

## 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 25 年 5 月 30 日現在

機関番号：34416

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2011～2012

課題番号：23860057

研究課題名（和文）マイクロ要素界面のはく離破壊に対する環境強度メカニズムの解明

研究課題名（英文）Study on mechanism of environmental effect on interfacial fracture in micro-scale components

## 研究代表者

高橋 可昌 (TAKAHASHI YOSHIMASA)

関西大学・システム理工学部・助教

研究者番号：20611122

研究成果の概要（和文）：マイクロ要素の界面端からの剥離破壊発生強度に及ぼすガス環境の影響を明らかにすることを最終目的として詳細な実験解析を試みた。異材界面を含むマイクロ要素試験片を集束イオンビーム法により作製し、精密な負荷機構を有する試料ホルダーと環境セルを備えた超高圧透過電子顕微鏡を組み合わせ、ガス環境中における剥離破壊のその場観察と破壊荷重の検出に世界で初めて成功した。一方、最終目標を達するためには、今後も系統的な実験解析を継続する必要がある。

研究成果の概要（英文）：Experimental analyses were performed to elucidate the effect of gaseous environment on the strength against crack initiation from interface free-edges in micro-scale components. The micro-components containing interfaces were fabricated with a focused ion beam technique. A specimen holder with a precise loading apparatus was operated in a high-voltage transmission electron microscope equipped with an environmental cell. The in-situ observation of interfacial fracture process, as well as the measurement of critical load at fracture, was successfully conducted for the first time in a gaseous environment. However, a systematic study needs to be further implemented to clarify the mechanism of environmental effect.

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2011 年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2012 年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,500,000	750,000	3,250,000

研究分野：材料力学

科研費の分科・細目：機械材料・材料力学

キーワード：マイクロ要素、界面、環境強度、透過型電子顕微鏡

## 1. 研究開始当初の背景

異なる材料の接合界面は弾性定数の不整合や製造プロセスに起因する欠陥が混入しやすい部位であるため、界面に沿った剥離破壊が生じやすい。特に、界面と自由表面の交差部である界面端は、き裂が無くても特異応力場が形成されうることから、剥離破壊の起

点となりやすいことが知られている。3次元寸法が極めて小さなマイクロスケールの微小要素（以下、マイクロ要素）においては、界面端からのはく離き裂発生が界面全路の破壊に直結する。このため、マイクロ要素の界面端における剥離き裂発生強度特性を明らかにすることが重要である。報告者は、本

研究課題を開始する以前より、マイクロ要素の界面端剥離破壊発生強度を実験により評価するという極めて困難な課題に挑戦してきた。マイクロ要素は「つかむ」こと自体が困難であるため、特殊な負荷方法を考案する必要があった。報告者は、AFM（原子間力顕微鏡）や TEM（透過型電子顕微鏡）中における剥離試験法を開発すると共に詳細な応力解析を実施し、剥離破壊発生が界面端近傍の局所領域（10～100 nm 程度）における特異応力場に支配されていることを明らかにしてきた。

一方、材料の強度特性は一般に環境の影響を受ける。原子寸法が小さく容易に吸着・吸蔵される水素が環境中に存在する場合、バルク金属は著しい強度低下（水素脆性）を示すことが知られている。マイクロ要素の場合、寸法が極めて微小であることから、材料内部および界面への水素の拡散輸送はいずれも容易であると考えられる。その結果、界面にトラップされた水素は、界面の真性強度（結合強度）を変化させると予想される。一方、材料内部に固溶した水素は、材料の降伏特性をも変化させると予想される。界面端からの剥離破壊発生強度特性は、これらの異なるメカニズムの影響を同時に受け、マクロな構造体の強度特性とは異なる可能性がある。しかし、実験的な検討が行われた例は報告されていない。

## 2. 研究の目的

本研究課題では、従来の強度評価手法を適用することが困難な超微小スケールのマイクロ要素を対象に、実験力学のさらなる可能性を追求すべく、特に以下の点に着目した検討を実施することを目的とした。

- (1) 局所環境下におけるその場観察剥離試験手法の開発
- (2) 界面端の剥離破壊に対する環境強度メカニズムの解明

## 3. 研究の方法

本研究を遂行する上では、(i)界面を含むマイクロ要素試験片の作製、(ii)界面剥離試験方法、および(iii)局所環境制御手法、の3つが鍵となる。

図1に、マイクロ要素試験片の作製方法を模式的に示す。まず、シリコン（Si）ウェハ上に複数の薄膜（銅；Cu、窒化ケイ素；SiN、カーボン；C）をあらかじめ成膜した材料を用意した。この材料から、一辺が約10 μmのブロックを集束イオンビーム（Focused Ion Beam；FIB）によって切り出した。FIBとは、電界加速した液体金属（ガリウム）のイオンビームをミクロンオーダー以下の目標領域に照射して材料をスパッタリングする（削り飛ばす）加工方法である。次に、先

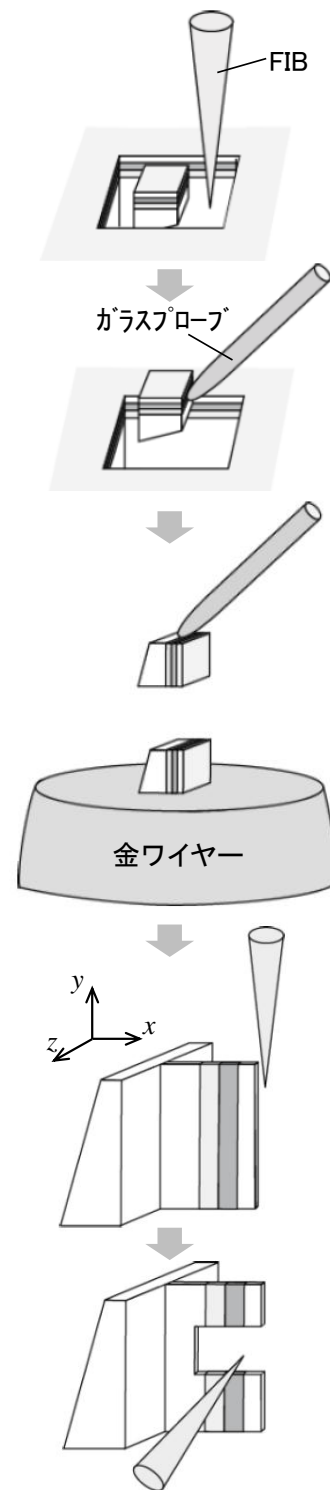


図1 マイクロ要素試験片の作製方法

端径が約5 μmのガラスプローブを用いてブロックを引き上げ、先端を細くした金ワイヤーの先端まで搬送し、接着固定した。その後、ブロックの一部をFIBによってz方向の厚さが0.5 μm程度になるまで薄く加工した。最後に側面からy方向の高さが1 μm程度となるように加工し、界面端を持つ微小な片持ち

梁（カンチレバー）試験片とした。

図2に界面剥離試験法を模式的に示す。試験片の寸法が極めて小さいため、電子顕微鏡で拡大像を見ながら負荷試験を行う必要がある。そこで、透過型電子顕微鏡（TEM）の試料ホルダーに小型の力学負荷機構を組み込んだ装置（ナノインデントホルダー）を使用した。試験片を高倍率で観察しながらピエゾアクチュエータにより移動させ、負荷チップの先端に押し付けることで負荷を与えた。印加荷重  $P$  は、負荷チップ背後に取り付けた超微小荷重センサーにより測定した。負荷チップによりカンチレバーの SiN 層上面に荷重を負荷すると、曲げモーメントが最大となる固定端近傍に位置する界面端（Si/Cu 界面端）には特に大きな引張応力が負荷され、ここから剥離破壊を生じさせることが可能である。

試験片周囲の局所環境制御については、TEM 鏡筒内の試料周りにガス雰囲気を作る機構（環境セル）を備えた超高压電子顕微鏡を使用することで実現した。本顕微鏡（反応科学超高压走査透過電子顕微鏡（RSHVEM）；名古屋大学所有）は、超高压（電子加速能：1000 kV）の電子加速能と環境セルを組み合わせた世界唯一の TEM であり、ナノスケール物質科学を国際的にリードする我が国の先端施設の一つとして期待されている（2010年より稼働）。本顕微鏡の優れた電子加速能により、環境ガスに起因する著しい電子線散乱による像分解能の低下を回避し、サブミクロン試験片への正確な負荷を可能にした。

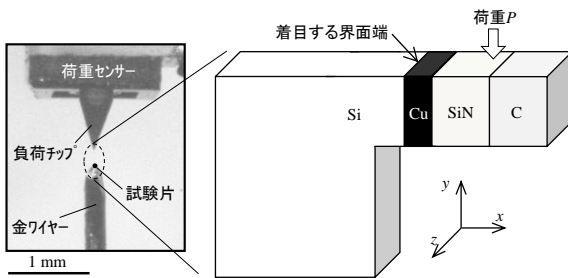


図2 界面剥離試験法

#### 4. 研究成果

図3は、負荷開始時（A点）、最大荷重点（B点）および剥離破壊直後（C点）におけるマイクロ要素試験片のその場観察 TEM 像と荷重変化を示す。なお、本実験は環境セルにより制御されたガス環境中（ $N_2H_2$ ：3000 Pa）で実施した。負荷開始後、荷重  $P$  は単調に増加し、B点において最大値（ $P_c = 36 \mu N$ ）に到達した。この間、試験片はたわんでいるが、Si/Cu 界面端から亀裂は発生しておらず、

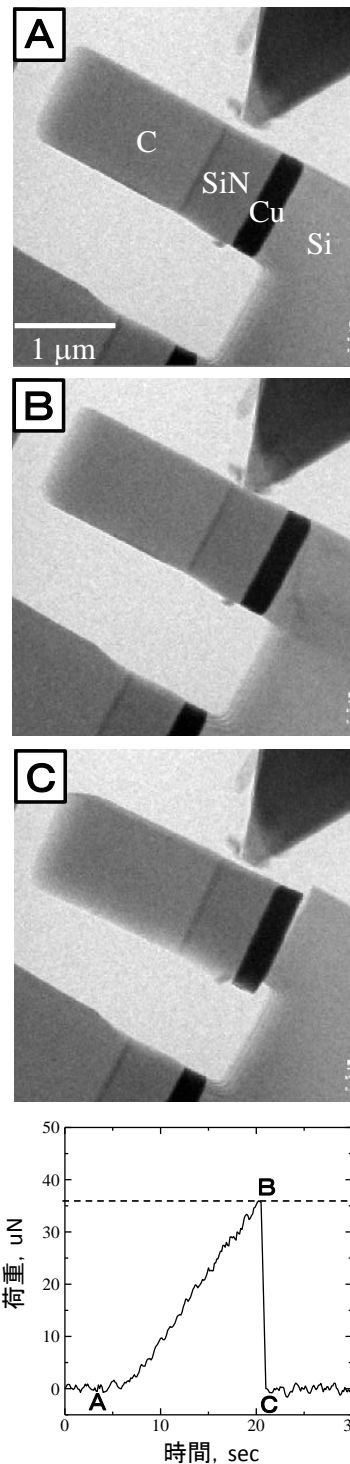


図3 試験結果（剥離破壊のその場観察 TEM 像と計測荷重の変化）

また負荷が集中するチップ接触部においても損傷は認められない。B点の直後、荷重  $P$  は急速に 0 まで低下し、C点に示すように Si/Cu 界面に沿って亀裂が発生し、瞬時に界面を進展した。

以上のように、マイクロ要素界面端からの剥離亀裂発生現象（ガス環境中）をその場で

捉えるとともに、亀裂発生荷重  $P_c$  の同時測定に世界で初めて成功した。また、本実験結果を基に3次元有限要素解析を実施し、剥離亀裂発生時点における界面端近傍の局所応力場評価にも漕ぎ着けた。すなわち、目標としていた「局所環境下におけるその場観察はく離試験手法の開発」は高い水準で達成し、更に剥離強度の定量的（力学的）評価に関しても一定の目処が立ったと言える。

一方、本研究の遂行過程においては予期できない装置不具合が頻発し、長期間に渡る実験中断を度々余儀なくされた。このため、当初予定期間内において本格的な検討（剥離強度に及ぼすガス環境の影響評価、ガス圧や界面トラップ密度、マイクロ要素の塑性特性の変化等の影響評価）を実施するまでに至らず、もう一つの主要目的である「剥離破壊に対する環境強度メカニズムの解明」については今後の研究進展を待たねばならない。

最後に、本研究の更なる進展は、材料の環境強度におけるスケール効果の概念を新たに開拓・構築する上で重要な知見をもたらすと期待され、微細デバイスの強度設計の観点からも緊急性を要する。また、このような試みは、材料強度学および電子顕微鏡学の双方を同時に（横断的に）発展・進歩させうることから意義が大きく、報告者は現在も実験解析を継続的に鋭意実施中である。

## 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 鈴木俊明、高橋可昌、FIBによるその場電顕観察用試料の作製と材料科学への応用—FIBとガラスマニピュレータによるTEM試料作製—、まてりあ、査読有、51巻、2012、pp. 545–551
- ② 高橋可昌、マイクロ構造物の界面強度評価、関西大学理工学会誌、査読無、Vol. 19、2012、pp. 59–62

〔学会発表〕（計1件）

- ① 荒井重勇、高橋可昌、山本悠太、近藤光、大田繁正、田中信夫、反応科学超高压電子顕微鏡とナノインデントホルダーを用いたナノ構造体界面強度評価、日本顕微鏡学会第68回学術講演会（つくば国際会議場） 2012年5月14日-16日

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

高橋 可昌 (TAKAHASHI YOSHIMASA)  
関西大学・システム理工学部・助教  
研究者番号：20611122