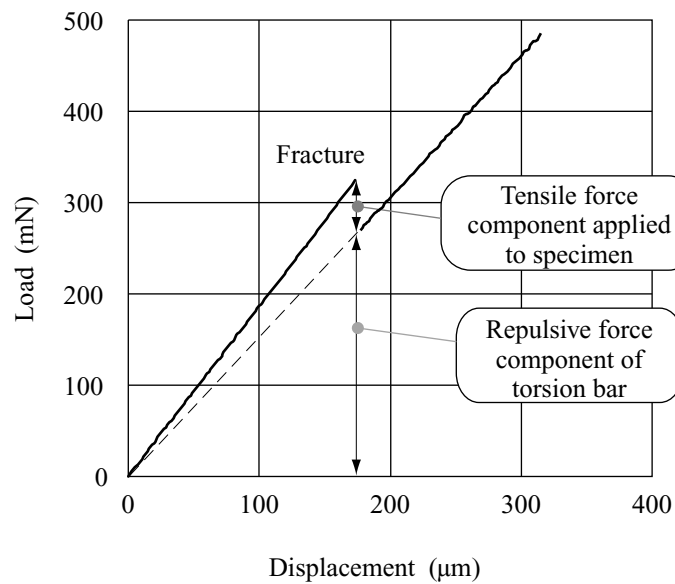


図 4-2 Tytron250 測定系で測定した荷重点における荷重と変位

することはできなかったが，Tytron 250 測定系では荷重速度を一定とし，試験片における伸びひずみ速度が 0.2 %/sec となるように制御した．図より，Tytron 250 測定系においても，荷重と変位が精度よく測定できたことがわかる．

4.1.2 試験片の伸びの解析

薄膜試験片の伸びは，てこの原理により荷重点の変位に比例拡大して検出される．3.2 節で示したように，試験片の伸びは

$$\frac{\lambda}{h_L} = \frac{\delta}{l_L} = \theta \quad (3-3)'$$

λ = 試験片の伸び， δ = 荷重点変位， θ = レバーの傾き角

h_L = レバー高さ， l_L = ロードレバーの長さ

で表される．

ここで図 4-3 に示すように，薄膜試験片の輪郭は平行直線部 (A-A')，その両端の応力集中緩和目的の円弧部 (A-B, A'-B')，および幅広の支持部 (B-C, B'-C') で構成されている．荷重点変位から計算される伸びの値は，この薄膜構造全体 (C-C') の伸びに相当する．3.2 節でも述べたように，試験片の伸び λ は，平行部分の伸び λ_s と円弧および支持部の伸びを足し合わせたものであり，

$$\lambda_s = n\lambda \quad (3-2)'$$

λ_s = 試験片平行部の伸び， n = 平行部に生じる伸び量の割合

の関係がある．

薄膜全体の伸びに占める平行直線部の伸びの割合 n は，有限要素解析を用いて求めた．解析ソフトウェアは SDRC 社の I-DEAS である．計算に用いたモデル形状を図 4-3 に示す．一端 (フレーム側：C) を固定し，他端 (レバー側：C') を軸方向に一様に変位させる境界条件のもと解析を行った．薄膜全体の伸びに占める平行直線部の伸びの割合を，表 4-1 に示す．値が一定でないのは，異方性エッチングによる加工の際，薄膜試験片の両端の長さがエッチング条件によって多少のばらつきが出てしまうためである．このため，1 ウェハに対して 1 サンプルを解析モデ

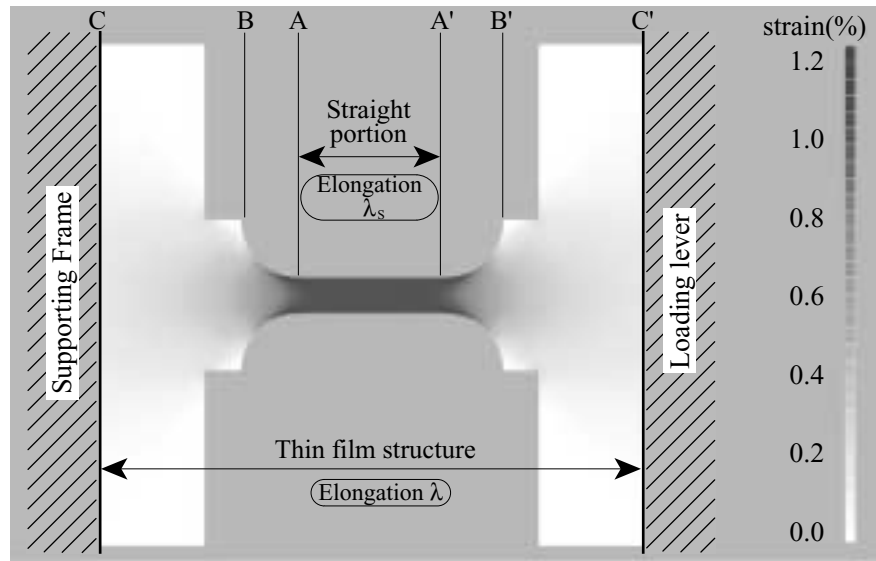


図 4-3 薄膜試験片内のひずみ分布

表 4-1 平行直線部の薄膜全体に対する伸びの割合

	Sample A	Sample B
Specimen length (straight portion)	400 μm	50 μm
Elongation ratio	0.49	0.27 ~ 0.30

ルとし，平行部の伸びの割合 n の解析を行わなければならない．

破断に至るまでの変形が，弾性的で線形の関係を示す本実験のような被試験材料では，試験片にゲージ長を示す標点を形成しなくても，このような方法でひずみを計算することができる．

4.1.3 試験片断面積の評価

今回用いた SOI ウェハは，基板に接合したウェハを研磨することにより作製されている．研磨装置の加工精度などの影響により，同一のウェハ面内でも SOI ウェハの活性層には数ミクロ

ンの厚さムラが生じている．そのため引張試験片の厚さはチップ毎に異なることが予想される．本研究では，引張試験を行って破断した後の試験片断面を走査型電子顕微鏡（SEM）により観察することで，正確な試験片厚さを測定した．SEM により撮影した試験片の断面写真の一例を図 4-4 に示す．

また，試験片の幅と長さに関しても，前述のように RIE そして異方性エッチングの特性によりチップ間でばらつきが生じている．そのため，引張試験前に光学顕微鏡で試験片を観察し，チップごとに幅と長さの測定を行った．

このようにして微小な試験片の寸法を測定し，得られる機械的性質に生じる誤差が最小となるように図っている．

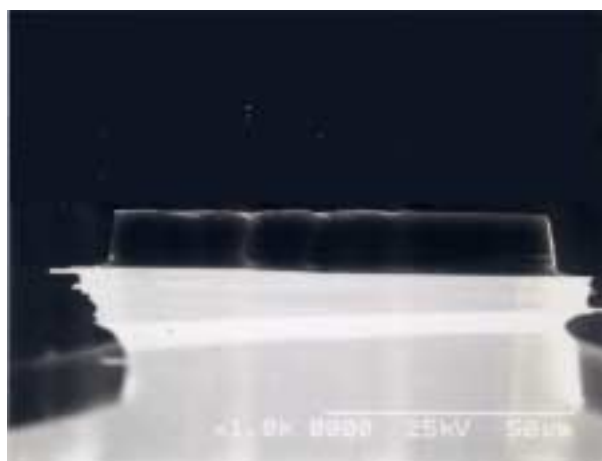


図 4-4 試験片破断面

4.1.4 結果と考察

本試験に用いたサンプル数と測定したヤング率を表 4-2 に示す．本結果は，異方性材料である単結晶シリコンの方位によるヤング率の違いを明確に示している．チップ A (sample A) より得られたヤング率は，バルク材の値とほぼ等しい値が得られた．一方，チップ B より求めたヤング率は， $\langle 111 \rangle$ 方位においてバルク材の 62 % 程度の値となった．ただし， $\langle 100 \rangle$ ， $\langle 110 \rangle$ 方位においてはチップ A と同じくバルク材に近い値が得られたので， $\langle 111 \rangle$ 方位の結果の誤差はチップの構造や測定装置より生じたものではないと考えられる．しかし，現段階では $\langle 111 \rangle$ のヤング率が低くなってしまった原因は不明である．また，標準偏差値をみると，チップ，方位に関わらず，比較的大きな値となった．すなわち測定したヤング率は，測定サンプルごとに比較的吧らついた値となっている．したがって，ヤング率を正確に求めるためには，測定数を増やすことが必須である．今回のサンプル数は 2～11 であるが，10～20 は必要であると考ええる．このようにばらつきがあり，バルク値よりもやや低い値を示しているが，オンチップ引張試験法により応力とひずみがほぼ正確に測定できることが確認された．

測定した破断ひずみを図 4-5 に示す．チップ A では，負荷の途中，試験片が破断する前にトーションバーがねじり反力に耐えられず壊れてしまうものがあった．図中，三角印で示したものは，トーションバーが壊れた時点での試験片のひずみ量である．チップ B はチップ A の結果を踏まえ，試験チップの試験片，トーションバー，レバーといった各構造部の寸法が最適化されたものである．このため，図のように 6 % 近いひずみまで測定することができた．チップ B の結果は，

表 4-2 単結晶シリコンのヤング率

	Sample A			Sample B			Reference [67] (GPa)
	number of test	Young's modulus (GPa)	Standard deviation (GPa)	number of test	Young's modulus (GPa)	Standard deviation (GPa)	
$\langle 100 \rangle$	6	120	19	4	122	14	130
$\langle 110 \rangle$	5	157	26	11	140	25	169
$\langle 111 \rangle$	5	180	9	2	111	3	186

<100> 方位で 2.4 - 5.8 % , <110> 方位で 2.5 - 5.5 % , <111> 方位で 5.3 - 6.0 % であり , どの方位も大きな変動量を持つ結果となった . 得られた破断ひずみの平均値を表 4-3 に示す . <100> 方位と <110> 方位のひずみのばらつきの範囲は似ているが , 図や表からわかるように , 破断強度は <100> の方が大きい . グラフから明らかなように , <100> の結果は 4 % 以上のものが多いのに対して , <110> 方位のひずみは 3 % 前後に集中している . このように強度のばらつきが大きい脆

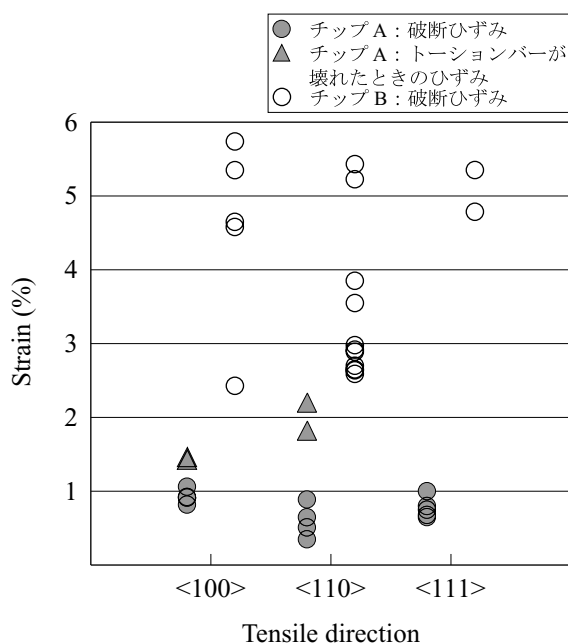


図 4-5 単結晶シリコンの破断ひずみ

表 4-3 単結晶シリコンの破断ひずみ

	number of test	Fracture strain (%)	Standard deviation (%)
<100>	4	4.25	1.26
<110>	11	3.40	1.03
<111>	2	5.67	0.42

性材料の結果を比較するには、ワイブル統計が適している。しかしながら、本試験ではサンプル数が一番多い<110>方位のものでも11と、統計のために必要な数（最低20）を大きく下回っている。今後、試験数を増やし、ワイブル統計を行い、単結晶シリコン薄膜の強度についてさらに明確にしていく必要がある。

<111>方位の破断ひずみをみると、ほかの2方位に比べて非常に高い値を示しているが、先に述べたようにヤング率が正確に測定できておらず、本試験での結果は信頼性に欠ける。しかしここではチップAの結果から、その傾向を推し量ることができる。すなわち、チップAでは<100>方位の破断ひずみは1.46%以上、また<110>方位の破断ひずみは2.20%以上に達するのに対して、<110>方位の破断ひずみは0.6~1.0%の範囲内に分布している。したがって、<110>方位の引張強度がもっとも弱いと考えられる。

チップAとチップBの結果を比較すると、明らかにチップBの試験片の方が破断ひずみは高いことがわかる。この理由は2つ考えられる。

(1) 引張応力に重畳される曲げ応力：

ロードレバーの回転運動による試験片の変位を3次元の有限要素法で解析したところ、チップAの試験片（厚さ：10 μm ）に対して $\pm 9\%$ の曲げ応力が引張力に対して加わっていた。チップBの試験片（厚さ5 μm ）に対する解析の結果、曲げ応力の成分は平均引張応力の1%以下であることがわかった[68]。したがって、チップBでは曲げ応力の影響は無視できると考える。一方、チップAでは引張力に加わる曲げ応力の成分は無視できない。この曲げ応力がもっとも加算された位置に、応力集中が起こると考えられる。したがって、より小さいひずみレベルでも、応力集中が生じた位置に置いて破断が起こったと推測する。

(2) 薄膜の強度に対する寸法効果：

薄膜の強度に対して、試験片の長さが影響することがいわれている。試験片の長さが短くなると、強度が高くなることが、多結晶シリコン薄膜に対して報告されている[6]。チップA、チップBの試験片長さはそれぞれ400 μm 、50 μm である。したがって、強度に対する寸法効果が単結晶シリコン薄膜にも当てはまるならば、試験片の長いチップAの強度は、チップBの強度よりも低くなる。

測定した引張試験片は，ほとんどが破断時の衝撃によって試験後にはデバイス上から消失した．試験片が破断する瞬間には，試験片は高い応力下にあると考えられる．図 4-6 に数少ない，破断後に残っていた試験片を示す．試験片は直線部で破断していることがわかる．先に計算した 3 次元有限要素解析の結果，試験片の円弧部における応力集中率はチップ A，チップ B でそれぞれ 1.14，1.11 であった．応力集中が 10 % 以上も生じているため，今回作製した試験片の円弧の半径は，応力集中を緩和する目的としては小さい．ただし，図 4-6 の例では応力集中を回避できたと考えられる．ただし十分ではないので，今後，試験片の形状を改良する必要がある．

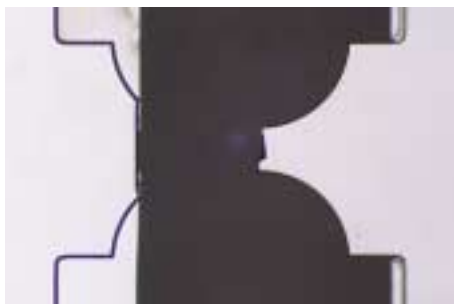


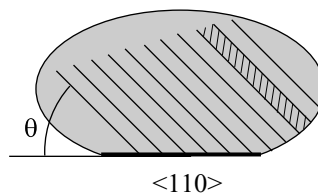
図 4-6 引張試験で破断後の試験片

4.2 3点曲げ試験との比較

3点曲げ試験法は、試験片や測定装置を比較的用意に準備することができる。また、微小たわみ域では、弾性解析により引張試験同様ヤング率や破断強度を求めることができる。本節では、シリコンウェハより切り出した単結晶シリコン試験片を用いて3点曲げ試験を行い、前節で得られた引張試験法の結果と比較して、試験片の加工処理の違いが機械的性質に及ぼす影響を検討した。

4.2.1 3点曲げ試験の実験方法

単結晶シリコン試験片は、引張試験同様 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ の3方位を用意した。 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 方位の試験片は (100) ウェハから、 $\langle 111 \rangle$ 方位の試験片は (110) ウェハからそれぞれ作製した。試験片の長手方向と試験方位が一致するように、ダイシング加工により試験片を切り出した(図4-7)。機械加工した面の加工変質層を除去するため、ダイシングした側面を表層から45~50 μm の深さまでプラズマエッチングにより取り除いている。また、表面・裏面は鏡面研磨されている。作製した試験片の寸法を表4-3に示す。



試験方位	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
ウェハ面方位	(100)	(100)	(110)
オリフラからの傾き角 θ	45	90	54.7

図4-7 単結晶シリコン3点曲げ試験片

測定を行うための試験機としては、オンチップ引張試験で用いた板ばね測定系（3.4.1 項）を改良し、特に試験片に十分な曲げ荷重を加えられるように板ばねを改善した。板ばねの先端には、荷重負荷用の半径 2 mm のロッドを取り付けた。試験片のたわみ量の測定には、引張試験同様レーザ変位計を用いた。

試験片を一对のナイフエッジによって支持し、支点の中央を円柱ロッドを用いて負荷した（図 4-8）。ナイフエッジの支店間距離は 30 mm である。図 4-9 に、 $\langle 110 \rangle$ 方位の単結晶シリコン試験片について 3 点曲げ試験を行ったときの、板ばね測定系によって測定した、荷重点における荷重 - 変位特性を示す。3 点曲げ試験においても、荷重と変位の関係は直線で表されており、弾性域内で変形し、破壊に至ったことがわかる。

表 4-4 3 点曲げ試験片の仕様

	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
width (mm)	2.8		2.7
thickness (mm)	0.40		0.38

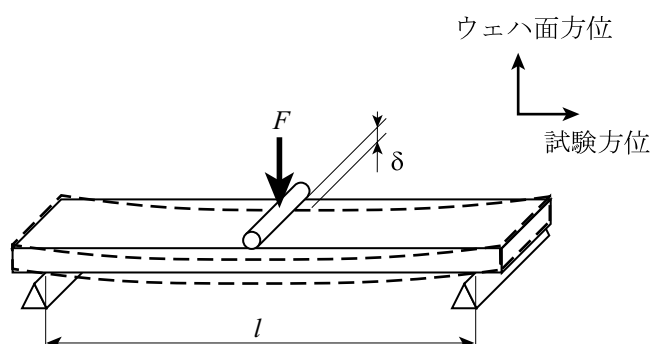


図 4-8 3 点曲げ試験方法

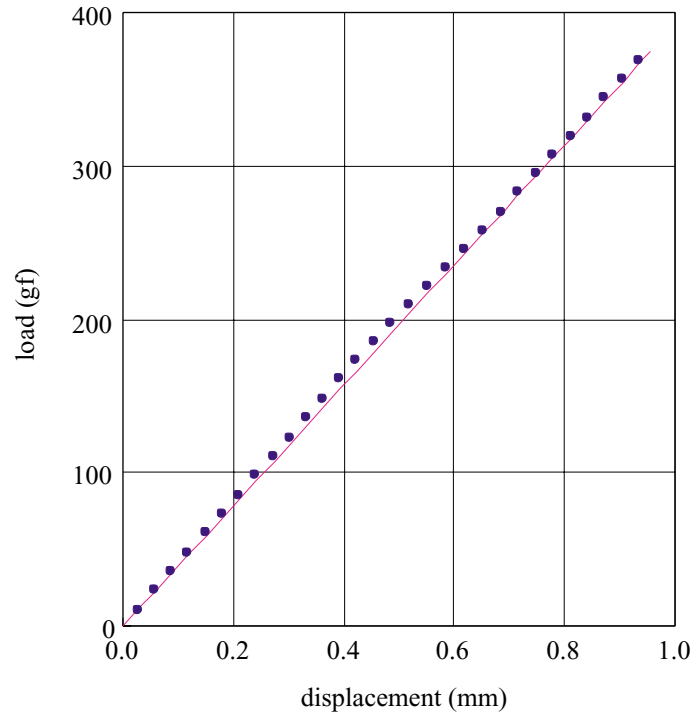


図 4-9 3 点曲げ試験結果

4.2.2 機械的性質の比較

試験片のそれぞれの荷重 - 変位の関係と，2.2.2 項で示した式より，ヤング率 E を求めることができる．

$$E = \frac{l^3}{48I} \frac{F}{\delta} \quad (2-1)'$$

l : 試験片長さ I : 断面二次モーメント

F : 加えた荷重 δ : 荷重のたわみ量

また，3 点曲げ試験における破断ひずみは以下の式で表される．

$$\varepsilon = \frac{6h}{l^2} \delta \quad (4-1)$$

オンチップ引張試験，3 点曲げ試験，さらに文献 [67] から引用したヤング率の値を 3 方位について比較し，図 4-10 に示す．ヤング率の平均値を棒グラフによって表記し，標準偏差を棒上

に示した．3点曲げ試験による単結晶シリコンのヤング率は，3方位とも Reference の値とほぼ一致しており，またそのばらつきはオンチップ引張試験の結果に比べて小さい．このように3点曲げ試験で，引張試験よりも正確な値が得られたのには，以下の2点が考えられる．

- (1) 試験片の寸法が大きいため，寸法の測定誤差が小さい．さらに試験片寸法に伴って加える荷重や変位も大きくなるためこれらの測定誤差も小さくなる．
- (2) ヤング率を求めるためのパラメータ数が少ない．例えばオンチップ引張試験では，荷重 - 変位の関係を得るために破断前後で2回の測定を行うのに対し，曲げ試験では1回でよい．また，オンチップ引張試験では試験片の寸法のほか，トーションバーやレバーの寸法が必要となる．

ただしオンチップ引張試験で測定した結果に関しても，前節で述べたようにやや低いながらも $\langle 111 \rangle$ 方位を除きバルク材に近い値が得られた．

引張試験と3点曲げ試験でそれぞれ測定した破断ひずみの結果の比較を図4-11に示す．引張試験の結果はチップBの全測定点を示し，曲げ試験では平均値および最大・最小値のみを示し

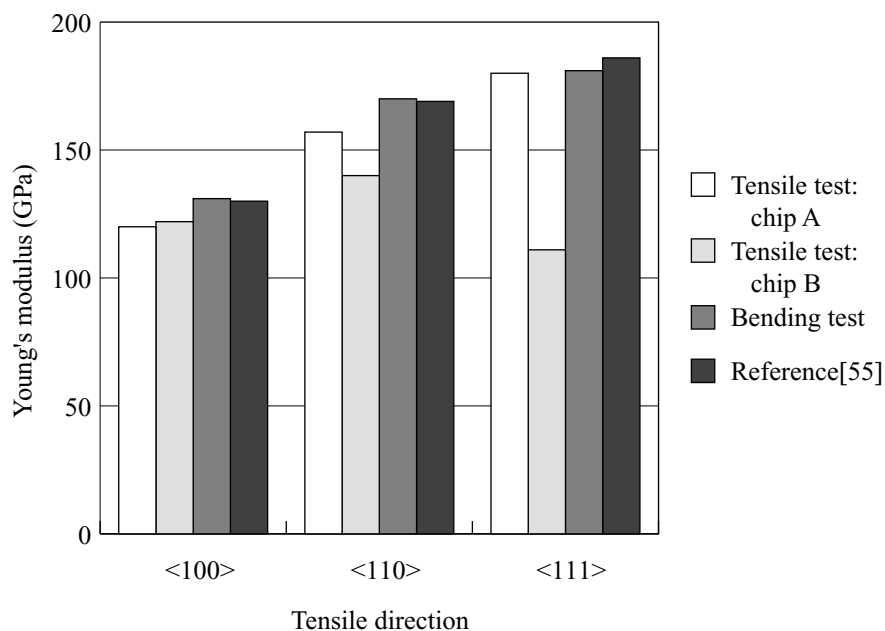


図 4-10 測定したヤング率の比較

た．曲げ試験における試験数は1方位あたり10～15と引張試験のサンプル数より多いにも関わらず，そのひずみのばらつきは引張試験に比べて小さく，すべての破断ひずみが1%以内に集中している．

3点曲げ試験の場合，長手方向には，試験片に生じる曲げモーメントが長さに対してリニアに変化し，支点において0，集中荷重を受ける点において最大となる．試験片厚さ方向には，断面に対して垂直方向に曲げ応力が生じており，厚さ方向の距離に対して比例する．曲げ応力は中立軸に対して上方では圧縮応力，下方では引張応力となる．したがって試験片表面では引張あるいは圧縮応力が最大となっている．本試験で用いるシリコン試験片は断面が中立軸に対して対称であるので，試験においては荷重点の下方の面に最大引張応力を受けている．(4-1)式は，最大引張応力を受ける，荷重点の試験片表面でのひずみ量を求める式である．このように，曲げ試験では，負荷を受けた試験片は試験片の長手方向および厚さ方向に応力分布を生じている．これに対し，引張試験では試験片内に均一な応力場を実現できる．したがって2つの試験法では試験片内部の応力状態が異なっており，破断時の応力あるいはひずみも異なってくる．一般に曲げ試験で得られる曲げ応力の方が，引張試験で得られる引張応力よりも多きことが知られている．

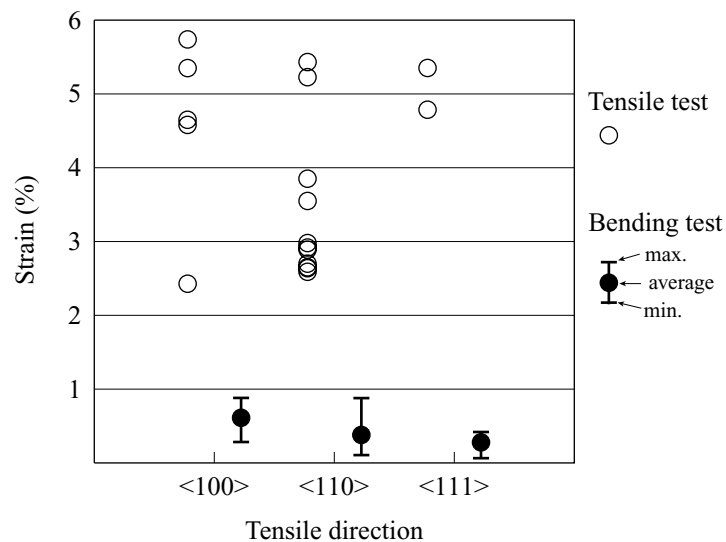


図 4-11 単結晶シリコンの破断ひずみの比較

しかし本試験では、引張試験での結果の方が曲げ試験のものより大きくなった。これは試験片の加工法によるものであると思われる。引張試験片、曲げ試験片ともに上下面は鏡面研磨加工されているので、上下面の差であるとは考えられない。したがって上下面より面積の小さい側面の影響が大きく現れている。引張試験片はエッチングによって加工するため、その側面は比較的滑らかなものとなる。一方、曲げ試験片はダイシングによる加工の後、プラズマエッチングによってダイシング加工によってできた加工変質層を取り除いている。ここで、側面のエッチング量を $50\text{ }\mu\text{m}$ と設定したが、エッチング量が十分でない場合、加工変質層が完全に取り除かれず残ってしまう。曲げ試験片の側面には、プラズマエッチング後も $15\text{ }\mu\text{m}$ 程度の凸凹があった。プラズマエッチングでこのような凸凹が生じることは考えられないので、試験片には加工変質層が残っており、今回の曲げ試験では、この加工変質層のために材料特性が劣化したものと思われる。

4.3 まとめ

単結晶シリコンの $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ 方位の試験片について引張試験を行い、それぞれヤング率および破断ひずみを求めた。得られたヤング率は、 $\langle 111 \rangle$ 方位を除き、バルク材に近い値が得られた。この結果より、本試験法により応力とひずみを十分な精度で測定できると考える。破断強度はどの方位も大きくばらついたが、 $\langle 100 \rangle$ 方位と $\langle 110 \rangle$ 方位の結果を比べると、 $\langle 100 \rangle$ の方が大きい。しかし、ばらつきの大きいデータを取り扱うには、ワイブル統計が適している。今後、試験数を増やし、ワイブル統計を行い、単結晶シリコン薄膜の強度についてさらに明確にしていく必要がある。

また、同じく3方位の単結晶シリコンのバルク材について3点曲げ試験を行った。試験片寸法が大きいと測定誤差が少なく、引張試験よりも正確にヤング率を求めることはできた。しかし、破断ひずみを比較すると3点曲げ試験によって得られた値は非常に小さく、試験片の加工処理による材料の劣化が明らかとなった。

第5章 単結晶シリコンの疲労試験

材料の機械的性質の中で、繰り返し応力によって生じる材料の破壊に対する評価は、デバイスの寿命の予測に際して欠くことができない。しかしながら、薄膜材の疲労に対する試験法も引張試験法と同様に確立されておらず、各研究者らによって開発・提案されている段階である。したがってデバイス製作者は薄膜材の寿命を自ら評価しなければならず[69]、デバイスの開発に際して余分な時間や労力を必要とする。薄膜材の疲労特性データも多くのデバイス製作者に要望されながらも、明らかになっていないのが現状である。今後薄膜を構造材料として積極的に用いるためには、疲労試験法の開発が重要な課題となる。

本来疲労現象とは、金属材料などに繰り返し応力（あるいはひずみ）が加えられたとき、著しい変形を伴わず破壊に至る現象である。通常一回の負荷では破壊に至らない応力でも、これを繰り返し負荷することで材料内に亀裂が生じ、これが成長して最後に破壊する。金属材料の場合、繰り返し応力が加わることによって転位が運動し、その結果として材料には加工硬化が起こって脆性破壊に至る過程を一般に疲労と呼んでいる。しかし単結晶シリコンのような脆性材料の場合、応力を負荷することによって転位が運動することは起こりえないので、多結晶も含め、シリコンには疲労はないといわれてきた。すなわち、シリコンには繰り返し応力負荷による機械的特性の劣化はあり得ないとされてきた。しかしながら近年、マイクロマシンに用いる単結晶シリコンが水蒸気雰囲気中あるいは水環境にさらされている場合、材料の劣化や破壊が生じる例がみられるようになってきた[9][11][69]–[70]。

本研究では、単結晶シリコンに繰り返しひずみを付加し、特に温度や湿度などの環境を制御していない一般の雰囲気中で、単結晶シリコンに疲労がみられるかどうかの確認を目的とする。オンチップ引張試験法の原理に基づき、薄膜材に超低速度で荷重を加えたり、あるいは繰り返し荷重を加えたりすることのできる、新しい試験システムを導入した。本章では実際に単結晶シリコン薄膜を対象として実施した引張モードによる疲労試験の結果を報告する。

5.1 試験方法

3.4.2 節で述べた動的な負荷を与えることのできる試験機 (MTS 社製 Tytron™250) を使って, チップに繰り返し荷重を加え疲労試験を行った. 対象材料は, 準静的引張試験と同様に単結晶シリコンの 3 方位 ($\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$) である. また試験デバイスは, 4 章で用いた 2 つのデバイスのうちチップ B のみを用いる. これは, チップ A では試験片に与えることのできるひずみが 2 % 以下と限られてしまい, 自ずと試験条件が限られてしまうためである. また, 引張試験で得られた破断ひずみと疲労試験で加えるひずみとの比較を行うためにも, 破断ひずみのデータを持つチップ B の方が望ましい. 以上の理由により, 疲労試験ではチップ B のみを用いて特性の評価を行う. ここに再度, チップ B の試験片の寸法を記す.

チップ B (試験片)

長さ: 50 μm 幅: 50 μm 長さ: 5 μm

疲労試験はアクチュエータの変位制御によって行った. 実験環境は, 特に温度や湿度などの試験環境を制御して以内一般的な空気雰囲気中である. 図 5-1 に, 疲労試験における試験チップ上の荷重点変位の挙動を示す. 試験開始後変位は一定速度で増加していき, 設定した最大変位に達したところで変位は増減を始めて繰り返し応力を試験片に加える. このときチップに加える変

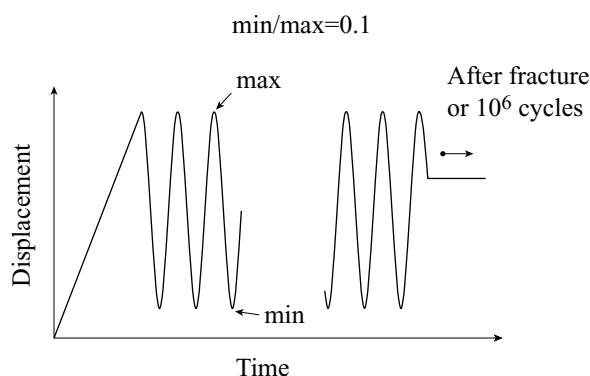


図 5-1 疲労試験における変位

位は、片振り正弦波に設定した。すなわち試験片には、正弦波状の引張 - 引張応力が加えられる。本試験は変位制御による試験であるため、試験片が破断したときに荷重はトーションバーのねじり反力のレベルまで減少する。荷重が急激に減少するのに対してトリガを設定し、正弦波変位の付加を終了してアクチュエータを停止させる。したがって、試験片の破壊は荷重の変化を観測することで検知できる。

正弦波の最大 / 最小値の比は 0.1、繰り返し周波数は 10 Hz とした。この周波数は、試験チップのトーションバーのねじれモードの固有振動数 (4.5 ~ 5.0 kHz) に比べて十分小さいため、試験チップの構造系がもつ動的な負荷効果は無視でき、試験機による負荷がすべて伝わっているものと考えられる。

5.2 疲労試験結果

5.2.1 実験結果

本試験において、単結晶シリコン薄膜は、繰り返し応力によって破断した。図 5-2 にアクチュエータの変位とロードセルから出力された荷重の例を示す。グラフの変位と荷重は、試験片が破断する前後の様子を表している。測定対象は単結晶シリコンの $\langle 110 \rangle$ 方位で、正弦波の最大ひずみが 3.6 % となるように設定し、繰り返し荷重を試験片に加えた。実験中、変位計で検出したアクチュエータの変位と、チップに加わる荷重のデータは 0.01 秒間隔で取り込んだ。

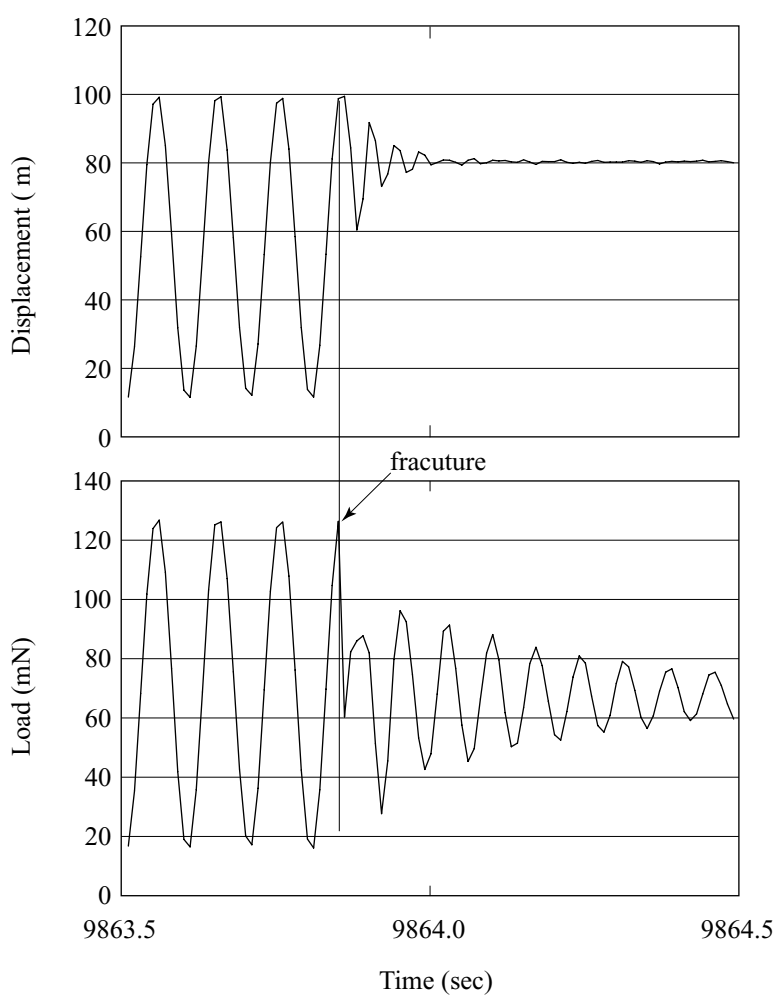


図 5-2 破断前後の測定した変位と荷重

変位・荷重ともに、試験片が破断する直前まで最大・最小値や振幅に変化はみられない。図 5-2 のように、チップに加える変位があるサイクル数での最大値に達したとき、それまで変化を生じなかった試験片が突然破断する。壊れたとき荷重の出力が落下し（図の矢印部分）、アクチュエータはトリガがかかって破断を検出したときの状態のまま停止するため、図の場合チップを 80 μm 押したまま一定となる。すなわち、装置が停止した状態では試験チップにはまだ荷重が加えられている。一方ロードセルより検出した荷重は、繰り返し応力の負荷が停止したにもかかわらず減衰振動のような波形を描いている。本来なら試験チップにはまだ一定荷重が加わっているのに、このときのねじり反力の成分に相当する荷重を検出しているはずである。したがって荷重も一定となるはずであるが、実際には 70 mN 付近を中心に波上に増減している。これは、本装置のロードセルがばねの伸縮によって荷重を検出する機構であることに起因する。すなわちロードセル内部のばね系（図 5-3）が、試験片破断による衝撃によって振動を起こしてしまう。これを荷重として出力しているためである。したがって、試験片破断後の荷重の波形は、試験デバイスに加える荷重を検出したものではなくロードセルの機構によるものであり、減衰波形が検出されている間も、デバイスに加わる荷重は一定であると考えられる。

荷重の変化を観察すると、試験片が破断した瞬間に荷重はトーションバーのねじり力成分にあたるレベルまで落下する。したがって、試験片の破断は一瞬 - すなわちこの実験では出力データを取り込む間隔である 0.01 秒の間に破断している。引張試験同様、疲労試験においてもき裂が

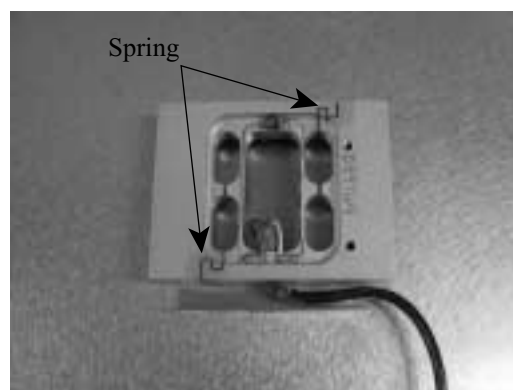


図 5-4 疲労試験後の破断試験片

試験片内に生じたと同時に進展し、破壊に至ったとみなすことができる。

試験片が破断する直前試験片には高い応力が加わっているために、破断の衝撃によって試験片はバラバラになってしまい、薄膜試験片は試験後にデバイス上にほとんど残らない。試験後にデバイス上に残っていた試験片の写真を図 5-4 に示す。試験片は図 5-2 に示したものと同じで、シリコンの $\langle 110 \rangle$ 方位であり、最大 3.6 % のひずみが加えられているものである。この試験片の場合、試験片の応力集中部で破断したことがわかる（図 5-4(a)）。破断面は引張軸に対して垂直に現れている（図 5-4(b)）。破断面はほぼ滑らかな平面であることがわかる。



(a) 試験片全体



(b) 試験片断面図

図 5-4 疲労試験後の破断試験片

単結晶シリコンの異なる3方位<100>、<110>、<111>について疲労試験を行った結果を表5-1に示す。表中、各方位の下段には、静的引張試験（第4章）で得られた破断ひずみの平均値を記した。疲労試験結果で示したひずみは、繰り返し正弦波における最大値（極値）を表す。表より得られた結果を以下にまとめる。

・どの方位でも、最も低いひずみレベル（表の各列最下段）では、 10^6 回繰り返しひずみを加えても試験片は壊れなかった。今回の実験では、ひずみが3.5 % 以下のときには、繰り返し応力による破断は起こらなかった。

・<100> 方位の場合、最も高いひずみ(3.9 %)を加えたとき、試験片は383 回で壊れた。一方<110> 方位の場合、7 サンプル中3 サンプルに繰り返し負荷による破壊が生じたにもかかわらず、加えたひずみが最も高いときには試験片は壊れなかった。これは、シリコン薄膜が繰り返し応力によって破壊を生じるが、高いひずみ量であっても繰り返し応力によって壊れないシリコン薄膜が存在することを意味する。

表 5-1 単結晶シリコンの疲労試験結果

	<100>	<110>	<111>			
Mean fracture strain (%)	4.25	3.40	5.07			
Fatigue test result	strain (%)	cycle	strain (%)	cycle	strain (%)	cycle
	3.9	3.8×10^2	3.7	$> 10^6$	4.0	5.1×10^1
		$> 10^6$		1.5×10^2	3.8	9.2×10^4
	3.4		9.8×10^4	3.4×10^3		
	3.2		4.7×10^4	3.2	$> 10^6$	
	3.1		3.5	$> 10^6$		
	2.9		3.0			
		2.9				

・引張試験で得られた結果と比較すると、 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ 方位と $\langle 110 \rangle$ 方位の結果の間に大きな違いがある。 $\langle 110 \rangle$ 方位の場合、疲労試験で加えた最大ひずみが引張試験で得られた平均破断ひずみより大きいとき、繰り返し負荷による破壊が起こった。すなわち破断ひずみより低いレベルでは、試験片は壊れていない。一方 $\langle 100 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ 方位の場合、平均破断ひずみの 75 % のレベルでも試験片は壊れた。

以上の表から得られた結果より、現段階ではシリコンの破断ひずみと疲労試験における動的なひずみ量に、明確な関係がみられないことがわかる。

5.2.2 シリコンの疲労に関する考察

本項では、シリコン薄膜材の疲労についての考察を述べる。しかし、前項で挙げたように疲労試験のデータについての絶対的なデータ数が少なく、また、そのひずみ量と疲労現象の関係については明確になっていない。このため、他の研究者による報告、あるいはセラミックスの疲労特性からの予測によって、シリコン薄膜材の疲労について述べたい。

破壊を亀裂の成長という観点からみたとき、繰り返し疲労とは、繰り返し応力によって材料に亀裂が発生し、成長して破壊に至る現象と見なすことができる。しかし本章の冒頭で述べたように、シリコンの場合には繰り返し負荷の効果が無いといわれている。すなわち、材料内の亀裂の長さが、繰り返し応力によって徐々に長くなるという過程が存在しない。したがってこれまで、繰り返し応力によるシリコンの破壊は、基本的に、静的な荷重を負荷し続けた疲労試験における亀裂の成長と、同じ機構によるものと考えられてきた。

シリコンの疲労において、その機構を応力腐食によるものであるとする考えが一般的である。単結晶シリコンに静的負荷を加えたときの、水蒸気雰囲気の効果については Brown らによって報告されている [70]。シリコンに静荷重を加え続ける中で、試験環境を乾燥した空気から湿度 75 % の環境に変更したところ、シリコンの特性が急激に劣化し、低速亀裂成長がみられた。Brown らは多結晶シリコンについて繰り返し応力による疲労試験も実施しており、その中で亀裂の成長

は水蒸気雰囲気の影響,すなわち応力腐食機構によるもので,繰り返し応力のみの影響によるものではないとしている [71]。また, Tsuchiya らはシリコンに繰り返し応力を加えた疲労試験を実施し,水蒸気雰囲気の影響を調べ,水蒸気圧が高いときに生存確率が低くなることをワイブル統計を用いて論じている [9]。一方で,駒井らは空中および水環境中で繰り返し応力を負荷して疲労試験を行い,さらに破断した試験片の破面を観察している [11][72]。その結果,水環境と繰り返し応力の相乗効果により,水環境中で破断した試験片表面には微小な亀裂が生じたことを発見した。このように,水蒸気(水)の影響が明らかになってきて,シリコンの疲労は,水分子がシリコンのダングリングボンドに結合して化学的な解離が生じ,これを基点に破壊に至っているのではないかと考えられるようになった。

しかし,実際に繰り返し応力と静的荷重とによる特性の違いについては報告されておらず,繰り返し応力の効果の有無については明らかになっていない。ここでシリコンと同じく脆性材料であるセラミックについて考える。セラミックもシリコンと同様,疲労試験の試験法が確立されておらずそのデータも多いとはいえない。その中で,セラミックも繰り返しの効果は認められず,その疲労は応力腐食によるものであるというのが一般的である。しかしながら,セラミックの中に繰り返し数が疲労寿命に影響する例も報告されている [72]。すなわち理論上では,一定の静的荷重による疲労寿命と,その荷重を繰り返し負荷の最大値としたときの疲労寿命では後者の方が長くなるはずであるが,繰り返し応力による疲労寿命の方が短い場合がある。しかしながら,シリコンにおいては上記のような試験を行ったのはまだ報告されていない。

本研究の結果からは,水分子の効果,繰り返し応力の効果,どちらに関しても考察する術はない。本研究は,一般的な研究室の環境中においてシリコンに疲労がみられるかを確認するにとどまった。ただし本試験は実験室環境で行われており,その湿度は 40~90 % 程度であると思われる。したがって,水蒸気雰囲気の影響をまったく無視することはできず,応力腐食による機構によってシリコン薄膜が破壊したことも考えられる。繰り返し効果による破壊については,無視することのできない要因の一つとして考えられ,またさらに応力腐食と繰り返しの相乗効果も考慮しなければならない。

マイクロマシン材料の疲労データについては、2.4 節で挙げたように数例報告され始めてはいるが、その数は絶対的に少ない。また、例えばシリコンにおいても上記のように疲労機構が解明されておらず、さらに他のシリコン化合物などの材料に至ってはまったく評価されていないのが実状である。一方でマイクロマシンは着実に発展を見せている。したがって、今後薄膜材料をマイクロマシンにおける構造材料として扱うためには、信頼性の高い疲労データの蓄積、および薄膜材料の疲労機構の解明が重要な課題となる。

5.3 まとめ

マイクロマシン材料の疲労について評価する目的で、新しい試験法を開発し、実際に疲労試験を行った。以下に本章の内容をまとめる。

- (1) オンチップ引張試験法を使って薄膜材料を引張疲労試験するための測定装置を導入し、正弦波荷重をチップに加えることにより、疲労試験を実施した。変位制御による疲労試験では、試験中の疲労破壊を荷重の変化によって観察できることを確認した。
- (2) 単結晶シリコン薄膜材に、繰り返し負荷による破壊がみられた。しかし、加えたひずみ量と疲労現象の関係については明確になっていない。
- (3) 単結晶シリコンの疲労について考察した。単結晶シリコンの疲労は応力腐食機構によるものと考えられるが、繰り返し応力の効果、また応力腐食と繰り返しの相乗効果については明らかでない。

以上のように単結晶シリコンの疲労について実験を行ったが、(2) (3) のように解明されていない事柄が多い。今後、さらに単結晶シリコンの引張疲労試験を行い、単結晶シリコンの疲労破壊のメカニズムの解明に取り組む必要がある。また試験材料も、シリコン酸化膜、窒化膜、多結晶シリコン薄膜へと拡張する予定である。

第 6 章 結論

マイクロマシンに用いられる薄膜材料を対象とした「オンチップ引張試験法」を提案した。本研究により以下の事項が明らかになった。

(1) オンチップ引張試験法

(a) 原理

第 3 章において、マイクロ材料を対象とした「オンチップ引張試験法」を提案した。本方法の特徴は以下の通りである。

- i. 薄膜試験片と荷重負荷機構とが集積化された「オンチップ引張試験デバイス」を用いて引張試験を行うため、従来の薄膜引張試験法で問題となっていた試験片のハンドリングや固定等の問題が発生しない。
- ii. 試験片の伸びが拡大して検出される機構を持つため、マイクロマシンに用いられる脆性材料の評価に適している。
- iii. 引張試験のみならず、繰り返し荷重を加えることにより疲労試験も実施できる。

(b) 引張試験デバイスの作製方法

引張試験デバイス構造を実現するマイクロマシニングプロセスを提案した。任意の結晶方位の活性層をもつ SOI ウェハから、1 段階のリアクティブイオンエッチング (RIE)、続いて 2 段階の結晶異方性エッチングを施すことで、 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ 、および $\langle 111 \rangle$ 方位の単結晶シリコン試験片を作製できた。SOI ウェハを用いることで、任意の方位の試験片を加工することが可能となった。また、RIE を用いることで、任意の結晶方位の試験片、および応力集中緩和目的の円弧形状を加工することが可能となった。作製した試験片の寸法は長さが $50\ \mu\text{m}$ 、幅が $50\ \mu\text{m}$ 、厚さが $5\ \mu\text{m}$ である。

(2) 薄膜の引張試験

単結晶シリコン $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, および $\langle 111 \rangle$ 試験片の引張試験を行い , それぞれの方位のヤング率および破断ひずみを評価した . ヤング率の平均値は , $\langle 100 \rangle$ 方位で 122 GPa , $\langle 110 \rangle$ 方位で 140 GPa , $\langle 111 \rangle$ 方位で 111 GPa であった . また , 本試験法により得られた破断ひずみは , $\langle 100 \rangle$ 方位で 2.4 - 5.8 % , $\langle 110 \rangle$ 方位で 2.5 - 5.5 % , $\langle 111 \rangle$ 方位で 5.3 - 6.0 % であり , 全ての方位において変動量が大きかった .

(3) 薄膜の疲労試験

単結晶シリコン $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, および $\langle 111 \rangle$ 試験片の引張試験を行った . これまで疲労破壊しないといわれていた単結晶シリコン薄膜が 繰返し負荷によって破壊に至ることが明らかになった . しかし , 加えたひずみと疲労寿命の関係は明確には得られなかった .

以上の結論から , 今後 , 本試験法により以下の検討を行う必要があると考える .

- (a) マイクロマシンにおいて一般的に用いられる材料には , 本研究で評価したシリコン単結晶 , シリコン酸化膜 , シリコン窒化膜のほか , シリコン多結晶 , 金属 (メッキ膜 , スパッタ膜等) , PZT などがある . これらの材料についても今後評価を行い , 材料データベースの拡充を図っていく必要がある .
- (b) 脆性材料の破壊は , 材料中に存在する欠陥を起点として発生する . 強度の値は試料に含まれる最大の欠陥に支配され , そのため試験片によってばらつきを示す . 通常 , この強度のばらつきは , ある応力値における材料の破壊確率により表現される . このような場合 , 試験数を 20 ~ 30 点以上とり , ワイブル分布関数による統計的な解析を行う必要がある . 本研究の現状は , 試験数が少ないため , 材料の破壊について論じるにはデータが不十分である . 今後 , 測定データを充実させて統計的解析を行い , マイクロ材料の破壊についてより有効な議論ができるよう研究を進めていく必要がある . また , それと併せて , 破断面の観察により破壊の起点や破壊原因を特定する作業も重要となってくる . マイクロメートルオーダーの寸法の試験片であれば , SEM を用いた観察により様々な情報が得られると考

える．

- (c) マイクロマシンが世の中に広く浸透していくにつれ，マイクロ材料の信頼性に関わる研究が重要となってくる．疲労強度などの材料特性が明らかにならなければ，マイクロマシンの実用化もあり得ないと言っても過言ではない．また，たとえば人間の体内や工場の細管内などで作業するようなマイクロマシンの場合，その使用環境が材料表面の腐食を促進することが考えられる．表面状態の変化の影響が顕著に現れるマイクロ材料の場合，その使用環境（雰囲気，温度，湿度など）が材料の強度に与える影響についても明らかにする必要がある．本研究においても，疲労強度や耐環境性の評価を進めていく必要があると考える．

謝辞

本論文の遂行に際し、終始ご親切なご指導を賜りました、名古屋大学大学院 工学研究科 マイクロシステム工学専攻 佐藤一雄 教授、同専攻 三矢保永 教授、機械工学専攻 田中啓介 教授、マイクロシステム工学専攻 松室昭仁 助教授に深く感謝し、ここに厚く御礼申し上げます。

試験デバイスの加工に際し、オムロン株式会社 中央研究所 感性情報センシング研究室の後藤博史 主事（現在、韓国サムスン社）、池田正哲 研究員、川畑達央 研究員、ならびに同 マイクロマシニングラボ 中島卓哉 研究員には、多くのご指導、ご協力をいただきました。ここに厚く御礼申し上げます。

本研究を遂行するに際し、マイクロ材料の機械的特性評価に関してのご助言、ご討論をいただきました 株式会社豊田中央研究所 研究員 土屋智由 氏に深く感謝し、ここに厚く御礼申し上げます。

本研究を遂行するに際し、終始適切かつ暖かなご指導、ご助言をいただきました名古屋大学大学院工学研究科マイクロシステム工学専攻 式田 光宏 助手に深く感謝し、ここに厚く御礼申し上げます。

本研究を遂行するに際し、実験装置の加工に関してご協力をいただきました 名古屋大学大学院工学研究科機械工学専攻 技術職員 千田進幸 氏に深く感謝し、ここに厚く御礼申し上げます。

本研究を遂行するに際し、本研究室 卒業生 吉岡テツヲ 氏（現在、株式会社デンソー）に、ご指導、ならびにチップの設計・作製のご協力をいただきました。また、同じく本研究室 卒業生 吉川裕二 氏（現在、NEC）、本研究室 学生 天野淳平 氏、ならびに笠井隆 氏に、多くのご協力をいただきました。ここに深く感謝します。

最後に、終始暖かな励ましをいただきました名古屋大学大学院 工学研究科 マイクロシステム工学専攻 微細加工システム講座の皆様に、感謝いたします。

参考文献

- [1] K. E. Petersen: Silicon as a mechanical material, Proc. of IEEE 70-5 (1982) 420-457.
- [2] S. Greek, F. Ericson, S. Johansson and J.-Å. Schweitz: In-situ tensile strength measurement of thick-film and thin-film micromachined structures, Tech. Digests of Transducers'95 (1995 Stockholm) 56-59.
- [3] S. J. Cunningham, W. Suwito and D. T. Read: Tensile testing of epitaxial silicon films, Tech. Digests of Transducers'95 (1995. 6 Stockholm) 96-99.
- [4] W. N. Sharpe Jr., B. Yuan, R. Vaidyanathan, and R. L. Edwards: Measurements of Young's modulus, Poisson's ratio, and tensile strength of polysilicon, Proc. of IEEE MEMS'97 (26-30 Jan. 1997, Nagoya), 424-429.
- [5] H. Ogawa, K. Suzuki, S. Kaneko, Y. Nakano, Y. Ishikawa, and T. Kitahara: Measurement of mechanical properties of microfabricated thin films, Proc. of IEEE MEMS'97 (26-30 Jan. 1997, Nagoya), 430-435.
- [6] T. Tsuchiya, O. Tabata, J. Sakata, and Y. Taga,: Specimen size effect on tensile strength of surface micromachined polycrystalline silicon thin films, Proc. of IEEE MEMS'97 (26-30 Jan. 1997, Nagoya), 529-534.
- [7] K. Sato, M. Shikida, M. Yamasaki, and T. Yoshioka: Micro tensile-test system fabricated on a single crystal silicon chip, Proc. of IEEE MEMS'96 (11-15 Jan. 1996, San Diego), 360-364
- [8] S. B. Brawn, W. Van Arsdell, and C. L. Muhlstein: Materials reliability in MEMS devices, Tech. Dig. of Transducers'97 (16-19 June 1997, Chicago) Vol. 1, 591-593.
- [9] T. Tsuchiya, A. Inoue, J. Sakata, M. Hashimoto, A. Yokoyama, and M. Sugimoto: Fatigue test of single crystal silicon resonator, Tech. Dig. of 16th Sensor Symp. (2-3 June 1998, Kawasaki) 277-280.
- [10] H. Kahn, N. Tayebi, R. Ballarini, R. L. Mullen, and A. H. Heuer: Fracture roughness of polysilicon

-
- MEMS devices, Sensors and Actuators A: Physical, 82,(2000) 274-279.
- [11] 駒井謙治郎, 箕島弘二, 井上茂道, 藤井秀敏: 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, 日本機械学会論文集 (A 編) 62-596 (1996) 88-94.
- [12] L. Eckertova 著, 井上泰宣ほか訳: 薄膜物性入門, 内田老鶴圃 (1994).
- [13] 五十嵐伊勢美: Ge の piezo 抵抗効果及びその歪計への応用 (1), 応用物理, 29-2 (1960) 73-78.
- [14] X. Ding, W. H. Ko and J. M. Mansour: Residual stress and mechanical properties of boron-doped p+-silicon films, Sensors and Actuators A21-A23 (1990) 866-871.
- [15] D. T. Read and J. W. Dally: Fatigue of microlithographically-patterned free-standing aluminum thin film under axial stresses, Trans. ASME, J. of Electronic Packaging, 117-1 (1995) 1-5.
- [16] K. Sato, Y. Yoshioka, T. Ando, M. Shikida, and T. Kawabata: Tensile-testing of silicon films having different crystallographic orientations carried out on a silicon chip, Sensors and Actuators A: Physical, 70/1-2 (1998), 148-152.
- [17] J. Koskinen, J. E. Steinwall, R. Soave, and H. H. Johnson: Microtensile testing of free-standing polysilicon fibers of various grain sizes, J. Micromech. Microeng., 3 (1993) 13-17.
- [18] A. Ilzhöfer, H. Schneider, and Ch. Tsakmakis: Tensile testing device for microstructured specimens, Microsystem Technologies (1997) 78-82.
- [19] T. Yi, L. Li, C.-J. Kim: Microscale material testing of single crystalline silicon process effects on surface morphology and tensile strength, Sensors and Actuators, A83 (2000) 172-178.
- [20] 小池淳一: 薄膜強度試験法, まてりあ, 35-10 (1996) 1126-1132.
- [21] F. R. Brotzen: Mechanical testing of thin films, International Material Reviews, 39-1 (1994) 24-45.
- [22] J.-Å. Schweitz: Mechanical characterization of thin films by micromechanical techniques, MRS bulletin (1992) 34-45.
- [23] 中野禅, 山中一司, 甲田壽男: 微小三点曲げ試験によるヤング率測定, 日本機械学会第70期全国大会講演論文集 Vol. B (1992), 519-521.
- [24] K. Teraoka, A. Ito, T. Tateishi, S. Tsutsumi: Mechanical properties of synthetic hydroxyapatite single

- crystals, Proc. of Int. Symp. on Enviromental Issues of Ceramics (1994. 10 Sapporo).
- [25] 駒井謙治郎, 箕島弘二, 俵秀男, 井上茂道, 砂子勝好: 微小材料機械的特性評価試験機の試作とシリコン単結晶微小素子の破壊特性評価, 日本機械学会論文集(A 編)60-569 (1994-1) 52-58.
- [26] S. Johansson, J.-Å. Schweitz, L. Tenerz, and J. Tirén: Fracture testing of silicon microelements in situ in a scanning electron microscope, J. Appl. Phys., 63-10 (1998) 4799-4803.
- [27] S. Johansson, F. Ericson, and J.-Å. Schweitz: Influence of surface coating on elastiscity, residual stresses, and fracture properties of silicon microelement, J. Appl. Phys., 65-1 (1989) 122-128.
- [28] G. L. Pearson, W. T. Read Jr., and W. L. Feldmann: Deformation and fracture of small silicon crystals, Acta metallurgica, 5 (1957) 181-191.
- [29] M. Sakane, M. Ohnami, K. Hashimoto, and T. Yoshida: Young's modulus of pure Cr thin film by three-points bending and free vibration methods, Advanced Technology in Experimental Mechanics'97 (Wakayama, 1997) 349-354.
- [30] B. S. Berry and W. G. : Internal stress and internal friction in thin layer microelectronic materials, J. Appl. Phys. 67 (8), (April 1990) 3661-3668.
- [31] K. E. Petersen and C. R. Guarnieri: Young's modulus measurements of thin filims using micromechanics, J. Appl. Phys. 50 (11), (November 1979) 6761-6766.
- [32] B. Hok and K. Gustafsson: Vibration analysis of micromechanical elements, Sensors and Actuators, 8 (1985) 235-243.
- [33] J. Lagowski, H. C. Gatos, and E. S. Sproles Jr.: Surface stress and the normal mode of vibration of thin crystals: GaAs, Appl. Phys. Lett. 26-9 (1975) 493-495.
- [34] 杉山進, 田畑修: マイクロメカニズムに用いる薄膜の機械的物性評価, 計測と制御, 28-6 (1989) 485-488.
- [35] 田畑修, 杉山進, 瀧川光治, 五十嵐伊勢美: イオン注入法による圧力センサ用窒化シリコン薄膜の機械的物性制御, 電気学会論文集 C, 110-C, No.4 (1990) 228-234.
- [36] E. I. Bromley, J. N. Randall, D. C. Flanders, and R. W. Mountain: A technique for the determination

-
- of stress in thin films, J. Vac. Sci. Technol. B1 (4), Oct.-Dec. 1983, 1364-1366.
- [37] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama, and I. Igarashi: Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membrane, Proc. of IEEE Micro Electro Mechanical Systems workshop (1989) 152-156.
- [38] O. Tabata and T. Tsuchiya: Poisson's ratio evaluation of LPCVD silicon nitride film, Trans. of IEE Japan, 116-E (1996) 34-35.
- [39] A. Catlin and W. P. Walker: Mechanical Properties of Thin Single-Crystal Gold Films, J. Appl. Phys., 31-12 (1960) 2135-2139.
- [40] R. J. Jaccodine and W. A. Schlegel: Measurement of Strains at Si-SiO₂ Interface, J. Appl. Phys., 37-6 (1966) 2429-2434.
- [41] E. L. Bromley, J. N. Randall, D. C. Flanders, and R. W. Mountain: A technique for the determination of stress in thin films, J. Vac. Sci. Technol., B1-4 (1983) 1364-1366.
- [42] D. M-Schneider, J. Maibach, and E. Obermeier: Computer-aided characterization of the elastic properties of thin films, J. Micromech. Microeng., 2 (1992) 173-175.
- [43] 林國郎, 辻本真司, 岡本泰則, 西川友三: 単結晶 Si の高温破壊じん性, 材料, 41-463 (1992) 488-494.
- [44] 林國郎, 辻本真司, 岡本泰則, 西川友三: 単結晶 Si の破壊じん性, 材料, 40-451 (1991) 405-410.
- [45] 榎本祐嗣, 三宅正二郎: 薄膜トライボロジー, 東京大学出版会 (1994).
- [46] H. Bangert, A. Wagendristel and H. Aschinger: Ultramicrohardness investigations of single crystals in a scanning electron microscope and X-ray topography of the deformation zone, Thin Solid Films, 89 (1982) 131.
- [47] W. C. Oliver: Progress in the development of a mechanical properties microprobe, MRS Bulletin, (Sept./Oct. 1986) 15-19.
- [48] Y. Tukamoto, H. Yamaguchi and M. Yanagisawa: Mechanical properties of thin films: Measurements of ultramicroindentation hardness, Young's modulus and internal stress, Thin Solid Films, 154

- (1987) 171-191.
- [49] S. I. Rokhlin and M. Rosen: An ultrasonic method for the evaluation of interface elastic properties, *Thin Solid Films*, 89 (1982) 143-148.
- [50] X. Ding, Wen H. Ko, Yinli Niu, Weihua He: A study on silicon-diaphragm buckling, *Tech. Dig. of IEEE Solid-State Sensor and Actuator Workshop* (Hilton Head Island, SC, USA, 1990) 128-131.
- [51] J. A. Thornton, J. Tabock, and D. W. Hoffman: Internal stresses in metallic films deposited by cylindrical magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 64 (1979) 111-119.
- [52] G. A. Rozgonyi and T. J. Ciesielka: X-ray determination of stresses in thin films and substrates by automatic bragg angle control, *The Review Of Scientific Instruments*, 44-8 (1973) 1053-1057.
- [53] B. N. Chapman: *J. Vac. Sci. Technol.*, 11 (1974) 106.
- [54] M. Murakami: Residual strains of Pb thin films deposited onto Si substrates, *Acta Metallurgica*, 26 (1978) 175-183.
- [55] S. C. H. Lin and I. Pugacz-Muraszkiewicz: Local stress measurement in thin thermal SiO₂ films on Si substrates, *J. Appl. Phys.*, 43-1 (January 1972) 120-125.
- [56] H. Guckel, T. Randazzo, and D. W. Burns: A simple technique for the determination of mechanical strain in thin films with applications to polysilicon, *J. Appl. Phys.*, 57-5, (1985) 1671-1675.
- [57] K. Najafi, and K. Suzuki: A novel technique and structure for the measurement of intrinsic stress and Young's modulus of thin films, *Proc. of IEEE Micro Electro Mechanical Systems workshop* (1989) 96-97.
- [58] K. Najafi and K. Suzuki: Measurement of fracture stress, Young's modulus, and intrinsic stress on heavily boron-doped silicon microstructures, *Thin Solid Films* 181 (1989) 251-258.
- [59] M. G. Allen, M. Mehregany, R. T. Howe, and S. D. Senturia: Microfabricated structures for the in situ measurement of residual stress, Young's modulus, and ultimate strain of thin films, *Appl. Phys. Lett.* 51-427 (July 1987) 241-243.
- [60] M. Mehregany, R. T. Howe, and S. D. Senturia: Novel microstructures for the in situ measurement of mechanical properties of thin films, *J. Appl. Phys.* 62 (9) (November 1987) 3579-3584.

-
- [61] R. T. Howe and R. S. Muller: Stress in polycrystalline and amorphous silicon thin films, *J. Appl. Phys.* 54 (8) (1983), 4674-4675.
- [62] C. A. Brookes, P. Green, P. H. Harrison and B. Moxley: Some observations on scratch and indentation hardness measurements, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 5 (1972) 1284-1293.
- [63] A. Kinbara, S. Baba and N. Matuda: Mechanical properties of metal and compound films, *Thin Solid Films* 141 (1986), 229-236
- [64] H. E. Hintermann: The solid films to combat friction, wear, and corrosion, *J. Vac. Sci. Technol. B2* (4) (Oct.-Dec. 1984) 816-822.
- [65] S. Baba, A. Kikuchi, and A. Kinbara: A microtribometer for measurement of friction and adhesion of coatings, *J. Vac. Sci. Technol. A4* (6), Nov/Dec 1986, 3015-3018.
- [66] A. Kikuchi, S. Baba, and A. Kinbara: Measurement of the adhesion of silver films to glass substrates, *Thin Solid Films*, 124 (1985) 343-349.
- [67] W. A. Brantley: Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices, *J. Appl. Phys.* 44 (1) (1973) 534-535.
- [68] 吉岡テツヲ, 安藤妙子, 式田光宏, 佐藤一雄: 薄膜材料のオンチップ引張試験法の提案と試験デバイスの製作, *日本機械学会論文集 (C 編)* 65-635 (1999) 373-378.
- [69] 後藤博史, 池田正哲, 坂田稔, 今仲行一: 小型 2 次元光走査機構の開発 (第 2 報, 低電圧, 大走査各化を目的とする 2 自由度板ばね振動子の高性能化), *日本機械学会論文集 (C 編)* 62-600 (1996) 262-269.
- [70] J. A. Connally and S. B. Brown: Slow crack growth in single-crystal-silicon, *Science*, 256 (1992) 1537-1539.
- [71] W. Van Arsdel and S. B. Brown: Subcritical crack growth in silicon MEMS, *Journal of microelectromechanical systems*, 8 (3) (1999) 319-322.
- [72] K. Komai, K. Minoshima, S. Inoue, H. Fujii: Evaluation of fracture and fatigue strength of single-crystal silicon microelements and influence of wafer, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, 62-596, (1996) 88-94.

- [73] R. H. Dauskardt, D. B. Marshall, and R. O. Ritchie: Cyclic fatigue-crack propagation in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia Ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 (4) (1990) 893-903.

付録

論文発表

- [1] K. Sato, T. Yoshioka, T. Ando, M. Shikida, and T. Kawabata: Tensile testing of silicon film having different crystallographic orientations carried out on a silicon chip, Sensors and Actuators A: Physical, vol. 70, no.1-2 (1998) 148-152.
- [2] 安藤妙子, 吉岡テツヲ, 式田光弘, 佐藤一雄, 川端達央: オンチップ引張試験によるシリコン薄膜の応力とひずみの測定, 電気学会論文誌 E , vol. 119, no.2 (1999) 67-72.
- [3] 吉岡テツヲ, 安藤妙子, 式田光弘, 佐藤一雄: 薄膜材料のオンチップ引張試験法の提案と試験デバイスの製作, 日本機械学会論文集 (C 編), vol. 65, no. 635 (1999) 2973-2978.
- [4] T. Yoshioka, T. Ando, M. Shikida, and K. Sato: Tensile testing of SiO_2 and Si_3N_4 films carried out on a silicon chip, Sensors and Actuators A: Physical, vol. 82, no. 1-3, (2000) 291-296.
- [5] 安藤妙子, 吉岡テツヲ, 式田光弘, 佐藤一雄: 薄膜材料を対象とするオンチップ引張疲労試験システムの開発, 精密工学会誌, vol. 66, no. 12 (2000) 1890-1894.
- [6] T. Ando, M. Shikida, and K. Sato: Tensile-mode fatigue testing of silicon films as structural materials for MEMS, Sensors and Actuators A:Physical (投稿中).

国際会議

- [1] K. Sato, T. Yoshioka, T. Ando, M. Shikida, and T. Kawabata: Micro tensile-test of silicon film having different crystallographic orientations, Tech. Dig. of The 9th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, (1997) 595-598.
- [2] T. Ando, K. Sato, M. Shikida, T. Yoshioka, Y. Yoshikawa and T. Kawabata: Orientation-dependent fracture strain in single-crystal silicon beams under uniaxial tensile conditions, Proc. of the 1997 International Symposium on Micromechatronics and Human Science, (1997) 55-60.

-
- [3] T. Ando, T. Yoshioka, M. Shikida, and K. Sato: Proc. of SPIE, Design, Test, and Microfabrication of MEMS and MOEMS, (1999) 977-983.
 - [4] T. Yoshioka, T. Ando, M. Shikida, and K. Sato: Tensile testing of SiO_2 and Si_3N_4 films carried out on a silicon chip, Tech. Dig. of The 10th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, (1999) 496-499.
 - [5] T. Ando, T. Yoshioka, M. Shikida, and K. Sato: Quasi-static and fatigue fracture strength of micro-sized silicon film measured by on-chip test method, Proc. Of 2000 ASME International mechanical engineering congress and exposition, MEMS, vol. 2, (2000) 1-6.

その他

- [1] 安藤妙子, 吉岡テツヲ, 佐藤一雄, 式田光弘: 薄膜の On-chip 引張試験法 - 荷重・ひずみ測定系の検討, 日本機械学会東海支部第 46 期総会講演会講演論文集, 973-1 (1997.3) 353-354.
- [2] 吉岡テツヲ, 安藤妙子, 佐藤一雄: シリコン単結晶薄膜のオンチップ引張試験, 日本機械学会第 74 期通常総会講演会講演論文集 I (1997.3) 576-577.
- [3] 安藤妙子, 吉岡テツヲ, 吉川裕二, 式田光弘, 佐藤一雄: マイクロ材料のオンチップ引張試験の研究 - 単結晶シリコンの機械的特性の方位依存性 -, 日本機械学会東海支部第 47 期総会講演会講演論文集, 983-1 (1998.3) 307-308.
- [4] 吉岡テツヲ, 安藤妙子, 式田光弘, 佐藤一雄: 薄膜材料のオンチップ引張試験デバイスの構造設計, 日本機械学会第 75 期通常総会講演会講演論文集 (1998.3) 65-66.
- [5] 吉岡テツヲ, 安藤妙子, 式田光弘, 佐藤一雄: シリコン基板上に形成した SiO_2 および Si_3N_4 薄膜のオンチップ引張試験, 日本機械学会東海支部第 48 期総会講演会講演論文集 (1999.3) 235-236.
- [6] 吉岡テツヲ, 安藤妙子, 式田光弘, 佐藤一雄: シリコン酸化膜・窒化膜のオンチップ引張試験による特性評価, 日本機械学会 1999 年度次大会講演論文集 (1999.7) 5-6.
- [7] 安藤妙子, 吉岡テツヲ, 森光拓矢, 式田光弘, 佐藤一雄: シリコン単結晶極薄ダイヤフラム

のバルジ試験による機械特性評価, 電気学会研究会マイクロマシン研究会 (1999.9) 1-4.

- [8] 安藤妙子, 吉岡テツヲ, 式田光弘, 佐藤一雄: Tensile-mode fatigue testing of single-crystal-silicon film, Tech. Dig. of the 17th Sensor Symposium 2000 (2000.5) 397-400.