

FIB - CVD によるマイクロ構造体の作製と機械的性質の評価 Mechanical properties of micro structures fabricated by FIB - CVD

高木 誠[†], 松室 昭仁[†], 中山 浩 征^{††}
Makoto TAKAGI, Akihito MATSUMURO and Hiroyuki NAKAYAMA

Three dimensional micro structures fabricated by focused ion beam chemical vapor deposition (FIB - CVD) are expected to be the structural materials for MEMS / NEMS. In this research, the micro structures with square shape were fabricated by FIB - CVD with different probe currents of 48, 200, 1300, 5200 pA, and Vickers hardness tests of the micro structures were carried out. The Vickers hardness tests revealed that hardness of the micro structures depends on the probe current density. As a result of cross - sectional TEM observations, it was found that the micro structure has amorphous phase. Mechanical properties of the micro structure with beam shape were investigated by bending tests. As a result of the bending tests, Young's modulus of a beam shaped structure was about 20 GPa. Furthermore, macro SEM observation of the beam shaped structure after failure revealed that brittle fracture occurred and the fracture stress was 2.2 ± 0.1 GPa. SEM - EDS images revealed that 94 % carbon and 6 % gallium composes micro structure and the composition of micro structure was homogeneous.

1. 緒言

現在、微細加工技術によって作製した3次元微小構造体のMEMS/NEMSへの応用が期待されている。その技術の確立によって、立体配線による電子デバイスのさらなる小型化、超微小医療機器などの作製が実現すると考えられている。そのため、ナノテクノロジーの発展に伴い、3次元微小構造体の作製方法が次々に研究・開発されてきた¹⁾。しかし、実用化段階にある微細加工技術では、数 μm オーダーの複雑な3次元形状の微小構造体を作製することは困難である。代表的な方法としてシリコンプロセスやLIGAプロセスが挙げられるが、これらの方法で作製できる微小構造体は準2次元的な形状であり、よって、厚さ方向に対して複雑な形状を作製することはできない²⁾。

そこで近年、集束イオンビーム励起化学気相法(FIB - CVD)によって3次元微小構造体を作製する方法が開発され、その有効性が注目されている。それは、松井らがCAD上で自由に設計した構造をFIB - CVDによって作製する方法を考案したことに起因している^{3)~5)}。それらの微小構造体はMEMS/NEMS用の構造材料として期待されているが、それには微小構造体のヤング率、破壊強度といった機械的性質などの物性の把握が必要不可欠である。しかし、微小構造体のサイズが小さいこともあって、その機械的性質に関する報告は極めて少ない^{5)~7)}。

そこで本研究では、FIB - CVDにより作製した微小構造体の曲げ試験を実現する方法を考案し、それにより機械的性質を評価することを目的とした。

2. 実験方法

本研究では、FIB装置(SII社製SMI2050, 加速電圧30kV)を用いて微小構造体の作製を行った。原料の化合物ガスにはフェナントレンガス($\text{C}_{14}\text{H}_{10}$)を用い、それをガリウムイオンの照射により分解させ、炭素からなる微小構造体を作製した。なお、基板用材料にはSi(100)単結晶ウエハを用いた。

はじめに、作製した微小構造体のビッカース硬度を調べるため、超微小ビッカース硬度計(Anton Paar社製MHT-4)を用いて硬度測定を行った。その際に、微小構造体はプローブ電流値48, 200, 1300, 5200 pAの4つの条件で作製し、作製条件と硬度との関係を調べた。微小構造体の寸法は縦 $15\mu\text{m}$ ×横 $15\mu\text{m}$ ×高さ $3\mu\text{m}$ とし、中央部に50 mNの荷重を加え、ビッカース硬度(Hv)を測定した。

次に、微小構造体の内部構造を明らかにするため、断面を透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope; TEM)(JEOL社製JEM2010)で観察した。具体的にはプローブ電流値200 pAで作製した縦 $15\mu\text{m}$ ×横 $15\mu\text{m}$ ×高さ $3\mu\text{m}$ の微小構造体をTEM観察用試料に加工するため、FIB装置により薄片化を行い、組織観察を行った。

微小構造体のヤング率や破壊強度等の機械的性質を調べるため、微小構造体で両端固定梁(以下、梁状微小構造体と記載)を作製し、曲げ試験を行った。梁状微小構造体の作製はFig. 1の手順にて行った。はじめに、Fig. 1(a)に示すように、プローブ電流値200 pAで縦 $5\mu\text{m}$ ×横 $5\mu\text{m}$ ×高さ $35\mu\text{m}$ の柱状の微小構造体を作製する。このとき、実際には微小構造体の縦×横の寸法が $5\mu\text{m}$ × $5\mu\text{m}$ よりも若干大きくなるように作製し、後で縦 $5\mu\text{m}$ ×横 $5\mu\text{m}$ になるようFIBのエッチング加工で寸法を調整する。それとは別に、エッチング加工によりSi基板に幅 $25\mu\text{m}$ 、深さ $10\mu\text{m}$ の窪みを作製する。次に、エッチング加工で柱状微小構造

[†] 愛知工業大学 工学部 機械学科 (豊田市)

^{††} 愛知工業大学 大学院生 (豊田市)

体を基板から切断し, その状態で基板ごと FIB 装置から取り出し, マニピュレータを使用して柱状微小構造体を基板上に倒し, 再び FIB 装置に入れる. そして長さが $35\ \mu\text{m}$ になるように柱状微小構造体の両端にエッチング加工を行う (Fig. 1 (b)). 加工後 FIB 装置から再び取り出し, マニピュレータを使って柱状微小構造体を Si 基板に形成しておいた窪みにはめ込む. 最後に, 柱状微小構造体がはめ込まれた基板を FIB 装置に入れ, 柱状微小構造体の両端に, それを固定するための縦 $10\ \mu\text{m}$ × 横 $10\ \mu\text{m}$ × 高さ $5\ \mu\text{m}$ の構造体を FIB - CVD により作製し, 柱状微小構造体を固定する (Fig. 1 (c)). このようにして曲げ試験用の梁状微小構造体を作製した.

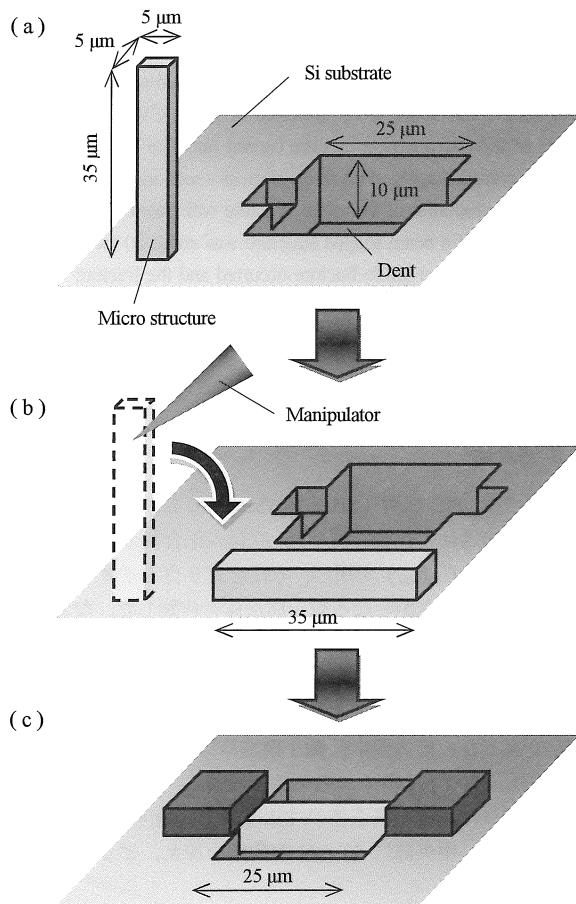


Fig. 1 Fabrication process of a beam shaped micro structure for bending tests

梁状微小構造体の機械的性質を直接的に評価するため, ナノインデント (CSIRO 社製 UMIS2000) により曲げ試験を行った. 曲率半径が $5\ \mu\text{m}$ の球状圧子を用い, 0.5, 1, 5, 10, 20 mN の微小荷重を梁状微小構造体の中央部に加え, 発生する微小変位を測定した. それによって得られた荷重と変位の関係から梁状微小構造体のヤング率を算出した. なお, ヤング率の算出には一般に用いられる両端固定梁の公式⁸⁾を用いた.

さらに, FIB - CVD で作製した微小構造体の表面と内部の組成を調べた. その方法として, 曲げ試験後の梁状微小構造体の破面を SEM - EDS (JEOL 社製 JEM6700F) を用いて組成分析する方法をとった.

3. 実験結果及び考察

3.1 微小構造体の硬度に及ぼす作製条件の影響

Fig. 2 (a) ~ (d) は, それぞれ種々のプローブ電流値で作製した微小構造体の SIM 像である. プローブ電流値 48, 200, 1300 pA では所望の形状の微小構造体を作製できた (Fig. 2 (a) ~ (c)). しかし, プローブ電流値 5200 pA で作製した微小構造体は外縁が丸みを帯び, 高さも他の条件に比べて低かった. また, イオンビームによる化合物ガスの分解が起こらなかったためできたと考えられる溝も表面上に見られた (Fig. 2 (d)). このようにビーム直径が大きくなるプローブ電流値 5200 pA では所望の形状の微小構造体を作製できなかった.

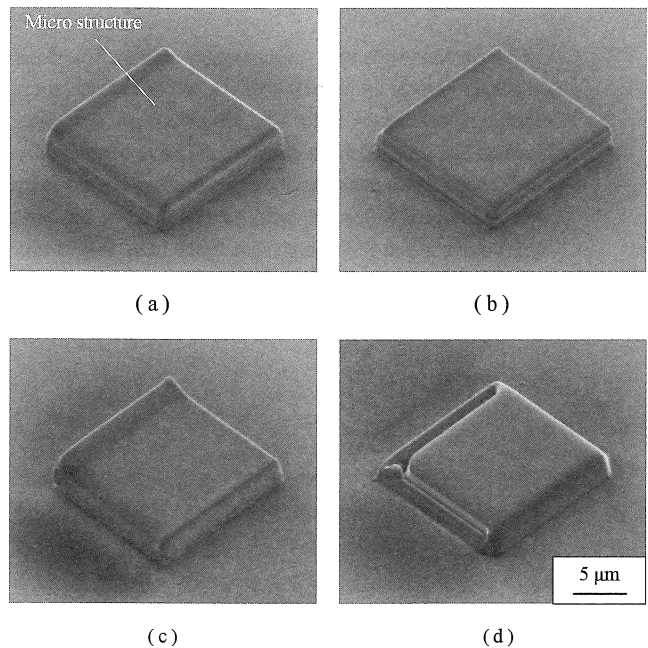


Fig. 2 SIM images of square shaped micro structures fabricated by different probe currents
(a) 48 pA (b) 200 pA (c) 1300 pA (d) 5200 pA

プローブ電流が微小構造体の硬度に及ぼす影響を調べるため, Fig. 2 に示した 4 つの微小構造体についてビッカース硬度を調べた. ビッカース硬度, プローブ電流値, 及びプローブ電流値をビームの照射面積で除したプローブ電流密度の 3 つの関係を Fig. 3 に示す. その結果, プローブ電流値 200 pA で作製した微小構造体の硬度が最も高くなることが分かった. 微小構造体のビッカース硬度とプローブ電流値には相関関係はなかった. しかし, ビッカース硬度とプローブ電流密度の間には相関関係が見られ, 高いプローブ電流密度では高硬度な微小構造体を作製できた. これは高いプローブ電流密度では微小構造体が緻密化し, 硬度が高くなったものと考えられる.

以上の結果をもとに, プローブ電流値 200 pA を本研究における微小構造体の最適作製条件とし, 以下に述べる微小構造体の機械的性質や組織を評価する実験は, 全て最適条件であるプローブ電流値 200 pA で作製した微小構造体について行った.

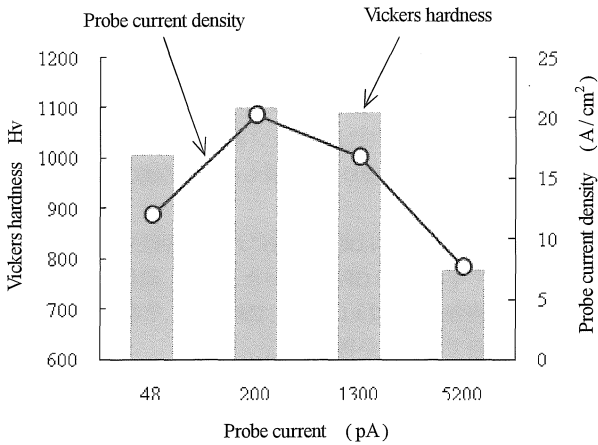


Fig. 3 Relationship between probe current and Vickers hardness of micro structures

3.2 微小構造体の組織

Fig. 4 は、TEM で観察した微小構造体の断面である。この TEM 像は全体が均一で、結晶の存在を示すような明瞭なコントラストは見られなかった。電子線回折図形を撮影した結果、アモルファスであることを示すハローリングが得られた。したがって、微小構造体はアモルファス構造を有し、異方性を持たないと言える。

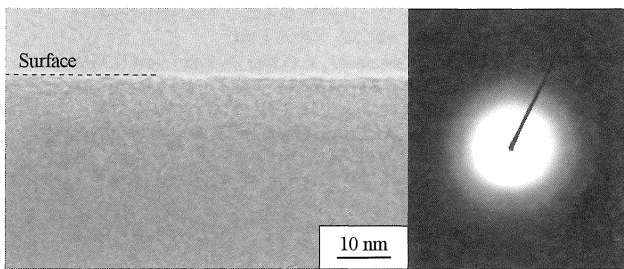


Fig. 4 Cross-sectional TEM image and diffraction pattern of micro structure

3.3 梁状微小構造体の曲げ試験による機械的性質の評価

Fig. 5 に、作製に成功した梁状微小構造体の SIM 像を示す。梁部分の長さは 25 μm、幅 5 μm、厚さ 5 μm で、両端のみが基板と繋がっている。

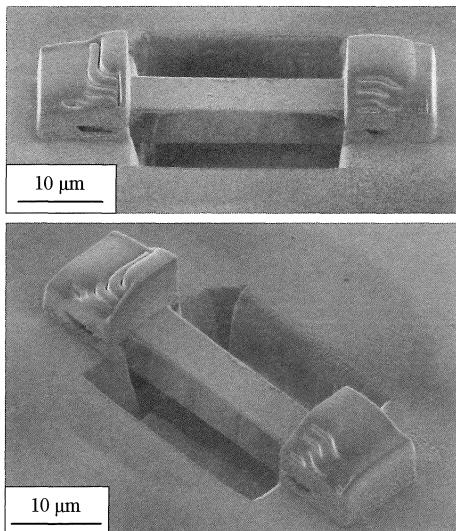


Fig. 5 SIM image of a beam shaped micro structure

ナノインデントを用いて、荷重 0.5 mN 及び 1 mN を梁の中央部に作用させて曲げ試験を行い、それにより得られた荷重と変位の測定結果を Fig. 6 に示す。両荷重についての測定結果は、ほぼ同一の曲線上にあることから、再現性があると言える。また、負荷時と除荷時の荷重変位曲線がほぼ同一で、ヒステリシスはほとんどなく、除荷後の変位もほぼゼロであった。したがって、このときの梁状微小構造体の変形は弾性変形であるといえる。梁状微小構造体の 0.5 mN 及び 1 mN 負荷時の変位より、材料力学の公式に基づいてヤング率を算出した。その結果、梁状微小構造体のヤング率は約 20 GPa であった。

次に、梁状微小構造体の破壊強度を調べるため、さらに荷重を 10 mN 及びそれ以上に増加させて、曲げ試験を行った。その測定結果を Fig. 7 に示す。梁状微小構造体は 15 mN で変位が急激に増加した。よって、この荷重 15 mN が梁状微小構造体の破壊荷重であると判断される。これより破壊強度を算出した結果、 2.2 ± 0.1 GPa であった。また、同一条件で作製した同一形状の別の微小構造体でも同様の実験を行って再現性を調べた結果、ヤング率及び破壊荷重に再現性が得られた。

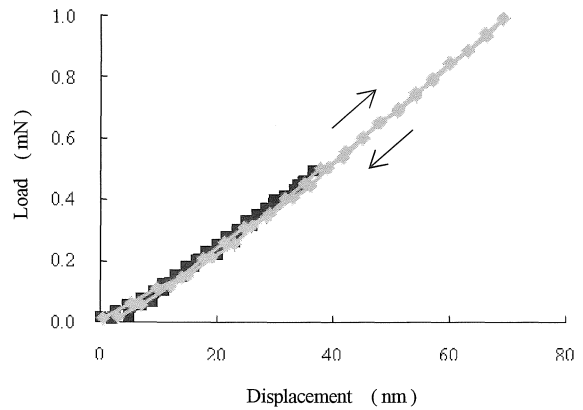


Fig. 6 Relationship between load and displacement of a beam shaped micro structure (maximum load : 0.5 mN , 1 mN)

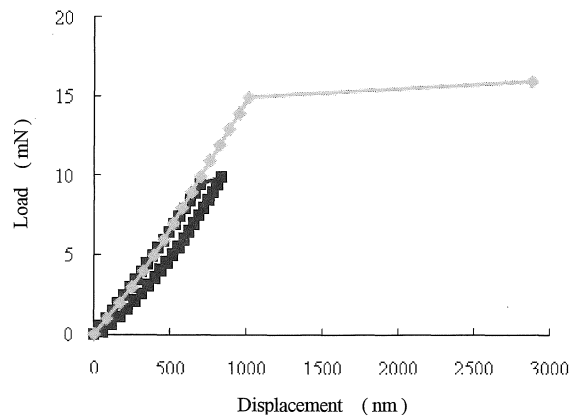
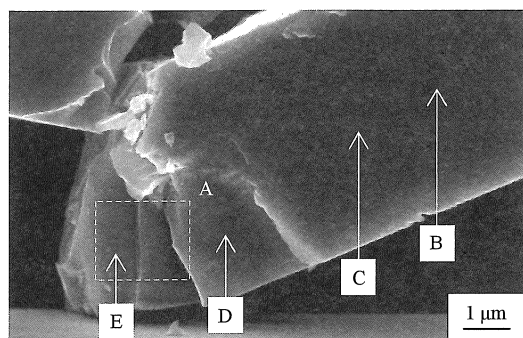


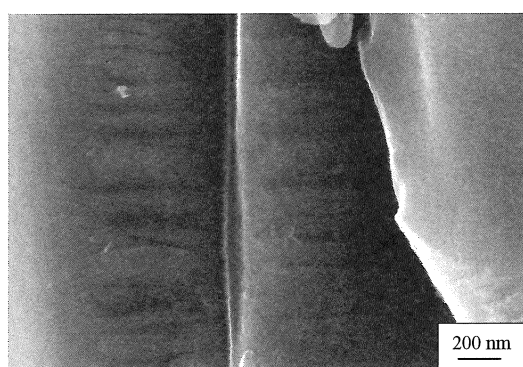
Fig. 7 Relationship between load and displacement of a beam shaped micro structure (maximum load : 10 mN and above)

梁状微小構造体の破壊の様子を詳しく調べるために、SEM を用いて破断部の観察を行った。梁状微小構造体の破断部の SEM 像を Fig. 8 (a), (b) に示す。(a) より、破断部の形態及び、そこから飛散した破片から、脆性的な破壊であると考えられる。さらに Fig. 7 に見られる塑性変形を伴わずに生じる破断による急激な変位の変化と照合すると、梁状微小構造体の破壊は脆性破壊で

あると言える。また (b) に示した破面には、筋状の模様が観察された。



(a)



(b)

Fig. 8 SEM images of a beam shaped micro structure fractured by bending test (a) whole image (b) region A

微小構造体の組成を調べるため、破断した微小構造体の表面及び内部について、Fig. 8 に示す B ~ E の 4 点で、EDS による点分析を行った。Table 1 にその結果を示す。微小構造体は主に炭素から成り、FIB - CVD 法による作製時に混入したガリウムを少量含んでいた。B ~ E 点での炭素とガリウムの割合は、いずれの観測点でも炭素 94 %前後、ガリウム 6 %前後で場所による差はほとんどなかった。したがって、微小構造体の表面と内部の組成には大きな違いは見られず、炭素の中に微量なガリウムを含むものの、全体的に均一であることが分かった。

Table 1 Composition of a beam shaped micro structure

	C (%)	Ga (%)
B	95.1	4.9
C	93.7	6.3
D	93.9	6.1
E	94.4	5.6

4. 結言

FIB - CVD により炭素から成る微小構造体を作製し、その機械的性質を中心に調べた。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 微小構造体の硬度はプローブ電流密度の影響を受け、プローブ電流値 200 pA で最も高硬度な微小構造体を作製できた。
- (2) 梁状微小構造体は曲げ試験において弾性変形を示し、ヤング率は約 20 GPa であった。また、破壊荷重は 15 mN で破壊強度は 2.2 ± 0.1 GPa であった。それらの値は複数の試料で再現性が得られた。
- (3) 梁状微小構造体の破壊は脆性的であった。
- (4) 微小構造体は主に炭素から成り、微量のガリウムを含むものの組成は全体的に均一であった。

参考文献

- 1) H. Namatsu, Y. Takahashi, K. Yamazaki, T. Yamaguchi, M. Nagase and K. Kurihara; J. Vac. Sci. Technol. **B16**, (1998) 69.
- 2) 北原時雄, 石川雄一 監修; マイクロマシン技術 (2002) 1.
- 3) S. Matsui, T. Kaito, J. Fujita, K. Kanda, Y. Haruyama; J. Vac. Sci. Technol. **B18**, (2000) 3168, 3184.
- 4) T. Morita, R. Kometani, K. Watanabe, K. Kanda, Y. Haruyama; J. Vac. Sci. Technol. **B21**, (2003) 2737.
- 5) 松井真二; 集束イオンビームによる立体ナノ構造形成技術とその応用, 表面技術, Vol. 56, (2005) 361.
- 6) J. Fujita, M. Ishida, T. Sakamoto, Y. Ochiai, T. Kaito, and S. Matsui, J. Vac. Sci. Technol. **B19**, (2001) 2834.
- 7) M. Kiuchi, S. Matsui, Y. Isono, J. MEMS. **16** (2), (2007) 191.
- 8) Joseph Edward Shigley; Mechanical Engineering Design - First Metric Edition - (1986) 657.