

# 集束イオンビーム励起化学気相法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 Focused Ion Beam Chemical Vapor Deposition

松室昭仁<sup>†</sup>, 高木 誠<sup>†</sup>  
A. Matsumuro<sup>†</sup> and M. Takagi<sup>†</sup>

**Abstract** Three-dimensional micro structures fabricated by focused ion beam chemical vapor deposition (FIB-CVD) are expected to be used as structural materials for MEMS / NEMS. In this research, the square micro structures were fabricated by FIB-CVD using probe currents of 48, 200, 1300 and 5200 pA, and Vickers hardness tests of the micro structures were carried out. The Vickers tests revealed that the hardness of the micro structures depends on the probe current density. The cross-sectional TEM observations indicated that the micro structure has an amorphous phase. The results show that the consistent fabrication process of the micrometer-scale beam with both ends fixed by the FIB-CVD method was established. Mechanical properties of the micro structure with beam shape were investigated by three-point bending tests. Using a nano-indentation apparatus, the bending tests showed that Young's modulus of a beam-shaped structure was  $20 \pm 2$  GPa and the fracture stress was  $2.2 \pm 0.1$  GPa. Furthermore, SEM observation of the cleavage surface on a beam-shaped structure after failure showed brittle fracture. SEM-EDS images revealed that a homogeneous composition distribution of 94 at.% carbon and 6 at.% gallium over the entire micro structure.

### 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、様々な3次元微小構造体の作製方法が研究・開発されてきた。しかし、実用化されている微細加工技術では、数 $\mu\text{m}$ 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困難である。

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する<sup>1-3)</sup>。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、マイクロ-ナノスケールの構造体の変形挙動には寸法効果<sup>4-6)</sup>があることが知られており、応用に際して構造体の外形寸法に対応するスケールごとに特性を評価する必要がある。これまで、リソグラフィーにより作製された静電アクチュエーターに直径100 nm程度の炭

素細線をFIB-CVDにより形成し引張り試験を行った報告<sup>7)</sup>、FIBにより銅単結晶をマイクロメートルスケールに加工し片持ち梁を作製し曲げ試験を行った報告<sup>5)</sup>やAFMによる陽極酸化とエッチングにより一辺が数百 nm 程度の台形断面を有する梁の3点曲げ試験を行った報告<sup>8)</sup>など種々の材料における微小構造体の機械的性質に関する報告<sup>2, 3), 9-10)</sup>がある。しかし、FIB-CVDによる一貫したプロセスで両端固定条件を有するマイクロメートルスケールの梁状試験片を作製し、3点曲げ試験により機械的性質を評価した例はない。

そこで本研究では、FIB-CVDにより作製したマイクロメートルスケールの長方形断面を有する炭素からなる梁状微小構造体の作製法およびナノインデントを荷重負荷、変位測定装置として利用した3点曲げ試験を実現する方法を考案し、ヤング率、曲げ強度、破壊特性等の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30 kV)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、微小構

<sup>†</sup> 愛知工業大学 工学部 機械学科 (豊田市)

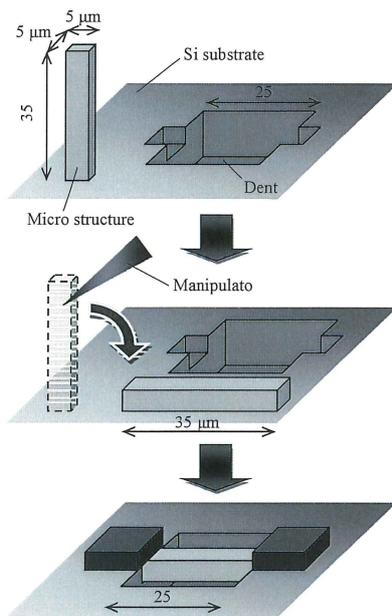


Fig. 1 Fabrication process of a beam shaped micro structure for bending tests.

マイクロメートルスケールの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、両端固定の梁状微小構造体を作製し、両端固定条件の曲げ試験を行った。梁状微小構造体の作製の概略を Fig. 1 に示す。はじめに、Fig. 1 (a) に示すように、TEM 観察と同様に機械的性質に優れた構造体が得られるプローブ電流値で縦  $5 \mu\text{m}$  × 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、微小構造体の縦×横の寸法が  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  よりも若干大きくなるように作製し、後で縦  $5 \mu\text{m} \times$  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。これとは別に、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 装置から取り出す。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あらかじめ Si 基板に形成しておいた窪みにはめ込む。最後に、柱状微小構造体を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  $10 \mu\text{m} \times$  横  $10 \mu\text{m} \times$  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))。以上のプロセスにより 3 点曲げ試験に供する梁状微小構造体試験片を作製した。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。その際、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

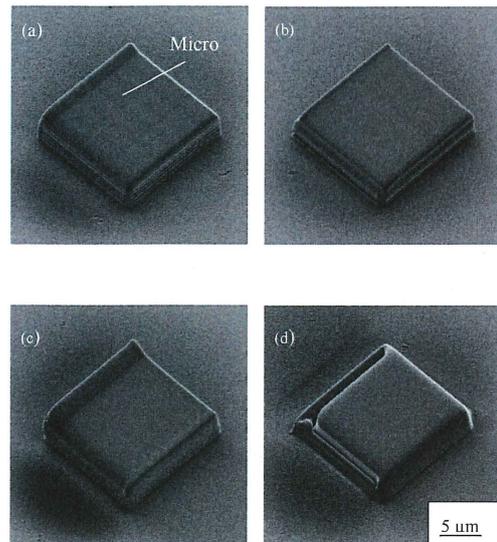


Fig. 2 SIM images of square shaped micro structures fabricated by different probe currents: (a) 48 pA, (b) 200 pA, (c) 1300 pA, (d) 5200 pA.

グ率を算出した。なお、ヤング率の算出には、材料力学で一般に用いられる両端固定梁の公式を用いた。

以下に概略を示す。

長さ  $L$ 、幅と高さがそれぞれ  $b$  と  $h$  の梁に、荷重  $P$  を加えるとき生じるたわみ  $y$  によりヤング率  $E$  は、

$$E = \frac{1}{y} \cdot \frac{PL^3}{192I_z} \dots \dots (1)$$

となる。ここで、 $I_z$  は断面 2 次モーメントで

$$I_z = \frac{bh^3}{12} \dots \dots (2)$$

である。また、破壊強度  $\sigma_b$  は、

$$\sigma_b = \frac{PL}{8Z} \dots \dots (3)$$

である。ここで、 $Z$  は断面係数で

$$Z = bh^2 \dots \dots (4)$$

により算出した。

さらに、FIB-CVD で作製した微小構造体の内部の組織および組成を調べるため、曲げ試験後の梁状微小構造体の破面を SEM-EDS (JEOL 社製 JEM6700F) を用いて分析した。

### 3. 実験結果および考察

#### 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走査イオン像 (SIM: Scanning Ion Microscopy) である。プローブ電流値 48, 200, 1300

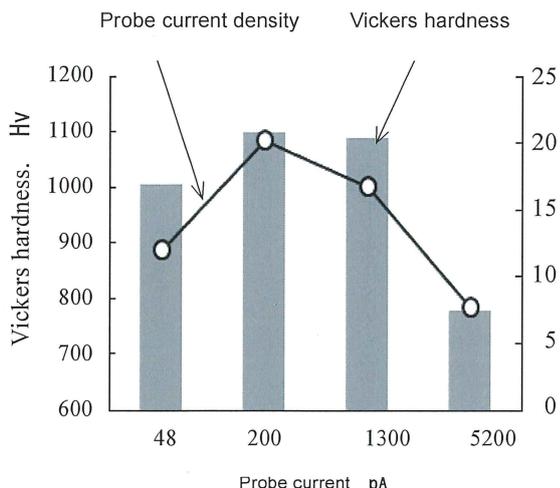


Fig. 3 Relationship between probe current and Vickers hardness of micro structures. pA

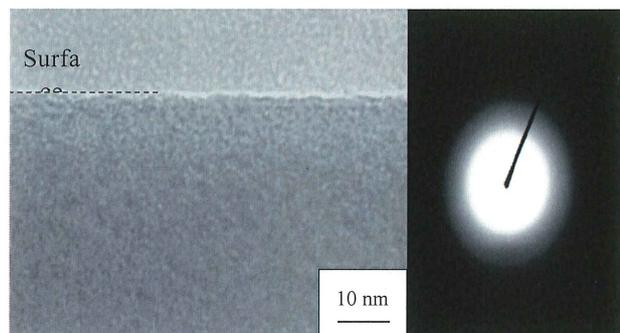


Fig. 4 Cross-sectional TEM image and diffraction pattern of micro structure.

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十分に起こらなかったために形成され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。

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対応するプローブ電流密度 (プローブ電流値をビームの照射面積で除した値) の関係を Fig. 3 に示す。なお、電流密度はプローブ電流値の低いものから 12, 20, 17, 7.5 A/cm<sup>2</sup> である。その結果、プローブ電流値 200 pA (電流密度 20 A/cm<sup>2</sup>) で作製した微小構造体の硬度が最も高いことが分かった。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

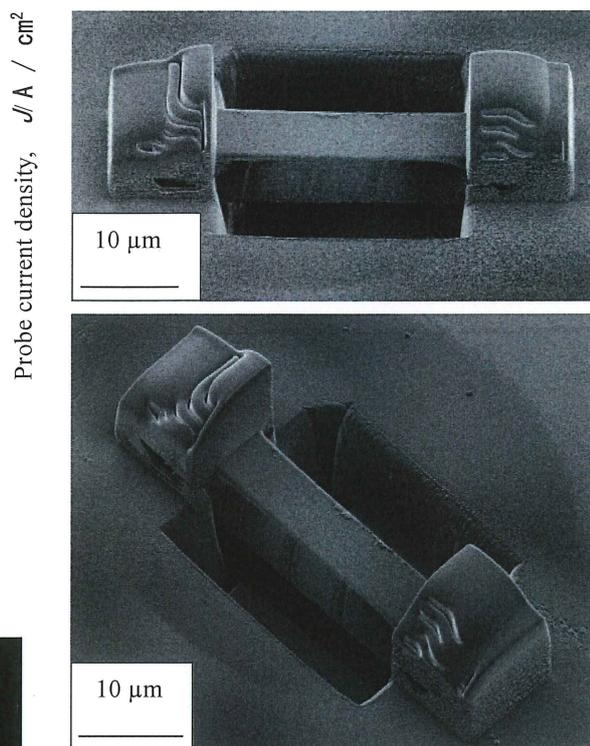


Fig. 5 SIM image of a beam shaped micro structure.

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、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た。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、プローブ電流値 200 pA で作製したものについて行った。

### 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。従って、微小構造体はアモルファス構造を有するため、機械的性質の異方性を持たないと判断される。

### 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、作製した梁状微小構造体の SIM 像を示す。梁部分は長さ 25 µm × 幅 5 µm × 厚さ 5 µm で、両端のみが基板と固定されている。

ナノインデントを用いて、梁の中央部に荷重 0.5 mN 及び 1 mN を作用させて曲げ試験を行った。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、再現性が確認された。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。従って、このときの梁状微小構

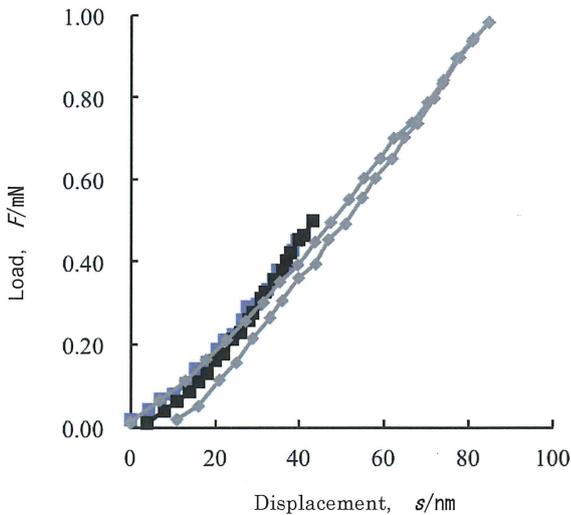


Fig. 6 Relationship between load and displacement of a beam shaped micro structure ( maximum load : 0.5 mN and 1 mN ).

造体の変形は弾性変形であると判断される。梁状微小構造体の 0.5 mN 及び 1 mN 負荷時の変位より、式 (1) より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  $20 \pm 2$  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 及び破壊に至るまで増加させて、曲げ試験を行った。その測定結果の一例を Fig. 7 に示すが、同条件で行った再現実験でも同様な結果が得られた。梁状微小構造体は荷重 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式 (3) より算出した結果、 $2.2 \pm 0.1$  GPa であった。

得られた物性値の妥当性を判断する必要があるが、マイクロナノスケールの構造体では、前述したように外形寸法や作製条件の違いによる表面構造および内部組織の差異に起因した寸法効果があり定量的な比較は困難である。M. Kiuchi ら<sup>7)</sup>は本研究と同一の FIB-CVD によりフェナントレンガスをを用いて直径 100 nm 程度の炭素細線を引張り試験によりヤング率 42.6-80.7 GPa, 破壊強度 4.3 GPa と報告している。これらの値は本研究の結果と比較するといずれも大きい。しかし、一般的に寸法の減少に伴い強度等が増加すること<sup>4-6)</sup>から、報告の試験片サイズが本研究でのものより一桁程度小さいことから、定性的にはこれまで知られている寸法効果による変化と一致した傾向である。さらに、3.1 節で述べたように照射電流密度の変化による硬度変化などの試験片作製条件の違いによる物性値の差異を考慮すると、本実験結果の妥当性が示唆できる。

#### 3.4 曲げ試験後の組織観察

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) より構造体内部にはボイドなどのマクロな欠陥はなく緻密な組織である。また、破断部の形態及び、そこから飛散し

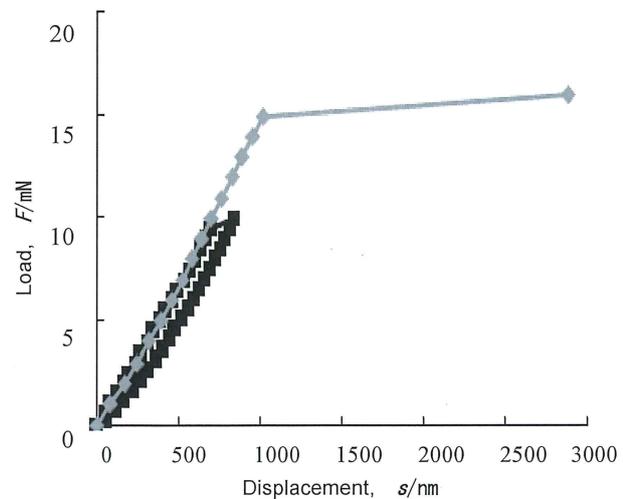


Fig. 7 Relationship between load and displacement of a beam shaped micro structure ( maximum load : 10 mN and above ).

作製された微小構造体の寸法スケールでの炭素材料固

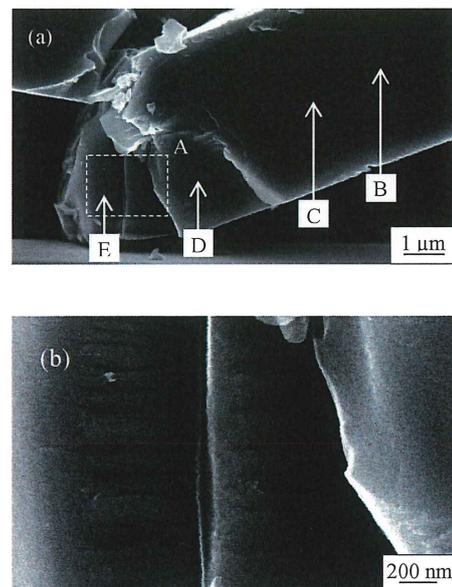


Fig. 8 SEM images of a beam shaped micro structure fractured by bending test: ( a ) whole image, ( b ) region A.

有の性質であると判断される。

#### 4. 結言

FIB-CVD により炭素から成る微小構造体を作製し、両端固定の曲げ試験によりその機械的性質を調べた。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、電流密度  $20 \text{ A/cm}^2$  で最も高硬度な微小構造体を作製できた。

(2) 数  $\mu\text{m}$  スケールの試験片寸法を有する両端固定の梁状微小構造体を FIB-CVD 法で一貫して作製できるプロセスを確立できた。

(3) 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  $20 \pm 2$  GPa であった。また、破壊荷重は 15 mN で破壊強度は  $2.2 \pm 0.1$  GPa であった。

(4) 梁状微小構造体の破壊は脆性的であった。

(5) 微小構造体はアモルファス構造を有し、炭素と 6 at.% のガリウムを含む均一な組成とボイド等のマクロな欠陥のない均一な組織であり、得られた機械的性質は本炭素材料固有のものであった。

#### 参考文献

- 1) S. Matsui, T. Kaito, J. Fujita, M. Komuro, K. Kanda and Y. Haruyama: J. Vac. Sci. Technol. **B18** (2000) 3181-3184.
- 2) T. Morita, R. Kometani, K. Watanabe, K. Kanda, Y. Haruyama, T. Hoshino, K. Kondo, T. Kaito, T. Ichihashi, J. Fujita, M. Ishida, Y. Ochiai, T. Tajima and S. Matsui: J. Vac. Sci. Technol. **B21** (2003) 2732-2736.
- 3) S. Matsui, J. Surface Finish. Soc. Jpn. **56** (2005) 361-366.
- 4) M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando and W. D. Nix: Science **305** (2004) 986-989.
- 5) C. Motz, T. Schöberl and R. Pippan: Acta Mater. **55** (2005) 4269-4279.
- 6) M. A. Haque and M. T. A. Saif: Acta Mater. **51** (2003) 3053-3061.
- 7) M. Kiuchi, S. Matsui and Y. Isono: J. MEMS. **16** (2007) 191-201.
- 8) S. Sundararajan and B. Bhushan: Sens. Actuat. **A101** (2002) 338-351.
- 9) J. Fujita, M. Ishida, T. Sakamoto, Y. Ochiai, T. Kaito and S. Matsui: J. Vac. Sci. Technol. **B19** (2001) 2834-2837.
- 10) S. Lee, C. Tekmen and W. M. Sigmund: Mater. Sci. Eng. **A398** (2005) 77-81.