

単結晶シリコンの加工と破壊強度

落合 雄二

Relationship between Abrasive Machining Process and Bending Fracture Strength of Silicon

Yuji OCHIAI

(平成22年11月26日受理)

The present paper discusses the change in the fracture strength of single crystal silicon that occurs when it is damaged by the abrasive machining process. Grinding and lapping results on damage to the material that is sixteen-times deeper than surface roughness. A scratch test using a single diamond point and short distance lapping revealed the following: $h_s \doteq 6P$, $\sigma_B \doteq 53.5 \times 10^3 / P^{1.3}$ (when $P > 0.39 \times 10^{-2} \text{N}$), $\sigma_B \doteq 3.1 \times 10^2 / P^{0.16}$ ($P \leq 0.39 \times 10^{-2} \text{N}$), where h_s is the depth of the scratch made for a single diamond point (μm); P is the scratch load (N); σ_B is the bending fracture strength (MPa). Silicon used for semiconductor pressure sensors must have a fracture strength of at least 450MPa. Therefore, surface roughness must be less than $0.03\mu\text{m}$, and the depth of the damaged layers must be less than $0.46\mu\text{m}$.

1. 緒言

単結晶シリコンはひずみがかかると電流が流れる piezo特性を有し、変換効率を示す piezo抵抗係数が大きい。この性質を利用して、微細な圧力の変化を計測する高感度かつ小型な圧力センサとして使用されている¹⁾。このように、ひずみを電圧の変化として採り出すためには、そのひずみ量に耐えうる材料強度を確保する必要がある。

単結晶シリコンは硬くて脆い性質を有するため、ウエハの製作工程ではダイヤモンド砥石による切断加工、研削加工をはじめ、各種材質の遊離砥粒によるラッピング加工など砥粒加工法が採用されている。これらの加工では砥粒径のバラツキ、目づまり、振動などによりシリコンの特異な結晶方位にチップングやクラックなどの加工変質層が生成されるので、メカノケミカルポリシング法など化学的加工を併用した最終仕上げにより加工変質層を低減している。これら加工変質層に関する研究成果については井田等により詳細に報告されている²⁾。しかし、シリコンの破壊強度について言及した報告は、G. L. Pearson等のシリコンホイスクーを用いた強度実験結果³⁾や、松岡等の基板から切り出す切断面の状態が全体の破壊強度に及ぼす影響についての報告⁴⁾

等に限られ、非常に少ない。

本報告は、加工による表面損傷が破壊強度に及ぼす影響を定量的に把握解明することを目的として次の模擬的実験を行い、その結果について述べる。

- 1) 遊離砥粒加工を模擬した短距離ラッピング実験を行い、遊離砥粒加工における作用砥粒数を調べ砥粒1個当りに作用する荷重を求める。またラップ痕深さを調べ、砥粒加工における損傷深さを推定する。
- 2) 単粒による引っかかり試験を行い、引っかかり荷重と溝深さの関係を調べる。またその場合の引っかかり面の強度を曲げ試験で評価する。

2. 実験装置および方法

2.1 試料形状および試料作成方法

試験片の形状を図1に示す。板厚 $150\mu\text{m}$ の鏡面加工したシリコンウエハ(110)面をホットメルト系ワックスで板ガラスに固着し、マルチワイヤソーで所定幅に切断(長さ方向はダイシングソー切断)し、その後に弗酸系エッチング液で約 $10\mu\text{m}$ エッチングした。

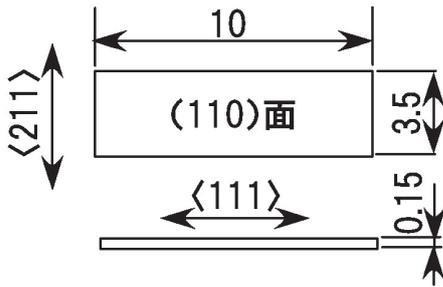


図1 試験片の形状

表1 短距離ラッピング加工条件

ラップ定盤	铸铁 (FC20)
砥粒	FO#800, FO#1,200, FO#3000
ラップ液	軽油
ラップ圧力	0.023~0.118MPa
ラップ速度	2.5×10^{-4} m/s
ラップ距離	5×10^{-3} m

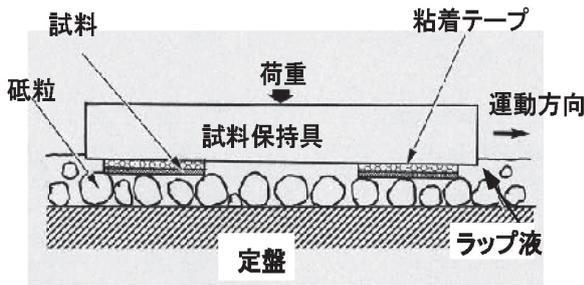


図2 短距離ラッピングの模式図

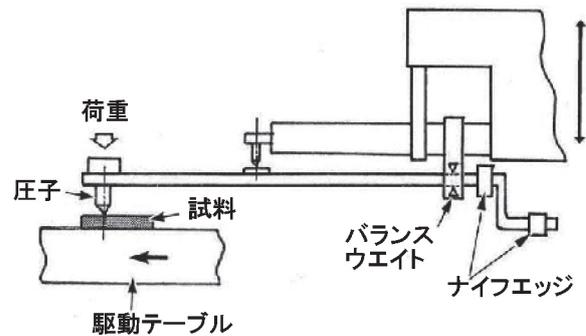


図3 単粒引っかき試験装置

2.2 短距離ラッピング方法

短距離ラッピング方法の模式図と実験条件を図2、表1に示す。平均粒径 $16\mu\text{m}$ (#800, 最大粒径 $36\mu\text{m}$)~平均粒径 $5\mu\text{m}$ (#3,000, 最大粒径 $14\mu\text{m}$)の砥粒を選定し、铸铁定盤上に軽油をラップ液としたラップ剤を供給して実験した。試料保持具を 2.5×10^{-4} m/s (15mm/min)の速度で約5mm移動させて、試料面に形成された痕跡数と痕跡状態を金属顕微鏡で観察し、表面粗さと溝形状は段差測定機タリステップI型(ランクテラーホブソン製)で測定した。

2.3 単粒による引っかき試験方法

単粒による引っかき試験装置の簡略図を図3に示す。表面粗さ計の触針機構部に天秤式負荷機構を設置した装置で、引っかき圧子には先端角 138° のダイヤモンドを用い、引っかき速度は 2.5×10^{-4} m/sと一定として実験した。引っかき方向は、図1に示す試料の $\langle 211 \rangle$ あるいは $\langle 111 \rangle$ 方向とし、引っかき箇所は各試験片とも中央部分1か所とした。

引っかき痕の観察は走査形電子顕微鏡、溝深さはタリステップにより測定した。

2.4 破壊強度試験

引っかき痕によるシリコンチップの破壊強度の変化は、図4に示す4点曲げ抗折試験法により調べた。

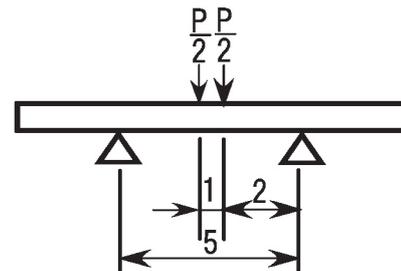


図4 4点曲げ抗折試験法

3 実験結果と検討

3.1 短距離ラッピング実験

砥粒加工における砥粒1個当りに作用する荷重を推定するために、短距離ラッピングを行った⁵⁾。その結果を図5~図9に示す。

図5に、加工表面のスクラッチ痕跡を捉えた金属顕微鏡写真を示す。スクラッチ痕のうち鮮明な像が確認出来る痕跡が、荷重を受けて有効に切削作用を行ったと考え、これらの痕跡数を計数して、ラッピングに参与する砥粒数を求めた。ラッピングに参与する砥粒が同一のラップ荷重を受け持つものと仮定して、スクラッチ痕跡数から作用砥粒数を求め、単粒にかかる平均荷重を計算した。その結果を図6及び図7に示す。図6より、単粒にかかる平均荷重は、ラップ圧力が増加するにつれて増加するが、その変化量は少ない。この現象はフェライトに関する荒川等⁶⁾の研究結果にも認められており、比較的硬

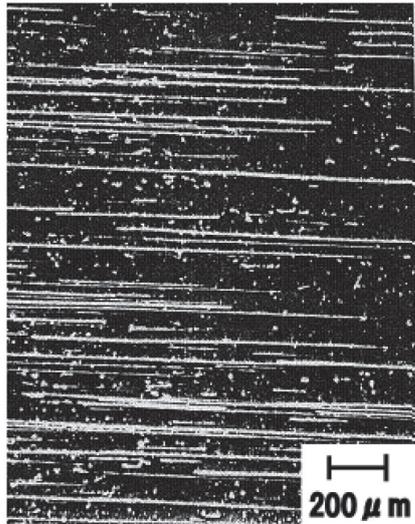


図5 短距離ラッピングにおける加工面のラップ痕の金属顕微鏡写真

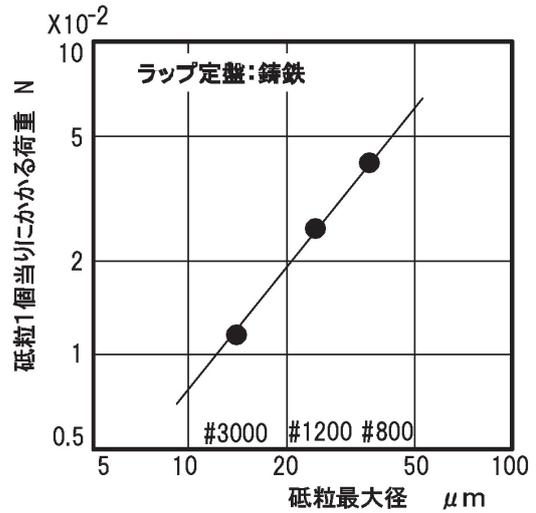


図7 短距離ラッピングにおける砥粒最大径と砥粒1個当りにかかる荷重

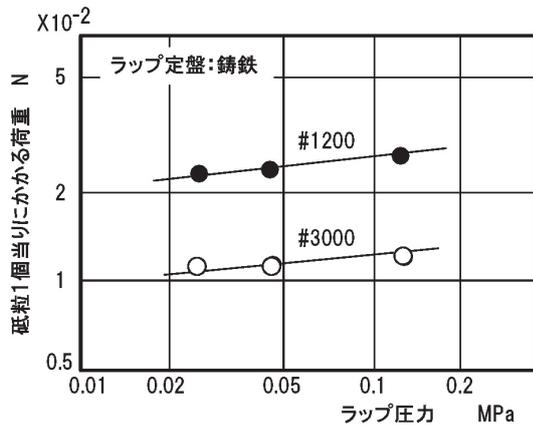


図6 短距離ラッピングにおけるラップ圧力と砥粒1個当りにかかる荷重

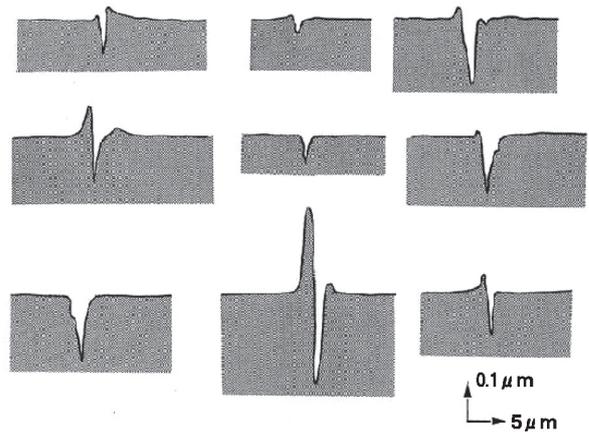


図8 短距離ラッピングにおけるラップ痕の断面形状(タリステップI型)

度が高い鋳鉄ラップにおいても砥粒がラップに埋め込まれ、砥粒先端が揃う整粒作用があり、作用砥粒数が増加していることを示しているものと考えられる。一方、図7に示すように、砥粒最大径の影響は大きく、砥粒1個当たりに加わる平均荷重は、最大粒径25μm(#1,200)の砥粒の場合が約 $2.4 \times 10^{-2} \text{N}$ (約2.5g)であり、最大粒径14μm(#3,000)の場合の約2倍になっている。これは、ラップ上の砥粒数が、粒径が大きくなるほど少なくなり、必然的に作用砥粒数が減少するためと考える。

図8は短距離ラッピングにおけるラップ痕跡を加工方向と直角にタリステップで測定した例を示す。ラップ痕の周辺は塑性流動して盛り上がりがあるもの、盛り上がりはあるが小さいものなどが混在している。後述の引っかかり試験では比較的盛り上がりが少ないので、盛り上がりは砥粒先端の形状に関係し

ているものと考えられる。また、ラップ痕深さのばらつきが大きく、砥粒#1,200の場合では最大深さが $0.75 \mu\text{m}$ であり、これは後述する引っかかり試験結果(図12)から推定すると $9 \sim 10 \times 10^{-2} \text{N}$ となり、図6で示した平均荷重の約4倍に相当する。

図9は、短距離ラッピングにおける砥粒最大径 $D(\mu\text{m})$ とラップ痕深さ $h_L(\mu\text{m})$ の関係を示す。砥粒最大径が増すほど砥粒1個当たりに加わる荷重が大きくなり、ラップ痕の深さは深くなる。

3.2 砥粒加工における加工変質層

ラッピング及び研削加工における加工面の表面粗さと加工変質層深さの関係を図10に示す。ここで、加工変質層深さはX線ラング法で測定した結果を示す。本実験での測定データは少ないが、加工変質層

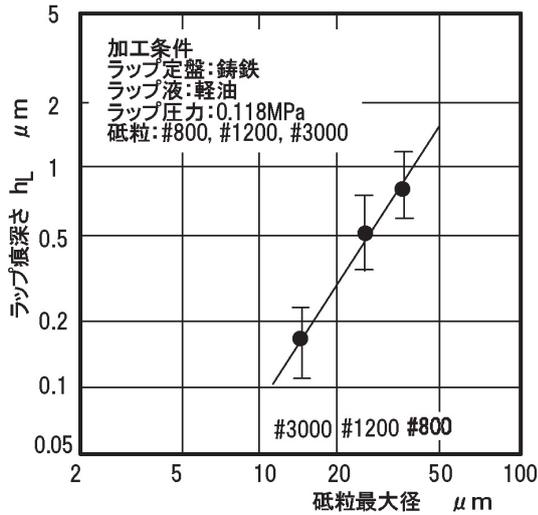


図9 短距離ラッピングにおける砥粒最大径とラップ痕深さ

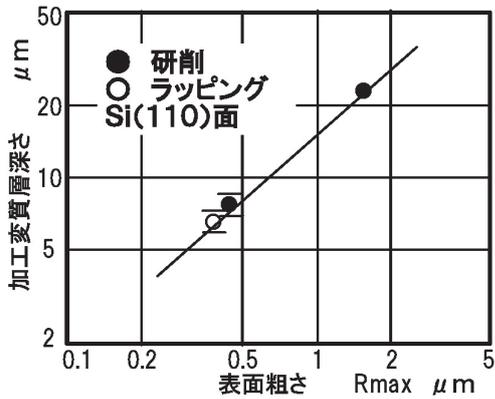


図10 表面粗さとX線ラング法による加工変質層深さとの関係

深さは表面粗さに比例するという報告⁷⁾があり、同図より加工変質層深さ $d(\mu\text{m})$ と表面粗さ $R_{\text{max}}(\mu\text{m})$ の関係を推定すると概略次式のようなになる。

$$d \approx 16R_{\text{max}} \quad (1)$$

3.3 単粒による引っかかり試験

砥粒加工による表面損傷が破壊強度に及ぼす影響を定量的に把握解明するため、単粒による引っかかり試験を行い、引っかかり荷重に対する溝形状、溝深さを調べた。

引っかかり試験による溝形状をタリステップで測定した例を図11に示す。ソーダガラスの場合には大きな盛り上がりを示しているがシリコンでは少ない。シリコンの短距離ラッピングでは盛り上がりのあるスクラッチ痕が多く存在するので、引っかかり圧

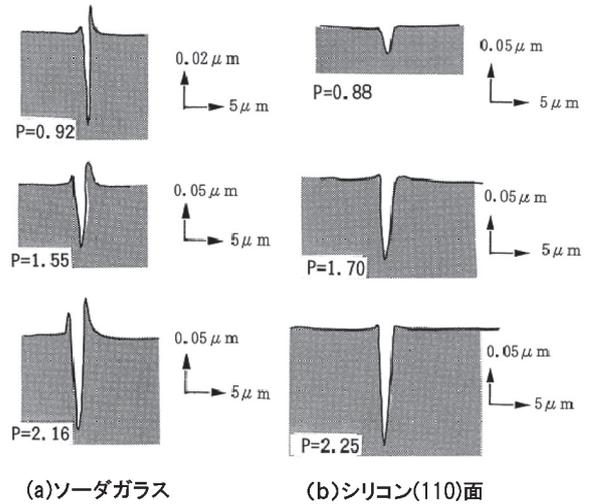


図11 単粒ダイヤモンドポイントによるスクラッチ痕の断面形状
(測定: タリステップ I 型 引っかかり荷重 P : X10-2 N)

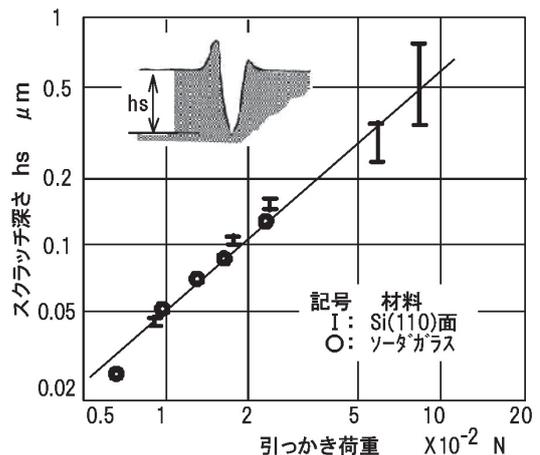


図12 単粒ダイヤモンドポイントによる引っかかり荷重とスクラッチ痕深さの関係

子および砥粒先端の形状が盛り上がり生成に関係しているものと考えられる。

図12は基準面からの盛り上がりは考慮しない場合の溝深さ $h_s(\mu\text{m})$ と引っかかり荷重 $P(\text{N})$ の関係を示す。シリコンとソーダガラスではあまり変わらず引っかかり荷重にほぼ比例している。シリコンの場合、引っかかり荷重 $4.9 \times 10^{-2} \text{N}$ (5g)以上では溝深さのバラツキが大きい。図13は引っかかり荷重 $4.9 \times 10^{-2} \text{N}$ (5g)以上の場合に見られる引っかかり痕表面のSEM写真の一例を示す。引っかかり痕の周辺には多数のクラック、チッピングが認められ、これらが溝深さバラツキの一因と考えられる。

溝深さ $h_s(\mu\text{m})$ と引っかかり荷重 $P(\text{N})$ との関係は、

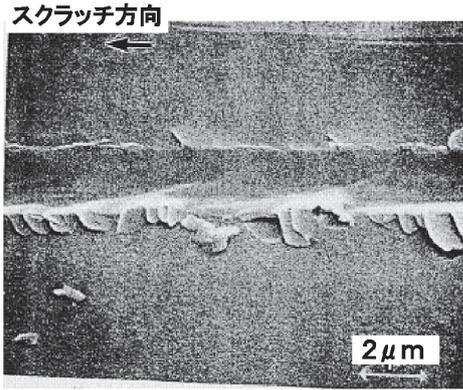


図13 単粒ダイヤモンドポイントによるスクラッチ痕のSEM像

図12より概略, 次式でほぼ近似できる (圧子先端角: 138度)。

$$h_s \doteq 6P \quad \text{————— (2)}$$

ここで, 通常の砥粒加工では盛り上がりはあるが, 常に加工面はこすられ, 盛り上がり部分は磨滅するため表面粗さに及ぼす影響は少ないと考え, h_s は通常の砥粒加工における表面粗さに近似できると考えると, $R_{max} \doteq 6P$ となる。

3.4 引っかき荷重と破壊強度

引っかき荷重と破壊強度の関係を図14に示す。〈211〉方向に引っかき痕を与えた場合, 引っかき荷重 $0.98 \times 10^{-3} \text{N}$ (0.1g) 以下では, 破壊強度の荷重による変化は少なく, $0.98 \times 10^{-3} \text{N}$ (0.1g) の場合では $1.03 \times 10^3 \text{MPa}$ (105kgf/mm^2) 以上の破壊強度がある。この値は, シリコンの理想強度と言われている $E/10$ [$= 18.7 \times 10^3 \text{MPa}$ ($1.91 \times 10^3 \text{kgf/mm}^2$)]⁸⁾ のおよそ18分の1である。G. L. Pearson等³⁾ がホイスカを用いた引張及び曲げ強度試験では理想強度の約10分の1であり, 今回の実験結果はその値に近い値である。このことより, $0.98 \times 10^{-3} \text{N}$ 程度の引っかき荷重では, 破壊強度への影響は少ないといえる。これに対して, $9.8 \times 10^{-3} \text{N}$ (1g) 以上の引っかき荷重では, 荷重にほぼ比例して破壊強度は急激に低下している。

同図より, 引っかき荷重 P (N) と破壊強度 σ_B (MPa) との関係は概略次式で近似できる。

$$\sigma_B \doteq 3.1 \times 10^2 \cdot P^{-0.16} \quad (P \leq 0.39 \times 10^{-2} \text{N}) \quad \text{————— (3)}$$

$$\sigma_B \doteq 53.5 \times 10^3 \cdot P^{-1.3} \quad (P > 0.39 \times 10^{-2} \text{N}) \quad \text{————— (4)}$$

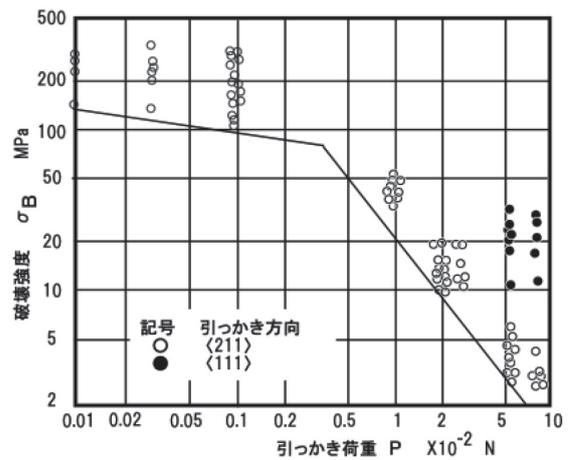


図14 シリコンにおける引っ掻き荷重と破壊強度

引っかき荷重 $0.39 \times 10^{-2} \text{N}$ (0.4g) 近傍で変曲点を示すのは, シリコンの弾性変形領域と塑性変形領域との違いによるものと推定される。引っかき荷重 $0.29 \times 10^{-2} \text{N}$ (0.3g) では, 引っかき痕跡は認められず, タリステップでも検知できなかったこと, また, タリステップで測定した後にライトエッチングすると測定痕跡が現れる現象があることなどを考えると (110) 面で引っかき荷重 $0.39 \times 10^{-2} \text{N}$ (0.4g) 以下では塑性変形をせず, 単に転位が増加する領域であるのに対して, 引っかき荷重 $0.39 \times 10^{-2} \text{N}$ (0.4g) を超えると引っかき痕跡を生ずる塑性変形領域となり, 弾性変形領域に比べて転位の拡がりが大きく, かつ引っかき痕が切欠き効果となるのではないかと考えられる。

また, 曲げ方向と直角の〈111〉方向に引っかき痕を形成した場合には〈211〉方向と比較し3倍以上の破壊強度を示している。引っかき痕が無方向になるように運動させて加工する遊離砥粒加工では, 破壊強度は上述した〈111〉と〈211〉の値の中間値を示すものと考えられる。

前述までの結果から, 砥粒加工における表面粗さ, 加工変質層及び破壊強度は, 加工に参与する砥粒に負荷される荷重に大きく影響を受けている。

半導体変位センサとして利用する場合には, センサの最大印加応力を 150MPa ($800 \mu\epsilon$)⁹⁾ とすると, 拡散プロセスを通らない本試験片の状態では, 安全率も考慮して破壊強度は, 3倍以上の 450MPa ($2,400 \mu\epsilon$ (46kgf/mm^2)) 以上が必要であろうと考えられる。その強度を得るためには, 表面粗さ $0.03 \mu\text{m} R_{max}$ 以内, 加工変質層 $0.46 \mu\text{m}$ 以下の表面性状が必要であることがこれらの結果から推定される。

以上述べたように、単粒による短距離ラッピング、引っかき試験等の基礎検討を行うことにより、シリコン半導体の製作工程とくに砥粒加工工程における単粒に作用する荷重と加工変質層の関係、加工変質層と破壊強度との関係を推定できた。

4. 結言

遊離砥粒加工を模擬した短距離ラッピング実験や単粒による引っかき試験を行い、引っかき試験片の破壊強度を調べた。本実験の範囲内において、次の結論を得た。

- (1) ラッピングに関与する砥粒にかかる平均荷重は、砥粒径に比例して増加する。砥粒径#1200の場合、最大荷重は平均荷重の約4倍である。
- (2) ラッピングに関与する砥粒にかかる平均荷重は、ラップ圧力による変化が少なく、砥粒径#1200の場合には約 $2.4 \times 10^{-2} \text{N}$ (2.5g)である。
- (3) 砥粒加工を施した単結晶シリコン(110)面のX線ラング測定法による加工変質層深さは、表面粗さ R_{max} の約16倍である。
- (4) 引っかき傷の溝深さ(μm)は引っかき荷重(N)の約6倍に比例する。
- (5) 破壊強度と引っかき荷重との関係式は、式(3)、(4)で近似できる。引っかき荷重が $0.39 \times 10^{-2} \text{N}$ (0.4g)を超える領域では破壊強度が引っかき荷重に反比例する。

参考文献

- 1) M. Nishihara, K. Yamada, Y. Matsuoka; Recent Semiconductor Presser Sensors, Hitachi Review 30, 6, 285 (1981).
- 2) 井田一郎他：結晶材料の加工変質層に関するシンポジウム，理化学研究所，(1970) pp1-70.
- 3) G. L. Pearson, W. T. Read, and L. Feldmann; Deformation and Fracture of Small Silicon Crystals, Acta Met., 5, 181 (1957).
- 4) 松岡祥隆，高橋幸夫，嶋岡 誠，保川彰夫：半導体圧力センサのシリコン材料強度に関する検討，SICE'92, July 22-24, Kumamoto, 501 (1992).
- 5) 松永正久：ラッピング，誠文堂新光社(1963) 90
- 6) 荒川紀義，落合雄二，川船和義他：単結晶フェライトの加工変質層について，昭和48年度精機学会春季大会学術講演前刷 No.243, 181 (1973).
- 7) N. N. Kachalov et al: (抄訳) 機械と工具 4, 10 (1960)
- 8) 例えば，向坊 隆：材料の構造と性質(基礎工学講座13)，岩波書店(1968) 50.
- 9) 藍 光郎 他：拡散型半導体ストレインゲージを用いた変位センサ，計測自動制御学会論文集, 17, 9, 914 (1981).