521

ナノ材料界面き裂の発生・伝ば過程のその場観察

京都大学[院] 京都大学 ○高橋可昌 北村隆行 京都大学 平方寬之

In Situ Observation of Interfacial Crack Initiation and Propagation in Nano Materials Yoshimasa TAKAHASHI, Hiroyuki HIRAKATA and Takayuki KITAMURA

1 緒

言

NEMS (Nano-Electromechanical System) や VLSI のよ うな先進デバイスは, 10~100 nm オーダの寸法を持つ低 次元構造体(点,線,膜)により構成されており,多く の異材界面を有する.界面は,変形のミスマッチに起因 する応力集中が生じる部位であり,破壊の優先的な発生 箇所となっている.マクロ材の界面強度については,界 面端部やき裂先端近傍の応力特異場の強さに着目して, 破壊力学による評価が行われている.一方,ナノ構造体 の界面強度については,応力特異場の寸法が相似的に縮 小するため,破壊力学パラメータに基づく界面破壊基準 の有効性は明らかでない.本研究は,ナノ構造体の界面 き裂発生・伝ば特性を力学的に評価することを目的とし ている.

界面強度を力学的に評価するためには、制御された負 荷を界面に加え、破壊過程を詳細に観察する必要がある. しかし、ナノ構造体に対しては、その微小さに起因して、 ①負荷位置の制御、②破壊荷重の検出、③破壊過程の観 察、が困難である.

本研究では,TEM (透過型電子顕微鏡) に微小荷重の 測定が可能な力学試験装置を組込んだ新規システムに よって上記の問題点を克服し,ナノ構造体の界面き裂発 生・伝ば過程を詳細に観察した.

2 試験方法

2.1 試験システム Fig.1 は, 試験システムの構成を示 す. 本システムは, TEM (日本電子社製; JEM-2100), 微小力学試験装置を組込んだ試料ホルダー (Nanofactory 社製; SA2000N), および観察像を取込むデジタルカメ ラ (Gatan 社製; DualVision 300) よりなる.

Fig.2 は, 微小力学試験装置を示す.本試験装置は, 3D ピエゾ素子により可動ロッドを介して駆動されるステ ージ(x, y移動精度:0.02 nm/z移動精度:0.0025 nm) と微小荷重センサーを取付けたダイヤモンド製負荷チ ップよりなる.ステージ上の金ワイヤー(�0.4 mm)先 端に固着した試験片に対して, Fig.3 に示すように, 負荷 チップで任意の位置に負荷を与えることができる. Fig.4 は,荷重センサーを模式的に示す.本荷重センサーは, 一対の対向電極(上側/下側)を持ち, 負荷チップが搭 載された電極(上側)はバネ支持されている.チップへ の負荷により,上側電極は変位し,電極間に容量変化が 生じる.この容量変化を読み取り,あらかじめ求めた荷 重との校正関係を基に,検出荷重を算出する.本荷重セ



Fig.1 Schematic illustration of the testing system.



Fig.2 Mechanical testing apparatus.



Fig.3 Magnified view of specimen and loading tip.

Fig.4 Schematic illustration of the load sensor.

ンサーの荷重レンジは 0-100 μN, 荷重検出精度は 0.1 μN, 荷重サンプリング周期は 109 ms である.

本試料ホルダーを TEM 鏡筒に挿入し, 試験片および 負荷チップに対して Fig.2 の y 方向から電子ビームを照 射し, シンチレータを介して鏡筒下部に取付けたデジタ ルカメラの CCD に結像する. これにより, 観察像をモ ニター上で常時確認することが可能である. すなわち, 本試験システムにより, 微小試験片の任意の位置に正確 に荷重を印加し,負荷荷重を精度良く検出しつつ,試験 片の破壊過程をその場で観察することが可能である. 2.2 試験片および試験方法 Fig.5 は,試験片および負 荷形態を模式的に示す.試験片は、シリコン基板上に積 層した多層薄膜を FIB(集束イオンビーム)により界面 端を有する薄板状に加工したものである.本試験では SiN/Cu界面端からのき裂発生・伝ばを対象としている. SiN 層幅(100 nm)が負荷チップ先端径(\$200 nm)よ り小さいため,C層および Pt 層をあらかじめ堆積するこ とで,負荷チップ接触部の幅を確保した.

試験片への負荷は,試験片と負荷チップの相対位置を モニター上で確認しながら,手動操作で行った.Fig.5 に示すように,負荷チップ先端を C/Pt/SiN 層の端部に当 て,-z方向へせん断型の負荷を与えた.試験は,室温お よび真空下で行い,観察時の TEM 加速電圧は 200 kV と した.



Fig.5 Specimen and testing configuration.

3 試験結果および考察

Fig.6 は荷重曲線を示す.また,Fig.7 は荷重曲線中の a~d 点における試験片の様子を示す.a 点から b 点にか けて,荷重は増加しているが,試験片に大きな変形は見 られない.b点(最大荷重点;23.1 μ N)から c 点にかけ て,SiN 層端部(図中の破線位置)は負荷方向(-z 方向) へ約 20 nm 変位し,荷重が 3.8 μ N 低下している.SiN 層 端部の変位量は,Cu 層厚さ(200 nm)の約 10%におよ ぶことから,b 点において SiN/Cu 界面端からせん断型の き裂が発生し,c点にかけて伝ばしたと考えられる.そ の後,c点からd点にかけて,負荷チップが面外方向(y 方向)へずれた結果,除荷されると共に,き裂は開口し た.試験後の詳細観察より,き裂は SiN/Cu 界面近傍の Cu 層中を伝ばしたことがわかった.

以上,本試験システムにより,ナノオーダの寸法を持 つ積層構造体において,界面端からのき裂発生・伝ば過 程を詳細に観察し,その際の荷重を精密に測定すること に成功した.今後,本システムを用いた実験観察とそれ に基づく力学解析により,ナノ材料の界面強度を力学的 に評価していく予定である.

4 謝辞

本研究は、科学研究費補助金・基盤研究(S)

(No.16106002)の援助を得て行われた.また,本研究 を遂行するにあたり,日本電子(株)ならびに Gatan Inc. に御協力いただいた.ここに謝意を表する.



Fig.6 Relationship between load and time.



Fig.7 Snapshots of crack initiation from the free interface edge.