集束イオンビームによるパイプ形状金属自立体膜の加工*

森 義博^{*1}, 戸倉 和^{*2}, 吉川 昌範^{*3}Micromachining of Free-Standing Metal Film Pipe
Using a Focused Ion Beam

Yoshihiro MORI, Hitoshi TOKURA and Masanori YOSHIKAWA

The application of a focused gallium ion beam to cutting of a free-standing nickel-titanium alloy film pipe was studied. The pipe was first cut at the part where beam irradiation angle was 40-50 degrees to the normal line of its upper side when a beam was scanned with an intersection angle of 90 degrees to the axis of the pipe. The beam penetrated from the kerf, and the underside of the pipe was cut from the inside. It took a long time to cut both the right and left ends of the pipe. However, they could be cut in a short time by scanning the beam so as to increase the number of ions irradiated to them in a unit time.

Key Words: Non-Traditional Machining, High-Energy-Rate Beam Machining, Cutting, Grooving, Focused Ion Beam, Sputtering, Free-Standing Film Pipe

1. はじめに

大きさがマイクロメートルオーダの微小素子はマイクロマシンと呼ばれ、シリコンプロセスに代表される方法により、いわゆる2.5次元の構造をとるものが多く得られてきた⁽¹⁾。またLIGAプロセスのような3次元構造をとる方法も検討されている⁽²⁾。これらのプロセスは、リソグラフィ技術を適用することが一般的である。これらに対し最近、厚さ数マイクロメートルのNi-Ti合金膜による、直径数百マイクロメートルのパイプ形状の自立体が得られるようになった⁽³⁾。このようなパイプ形状自立体膜は、中空の曲面構造ゆえに、従来のリソグラフィ技術の適用によって加工することは困難である。

それにはエネルギービーム照射による加工が適していると考えられるが、YAGレーザや電子ビームなどの熱加工によるビーム加工では、微小構造体であるための熱変形にともなう破損があり、不適切である。熱影響

が少ないスパッタリングによる加工が行えるイオンビームの加工への適用、特に液体金属源による集束イオンビームは、直径がマイクロメートルオーダのビームであり、走査も可能であるため、微小構造体の加工に適用できると考えられる。

本研究は、ガリウムの集束イオンビームによりNi-Ti合金膜の加工を試み、その加工特性を調べ、さらにパイプ形状の自立体膜の切断への適用を検討するものである。

2. 集束イオンビーム照射装置

本研究で用いた集束イオンビーム照射装置は、走査電子顕微鏡(日立製作所製S-405)から電子銃を撤去し、かわりに液体金属イオン源を備えたイオン銃(エイコー・エンジニアリング製FI-1000)および電源類を取り付けたものである。その概略を図1に示す。真空チャンバやステージ、走査用電源、真空系、2次電子検出・表示系などは走査電子顕微鏡ものを流用している。なおイオン銃内はスパッタイオンポンプにより排気され、イオン源の安定かつ長寿命な作動真空度(10^{-5} Pa台)に保たれているが、チャンバの到達真空

* 原稿受付 1995年7月6日。

^{*1} 正員, 東京工業大学大学院 (〒152 東京都目黒区大岡山 2-12-1)。^{*2} 正員, 東京工業大学工学部。^{*3} 正員, 東京工業大学大学院総合理工学研究科。

Fig. 1 Schematic drawing of the focused ion beam irradiation apparatus

度が低いため (3.8×10^{-4} Pa), スパッタイオンポンプによりイオン銃と試料室の間に差動排気を設けている。

イオン種には, 融点が 29.8°C と低く, また蒸気圧が低いためイオン源が安定に作動でき, さらに原子量が 69.7 と大きい高いスパッタ率が期待できるガリウムを使用した。イオン源から引き出されたガリウムイオンビームはレンズ系により集束されてステージ上に設置された試料台上の被加工物に照射される。最大加速電圧は 25kV まで設定できる。イオン銃にはビーム偏向器が備えられており, これに印加される走査用電源からの電圧信号により片道直線走査やラスタ走査も可能である。最大照射範囲は $1.0 \times 1.4\text{mm}$ である。ラスタ走査時, ビームが被加工物に照射された際に発生する2次電子を検出器により捕らえることにより, 2次電子像が得られる。これによりイオンビームの集束具合の判断や照射位置の設定を行った。

照射位置合わせは, 2次電子像をみながら被加工物が設置されているステージの位置を試料室外部からマイクロメータにより粗調整し, さらにイオンビームをやや偏向させることにより微調整して行った。なお2次電子像観察時も観察部分にはイオンビームが照射されており, 走査電子顕微鏡 (SEM) でもコントラストの違いとして見受けられる場合もある。しかし照射面積は広いと電流密度は小さく, 短時間の観察なので, スパッタリングによる大きな影響はないものと考えている。

3. Ni-Ti合金膜への集束イオンビーム照射

3.1 供試合金膜 被加工物として用いたNi-Ti合

Fig. 2 Free-standing film pipe of Ni-Ti

金膜はパイプ形状の自立体膜と, 基礎的な加工特性を調べるための, 平らな石英ガラス基板上に得られた平面形状膜の2種類である。これらはNi-50at.%Ti合金を到達排気圧力 2.3×10^{-4} Paの真空中で, 蒸発温度 1800°C でフラッシュ蒸着することにより得られたものである。平面形状膜は厚さ $3.6\mu\text{m}$ である。またパイプ形状膜は, ガラス細管の外側に犠牲層として厚さ数マイクロメートルの金蒸着を施したものを基体として回転させながら合金をフラッシュ蒸着した後, 水 40ml - アルコール 60ml 混合溶媒にヨード 1.2g とヨウ化アンモニウム 8g を加えた溶液に6時間浸すことにより金のみを溶解させ, ガラス細管を抜いて得たもの⁽³⁾で, 外径 $130\mu\text{m}$, 膜厚 $2\mu\text{m}$, 長さ 3mm である (図2)。なお, 膜の組成はNi-50at.%Tiで, これは形状記憶合金として知られているもので, 実際にフラッシュ蒸着法によって形状記憶効果を有する膜が得られており⁽⁴⁾, 微小アクチュエータなどへの適用が可能になる。

平面形状膜は, アースされたアルミニウム製の試料台上に導電性樹脂により固定して, ビームを照射した。この際イオンビーム照射による帯電を防止するため, 樹脂が膜の一部を覆うようにした。また, パイプについては導電性テープにより試料台上に固定した。

3.2 集束イオンビーム照射による加工 パイプ形状膜を集束イオンビーム照射によって切断する場合, ビーム走査せずにパイプ表面上に点照射しながらパイプを回転させる方法, 固定したパイプに対してビームを直線走査させて輪切りにする方法, が考えられる。前者では, 微小なパイプを精度よく回転させなくてはならず, 非常に難しい。後者は, パイプ自体を固定させたままでよく, 特別な機構を必要としないので, 本研究では後者によってパイプを切断することについて検討した。

はじめに, 基本的な加工特性を調べるために, 平面形状の膜上にイオンビームを繰り返し直線走査したときの様子を観察した。イオンビームの入射角は被加工物に対して垂直とし, 走査による変化は走査距離に比

(a) Groove on Ni-Ti film

(b) Definition of width and depth of the groove before cut off

Fig. 3 Groove sputtered by the focused ion beam

べて偏向器から被加工物表面の距離が非常に大きいことから無視できるものとした。また走査速度も同様に一定とみなした。

図3 (a) に、得られた溝のSEM観察写真を示す。溝はおおよそ同図 (b) に示すようにガウス分布曲線の形状をしている。これはイオンビームの電流密度分布がガウス分布に近い⁽⁵⁾と考えられる。ここでは同図に示すように溝の幅および深さを求め、イオンビーム照射に対する各々の変化をSEM観察により調べた。

まず、加速電圧とスパッタ率の関係を調べた。ここでは、イオン電流500pA、走査長さ70μm、走査速度5mm/sとし、照射時間は15分とした。スパッタ率は電流値と照射時間から求めた照射イオン数と、除去体積から求めた合金膜の原子数の比として求め、その結果を図4に示す。加速電圧が約20kVから急激にスパッタ率が増加しており、小さな加速電圧では、溝は認められなかった。これより、加工するためには加速電圧を高くする必要があり、本研究では加速電圧は25kVと一定にして以後の実験を行った。

次に、イオンビーム照射時間に対する溝深さ・溝幅の変化を調べた。照射条件は走査長さ70μm、走査速度5mm/sとしている。その結果を図5に示す。溝深さは照射時間にほぼ比例して増加しており、さらに傾きの

Fig. 4 Relationship between accelerating voltage and sputtering ratio

Fig. 5 Relationships between irradiation time and width or depth of grooves

大きさも電流値に比例していることがわかる。これはスパッタリングにかかわる照射イオン数が加工深さに比例しているからといえる。これに対して溝幅は電流値が大きいと広がる傾向はあるが、照射時間の増加に対して一定値に近づく傾向を示している。これは、はじめ電流密度の大きいビーム中心付近から加工が早く進むため溝幅が広がり、ビーム外径程度の幅まで達したところでほぼ一定になるからである。

なお、エネルギー分散型蛍光X線分析によって、これらイオンビーム照射部に微量のガリウムの付着が確認された。しかしパイプ形状膜の切断を考えた場合、切断部のほぼ表層部分に限られ、加工への影響はほとんどないものと考えられる。

Fig. 6 Cutting method of Ni-Ti pipe

(a) Focused on the surface of the film

(b) Focused at the 130 μm higher point of the surface
 Fig. 7 Difference of the groove under the influence of focused point

4. Ni-Tiパイプ形状自立体膜の切断

4-1 焦点位置による溝形状の影響 パイプ形状の自立体膜を切断することを試みた。切断は、図6のようにパイプの長さ方向に対して直角に、ほぼ真上からイオンビームを繰り返し走査することにより行った。これまでの結果より、イオンビームの加速電圧、電流値は大きい方が単位時間あたりに深い溝が得られることから、ビーム照射条件としては、加速電圧25kV、ビーム電流500pAとし、走査長さはパイプ外径よりやや長い140 μm 、走査速度10mm/sとした。

イオンビームの焦点を固定してパイプを切断するには、切り口によってビームの当たり方が異なる。そこ

(a) Top view

(b) Side view

Fig. 8 Top and side view of kerfs

で、焦点位置の違いにより、直線走査で得られる溝幅や溝深さがどのように影響を受けるかを平面形状膜を用いて検討した。ここでは、焦点を膜表面に合わせた場合と、膜上に厚さ130 μm のスペーサをのせてその表面に焦点を合わせることで焦点を膜表面より130 μm 上方にずらした場合の2種類について調べた。

図7に40分間の走査によって得られた溝のSEM写真を示す。電流密度分布の違いに起因すると考えられる、溝の断面形状の若干の違いがみられるものの、溝幅および溝深さはともにほぼ等しい。つまり130 μm の高低差程度ではビーム径に大きな差がみられず、切断の際に影響はほとんどないといえる。

これより、本研究では焦点位置をパイプの最上点に合わせて加工することにした。焦点合わせは次の手順で行った。まず、ビームをラスタ走査させることにより2次電子像を得て、さらに像の倍率を上げることでより切断する部分のパイプ最上点の表面の像を見ながら焦点を合わせる。なお、焦点合わせの基準は表面の微小な凹凸や付着物を利用した。そして焦点を固定したまま140 μm の直線走査に設定し、切断を試みた。

4-2 パイプ形状自立体膜の切断 図8(a)に、切断部を上部からSEM観察した様子を示す。図中のA

Fig. 9 The model of ion beam irradiation to the inside of the pipe

Fig. 10 Cross sections of kerfs of the pipe

は40分照射後のもので、最上点付近や左右両端部ではまだ貫通されていないが、それらの中間付近では貫通されている。したがってパイプは最上点付近や左右両側端部からではなく、イオンビームがパイプ表面の法線に対して $40\sim 50^\circ$ で入射する部分から貫通されはじめることがわかる。これはスパッタ率のイオンビーム入射角度依存性⁽⁶⁾によるもので、パイプ表面に対して垂直や水平に入射するよりもスパッタ率が高いことを示している。図8(a)中のBは照射時間60分のときで、最上点付近でもパイプが貫通されていることがわかる。図8(b)は、ビームがパイプ表面に垂直に入射する最上点付近の貫通部を側面から観察したもので、貫通部が逆ハ状になっていることがわかる。

これらのことから、イオンビームが貫通部に入射している場合の加工状態をモデル図で示すと図9のようになる。貫通部からビームがパイプ内部に照射され、下半分は内部より切断される。パイプ左右両端部付近での加工状態をモデル図で示すと図10のようになり、

Fig. 11 Side view of kerfs by 100 or 120 min irradiation

Fig. 12 Inside of the pipe after 120 min irradiation

はじめ同図(a)中のAとBで示したイオンビームの照射を受ける部分が除去されていく。なお、パイプの法線に対し $40\sim 50^\circ$ 傾いた部分から貫通される際に切断部端がビームに対して傾き、この影響を受けて図中のAはビーム入射方向に対して傾いている。さらに同図(b)のようにAがパイプの上下を分ける中心線より下にくるまで加工が進むと、Aのみがビーム照射されるため、パイプ内部からは内径までで加工の進行が止まり、同図(c)のように進む。このことは図11に示したパイプ側面からのSEM観察写真でも明らかで、照射時間100分と120分の場合を比べると、上からの切断部端の位置は下がるが、下からの切断部端の位置はほとんど変化していない。120分では、図12に示すようにこの未切断部(図中の矢印で示した部分)以外は切断が完了している。しかしこの未切断部の加工は著しく遅く、照射時間240分においても上側と下側の切断部はつながらなかった。

このように、左右両端部を残した状態以降でもパイプの幅全体にイオンビームを走査する方法では加工効率が悪いことがわかる。そこで、まずパイプ幅全体にビームを走査し、続いて左右両端部近傍の $10\mu\text{m}$ のみに走査をさせて未切断部への単位時間当たりのイオン照射量を多くすることにより短時間で切断できるかどうか

Fig. 13 Cut pipe

かについて検討した。

両端の10 μ mを30分ずつ走査することにより、図13(a)に示すように図11における120分走査後の上下の切断部をつなぐことができた。つまり、この方法により照射時間180分でパイプを切断することができ、切断時間短縮に有効であることがわかる。なお、同図(b)中に示した貫通部の幅の狭い部分は切断部のつながったところで、さらに照射時間を多くすることにより他の部分と同じ幅にそろえることができる。

5. ま と め

集束イオンビームによりNi-Ti合金膜の加工を試み、その加工特性を調べ、さらにパイプ形状の自立体膜の

切断への適用を検討した結果、次のことを明らかにした。

(1) 膜上にイオンビームを直線走査すると、スパッタリングにより溝が得られ、加速電圧が大きいとスパッタ率は高くなる。また、ビーム電流値の大きい方がイオン照射量が多くなるため単位時間あたりに得られる溝は深い。

(2) パイプ形状自立体膜の長軸に対して直角に、真上から照射されるビームを繰り返し直線走査することにより切断を試みたところ、パイプ上半分は、ビーム入射角が膜の法線に対して40~50°である部分から切断されはじめる。そして、パイプ下半分は切断部からビームが内部に入射して内側から切断が進むが、パイプ左右両端部は内側から加工されないため、切断の進行に長時間を要する。

(3) パイプ左右両端部では、その部分近傍のみビームを走査させて単位時間あたりのイオン照射量を増やすことにより短時間で切断できる。以上のことから集束イオンビーム照射はパイプ形状自立体膜の切断に有効な方法であるといえる。

文 献

- (1) 例えば、藤正巖ほか3名、マイクロマシン開発ノートブック、(1991)、86、秀潤社。
- (2) 文献(1)、93。
- (3) 楠直人・吉川昌範、パイプ形Ti-Ni合金自立体膜の製作、1995年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集、(1995)、799-800。
- (4) 上野山真ほか5名、真空蒸着法によるTiNi合金薄膜と形状記憶特性の評価、1995年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集、(1995)、801-802。
- (5) Yamaguchi, H., Shimase, A., Haraichi, S., and Miyauchi, T., Characteristics of Silicon Removal by Fine Focused Gallium Ion Beam, *J. Vac. Sci. Technol.* B3-1,(1985), 71-74。
- (6) 金原榮、スパッタリング現象、(1984)、25、東京大学出版会。