

平成 30 年 6 月 20 日現在

機関番号：82626

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14123

研究課題名(和文) 走査型プローブ顕微鏡によるアコースティックエミッションの複合計測技術の開発

研究課題名(英文) Development of fusion measurement method of acoustic-emission by scanning probe microscope

研究代表者

藤澤 悟 (FUJISAWA, Satoru)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・製造技術研究部門・主任研究員

研究者番号：20357908

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：走査型プローブ顕微鏡(SPM)のスキャナ圧電体にアコースティック・エミッション(AE)が作用することにより、圧電効果でAE波に起因する信号すなわちAE信号が発生して、走査信号に重畳されることを利用して、AE波を顕微的にSPM信号と同時にin-situで方法を確立することにより、AE信号とその発生原因を複合的に検出する手法を開発した。走査信号に重畳されるAE信号を取り出すために電子フィルタ回路で走査信号をカットすれば、SPM信号とAEを同時に検出できる。難加工材料のAEを検出するためには高い感度が必要と予測されることから、感度評価とその向上、及び新手法の試行を行った。

研究成果の概要(英文)：By using the superimposing signal of acoustic emission (AE) A scanning probe microscope (SPM), the fracture by the nano-scale contact should be investigated to understand the mechanism of the mechanical processing. Using a combination of the scanning probe microscope (SPM), the AE signal might be detected with receiving the AE wave by the piezoelectric scanner of the SPM, by using with the piezoelectric effect the electric signal due to the AE wave is superimposed on the scan signal. Based on that, in this study, a novel method to detect AE signal from the scan signal is developed. By eliminating the scan signal that is in the signal, by using the electric filter the AE signal can be detected, where the detection is simultaneously with the detection the force of SPM. Expecting the need for the higher sensitivity for the AE detection of hard processing material, the evaluation of the sensitivity for AE and the improvement of the sensitivity, and the new detection method is challenged.

研究分野：走査型プローブ顕微鏡 (SPM)

キーワード：走査型プローブ顕微鏡 (SPM) スキャナ圧電体 重畳信号 アコースティックエミッション (AE) Cu (銅) 配線 電氣的・機械的破壊

### 1. 研究開始当初の背景

破壊現象と材料の機械的特性との相関関係については、機械要素などのシステムとしての評価がほとんどであり、原子レベルでの転位の進展などの破壊初期過程の現象と機械的特性の変化の相関については、最近の高時間分解能での画像や評価技術の発達により、手が付けられはじめたばかりである。一方で、近年の半導体デバイスや機械材料の被膜などをはじめとした構造材料中の組織の微細化や薄膜構造の微小化は、欠陥の生成、転位の進展といった原子レベルの振る舞いが構造材料の破壊現象に与える影響を大きくしている。特に脆性材料や半導体配線材料である銅 (Cu) での材料とする半導体デバイスでは、高集積化に伴う構造の微細化と多層化が進み、多層構造を支える低誘電率層間絶縁膜材料にポーラス材が用いられ、その機械的特性が多層構造形成のボトルネックとなっていることから、情報量が多く信頼性の高い測定・解析手法の開発が強く望まれている。従って、材料破壊過程の nm レベルでの解明や、それに伴う材料の機械的特性の変化を評価する手法の確立は非常に重要な技術課題である。AE も SPM もこれまで個々で機械的特性評価において発展してきた技術であるが、これらを複合計測に基づいて融合的に解析する技術の確立することによって、新しい視点から破壊現象へのアプローチが可能となり、評価の信頼性を高く出来るという考えに至った。

### 2. 研究の目的

アコースティックエミッション(AE)を走査型プローブ顕微鏡(SPM)の走査機構であるスキヤナ圧電体で検出するという独自の新方式により、SPM 本体には改造をすること無く AE 信号を SPM 信号と同期して検出・マッピングできるため、SPM 及び AE センサ単独では出来なかった SPM 信号と AE 信号の融合的な解析が実現出来る。高空間分解能で高感度である SPM による試料表面の変形・破壊の信号を AE 信号の計測と同期して複合的にその場観察することにより、ナノスケールの変形・破壊における欠陥生成および転位の進展挙動などの破壊初期過程を従来方法とは全く異なる観点から調べることが出来る手法の基盤を確立する

### 3. 研究の方法

微弱な AE 信号を捉えるためには、少なくとも 200 倍ゲインのプリアンプを導入することにより、AE 信号の感度向上を図る。その高感度化・低ノイズ化により、一般的な市販の AE センサと遜色ない検出感度を持った AE 信号検出システムを構築する。一方で、AE 信号が重畳している走査信号は一般に 400V を越える電圧をかけるため、最新の高電圧アンプで低ノイズかつ AE 信号の帯域に合わせられる

広帯域性(約 10kHz~約 1MHz)を有しているオペアンプを探すまたは特別仕様注文により開発する。ゲインが少なくとも 200 倍以上で周波数の上限が 1MHz を超える 400V 耐圧の電子回路を開発するのは、現代のオペアンプテクノロジーを持ってしても非常に挑戦的であるため、複数の種類のオペアンプを選択してプリアンプ回路の試作を行う中で最適なオペアンプを選び出す作業を行う

チューブスキヤナ圧電体の走査信号をカットするハイパスフィルタの低ノイズのものを開発する。図 3 に示すように走査信号の周波数と AE 信号の周波数は離れており、ハイパスフィルタでカットできるが、高次なほど走査信号を大きくカットできるためクリアな AE 信号が得られるが、ノイズも高次なものほど大きくなるので、最適な性能を実現するために何次のハイパスフィルタが適切なのかを明らかにする。

そして、試作した最適条件に基づく最高感度の AE 信号の検出を SPM 走査にて機械加工における難加工材料 (SiC や Si 単結晶など) の試料表面でのプローブによる変形・破壊を SPM データロガーに SPM 信号と同期して入力することが出来るようにし、AE 信号と SPM 信号の複合的なその場観察を実現し、そのデータの融合解析の基盤を確立する。その基盤技術を用いて、脆性材料や半導体配線材料である銅 (Cu) での素過程レベルの現象を解明することを試みる。

### 4. 研究成果

走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope, 以下 SPM) のスキヤナ圧電体にアコースティック・エミッション (acoustic emission, 以下「AE」) が作用することにより、圧電効果で AE 波に起因する信号すなわち AE 信号が発生して、走査信号に重畳されることを利用する。走査信号に重畳される AE 信号を電子フィルタ回路で走査信号をカットすれば、試料と摩擦力の相互作用と AE を同時に検出できる。難加工材料の AE を検出するためには高い感度が必要と予測されることから、感度評価とその向上、及び新手法の試行を行った。

研究においては、検出感度が一番低い場合には市販のセンサの 1/800 程度しかないことが判明したので、感度を向上するために二つのことを試みた。

一つ目は、プリアンプを電圧/電圧変換から電流/電圧変換に変更した。結果として同じ利得に対しての周波数帯域は広がったが、ノイズレベルはほとんど向上が見られなかった。現時点での最高レベルとのプリアンプ技術を投入しており、これ以上の向上は難しい。二つ目は、バネ定数がこれまでより大きい FFM 力センサを用いた実験を行った。センサのダイナミックレンジの関係から桁違いには大きく出来ないため、従来品より 5 割程度大きいセンサを試したが、大きな変化は得ら

れなかった。

三つ目に、同時に検出できる複数の AE 信号を用いて確率共鳴によるノイズ低減の研究を行った。結果として、問題点が3つ分かった。

1：検出限界のしきい値が存在する必要があるが、AE がしきい値を持っているか不明である。

2：AE 信号の上限周波数が数 MHz なので 1GHz 以上のサンプリング周波数が必要であり、市販の汎用計算ソフトでは、数秒程度の信号でも 1 週間弱の計算時間がかかり、実用的では無い。

また応用手法として、スキャナ圧電体で受信するのではなく、FFM センサ信号に重畳する AE 信号の検出を試みた。FFM センサは力信号を読み取るために板バネを使用しており、その板バネに伝わる AE 波が FFM 信号に AE 信号を重畳させることを利用する。

3：確率共鳴はまだ発展途上の技法であり、明らかにされていないことが少なからず存在する。また、プリアンプ入力素子を変更するとプリアンプの周波数特性が変わってしまう可能性があるため、それに対する対策調整が必要となると思われる。

本特許は本研究を始める前に申請していた原理であったが、確認できたのは本研究がはじめてである。

高速化するために専用のソフトを開発しようとしたが、予算的に無理だったので諦めた。また、高速の計算機を購入することは予算的に無理であった。

結果として、Cu (銅) の電氣的・機械的劣化破壊の瞬間の AE 波を捉えることに成功した。この結果をまとめて、論文に投稿中である。Cu を選択した理由としては、工業的に広く使われるだけでなく近年の半導体デバイス内部の配線で Cu が使われており、それに対する機械的・電氣的強度設計への一つの指針になり得る可能性があることである。

難加工材料への応用を現在進めているが、試料を作ること自体が難加工材料であるために難しいため、試行錯誤をしている。

初年度の研究で検出感度が市販のセンサの 1/800 程度しかないことが判明したのでこの評価をベースにして感度を向上するために3つのことを試みた。

一つ目は、プリアンプを電圧/電圧変換から電流/電圧変換に変更した。結果として同じ利得に対しての周波数帯域は広がったが、ノイズレベルとしてはほとんど向上が見られなかった。現時点での最高レベルと思われるプリアンプ技術を投入しており、これ以上の向上は難しいと考えている。

二つ目は、バネ定数の昨年度の研究で用いたものより大きい FFM 力センサーを用いた実験を行った。センサのダイナミックレンジの関係から桁違いには大きく出来ないことが判明したので、バネ定数が従来品より 5 割程度大きいセンサを試したが、大きな変化は見

られなかった。ただし、力の設定が手動になりフォースカーブが取得できなくなるので、この場合には SPM で計測する事の優位性が一つ無くなってしまふことが指摘される。

三つ目に、同時に検出できる複数の AE 信号を用いて確率共鳴によるノイズ低減の研究を行った。結果として、問題点が3つ分かった。

1：検出限界のしきい値が存在するセンシングである必要があるが、AE 信号検出しきい値を持っているかを判別できない

2：確率共鳴は発展途上の技法であり、確実なノイズ低減効果が AE 信号で得られるという確証が無い。

3：AE 信号は 1GHz 以上のサンプリング周波数が必要であり、市販の汎用計算ソフトでは、数秒程度の信号でも 1 週間弱の計算時間がかかり、実用的では無い。高速化するために専用のソフトウェアを開発しようとしたが、予算的に無理であった。また、高速の計算機を購入することは予算的に無理であった。

また、応用手法として、スキャナ圧電体で受信するのではなく、SPM のセンサ信号に重畳する AE 信号の検出を試みた。FFM センサは力信号を読み取るために板バネを使用しており、その板バネに AE 波が伝わるため、FFM 信号に AE 信号が重畳することを利用する。

結果として、Cu (銅) 配線の電氣的・機械的劣化破壊の瞬間の AE 波を捉えることに成功した。この結果を論文に投稿中である。Cu は工業的に広く使われるだけでなく近年の半導体デバイス内部の配線にも使われており、それに対する機械的・電氣的強度設計へ指針の一つになり得る可能性がある。

導電性の難加工材料への応用を現在進めているが、試料と FFM センサの探針を作ること自体が難加工材料であるために難しいため、試行錯誤をしている。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計1件)

S. Fujisawa, H. Mano and K. Miyake, A novel detection method for acoustic emission using a scanning probe microscope, Tribology Online、(査読あり) 11、2016、646-652  
DOI 10.2474

[学会発表](計3件)

藤澤悟、閻野大樹、三宅晃司  
走査型プローブ顕微鏡におけるアコースティックエミッションの検出方法の研究  
トライボロジー会議 2016 春 東京  
2016 年 05 月 23 日

国立オリンピック記念青少年総合センター  
(東京都)

S. Fujisawa, H. Mano and K. Miyake  
A novel detection method of the  
acoustic emission by using the  
scanning probe microscope  
IIIAE (8th International Conference on  
Acoustic Emission Inauguration  
conference of 3IAE and 23rd  
International Acoustic Emission  
Symposium)

2016年12月06日

京都テルサ(京都市)

藤澤 悟、間野大樹、三宅晃司

走査型プローブ顕微鏡におけるアコース  
ティックエミッションの検出方法の研究  
第8回マイクロ・ナノ工学シンポジウム

2017年11月1日

広島国際会議場(広島市)

研究者番号:

(4)研究協力者

三宅 晃司(MIYAKE Koji)

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計1件)

名称:微小変位機構

発明者:藤澤 悟

権利者:産業技術総合研究所

種類:特許

番号:特願 2016-160541

出願年月日:平成28年7月25日

国内外の別:国内

取得状況(計0件)

〔その他〕

ホームページ等

特に無し

## 6. 研究組織

### (1)研究代表者

藤澤 悟 (FUJISAWA Satoru)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・製

造技術研究部門・主任研究員

研究者番号:20357908

### (2)研究分担者

間野 大樹 (MANO Hiroki)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・製

造技術研究部門・主任研究員

研究者番号:40344212

### (3)連携研究者

( )