微小片持ちはりのタッピングによる 表面機械特性の推定と識別*

諸 貫 信 行** 佐 藤 昌 明***

Estimation and Discernment of Mechanical Properties in Microscopic Area by Tapping with Micro-Cantilever

Nobuyuki MORONUKI and Masaaki SATO

This paper proposes an estimation method of mechanical properties in microscopic area using tapping with a micro-cantilever. Resonance frequency and amplitude of the cantilever change depending on the mechanical properties of the material tapped. In this paper, oscillating cantilever and viscoelastic specimen were modeled by mass-spring system with damper and their transient behavior during tapping was simulated. In experiments, different materials were tapped with cantilevers of which length is 1.28mm and the original resonant frequency is 31.77kHz, and the shift of resonant frequency and amplitude in tapping were measured. The simulation results were fitted on experimental results and the equivalent properties were estimated by model parameters. The fitting results coincided qualitatively with the actual ones.

Key words: tapping, micro-cantilever, resonance, mechanical properties, silicon

1. 結 言

ウェーハ状態の電子部品の機能検査のため、集合化接触プローブが用いられる。高密度化に対応するためにMEMS技術に応用するなど¹⁾、様々な工夫がなされてきており、小さな接触力で電氣的導通を図るために大電流を流すというフリッティングを適用する試みもある²⁾。しかし、従来のテスターをそのまま適用するには、従来のタングステンプローブと同等の大きな接触力と大変形に耐えられるプローブも必要である。そこで著者らは、単結晶シリコン基板に櫛歯状の加工を行い、これをプローブとして利用することを検討した³⁾。

電子プローブに対する要求として、狭ピッチ化、高強度化等の要求と併せ、将来的にはセンサ機能の付与による知能化も考えられる。例えば、接触すべきパッド(アルミや金メッキ)とシリコン基板ではヤング率等の機械的特性値が異なるため、これを識別できれば、正しい部分への接触が行えているかどうかを確認することができる。

固体表面の機械的特性を評価する方法として、ナノインデントを用いた方法が既に適用されるとともに⁴⁾、種々の材料試験法が検討されている⁵⁾。AFMカンチレバーの非接触モードやタッピングモードでは、カンチレバーと表面との間に複雑な力が作用する。これらの解析は既に多くが行われ⁶⁾⁷⁾、ヘルツ理論を適用して叩かれた材料の特性を推定しようという考えも提案されている⁸⁾。これらの研究では厳密な特性の推定を目的としたものであるものの、原子間力を利用しているため、試料表面から数10nmの極表層部の評価に限られてしまう。

形状計測におけるスタイラスとしてタッピングを用いる研究がこれまでにある⁹⁾。これと同様の原理を用い、電子プローブに

振動を与えて試料を叩いたときの応答から材質を推定できれば合理的なシステムができると考えられる。この場合、機械的特性を評価する範囲は表層数 μm 程度までの範囲となるものの、正確な機械的特性値を知る必要はなく複数の材質の識別程度の機能で十分である。タッピングを行った後の試料内には複雑な音響反射があるため、試料側で弾性波の検出を行うよりも叩いた側の変化から検出する方が安定した推定・識別を行えるとともに構造も単純化できると考えられる。

そこで本研究では、微小片持ちはり(以下、微小はり)が固体表面を叩いたときのその応答の変化から、機械的特性値を簡易的に推定・識別するシステムの試作を行い、その性能を評価することを目的とする。

2. タッピングのモデルとシミュレーション

2.1 力学モデル

図1のように固有振動する微小はりが試料に近づき、叩き始めたとき、試料の機械的特性に応じてその振動状態が変化する。この変化を調べることで、試料側にセンサを付加することなく簡単なシステム構成で試料の機械的特性値を推定・識別しようというのが本研究の目的である。このように衝突と自由振動が繰り返される微小はりの過渡応答を解析する方法としてまず考

Fig.1 Concept of material properties estimation with tapping

* 原稿受付 平成 15 年 6 月 24 日

** 正 会 員 東京都立大学大学院 (八王子市南大沢 1-1)

*** 学生会員 東京都立大学大学院 (現, キヤノン (株) (静岡県裾野市 深良 4202))

えられるのが有限要素法である。しかし、精度良く解析を行うためにはモデルとパラメータすべての適正化を図らなければならない。計算量も膨大なものになる。そこで、簡易解析法として集中定数系によるモデル化と解析を検討する。

解析的には半無限の連続体と想定すべき試料を単純なばね、質量、ダンパ系に置き換えることには問題点もある。たとえば試料側の質量はタッピングにより影響を受ける部分と等価な質量を意味するが、これを事前に見積もることは容易でない。しかし、試料の機械特性値を推定する際には、解析結果を実験結果にフィッティングすることでモデル化された試料のばね・減衰係数等の等価的な材料特性を推定することができると考えられる。本研究では特性値の推定精度よりも、異種材料の識別能力を重視することとする。

微小はりと試料をそれぞれ図2に示すような集中定数系で代表させ、機構解析ソフト Working Model によるタッピングのシミュレーションを行った。このとき、試料側のばね定数(k_s)、減衰係数(C_s)、質量(M_s)、および、微小はりの接触開始後の送り量(Z_s 、以下では試料送りと呼ぶ)をそれぞれ変数としている。同解析ソフトでは、跳ね返りの係数を適宜与えることで、微小はりが試料を叩いたときの過渡現象を応答を容易に解析することができる。図中に示す解析条件は、後の検証実験に用いた寸法や特性値を示しており、共振点周波数なども実験結果に合うように予め調整してある。

2.2 計算結果

図3はタッピング時の微小はりの振幅の周波数応答を計算した結果である。パラメータ Z_s が0から大きくなるにつれて微小はりは自由振動から衝突を伴うタッピング状態へと変化している。このとき、試料側のばね定数と質量の影響を受けて共振周波数は上昇し、振幅は下がる傾向にある。以降では、このようなタッピング時の共振点の変化に着目して試料の材料特性の推定を試みる。

図4には試料送り(Z_s)に対する応答の変化、すなわちタッピング時の共振周波数および振幅の変化を示し、これらに及ぼす材料の機械的特性の影響を明らかにしている。同図では試料の減衰係数を一定とし、ばね定数を変化させたときの応答の変化を示す。結果を見ると、ばね定数の増大に伴って共振周波数の変化および振幅の減少とも大きくすることがわかる。

一方、図5はばね定数を一定とし、減衰係数を変化させたときの計算結果である。定性的な傾向はばね定数を変化させたときと同様であるが、共振周波数の変化はばね定数に強く依存していることがわかる。後には実験結果にフィットするような特性の変化を解析により求め、各特性値の推定を行うが、この手順として、まず、共振周波数の変化が実験結果と合うようにモデルのばね定数を定め、次に振幅の変化が実験結果と合うようにモデルの減衰係数を定めればよいと考えられる。

3. タッピング実験

3.1 実験装置の構成

図6には単結晶シリコン(Si) ウエハをダイシング加工して不要な部分を除去して作製した微小はりのSEM写真を示す。はりの根元部分はブレードの切込みが一定でなかったためか、整っていない。しかし、はりの側面や上下面は整った形状となっていることがわかる。単結晶Siの方位による破壊強度の違いを考慮し、微小はりの長手方向を<100>方位にとってある。微小はり先端には先端曲率半径が50 μ mの圧子を接着し、タッピング時の接触領域の不確定さを極力小さくした。

Fig. 2 Analytical model and conditions for analysis

Fig. 3 Resonance frequency and amplitude (simulation)

Fig. 4 Effect of spring constant on resonance

Fig. 5 Effect of damping on resonance

Fig. 6 SEM photo of the cantilever

図7は実験装置構成を示す。微小はり支持部にある圧電素子を用いて正弦波加振を行いながら、微小はりとは試料との相対位置を3軸ピエゾステージ(フィードバック付、公称分解能1.2nm)を用いて変化させることで、タッピング時の試料送りとタッピング位置(XY座標)を制御できるようになっている。これらの構造がさらに1軸ステージ上に置かれ、系全体を移動できるようになっている。加振周波数を掃引することで、変動する共振点を検出することもできる。タッピング中の微小はりの振動はドップラー振動計(分解能 $2\mu\text{m}/\text{V}$)を用いて観察され、オシロスコープと周波数カウンタを用いて振幅と周波数を測定し、また、デジタルロックインアンプを用いてはりの振動の加振信号に対する位相遅れを測定した。表1にはピエゾステージ、およびドップラー振動計の主な仕様を示す。

まず、振動モードが意図するものになっているかどうかを確認するための実験を行った。加振周波数を掃引しながら微小はり先端部の変位を測定した結果、図8のような周波数応答が得られた。同図中には各部の寸法も示してある。

加振装置全体をステージで移動させながら振幅を測定することで振動モードを測定した結果を図9に示す。条件が異なるため図8の振幅とは異なるものの、加振周波数2.84、2.70および、20.18kHzにおいてはAl板の共振に伴う振動モードが確認でき、周波数31.77kHzではAl板材の共振に伴う振動ではなく、微小はりの固有振動であることがわかる。その振幅はAl板材振動時の振幅よりも大きかった。加振周波数31.77kHzでは、微小はりの振動に対するAl板材振動の影響が無視でき、微小はりの影響のみを扱うことができると考えられるため、以降の実験ではこの周波数で加振を行った。

3.2 接触の検出と予備実験

タッピング時には微小はりとは試料の接触判定を厳密に行う必要がある。図10は、振動している微小はりに対する試料(Si)の送りを変化させたときの、微小はり先端の振幅と位相の変化を示す(加振周波数は31.77kHzで一定)。接触点近傍においては、振幅の変動が大きいのにに対して位相はばらつきが少なく接触前後での値の変化が大きいことから、接触検出により適していると考えられる。そこで、安定して接触を検出できる位相差を実験を繰り返しながら経験的に決定し、位相が 5° 変化した地点を接触開始点(試料送りの原点 $Z_s=0$)とした。接触開始点の検出再現性は $\pm 3.6\text{nm}$ ($\pm 3\sigma$)の範囲内であった。

図11には単結晶Si(100)をタッピングしたときの微小はり先端の振幅と位相の周波数応答を示す。試料送り(Z_s)の増加に伴って共振周波数が高くなり、振幅は減少している。この結果は解析結果(図3)とよく一致する傾向にあるものの、試料送りに対する共振周波数の変化は解析結果に比べてやや大きめの値となった。このような実験結果に解析結果をフィッティングする

Fig.7 Experimental setup

Table 1 Specifications of apparatus

3-axes Piezo stage		Doppler vibrograph	
Nominal resolution	80 μm /16bit 1.2/bit	Gain	2 $\mu\text{m}/\text{V}$
Stroke	80 μm	Frequency range	DC-40MHz
		Laser spot size	$\phi 5\mu\text{m}$

Fig.8 Frequency response of the cantilever

Fig.9 Vibration mode of the system

Fig.10 Vibration at the transition from free oscillation to tapping

Fig.11 The effect of specimen feed Z_s on the resonance

ことで、タッピングによる試料の材料特性の推定が可能であると考えられる。

図12にはタッピング時に作用する力を測定した結果を示す。水晶式のカセンサ(感度 $4.4\text{pC}/\text{N}$)を直接タッピングした時に得

られた信号を平均化し、その直流成分を求めた結果を示す。図の横軸は振幅の減少(自由振動時の振幅に対する比率も示してある)であり、試料送りに伴って振幅が減少し、これにつれてタッピング力が大きくなっていることがわかる。なお、この程度の小さなタッピング力では、後述するように試料が金の場合を除き、表面にダメージは残らなかった。

4. フィッティング

4.1 ヤング率の推定

図13には単結晶Si、金(Au)、および、ポリ塩化ビニル(PVC)をタッピングしたときの共振点の変化、および、シミュレーションにより得られた結果を併せて示してある。定性的には正しいフィッティングができていているものの、実験とシミュレーションでは試料送りに対する各量の変化率が異なる点を考慮すると、高い推定精度を期待することはやはり難しいと考えられる。ばね定数が $k_s=1 \times 10^4$ の結果とSiとが、また、ばね定数が $k_s=1 \times 10^3$ の結果とAuとがそれぞれ正しくフィッティングできているものと仮定し、Hertz理論を用いてばね定数からヤング率への換算(局所的近似)を試みる。

Hertz理論により、接触している平面と球(曲率半径 R)との間に生じる力(F)と変位(δ)の間には次の関係式が成立する¹⁰⁾。

$$F = \frac{4}{3} E^* R^{\frac{1}{2}} \delta^{\frac{3}{2}} \quad (1)$$

ここで E^* は次式で示される2物体の複合ヤング率である。

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (2)$$

ここで E_1 , E_2 と ν_1 , ν_2 はそれぞれの物体のヤング率とポアソン比である。本研究では圧子先端曲率半径(R)は $50 \mu\text{m}$ であり、変位(δ)が微小領域($0 < \delta < 0.2 \mu\text{m}$)においては、上式は次のように近似できる。

$$F = 4.30 \times 10^{-6} E_s \delta \quad (3)$$

また、ばね定数 k_s と力 F 、変位 δ には次式の関係がある。

$$F = k_s \delta \quad (4)$$

これらの関係より、ばね定数からヤング率の推定値を求めることができる。

$$4.30 \times 10^{-6} E_s = k_s \quad (5)$$

これにより、Si($k_s=1 \times 10^4 \text{N/m}$)は $E_s=2.3 \text{GPa}$ に、また、金($k_s=1 \times 10^3 \text{N/m}$)は $E_s=0.23 \text{GPa}$ に相当することがわかる。これらは各種文献に示されている数値(Si: 190GPa , Au: 78GPa)に比べて $1/400 \sim 1/80$ の値である。タッピング時は表面構造の影響等で硬さがバルク材と異なるとも考えられるため、ナノインデントレーション法により試料のヤング率を測定したが、ほぼ同じ結果であった(Si: 193GPa , Au: 89GPa)。タッピング時には微小はりと試料が接触と離脱を繰り返すため、接触面積は有限の大きさと零の間を繰り返し変動する。上記解析ではこれを考慮していないため、ヤング率が小さめに推定されたと考えられる。しかし、定性的には正しい結果であり、材質の識別は十分にできると考えられる。

4.2 内部減衰の推定

図14は、各試料をタッピングしたときの共振周波数が 130Hz だけ変化したときの共振点近傍での位相遅れを測定した結果である。ここでは、共振点での位相差が -90° になるよう実験結果のy切片を調整してある。共振周波数近傍での位相角の変化率(傾き)がSi, Au, PVCの順に大きくなり、この順に減衰係数が

Fig.12 Tapping force vs amplitude attenuation

Fig.13 Results of fitting for estimation of spring constant and damping

Fig.14 Effect of material damping on the phase property near the resonance

大きいという結果を示している。この結果は定性的に正しいと考えられ、図13のようなフィッティングは行わなくとも、共振点近傍での特性から機械特性値の比較および材質の識別が可能であることを示している。

4.3 評価領域の深さの推定

Si, PVCをタッピングしても圧痕は残らなかったが、Auの場合は、試料送りを小さくしても必ず圧痕が観察された。図15にはAuをタッピングしたときの圧痕をレーザ顕微鏡で観察した結果を示す。圧痕①は微小はりの振幅が $1.65 \mu\text{m}$ から $1.4 \mu\text{m}$ に減少するまで試料を送った($Z_s=141 \text{nm}$)ときのものであり、②～⑤は同様に微小はりの振幅が $1.2 \mu\text{m} \sim 0.6 \mu\text{m}$ に減少するまで試料を送ったときのものである。試料を 141nm だけ送ったとき、圧痕直径が $13.1 \mu\text{m}$ であることから、微小はり先端圧子は試料に対して $d_0=0.33 \mu\text{m}$ だけ沈み込み、その体積は $V_0=2.3 \times 10^{-15} \text{m}^3$ であることが幾何学的な計算からわかる。

フィッティングの結果から前記モデルでの試料質量 M_s は $4 \times 10^{-10} \text{kg}$ と推定でき、Auの密度 19320kg/m^3 を用いてその体積は $V_{Au}=2.1 \times 10^{-14} \text{m}^3$ に相当すると考えられる。試料がタッピングにより影響を受ける3次元的な領域を、圧子が試料に対して沈み込んだ全領域の相似形であると仮定すると、 $(V_{Au}/V_0)^{1/3}=2.1$ となり、その深さは $d_{Au}=0.33 \times 2.1=0.69 \mu\text{m}$ と推定される。また、同

様の計算をSiに関して行くと、 $d_{Si}=1.39\mu\text{m}$ となる。シリコンは金に比べヤング率が高く密度が小さいため、影響を受ける領域が深くまで及ぶと見込まれるものの、その大きさは μm オーダーであり、その領域の平均的な材料特性を評価できたと考えられる。

以上のように、この方法は推定の精度に問題を残すものの、たとえば電子部品検査用のプローブを用いて検査対象の材質識別には十分適用できると考えられる。

4.4 実システムへの適用可能性

以上の基礎的な実験結果より、タッピングによって材料特性を推定できる可能性を示した。しかし、ドップラー振動計のように高価な測定器を必要とするようでは、一般的な適用が困難と考えられる。著者らが既に試作した例³⁾では、図16に示すように圧電セラミックス膜(PZT膜)を微小はりの両面に貼り付け、その片方に電圧を印加することで駆動を行い、反対側のPZT膜でひずみの検出を行った。シリコン基板にPZT膜を接着した後にダイサで切込みを入れることで独立した片持ちはりを作成したため、この例では各はりは電気的には独立ではないものの機構的には独立したものになっている。

図17は実験結果の一例であり、所定の電圧を片側のPZT膜に繰り返しかけながら、その時の反対側のPZT膜に発生する電荷をチャージアンプで増幅して測定した結果を示す。検出用PZT膜とチャージアンプの間の配線から電荷が逃げってしまうため、直流的変位の測定はできなかったものの、1Hz以上の振動変位では図に示すように変位入力に対して良好な線形性をもつ測定が行えた。このようなシステムに交流を印加しながらオフセット電圧を加えることで、タッピングしながらその平均的な位置を変化させることができるため、本論文で提案するようなシステムが実現できると考えられる。実際の応用に際してはこのようなシステムの簡素化を検討する必要がある。

5. 結 言

微小はりで試料をタッピングした時の、はりの振動状態の変化を調べることで、試料の機械的特性を推定する方法を提案し、その可能性を示した。主な結果は以下のように要約される。

- (1) 微小はりで試料をタッピングした時の、はりの振動状態の変化をシミュレーションでフィッティングする手順を明らかにした。
- (2) 上記の手法を用いて試料の機械特性(ヤング率と減衰比)を推定できる可能性があるものの、定量的な推定精度は十分とはいえなかった。
- (3) 長さmmオーダーの微小はりを用いて軽度なタッピング条件を維持できれば、評価範囲は表面より数 μm オーダーと小さくできることがわかった。

フィッティングの精度向上や試料の粘性の推定手順の確立、および簡易システムの試作による検証が今後の課題である。

謝 辞

本研究はNEDO地域コンソーシアム研究費の一部を受けて行われたことを付記するとともに、アドバイスを戴いた都立大古川勇二教授(現、東京農工大)および楊 明助教授に謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) K. Kataoka, S. Kawamata, T. Itoh, K. Ishikawa, H. Honma, T. Suga: Electroplating Ni Micro-cantilevers for Low Contact-force IC Probing, *Sensors and Actuators*, A103(2003)116.
- 2) T. Itoh, S. Kawamura, K. Kataoka, T. Suga: Electroplated Ni

Fig.15 Estimation of affected volume by tapping

Fig.16 Prototype of active cantilevers with double-sided PZT films

Fig.17 Relationship between the input displacement and the output of the PZT film

Microcantilevers for Fritting-Contact MEMS Probe Card, *Eurosensors XVI*(2002)139.

- 3) N. Moronuki et. al.: Development of Fine-Pitch Contact Probes and Actuation with PZT films, *Proc. of 5th France-Japan Congress on Mechantronics*(2001)(CD-ROM).
- 4) B. Bhushan: *Micro/Nano Tribology*, CRC press(1999).
- 5) J. P. Spaz et al.: Tapping Scanning Microscopy in Air -Theory and experiments, *Langmuir*, **13**, 17(1997)4699.
- 6) L. Nony, R. Boisgard, J. P. Aime: Nonlinear dynamical properties of an oscillating tip-cantilever system in the tapping mode, *Journal of Chemical Physics*, **11**, 4(1999)1615.
- 7) R. G. Winker et al.: Imaging material properties by resonant tapping-force microscopy: A model investigation, *Physical Review*, **54**, 12(1996)8908.
- 8) D. Srid et al.: Driven nonlinear atomic microscopy cantilevers: From noncontact to ping modes of operation, *Journal of Vac. Sci. Technol. B*, **14**, 2(1996)864.
- 9) 高橋 健, 初澤 毅: マイクロフォークを用いたタッピング スタイラス, *精密工学会誌*, **65**, 12(1999)1751.
- 10) J. Halling: *Principles of Tribology*, Macmillan Press(1975).