

平成12年度

新エネルギー・産業技術総合開発機構研究受託成果報告書

新規産業支援型国際標準開発事業
(マイクロマシン用材料の特性計測評価方法の標準化)

平成13年 3 月

財団法人 マイクロマシンセンター

新規産業支援型国際標準開発事業

(マイクロマシン用材料の特性計測評価方法の標準化)

成果報告書

<要旨>

厚さ $10\mu\text{m}$ 、幅 $100\mu\text{m}$ 程度以下の各種薄膜材料の機械的特性計測評価を可能にする標準的な引張試験方法を開発し規格原案を提案するのが本事業の目的である。具体的には、標準化に適した試験装置の構造や、試験片への荷重の負荷方法、荷重やひずみの計測方法、試験片の装着法、試験片の形状、寸法等について明らかにし、現在提案されている各種方式の試験方法の改良や統合化、さらに適用範囲の明確化、及び適用指針の明確化等を行い、国際規格案を作成していく。今年度は、標準化への適応調査として、国内外でのマイクロマシン用薄膜材料の引張試験、及び標準化に関する最新の技術開発動向を調査した。また、平成13年度に行うRound Robin Test に向けて単結晶シリコンをはじめマイクロマシン用薄膜材料の試験片をシリコンウエハ上に製作する加工プロセスを開発し試験片を試作した。この試験片でRound Robin Test を試行し、各研究機関のフィードバックにより試験片を改良すると共に、試験機の構造を検討し、ひずみ測定法、試験片装着法等を改良した。標準試験片作製条件の最適化のために、スパッタリング法によるチタン薄膜及びめっき法によるニッケル薄膜を中心に成膜条件や熱処理条件を検討した。ニッケル電鍍試験片については、その応力分布を解析し試験片形状の最適化を検討した。最終目標である国際標準提案については、IEC/TC47/WG4、及びASTMの活動状況等の動向調査を行うと共に WG4 の委員会での薄膜材料の評価技術を将来国際標準として提案することを表明した。

<重要語>

単結晶シリコン、引張試験、Round Robin Test、試験片装着法、スパッタ、電鍍法、めっき、残留応力

<summary>

The aim of this project is to develop standard methods of tensile test able to evaluate mechanical properties of materials in thin film with less than $10\mu\text{m}$ thickness and $100\mu\text{m}$ width and to propose it as a original draft of standard on tensile test. As for concrete items which we have to clarify prior to propose a original draft to world standard, are structure of test devices, measuring of stress-strain, shape & dimension of specimen, and the scope of applications for this standard. This fiscal year we have examined current trends of R & D on tensile test of materials in thin film and the standardization of it in Japan and abroad. And as to RRT, processing process of specimens were developed and fabrication test were made, then preliminary RRT were done using single crystal silicon specimens and ability to do actual RRT in FY 2001 were confirmed. As for the optimization of processing process of standard specimen, the titanium thin film formed by sputtering, the nickel thin films formed by plating and by electroformed were studied on how the process conditions, annealing conditions and size and dimensions were affected to residual stress and stress distributions in the specimen. As for proposal of international standards on tensile test, both activities in IEC/TC47/WG4 and ASTM were surveyed, and we expressed our intention in WG4 to propose this tensile test method as standards in future.

<keywords>

single-crystal silicon, tensile test, Round Robin Test (RRT) , specimen (test piece), chucking method, sputtering, plating, electroformed, distributions of atoms, residual stress

目 次

第1章 研究開発の成果と達成状況

| | |
|----------------------|----|
| 1. 研究開発の成果 | 1 |
| 1.1 まえがき | 1 |
| 1.2 本文 | 2 |
| 1.3 結論 | 8 |
| 2. 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 10 |

第2章 研究開発機関別成果

| | |
|-----------------------|----|
| 1. 名古屋大学における研究開発 | 11 |
| 1.1 研究開発の成果 | 11 |
| 1.1.1 要約 | 11 |
| 1.1.2 実施結果及び考察 | 12 |
| 1.1.3 結論 | 41 |
| 1.1.4 参考文献 | 42 |
| 1.2 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 46 |
| 1.2.1 研究発表・講演 | 46 |
| 1.2.2 文献 | 46 |
| 1.2.3 特許等 | 46 |
| 1.2.4 その他の公表 | 46 |
| 2. 群馬大学における研究開発 | 47 |
| 2.1 研究開発の成果 | 47 |
| 2.1.1 要約 | 47 |
| 2.1.2 実施結果及び考察 | 48 |
| 2.1.3 結論 | 66 |
| 2.1.4 参考文献 | 66 |
| 2.2 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 68 |
| 2.2.1 研究発表・講演 | 68 |
| 2.2.2 文献 | 68 |
| 2.2.3 特許等 | 68 |
| 2.2.4 その他の公表 | 68 |

| | |
|-----------------------------|-----|
| 3. 東京工業大学における研究開発 | 69 |
| 3.1 研究開発の成果 | 69 |
| 3.1.1 要約 | 69 |
| 3.1.2 実施結果及び考察 | 70 |
| 3.1.3 結論 | 89 |
| 3.1.5 参考文献 | 92 |
| 3.2 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 93 |
| 3.2.1 研究発表・講演 | 93 |
| 3.2.2 文献 | 93 |
| 3.2.3 特許等 | 93 |
| 3.2.4 その他の公表 | 93 |
| 4. 株式会社豊田中央研究所における研究開発 | 94 |
| 4.1 研究開発の成果 | 94 |
| 4.1.1 要約 | 94 |
| 4.1.2 実施結果及び考察 | 95 |
| 4.1.3 結論 | 134 |
| 4.1.4 参考文献 | 135 |
| 4.2 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 136 |
| 4.2.1 研究発表・講演 | 136 |
| 4.2.2 文献 | 136 |
| 4.2.3 特許等 | 136 |
| 4.2.4 その他の公表 | 136 |
| 5. セイコーインスツルメンツ株式会社における研究開発 | 137 |
| 5.1 研究開発の成果 | 137 |
| 5.1.1 要約 | 137 |
| 5.1.2 実施結果及び考察 | 138 |
| 5.1.3 結論 | 168 |
| 5.1.4 参考文献 | 168 |
| 5.2 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 170 |
| 5.2.1 研究発表・講演 | 170 |
| 5.2.2 文献 | 170 |
| 5.2.3 特許等 | 170 |
| 5.2.4 その他の公表 | 170 |

| | |
|-----------------------|-----|
| 6. 株式会社日立製作所における研究開発 | 171 |
| 6.1 研究開発の成果 | 171 |
| 6.1.1 要約 | 171 |
| 6.1.2 実施結果及び考察 | 172 |
| 6.1.3 結論 | 197 |
| 6.1.4 参考文献 | 198 |
| 6.2 研究発表・講演、文献、特許等の状況 | 198 |
| 6.2.1 研究発表・講演 | 198 |
| 6.2.2 文献 | 198 |
| 6.2.3 特許等 | 199 |
| 6.2.4 その他の公表 | 199 |
| | |
| <付録> | |
| 調査研究委員会／標準化推進委員会議事録 | 201 |