シリコンウェハーの３次元曲げ加工に関する基礎研究

東北大学　金属材料研究所

教授　米永一郎

（平成20年度一般研究開発助成 AF-2008027）

キーワード：曲げ加工、シリコン、転位機構

1. 研究の目的と背景

今日、半導体ウェハーのデバイス製造工程では現在主要な直径 12 インチにおいてもその超平坦性が最重要スペックであり、その湾曲等は厳に戒められる。実際、ウェハーはその後のデバイス化の熱処理工程において、椀状、鞍馬状等に湾曲すると廃棄される [1]。すなわち、半導体工業ではウェハー等の素材を塑性変形させないことが最大の常識であり、そのために塑性変形を担う個々の転位のミクロな運動の抑制を通じた強化技術の開発と熱処理条件の最適化に多大な勢力が注がれている [2]。その結果、半導体ではマクロな変形に関する研究は経済的、技術的要請がない状況のもとで途絶えた。金属材料などでは、塑性変形による材料加工は広範かつ優れた、そして欠くことのできない技術であるにもかかわらず、半導体産業では当然とされていた。ところが、最近シリコンウェハーを融点直下の限定された条件で加圧することで時計皿状に成形しＸ線集光部品として利用することが可能であると報告された [3]。したがって、従来の常識を打破し、半導体ウェハーの塑性変形特性を解明し、その知識を優れた機能性と耐食性を具備する、例えば任意な曲面・３次元形状の太陽電池やデバイス、さらに軽量な特性を有する加工素材としての利用が可能となれば、素材の高度有効利用を含め、産業界への貢献は多大であろう。また、その知識は広範な材料の塑性加工に関する基盤の拡大に貢献すると考えられる。

本研究は、シリコンウェハーを任意の形状へ大ひずみ塑性変形加工するための基礎知識として、融点近傍での塑性変形特性の定量化を行い、知識を確立することを目的として、以下の項目を課題として進めた。(1) 半導体の基幹材料であるシリコンについて、市販のウェハーを用いて、融点近傍までの高温で、マクロに進行する塑性変形する挙動を方位、変形速度等の諸条件の元で定量化し、(2) そのマクロな塑性変形を、これまでに確立されているに変形の素過程である転位のミクロ運動機構に基づいて解析して、(3) ウェハーの３次元形状塑性加工が基礎学術的にも、実験的にも可能であることを明確化する。

2. ウェハーの高温曲げ変形

シリコンは結晶構造が強い共有結合であるため、その変形は特定のすべり面、すべり方向に沿って優先的に進行し、強度と変形量に著しい違いが発現する。この特徴は逆に、シリコンが変形時のすべり面、方向の影響を定量的に解明する上で格好の材料であることを意味する。

まず、シリコンウェハーを高温で加工し、曲げ変形に伴う転位の導入と分布を調べた。図１は直径 40 mm の(111)、(100)、(110)面方位のシリコンウェハーを 1300°C で曲率半径 30 mm の上下組のダイに挟んで最大加重 200 N を 1 秒間負荷することによって作られた曲面形状の試料である。試料は加工後、転位エッチピットを観察するために酸による選択エッチングが施されている。ウェハーの曲げ変形における特徴として、変形によって導入される転位の分布が (111) ウェハーでは$[1\bar{1}0]$方向に配向した 6 回対称、(100) ウェハーでは同じく$[1\bar{1}0]$方向に配向した４回対称、(110) ウェハーでは２回対称となる。また、変形が進行しウェハーの曲げ曲率半径が 300 mm から 100 mm、40 mm へと小さくなると、中心部で発達する転位エッチピットが観察される領域が徐々に外周部に向かって広がっていく。ただ、曲率半径が 40 mm となると、転位の分布が外周部では 10^8 cm^{-2} 以上の高転位密度の領域と 10^4 cm^{-2} の低転位密度の領域が交互に並んだ著しい不均一となる。実際、図２で示すように、曲げ加工したウェハーの断面をエッチピット観察すると、ウェハー中央では、間

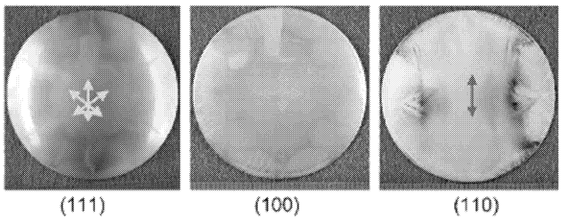

図 1. 種々の面方位の曲げ変形ウェハーでの転位エッチピットの分布.

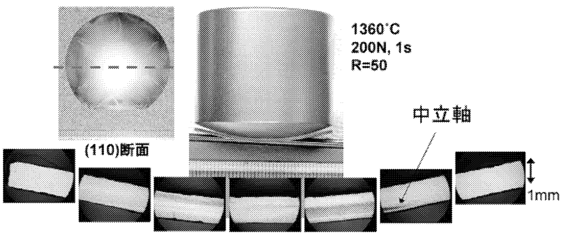

図 2. 曲げ加工したウェハー断面のエッチピット観察.

に中立軸を伴う圧縮と引張領域が発達する。一方、外周部では転位密度が非常に低いことが分かる。

この結果から、ウェハーの曲げ変形は転位の運動によって進展すること、加工変形開始後ウェハーの中央部ではダイの接触先端で高い応力が作用するため塑性変形が容易に進行するが、変形に伴い接触面積が増加するにつれて、作用する応力が低下し、そのため接触が遅れるウェハー外周部では塑性変形が進展せず、見かけ上弾性変形に留まる変形機構が明らかにされた。さらに、変形が進むにつれて、異なるすべり系に属する転位同士が強く相互反応し、ウェハー全体での転位数の分布が不均一となることが分かった。これらの結果を元に、初期転位密度が10^4 cm^{-2}のシリコンウェハーを融点直下で加工変形したが、その場合、広い均一な変形領域が得られるが確認された。また加工変形における転位分布の対称性から、(110) 面方位のウェハーが加工には適切であることが推察された。

3. 曲げ変形の転位機構

3.1. 応力-ひずみ挙動

結晶性材料の塑性変形挙動は、通常単一のすべり系が活動する引張、ないし圧縮変形様式が用いられる。ところが、前節で述べたように、ウェハーの3次元曲げ変形では多数のすべり系による変形が同時に進行し、かつそれらの系に属する転位間の相互作用が大きく寄与する、複雑な過程である。そのため、少しでも単純化しかつ要素現象として理解するために、シリコンウェハーから切り出した短冊状の試験片を用いて3点曲げ変形試験を行い、種々の曲げ軸方位の、また面方位の異なる試験片での、温度と変形速度、ウェハー面方位、軸方位をパラメータとした、その降伏強度の定量化を行った。ここで、曲げ変形ではその厚さ方向で圧縮（引張）から引張（圧縮）変形と変化するが、その外表面に作用する応力を決定することとなる。曲げ変形での結果を一軸変形によるこれまでの知識と比較検討した。

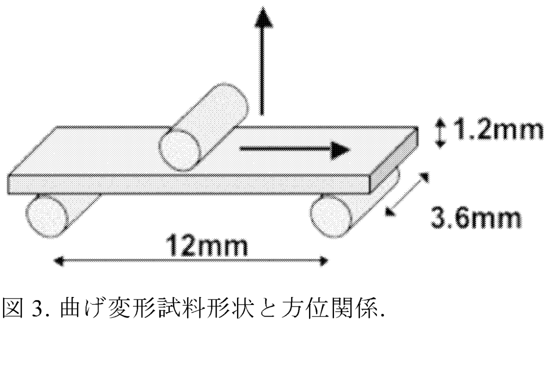

図 3. 曲げ変形試料形状と方位関係.

市販されている Czochralski（ＣＺ）法で育成された無転位の結晶から板状シリコン試料（大きさ： 3.6 × 1.2 × 12 mm^3）を切り出し、曲げ変形を行った。図3に試料の形状と面・軸方位関係を模式的に示す。

図 4 は 3 点曲げ変形したときの典型的な応力-ひずみ曲線について、その試料軸方位に対する依存性を示す。[$\bar{1}$10]と[1$\bar{2}$3]方位の試料は顕著な降伏点現象と高い上降伏応力を示す。これに対して、[010]方位の試料では上降伏点領域での応力の値は小さくなるが、変形が不安定で特異なこぶを伴い、また下降伏点以降のひずみ領域において著しい加工硬化が現れる。これらの特徴は活動すべり系の数やそれらすべり系に属する転位間の相互作用に著しく影響されると考えられる。図5は、(001)面方位の試料で、軸方位が[$\bar{1}$10]と[010]の場合について、変形に伴って発達するすべり線を観察したものである。[$\bar{1}$10]軸試料では平行なすべり線が見られるが、[010]軸試料ではすべり線が互いに交差し、異なるすべり系の転位が強く相互作用することを示唆する。ここで、CZ 法で育成されたシリコン結晶中には約 10^{18} cm^{-3} の濃度の不純物酸素が固溶するが、そのような酸素を含まない結晶（帯溶融 FZ 法で育成）から準備した試料においても、応力-ひずみ挙動は類似している。ただ、結晶中の初期転位密度が 10^4 cm^{-2} と高いと試料は低応力で容易に変形する。

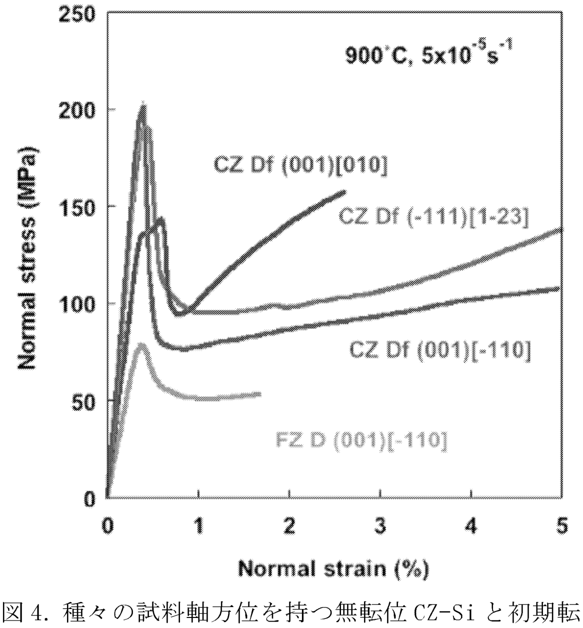

図 4. 種々の試料軸方位を持つ無転位 CZ-Si と初期転位密度が $10^4 cm^{-2}$ の FZ-Si の板状試料の応力-ひずみ挙動.

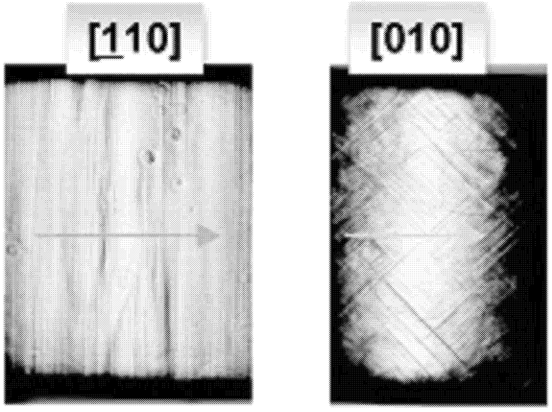

図 5. 曲げ変形した軸方位[$\underline{1}$10]と[010]の試料で観察されるすべり線.

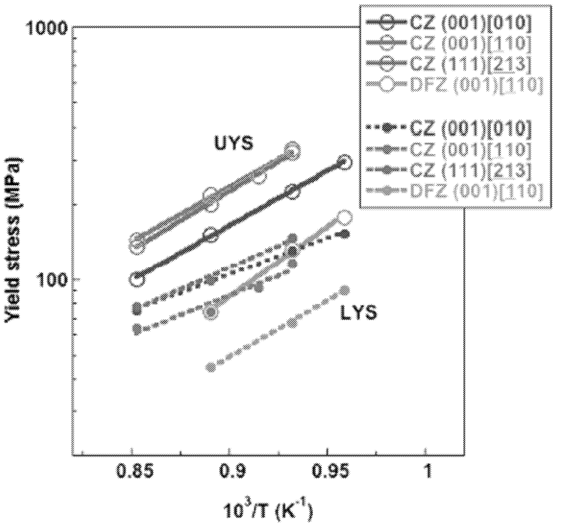

図 6. 各種の面方位・軸方位の試料の上、下降伏応力の温度に対する依存性.

3.2. 降伏強度の温度・変形速度依存性

各種の試料軸方位のシリコン曲げ試料について、上および下降伏点での応力値の温度と変形速度に対する依存性を調べた。図 6は各種の面方位・軸方位の試料の、一定の曲げ変形速度試験で得られた応力-ひずみ曲線から決定された上、下降伏応力について、それらの温度に対する依存性を比較したものである。各種試料の上、下降伏応力はそれらの対数値が温度の逆数に対して線形関係を有することが分かる。また、無転位結晶の上降伏強度は [1$\underline{1}$0] 軸方位の場合、[010] に較べて高い値となり、一方下降伏応力はその逆になる。これは変形において活動するすべり系の数が8個と多い [010] の方が、4個と少ない [1$\underline{1}$0] に較べて、それらのすべり系で活動する転位の増殖と運動が容易に進むこと、それに対して、変形が進行した下降伏点付近では、すべり系に属する転位の密度がより増加するため、それら転位同士による相互作用が大きく関与し、相互の運動を妨げる結果となることを意味する。有転位結晶では特に高温領域で容易に変形することが分かる。

図 7は試料の面方位 (001)、試料軸方位 [1$\underline{1}$0] の板状シリコンの上・下降伏強度の温度と変形速度に対する依存性を示す。降伏強度は変形速度に対してべき乗関係にある。それらの温度と変形速度に対する依存性は試料の面方位と軸方位によらず、共通して得られる。上および下降伏強度 σ の温度と変形速度に対する依存性は変形試

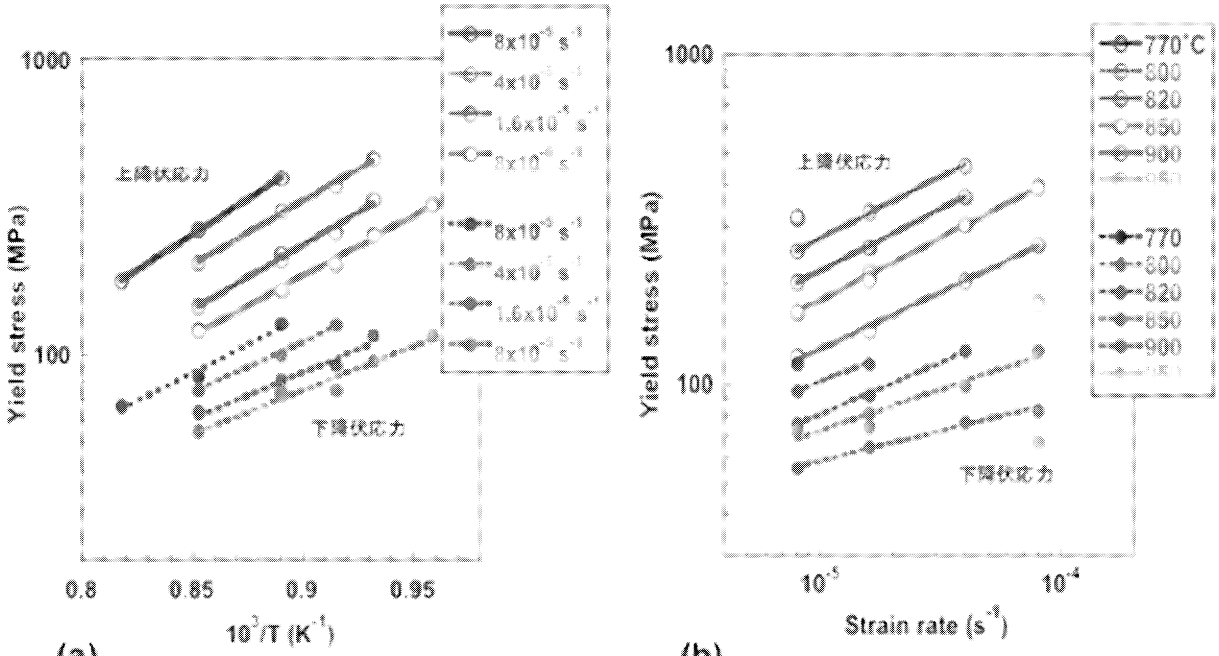

図 7. 面方位 (001)、試料軸方位 [1$\underline{1}$0] の板状シリコンの上・下降伏強度の (a) 温度と (b) 変形速度に対する依存性.

料の軸・面方位によらず、次の関係式

$$\sigma = A\,\dot{\varepsilon}^{1/n} \exp\,(\,U / k\,T), \qquad (1)$$

にしたがい、変形速度 $\dot{\varepsilon}$ と温度 T の関数として与えられた。ここで、k は Boltzmann 定数である。さらに、n と U はそれぞれの試料について、表1に示す値となった。

シリコンなど半導体結晶では、その塑性変形は結晶中での転位の集団運動に支配され、その変形挙動は、個々の転位の運動速度によって記述される。この特徴は転位動力学として確立されている [3,4]。半導体結晶中を運動する転位の速度 v (m/s) は温度 T (K) と応力 τ (MPa) の関数として、次式で記述される。

$$v = v_0\,(\,\tau / \tau_0\,)^m \exp\,(\,-\,Q / k_B T\,). \qquad (2)$$

ここで、τ_0 = 1 MPa、v_0 と Q は定数であり、m と Q は物質・材料によって決まるが、シリコンでは $m \sim 1$、$Q = 2.3$ eV である。次に、結晶の下降伏応力は (1) 式で温度と変形速度の関数として表されるが、その定数 n と U は (2) 式の m と Q と

$$n = m + 2,\; Q = U * (\,m + 2\,) \qquad (3)$$

の関係にある。表1に示す一軸の単純引張変形の結果は上記 (3) の条件を良好に満足することが知られている。同じ表で見られるように、曲げ変形で得られた n と Q の値は、いずれの面・軸方位の場合でも、単純引張変形での結果とほぼ類似した値である。したがって、結晶の曲げ変形も基礎過程として転位の集団的な運動に支配されていると判断することができる。

表 1. 種々の曲げ変形における定数 n と Q の値.

	σ_{uy}		σ_{ly}	
	n	***U***	***n***	***U***
Bending: CZ D-free				
(001)/[010]	**2.5**	**0.95**	**3.5**	**0.6**
(001)/[$\underline{1}$10]	**2.7**	**0.87**	**3.4**	**0.63**
(111)/[$\underline{21}$3]	**2.8**	**0.96**	**3.3**	**0.79**
(111)/[$\underline{1}$10]	**2.8**	**0.84**	**3.4**	**0.66**
Bending: FZ D-free				
(001)/[010]	**2.3**	**0.94**	**3.0**	**0.72**
Bending: FZ D10^4				
(001)/[$\underline{1}$10]	**2.4**	**0.96**	**2.8**	**0.77**
Tensile: FZ D10^4				
(111)/[$\underline{21}$3]	**2.4**	**1.25**	**3.3**	**0.80**

1) Bending: ３点曲げ変形、Tensile: 一軸引張変形

2) CZ: Czochralski 法育成（高酸素濃度）結晶、FZ:帯溶融法育成結晶

3) D-free:無転位結晶、D 10^4:有転位結晶

4. まとめ

シリコンウェハーの３次元塑性曲げ加工の実現に向けて、その変形の基礎過程を調べた。

1) シリコンウェハーを時計皿状に加工することは可能であるが、外周部での加工の均一性を確保することが必要である。(110)面方位のウェハーでは均一な加工が期待される。

2) 曲げ変形は個々の転位が集団的に運動することに支配された過程であり、その降伏強度はこれまでに単純圧縮・引張変形に関して確立された転位の運動に基づく変形の動力学によって記述することができる。

3) 曲げ変形では、変形が進んだ場合、同時に活動するすべり系に属する転位同士の相互作用を含む複合・複雑過程としての特徴が徐々に発現し、加工強度の変形方位に対する依存性が顕著になる。

謝辞

本研究は財団法人「天田金属加工機械技術振興財団」（平成 20 年度 AF-2008027）の研究助成の支援を受けて行われた。関係各位に厚く感謝いたします。

参考文献

[1] 高須新一郎、応用物理 49 (1980) 83.

[2] K. Sumino and I. Yonenaga, Semiconductor and Semimetals Vol. 42 (1994) 449.

[3] K. Nakajima et al. Nature Mater. 4 (2005) 47.

[4] I. Yonenaga, Mater. Trans. 46 (2005) 1979