

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年3月31日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2010～2011

課題番号：22760552

研究課題名（和文） 金属ガラス成膜の最適化と高性能 MEMS デバイスへの展開

研究課題名（英文） Interface structures and bonding strength between metallic glass thin films and substrates towards MEMS applications.

研究代表者 柳 延輝 (LIU YANHUI)

東北大学・原子分子材料科学高等研究機構・助教

研究者番号：70506469

研究成果の概要（和文）：

金属ガラス薄膜の成長や基板との結合にどのようなパラメータが影響を与えるかを明らかにした。これらの結果は、MEMS デバイスや金属ガラス薄膜の作製に当たり、有益な情報である。薄膜の機械特性は、ナノインデンテーションによって評価した。原子間力顕微鏡を用いることで、金属ガラスには約 2.5nm 程度の不均一構造があり、多くの金属ガラスモデルと一致することを明らかにした。

研究成果の概要（英文）：

With the financial support, the parameters that affect the growth and bonding film are found, which are very helpful for the fabrication of MEMS devices and processing of the metallic glass films. The mechanical properties of the films are characterized by using nanoindentation. By employing the atomic force microscopy, the metallic glass is revealed to be inhomogeneous on scale of  $\sim 2.5$  nm, which is consistent with many glass models and theories.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	2,000,000	600,000	2,600,000
2011 年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：金属ガラス、薄膜、MEMS

## 1. 研究開始当初の背景

金属ガラスは、約 50 年まえに発見され、結晶材料に比べて、優れた機械特性を有していることがわかった。しかし、低いガラス系性能と機械的脆性によって、応用面は限られ

てきた。最近の研究によって、良延性は金属ガラスの試料サイズを小さくすることで、改善できることがわかってきた。結果として、MEMS やナノ物質作製といった小さなスケールの部品は、ガラス形成能はあまり重要では

なく、しかも高い塑性変形能が得られるため、金属ガラスの応用面にとって重要な方向付けである。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、金属ガラス薄膜と基板との界面構造と結合強度の関連性について、定量評価手法を確立することである。評価手法の確立は、ナノメカニカルデバイス (MEMS) のパフォーマンスと信頼性向上のために必要であり、金属ガラスを利用した次世代の MEMS デバイスの開発に有効である。

## 3. 研究の方法

界面構造と結合強度の主要因子を明らかにするために、マグネトロンスパッタ装置を用いて、種々の金属ガラス薄膜/基板を作製し、系統的に実験条件を変えて研究に取り組んだ。また、構造評価のために球面収差補正透過電子顕微鏡 (TEM, JEM-2100F), 原子間力顕微鏡 (AFM), 走査電子顕微鏡 (SEM), X 線回折装置 (XRD) を用いた。

TEM 実験においては、通常の高分解能像観察に加え、走査型 TEM を用いた、高散乱角環状暗視野法 (HAADF-STEM) を用いることで、金属ガラスの局所的な密度差を見積もった。この方法では、組成揺らぎが無く、試料の厚さ

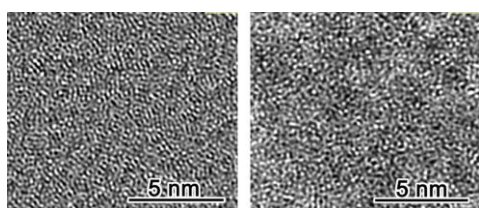


図 1. 左図が TEM による高分解能像で、右図が高散乱角環状暗視野像。

が均一であれば、コントラストの濃淡は密度に由来すると考えることが可能である。

また、AFM 実験については、元来ポリマー材料向けに開発された手法であるが、金属ガラスにも適していることがわかったため、それを用いて、金属ガラスの表面を調べた。こ

の手法では、先端の半径がわずか 1 nm という鋭いチップ (探針) がついている振動カンチレバー (片持ち梁) で金属ガラス膜の表面を走査し、探針とガラス表面の相互作用を利用して、探針の振動の位相変化からチップ直下の材料の粘弾性によるエネルギー散逸を計算することができる。同時に、ガラス表面の形状も評価が可能である。

## 4. 研究成果

多成分系金属ガラス薄膜は、マグネトロンスパッタ装置のシングルターゲットを用いて行った。金属ガラスのターゲットとスパッタ条件を制御することで、薄膜をターゲット材の組成になるようにするとともに、アモルファス構造にすることができた。薄膜はバルクガラスに比べて、より広いガラス過冷域を持っていることがわかった (図 2)。また、

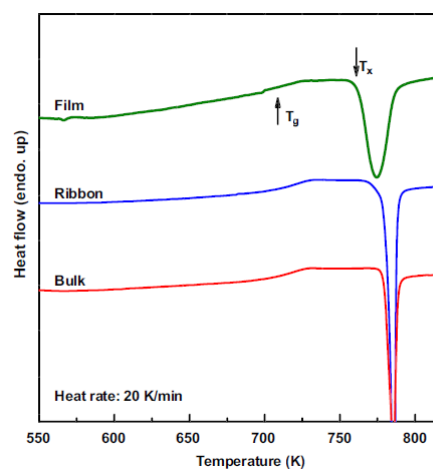


図 2. フィルム、リボン、およびバルク金属ガラス試料から得られた DSC 曲線。

スパッタ出力とアルゴンガス圧はガラス薄膜の成長の制御する重要なパラメータであることがわかった。図 3 に示すように、スパッタ条件を連続的に変えることによって、薄膜の成長モードに動的非平滑化 (ラフネス) と動的平滑化との遷移が観察された。図 4 は

AFM によって表面のラフネスを評価したものである。1nm 以下の表面ラフネスが確認できる。薄膜の表面粗さは 20nm から原子レベルの平滑性まで、アルゴンガス圧を減らし、成膜時間を増やすことで制御することができた(図 5)。合金ターゲットの微細構造は、

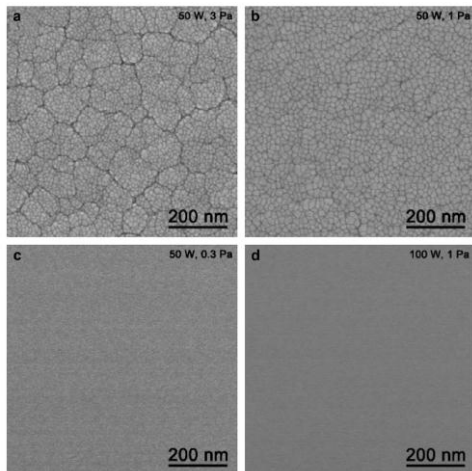


図 3. スパッタ出力やアルゴンガス圧を変化させた際の組織の違い。

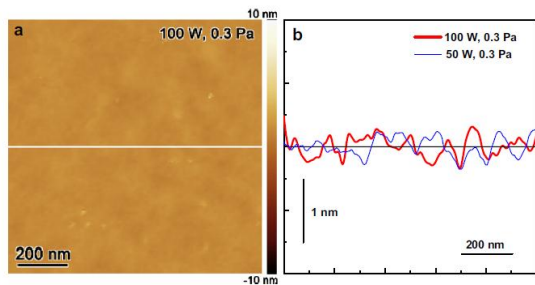


図 4. AFM によって評価した薄膜のラフネス評価

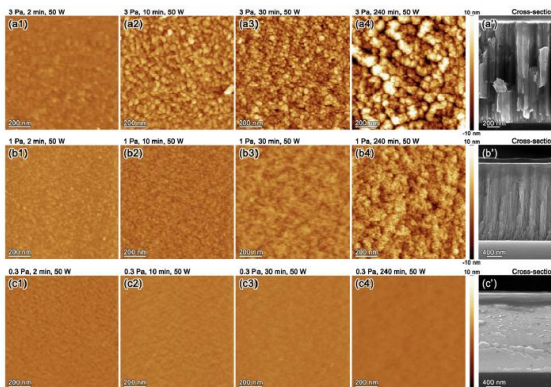


図 5 アルゴンガス圧と成膜時間を変えたときの薄膜表面と断面積の観察

薄膜の組成や成長モードに影響を与えな

った。一般的にバルク金属ガラスターゲットは、少し高いスパッタ速度で成膜される。しかしながら、多結晶のターゲット材料を使うことは、材料費を劇的に下げることができるため、金属ガラス薄膜の工業化には重要である。多元系金属ガラス薄膜の微細構造、化学

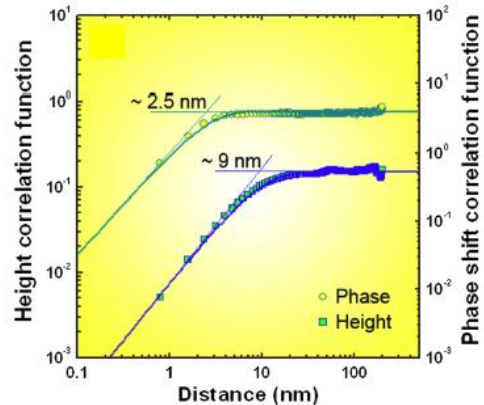


図 6. 金属ガラス表面から得られた位相変化と高さ変化。

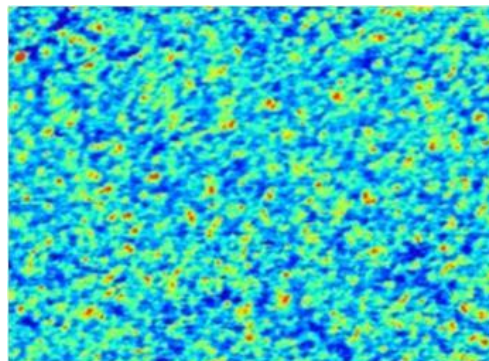


図 7. AFM チップの位相変化。金属ガラスが弾性的に不均一である事がわかる。横幅は約 200nm。

組成、表面粗さは、シングルターゲットのマグネトロンスパッタ装置で同時に制御することができた。原子レベルで平滑な表面と所定の化学組成はスパッタ条件によって同時に達成できることもわかった。機械的構造評価を行うと、薄膜の硬度は薄膜成長モードの遷移に起因した薄膜の微細構造と密接に関わっていることがわかった。

一方で、動的原子間力顕微鏡の利点を生かし、実空間における金属ガラス中のナノスケールの機械的不均一性の評価を行った。測定された粘弾性に基づいたエネルギーの散逸は約 12%で、相関距離は約 2.5nm であり、せん断遷移領域 (STZ) のサイズと金属ガラスの第 2 緩和の相関距離とほぼ同程度であった (図 6, 7)。

このように、金属ガラスの粘弾性が不均一であることは、他の領域よりも原子がゆるく詰まっている領域 (低密度領域) があることを示唆しており、金属ガラスの破断や形成のメカニズムの解明に役立つ可能性がある。たとえば、粘弾性の高い領域は、機械的応力を加えると、他の領域よりも強く変形すると予想される。これらのデータは、金属ガラスの原子モデルと巨視的モデルの間のギャップを埋めることができると考えられ、非常に重要な結果である。

本研究の成果によって、ガラス安定性に関連する原子構造の重要な知見が得られたとともに、金属ガラスの機械特性に関する理解の一助となれば幸いである。

#### 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 2 件)

1. Y. H. Liu, D. Wang, K. Nakajima, W. Zhang, A. Hirata, T. Nishi, A. Inoue, M. W. Chen. Experimental Characterization of Nanoscale Mechanical Heterogeneity in a Metallic Glass by Dynamic Force Microscopy, Phys. Rev. Lett. 106, 125504, (2011). 査読有
2. Y.H. Liu, T. Fujita, A. Hirata, S. Li, H. W. Liu, W. Zhang, A. Inoue, M. W. Chen. Deposition of multicomponent metallic glass films by single-target

magnetron sputtering, Intermetallics. 21, 105 (2012). 査読有

[学会発表] (計 1 件)

Y.H. Liu, D. Wang, K. Nakajima, W. Zhang, A. Hirata, T. Nishi, A. Inoue, M. W. Chen. Characterization of nanoscale mechanical heterogeneity in a metallic glass by dynamic force microscopy. JIM Fall Meeting. Okinawa, 9. Nov. 2011.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

#### 6. 研究組織

(1) 研究代表者

柳 延輝 (LIU YANHUI)

東北大学・原子分子材料科学高等研究機構・助教

研究者番号 : 70506469