

GaAs/InP のナノインデンテーション特性に及ぼす圧子形状の影響

北見工業大学 ○坂井 伸, 田牧純一, 久保明彦, 杉野 豪
 東北大学工学部 閻 紀旺

要 旨

III-V族化合物半導体 GaAs/InP の微視的な変形・破壊機構は解明されていない。本研究では、ビッカース型および球型のダイヤモンド圧子を用いてナノインデンテーション試験を行い、圧子の形状が微視的な機械的特性および変形・破壊機構に及ぼす影響を調べた。その結果、ラジアルクラックが発生する臨界荷重はビッカース圧子に比べて球圧子のほうが大きいこと、球圧子の場合、明確なポップイン現象の発生することがわかった。

1. 緒 言

近年、III-V族化合物半導体である単結晶ガリウム砒素(GaAs)、単結晶インジウムリン(InP)は無線通信や光通信用マイクロ部品の基板材料として重要視されている。一般的な半導体であるSiと比べると、化合物半導体の大きな特長は、高速動作が可能であり、光の受発光が可能であることがあげられる。無線通信分野ではGaAsが普及しており、光通信分野ではInPが普及している。近年ではGaAsとInPの超精密マイクロ加工のさらなる高精度化・高品質化をはかるために、加工における微視的な機械特性および変形・破壊のメカニズムを究明することが重要となっている。そこで本報告では、異なる形状の単結晶ダイヤモンド圧子を用いてGaAsとInPのナノインデンテーション試験を行い、材料の微視的な変形・破壊特性を検討した。

2. 実験概要

ナノインデンテーション実験装置にはエリオニクス(株)製超微小押し込み試験機 ENT-1100aを使用した。本装置は電磁力駆動式により0.01 mNという極めて小さい荷重の押し込みから、1000 mNまでの広い範囲での高精度の押し込みが可能である。また押し込み変位量を高精度で測定できるように静電容量非接触変位計が使用されており、0.3 nmの分解能を達成している。押し込み試験には圧子の先端形状が正四角錐(ビッカース型)と球形の2種類を使用した。図1は使用した単結晶ダイヤモンド圧子の形状である。試料として単結晶 GaAs(100)、単結晶 InP(100)を使用した。ウエハサイズはそれぞれφ50.8 mm, φ50 mm, 厚さは470 μm, 450 μm, 表面仕上げはともにCMPによる鏡面加工である。ビッカース圧子を使用する場合、圧子の錐面とウエハのオリエンテーションフラット(⟨110⟩方向)が平行になるように試料を設置した。押し込み荷重は、10~1000 mNの範囲で変化させた。押し込み試験は1つの条件において10回行い、圧痕間のピッチは100 μmに設定した。圧痕の観察にはSEMを用いた。

3. 実験結果

3.1 GaAs 圧痕の形態

図2は、GaAsにビッカース圧子を押込んだ際に生成される圧痕をSEMで観察した写真である。押し込み荷重が100 mNの場合(a)、四角形の頂点から⟨100⟩方向にラジアルクラックが観察された。押し込み荷重が600 mNの場合(b)、⟨100⟩方向の他に⟨110⟩方向にもラジアルクラ

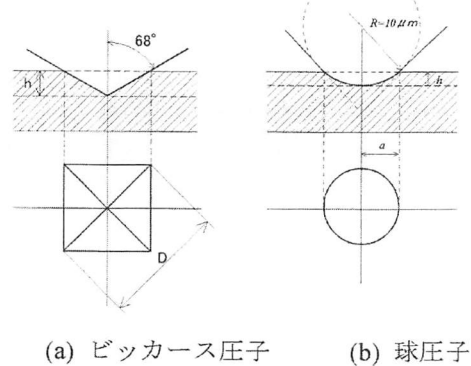


図1 圧子の形状

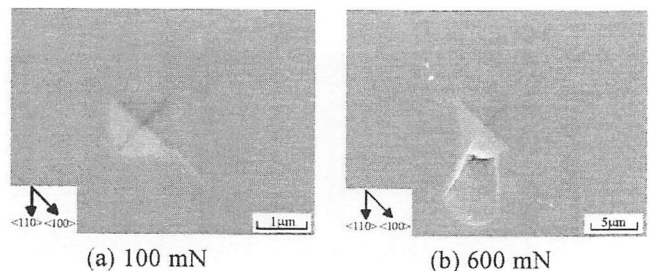


図2 GaAsに残されたビッカース圧痕のSEM観察

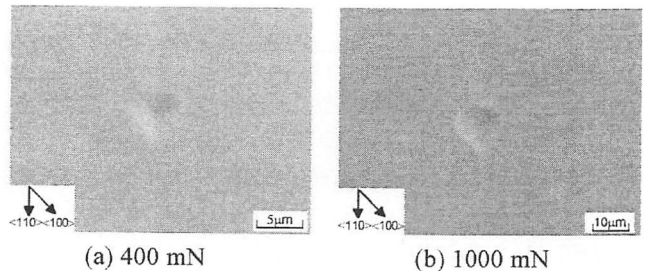


図3 GaAsに残された球圧痕のSEM観察

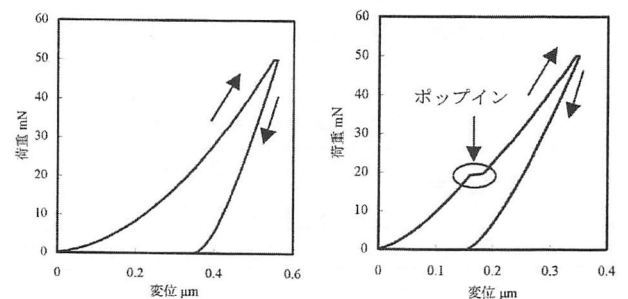


図4 GaAsの荷重-変位曲線 (最大荷重50 mN)

ックが観察された。またラテラルクラック¹⁾が発生し、四角形圧痕の一边から材料の一部が剥離した。ラテラルクラックのサイズは、押し込み荷重が大きくなるにしたがい増加した。なお、ラジアルクラックが観察され始める臨界荷重は 40 mN であった。

図 3 は、GaAs に球圧子を押し込んだ場合に生成される圧痕を SEM で観察した写真である。押し込み荷重が 400 mN の場合(a)、 $\langle 100 \rangle$ および $\langle 110 \rangle$ 方向にラジアルクラックが観察された。押し込み荷重が 1000 mN の場合(b)、クラックの数が増え、その寸法も長くなった。ただし、ラテラルクラックは観察されなかった。ラジアルクラックが観察され始める臨界荷重は 110 mN であった。

3.2 GaAs の荷重-変位特性

図 4 は、押し込み荷重 50 mN の際の荷重-変位曲線を測定した結果である。球圧子の場合、負荷荷重が 20 mN の地点で荷重-変位曲線の不連続的な変化、すなわち、ポップイン現象が観察された。また、除荷曲線には不連続的な変化が認められなかった。

3.3 InP 圧痕の形態

図 5 は、InP にビッカース圧子を押し込んだ場合の圧痕を SEM で観察した写真である。押し込み荷重が 300 mN の場合(a)、四角形の頂点から $\langle 100 \rangle$ および $\langle 110 \rangle$ 方向にラジアルクラックが観察された。押し込み荷重が 500 mN の場合(b)、クラックの数が増え、その寸法も長くなった。ただし、ラテラルクラックは観察されなかった。ラジアルクラックが観察され始める臨界荷重は 130 mN であった。

図 6 は、InP に球圧子を押し込んだ場合の圧痕を SEM で観察した写真である。押し込み荷重が 400 mN の場合(a)、 $\langle 100 \rangle$ および $\langle 110 \rangle$ 方向にラジアルクラックが観察された。押し込み荷重が 900 mN の場合(b)、クラックの数が増え、その寸法も長くなった。ただし、ラテラルクラックは観察されなかった。ラジアルクラックが観察され始める臨界荷重は 200 mN であった。

3.4 InP の荷重-変位特性

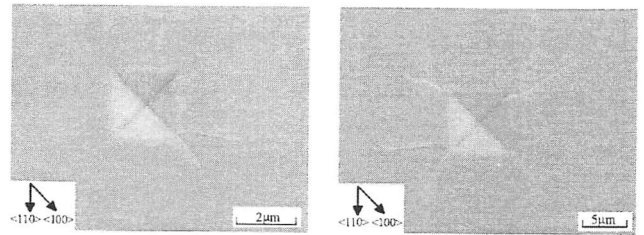
図 7 は、押し込み荷重 50 mN の際の荷重-変位曲線を測定した結果である。球圧子の場合、負荷荷重が 10 mN の地点でポップイン現象が観察された。また、除荷曲線には不連続的な変化が認められなかった。

3.5 GaAs と InP の硬度-荷重特性

図 8 は、GaAs および InP にビッカース圧子を押し込むことによって測定される硬度を最大押し込み荷重に対してプロットした結果である。GaAs、InP とともに最大押し込み荷重の増加によって硬度が減少しやがて一定値に収束している。最大押し込み荷重が 100 mN 以下で硬度の測定値が大きく変化するのは、ビッカース圧子先端丸みの影響によるものと考えられる²⁾。硬度の測定値は GaAs のほうが高い値を示し、測定値が収束する最大押し込み荷重 1000 mN 付近の硬度を比較すると、GaAs で 4.7 GPa、InP で 3.2 GPa が得られる。

4. 結論

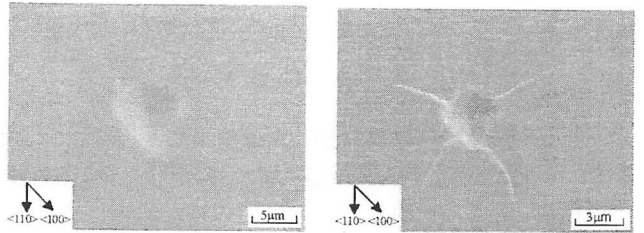
(1) ビッカース圧子を押し込んだ場合、GaAs ではラテラルクラックが観察されたが InP では観察されなかった。球圧子を押し込んだ場合、GaAs/InP とともにラテラ



(a) 300 mN

(b) 500 mN

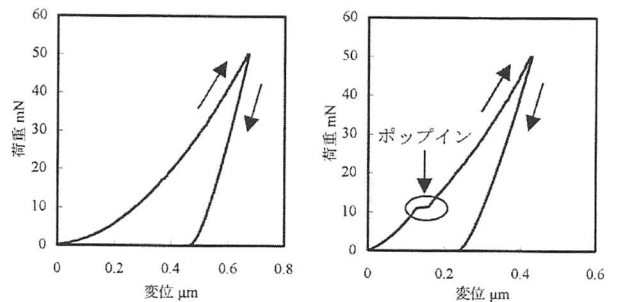
図 5 InP に残されたビッカース圧痕の SEM 観察



(a) 400 mN

(b) 900 mN

図 6 InP に残された球圧痕の SEM 観察



(a) ビッカース圧子

(b) 球圧子

図 7 InP の荷重-変位曲線 (最大荷重 50 mN)

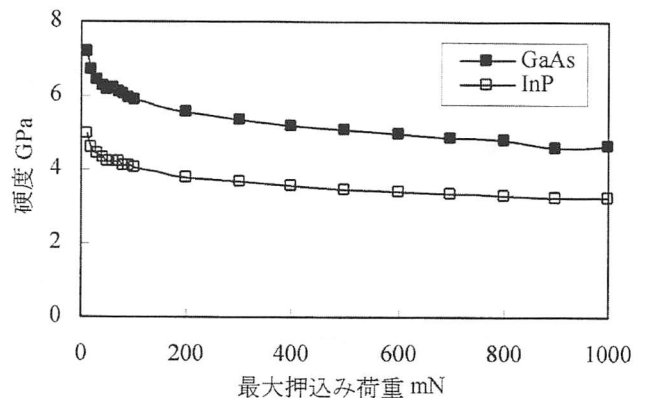


図 8 硬度と最大押し込み荷重の関係

- ラルクラックは観察されなかった。
- (2) ラジアルクラックが観察される臨界荷重は、GaAs/InP とともにビッカース圧子に比べて球圧子のほうが大きかった。
 - (3) 球圧子を押し込んだ場合、GaAs/InP とともに明確なポップイン現象が観察された。

参考文献

- 1) 張璧：硬脆材料加工の表面性状について，砥粒加工学会誌，**45**, 3(2003)131.
- 2) 田中，古口：ナノインデンテーションの弾性力学，トライボロジスト，**40**, 3(1995)193.