

令和 5 年 6 月 19 日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2019～2022

課題番号：19H02040

研究課題名(和文) コンビナトリアル技術を援用した薄膜金属ガラスの内部応力測定とその制御

研究課題名(英文) Measurement and control of internal stress in thin film metallic glass using combinatorial technology

研究代表者

秦 誠一 (HATA, SEIICHI)

名古屋大学・工学研究科・教授

研究者番号：50293056

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,400,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の目的は、コンビナトリアル技術を用いた薄膜金属ガラスの内部応力の調査、薄膜金属ガラスの成膜条件と内部応力の関係解明と、その実証として直径400 nmから800 μmのダイアフラム構造を製作し、内部応力を±200 MPaの範囲での制御である。具体的には、差動排気コンビナトリアル新対向ターゲットスパッタ装置の開発や、内部応力評価用薄膜ライブラリの作製、アニール条件と内部応力の関係の解明などを行った。研究成果としては、新たな内部応力測定法の開発に成功し、Ru系およびNi系薄膜金属ガラスの内部応力とアニール条件の関係の解明と、内部応力を自在に制御したダイアフラム構造の製作に成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

MEMS構造の一部は基板から分離しており、材料内の応力により形状が変わり破壊されることがある。Si系材料は成膜条件等により内部応力を制御できるが、小型化や高機能化には限界があるため、代替材料が求められている。この状況に着目し、薄膜金属ガラスを利用したMEMS構造と内部応力制御を実現した。近年、薄膜金属ガラスをMEMSに適用する事例が増えてきたため、内部応力を解明し制御する必要性が浮かび上がってきた。この研究では、薄膜金属ガラスの内部応力を体系的かつ効率的に解明し、制御可能かを明らかにするために行われた。

研究成果の概要(英文)：The aim of this study was to investigate the internal stress of thin film metallic glasses using combinatorial techniques, elucidate the relationship between deposition conditions and internal stress of thin film metallic glasses, and demonstrate the fabrication of diaphragm structures with a diameter ranging from 400 nm to 800 μm, allowing for precise control of the internal stress within a range of ±200 MPa. In particular, we developed a differential exhaust combinatorial opposing target sputtering apparatus, established a thin film library for evaluating internal stress, and explored the correlation between annealing conditions and internal stress. Consequently, we successfully devised a novel method for measuring internal stress and unveiled the relationship between internal stress and annealing conditions for Ru-based and Ni-based thin film metallic glasses. Moreover, we accomplished the fabrication of diaphragm structures with meticulously controlled internal stress.

研究分野：機械工学

キーワード：内部応力 薄膜 コンビナトリアル技術 アニール 薄膜金属ガラス

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

ダイアフラム構造、カンチレバー構造など一部が基板より分離している MEMS 構造では、構造を構成する材料の内部応力により、たわみや座屈など構造の形状に狂いを生じ、最悪の場合は構造自体や基板をも破壊に至る。これまで、MEMS 構造の主な構造材料である Si 系材料は、半導体加工技術での技術蓄積により、成膜条件などにより内部応力を制御することがある程度可能になっている。一方で近年、MEMS の進化に伴い、Si 系材料では実現困難な高機能化、小型化が要求され、Si 系に代わる MEMS 構造材料が望まれてきた。

本応募者は、このような事態を 1990 年代より予見し、MEMS の可能性を広げる新材料として過冷却液体域を有する非晶質合金薄膜(薄膜金属ガラス)に注目し、世界で初めて薄膜金属ガラスによる MEMS 構造や、過冷却液体域での粘性流動を利用した応力緩和による内部応力制御を実現している(図1)。

近年、Si 系材料に代わり薄膜金属ガラスを MEMS に適用する事例が共同研究等で増加するに従い、応用事例毎に、成膜条件やアニール条件を調整し、内部応力を制御するのではなく、薄膜金属ガラスの内部応力を体系的かつ効率的に解明する必要性を強く認識するに至った。

そこで、本研究課題ではナノからマイクロメートルオーダーの膜厚を有する薄膜金属ガラスの内部応力を体系的かつ効率的に解明し、それを制御可能か?を研究課題の核心をなす学術的「問い」として、本研究を実施した。

2. 研究の目的

前述の本研究課題の核心をなす学術的「問い」を明らかにするため、以下の研究目的にて研究を進める。

【研究目的】

- 1) 薄膜金属ガラスの内部応力を体系的に調査するためのコンビナトリアル技術の確立
- 2) 上記コンビナトリアル技術を用いた、膜厚 10 nm~10 μm の Ru 系および Ti 系薄膜金属ガラスの成膜条件、アニール条件と内部応力の関係解明
- 3) 実証とし薄膜金属ガラスの内部応力を ± 200 MPa の範囲、精度 ± 2 MPa にて自在に制御された直径 400 nm ~ 800 μm のダイアフラム構造を製作

3. 研究の方法

上記研究目的を達成するために、具体的には、以下の項目について研究を行う。

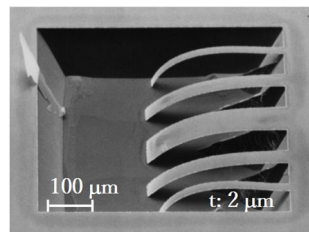
- 1) 基板付近で Ar ガス圧の圧力勾配を与えることのできる差動排気コンビナトリアル新対向ターゲットスパッタ装置の開発
- 2) Ar 圧力勾配をつけて成膜された薄膜の内部応力をハイスループット評価するための内部応力評価用薄膜ライブラリの実現
- 3) 内部応力評価用薄膜ライブラリを真空傾斜加熱装置を用いてコンビナトリアルアニール処理し、アニール条件と内部応力の関係を短期間に効率的に解明
- 4) 本研究の実証として、高性能マイクロフォンや圧力センサへ応用

4. 研究成果

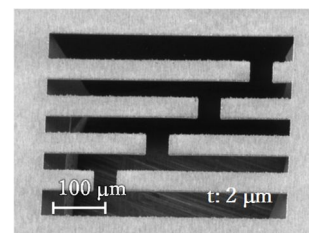
- 1) 薄膜金属ガラスの内部応力を体系的に調査するためのコンビナトリアル技術の確立

・差動排気コンビナトリアル新対向ターゲットスパッタ装置の開発

差動排気コンビナトリアル新対向ターゲットスパッタ装置を実現すべく、圧力センサ、ターボ型真空ポンプユニットによる予備検討を行った。その結果、Ar 圧力勾配を設けるとプラズマ状態が不安定化し、安定した実験が行えないという問題点が判明した。この問題に対し、Ar ガス導入口を細穴化、多穴化し、Ar の圧力勾配を面方向に緩やかにすることでプラズマの安定化を図ったが、プラズマの安定化には至らず、シミュレーションによるプラズマの安定条件を探索した。シミュレーションの結果、Ar の圧力勾配より最低圧力の維持が重要である可能性が見いだされたが、プラズマの安定化は実現できず、本手法は断念し、成膜圧力を適宜変更してロット単位で成膜することとした。



(a) 内部応力による Zr 系薄膜金属ガラス構造の変形



(b) アニールによる Zr 系薄膜金属ガラスの内部応力緩和

図1 薄膜金属ガラスの内部応力制御例

・内部応力をハイスルーブット評価するための内部応力評価用薄膜ライブラリの実現

内部応力を直接かつ高精度に測定可能な新奇内部応力測定法を考案した。両端固定はり形状の薄膜サンプルとばねを直列に接続することで、内部応力によるサンプルのひずみを変位として直接測定し、内部応力測定を可能とする。本測定原理を実現するデバイスを Si 基板上に逆リフトオフ法を含む微細加工技術により作製する。Si ばね、可動部分、薄膜サンプルを作製し、可動部分を基板から切り離すことでこれらを直列に接続し、薄膜内部応力を可動部分の変位に変換する。

新奇測定デバイスを作製し（図 2）、アニール温度と薄膜金属ガラスサンプルの内部応力の関係を調査した。その結果、アニール温度の上昇に伴い、薄膜の内部応力が圧縮方向から引張方向へ変化することが確認された。また、測定した内部応力値を従来の内部応力測定法である Stoney の式で測定した値と比較した（図 3）。2 つの測定方法による測定結果は近い値を示し、新規測定方法の定量的妥当性が示された。

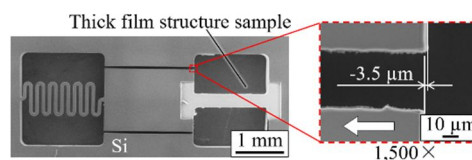


図2 新奇内部応力測定デバイス

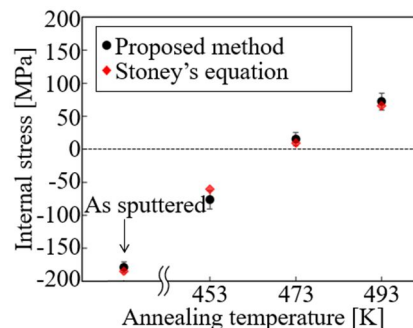


図3 内部応力測定結果

2) コンビナトリアル技術を用いた、膜厚 10 nm~10 μm の Ru 系および Ti 系薄膜金属ガラスの成膜条件、アニール条件と内部応力の関係解明

以上の検討により、膜厚 10 nm~10 μm の Ru 系および Ti 系薄膜金属ガラスの成膜条件、アニール条件と内部応力の関係を解明した。さらに Ni 系薄膜アモルファス合金についてもアニール条件と内部応力の関係を解明した（図 4）。

具体的には、基板のエッチングによるダイヤフラム構造の作製前に、Si 基板上の Ni-Nb-Zr 薄膜を結晶化未満の温度（473、523、および 573 K）でアニールして構造緩和を行った。アニールした Ni-Nb-Zr ダイヤフラムのパルジ試験を実施することで、その機械的特性を決定した。その結果、構造緩和中の自由体積の減少により、アニール温度の上昇に伴ってすべてのサンプルのヤング率がわずかに増加した。内部応力の測定結果に基づくと、すべてのサンプルの構造緩和は 473 K 以下で発生した。さらに、内部応力に対するアニール温度の影響は組成によって異なり、それらは構造緩和率によって引き起こされることを明らかとした。

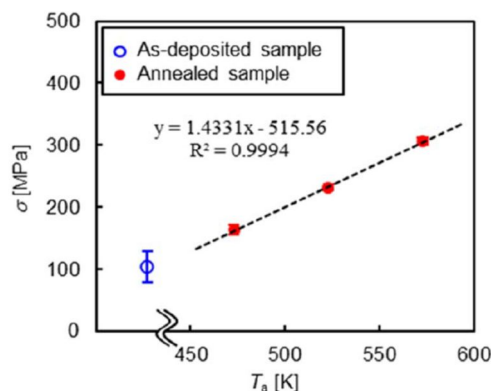


図3 Ni52Nb19Zr29 ダイヤフラムの内部応力とアニール温度の関係

3) 実証とし薄膜金属ガラスの内部応力を ±200 MPa の範囲、精度 ±2 MPa にて自在に制御された直径 400 nm ~ 800 μm のダイヤフラム構造を製作

最後に、まとめとして Ru 基および Ni 基の薄膜金属ガラスで内部応力を ±200 MPa の範囲、精度 ±2 MPa にて自在に制御された直径 400 nm ~ 800 μm のダイヤフラム構造を製作することに成功した。

< 引用文献 >

- 秦 誠一ほか, 日本機械学会論文集 C 編, 65, [633], 346-352(1999)
 Veikko Lindroos et al.: Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies, Second Edition, William Andrew, 468-471(2015)
 Seiichi Hata, Junpei Sakurai et al., Jpn. J. Appl. Phys., 45, [4A], 2708-2713 (2006)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 D. Yamada, S. Hori, S. Abe, Y. Kumeno, T. Yamazaki, C. Oka, J. Sakurai, S. Hata	4. 巻 15
2. 論文標題 Examination of Mechanical Properties and Photoelastic Properties of Gel Material for Blood Vessel Mimics	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Medical Devices	6. 最初と最後の頁 31011
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1115/1.4051516	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 南原 圭汰, 山崎 貴大, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平	4. 巻 141(9)
2. 論文標題 反力可変受動形触覚ディスプレイ用アクチュエータの作製と評価	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 電気学会論文誌 E	6. 最初と最後の頁 304-309
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1541/ieejsmas.141.304	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Haga Fuyuki, Yamazaki Takahiro, Oka Chiemi, Hata Seiichi, Hoshino Yuto, Sakurai Junpei	4. 巻 61
2. 論文標題 Effect of structural relaxation at bellow crystallization temperature on internal stress of Ni-Nb-Zr thin film amorphous alloys diaphragm for micro electromechanical systems sensors	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SD1027 ~ SD1027
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.35848/1347-4065/ac5d12	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 TAKASE Shun, YAMAZAKI Takahiro, OKA Chiemi, SAKURAI Junpei, HATA Seiichi	4. 巻 23
2. 論文標題 Novel measurement method of internal stress in thin films using micro spring structure	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Mechanical Engineering Journal	6. 最初と最後の頁 74
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1299/mej.23-00074	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計17件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 秦 誠一
2. 発表標題 微細加工を応用したAI時代の材料探索
3. 学会等名 日本機械学会2021年度年次大会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 秦 誠一
2. 発表標題 AIとコンピュータリアル技術を用いた新機能性材料・新磁歪材料の探索
3. 学会等名 第29回磁気応用技術シンポジウム（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 佐藤 寛太, 山崎 貴大, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平
2. 発表標題 HFSMAを用いたナノ繊維構造体の作製
3. 学会等名 日本機械学会2021年度年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 高瀬 駿, 山崎 貴大, 岡 智絵美, 櫻井 淳平, 秦 誠一
2. 発表標題 MEMS構造体を利用した薄膜内部応力の測定
3. 学会等名 日本機械学会2021年度年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 村瀬 正憲, 南原 圭汰, 山崎 貴大, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平
2. 発表標題 反力可変受動形触覚ディスプレイ用新規アクチュエータの駆動特性
3. 学会等名 日本機械学会2021年度年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大西 拓也, 永井 伶於, 山崎 貴大, 岡 智絵美, 櫻井 淳平, 秦 誠一
2. 発表標題 薄膜金属ガラスを用いた自立微細構造体の基礎検討
3. 学会等名 日本機械学会2021年度年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 佐藤 寛太, 山崎 貴大, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平
2. 発表標題 高成形形状記憶合金を用いたナノ繊維構造体の作製に向けた基礎検討
3. 学会等名 日本機械学会2021年度年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Ryo Morisaki , Takahiro Yamazaki , Chiemi Oka , Junpei Sakurai , Takami Hirai , Tomonori Takahashi , Hiroyuki Tsuji , Noriyasu Ohno , and Seiichi Hata
2. 発表標題 Plasma analysis of the FAB source for the SAB process by PIC-MCC simulation
3. 学会等名 33rd International Microprocesses and Nanotechnology Conference (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 南原 圭汰, 伊木 啓一郎, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平
2. 発表標題 Ti-Ni-Cu高成形形状記憶合金を用いた, 反力可変受動形触覚ディスプレイ用触知ピンの作製
3. 学会等名 日本機械学会2020年度年次大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 南原 圭汰, 伊木 啓一郎, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平
2. 発表標題 Ti-Ni-Cu高成形形状記憶合金を用いた, 反力可変受動形触覚ディスプレイ用触知ピンの作製及び駆動評価
3. 学会等名 第28回機械材料・材料加工技術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 浅井 泰平, 青山 椋佑, 岡智絵美, 櫻井淳平, 秦誠一
2. 発表標題 Ti-Ni-Cu高成形形状記憶合金のソフトアクチュエータへの基礎検討
3. 学会等名 第28回機械材料・材料加工技術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 高瀬駿, 山田恭平, 中川優希, 山崎貴大, 岡智絵美, 櫻井 淳平, 秦 誠一
2. 発表標題 逆リフトオフ法を用いた MEMS ミラーデバイスの作製
3. 学会等名 第28回機械材料・材料加工技術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 井上 慎, 岡 智絵美, 秦 誠一, 櫻井 淳平
2. 発表標題 Ti-Ni-Hf高成形性形状記憶合金のコンビナトリアル探索
3. 学会等名 形状記憶合金協会 第11期定時総会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 山田 恭平, 中川 優希, 岡 智絵美, 櫻井 淳平, 吉田 沙織, 清元 智文, 秦 誠一
2. 発表標題 逆リフトオフ法を用いたMEMSミラー構造体の作製
3. 学会等名 日本機械学会2019年度年次大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 森崎 諒, 岡 智絵美, 櫻井 淳平, 平井 隆巳, 高橋 知典, 辻 裕之, 秦 誠一
2. 発表標題 表面活性化接合用新規高速原子ビームガン
3. 学会等名 精密工学会2019年度秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 鬼頭 直希, 櫻井 淳平, 岡 智絵美, 林 裕美, 山崎 宏明, 秦 誠一
2. 発表標題 薄膜金属ガラスの大気中結晶化評価法の基礎検討
3. 学会等名 精密工学会2019年度秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Ryo Morisaki, Yuuki Hirai, Junpei Sakurai, Mizue Mizoshiri, Chiemi Oka, Takami Hirai, Tomonori Takahashi, Hiroyuki Tsuji and Seiichi Hata
2. 発表標題 Development and evaluation of the novel FAB gun
3. 学会等名 19th International Conference & Exhibition (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

<p>マイクロ・ナノプロセス研究グループ http://mm.mae.nagoya-u.ac.jp/ デライトものづくりAIネットワークプラットフォーム http://planet-aidea.com/</p>

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	櫻井 淳平 (Sakurai Junpei) (40345385)	名古屋大学・工学研究科・准教授 (13901)	
研究分担者	岡 智絵美 (Oka Chiemi) (70823285)	名古屋大学・工学研究科・助教 (13901)	
研究分担者	山崎 貴大 (Yamazaki Koudai) (40847240)	名古屋大学・工学研究科・学振特別研究員(PD) (13901)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------