修士論文

微小材料試験による
薄膜ポリイミドの力学特性評価

p.1 ～51　完

平成 19 年 2 月 9 日 提出

指導教員　酒井　信介 教授

56168　大場　健史

目次

第 1 章　序論
1.1 研究の背景
1.2 本研究の目的
1.3 本論文の構成
第 2 章　基本的理論
2.1 ナノインデンテーション試験法
2.2 一般化 Maxwell モデル
2.3 サンブナンの原理
第 3 章　先行研究と設計
3.1 先行研究
3.1.1 試験機概要
3.1.2 試験機の問題点
3.1.3 試験片形状
3.1.4 試験片製造方法
3.1.5 分銅の荷重測定
3.1.6 金属板押し込み
3.1.7 カンチレバーの加重部のずれと対策
3.1.8 マイクロオートグラフとオリンパス試験機の比較
3.2 要求機能と構造
3.2.1 要求機能
3.3.2 試験片加工
第 4 章　ヤング率の評価
4.1 ナノインデンテーション試験
4.1.1 測定手順
4.1.2 試験結果
4.1.2.1 ヤング率
4.1.2.2 温度特性
4.2 曲げ試験と有限要素法解析
4.2.1 曲げ試験

4.2.2 有限要素法解析
4.2.3 比較検討
4.3 考察
4.3.1 曲げ試験と有限要素法解析の不一致
4.3.2 剥離の評価
4.3.2.1 手順
4.3.2.2 有限要素法解析
4.3.2.3 比較検討
第 5 章　応力緩和
5.1 応力緩和試験
5.2 測定結果
5.3 Maxwell モデルによるモデル化
第 6 章結論
付録 B 試験機使用上の注意
付録 A 本論文に利用しなかったデータ
謝辞
参考論文

第１章　序論

1.1　研究の背景

MEMS（Micro electromechanical system）マイクロミラーは，スキャニングデバイス[1-4]，プロジェクタ[5]，オプティカルスイッチ[6,7]などに用いられている機能素子である．

マイクロミラーの動作原理を Fig1.1 に示す．はりと直行する方向に磁束密度 B の磁界中において，駆動コイルに電流 i を流すことにより，ローレンツ力 F が発生する．このローレンツ力により回転トルクが発生し，トーションバーの復元力とつりあう位置までミラーを傾けることができる．電流の方向によってミラーの傾く方向を制御し，電流の大きさによってミラーの傾きを制御する．共振周波数の交流電流を利用することで，直流電流の場合よりもさらに大きくミラーを傾けることが可能となる．MEMS マイクロミラーは材料として、半導体加工技術の転用が可能なため単結晶シリコンが採用されている。しかし、近年になりミラーの振れ角をより大きくして一枚のミラーで扱える範囲を大きくしようと梁の部分の材料にポリイミドが使われることが注目されるようになってきた。

ポリイミド[8,9,10]は繰り返し単位にイミド結合を含む高分子の総称で、一般的に芳香族ポリイミドのことを指す。芳香族ポリイミドは共役構造を有するので強固な分子構造を持ち、またイミド結合自体が強い分子間力を持つので、他の高分子材料と比べ高い耐熱性を持ち機会強度や耐薬品性の面でも特筆すべき性能を持つ。また、誘電率が低く、延性に富み、熱膨張係数にも優れているため MEMS 分野でも応用が進んでいる。ポリイミドの機械特性は既に様々なところで研究されていているが、①機械特性が製品または製造プロセスにより変わるため、②発表されている文献値がマイクロミラーに適応できないため、実機で実際に測定する必要がある。

ポリイミドの力学特性評価は既に宮島ら[11]によって行われている。宮島らが行った試験の概要図を Fig1.2 に示す。この方法はカンチレバー型のロードセルの先に針を取りつけ、針で試験片を押し荷重を測定する。変位はカンチレバーの腕のところでレーザ変位計を用いて測定している。この方法ではロードセルが変形してしまうことやカンチレバーを用いることによる荷重点のずれが生じることにより正確に測定が行われていない。

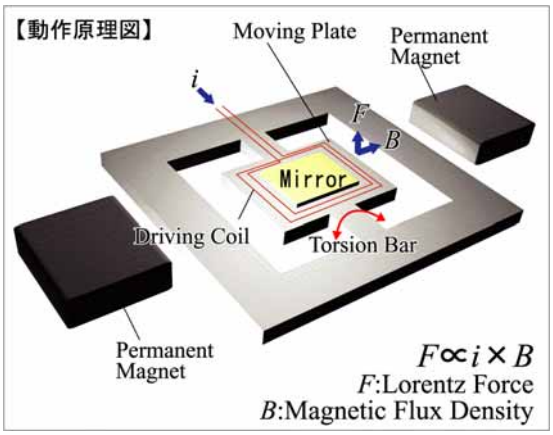


Fig.1.1 Working principle of the micro-mirro

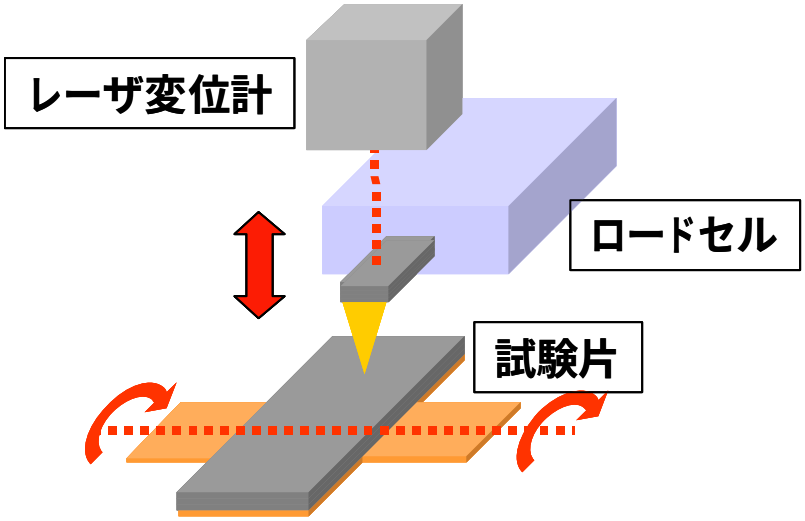


Fig.1.2 Schematic torsional test apparatus

1.2　本研究の目的

本研究では、ポリイミドのような微小な高分子材料に対する正確な力学特性を明らかにすることを目的とする。扱う力学特性は、最も基本であるヤング率と温度特性、また粘弾性特性のひとつである応力緩和である。

1.3　本論文の構成

第 1 章ではポリミドヒンジの力学特性評価に関するこれまでの研究の動向と課題を述べ，本研究の目的を示した
第 2 章では，本研究で必要となる基礎的理論について示す
第 3 章では，試験に必要な試験装置・試験片について示す
第 4 章では，ヤング率と温度特性の測定について示す
第 5 章では，応力緩和評価について示す
第 6 章では，本研究のまとめを行う

第 2 章　基礎的理論

2.1　ナノインデンテーション試験法

圧子を試料表面に対し垂直に侵入させた時の押し込み荷重と押し込み変位を測定し、その時に得られる荷重と変位の関係（P-h 曲線）から硬さを算出する。また、押し込み過程の情報も得られるため、硬さのみでなく弾性率を測定することができる。

ナノインデンテーション試験で得られたP-h曲線の除荷曲線の勾配（接触剛性）Sは資料の複合ヤング率E^*と圧子との接触投影面積Aを用いて以下の式で表せられる。

$$S = (2/\pi^{1/2})E^* A^{1/2} \tag{1.1}$$

E*は試料のヤング率E_S，ポアソン比ν_S,ならびに圧子のそれぞれの値E_I, ν_Iを用いて次式で算出される。

$$1/E^* = (1-\nu_s^2)/E_s + (1-\nu_I^2)/E_I \tag{1.2}$$

三角錐圧子の幾何学形状（対頂角 65.03°）を考慮して、Aは接触深さh_Aと次式で関連づけられる。

$$A(h_A) = 3\sqrt{3}\tan^2 65.03° h_A{}^2 \tag{1.3}$$

h_Aはさらに最大押し込み深さh_{max}及び除荷曲線勾配と変位軸の交点h_sと次式で関連付けられる。

$$h_A = h_{max} - 0.75(h_{max} - h_s) \tag{1.4}$$

こうして求めたh_Aを式(1.3)に代入してA (h_A)を求め、次に除荷曲線Sを用いて式(1.1)より、E^*が求まる。また、インデンテーション硬さH_{it}は最大荷重時の圧子の平均接触面圧と定義できるので、

$$H_{it} = P_{max}/A(h_A) \tag{1.5}$$

と表され、A が求まれば硬さが求まる。

2.2　一般化 Maxwell モデル

一つ一つのMaxwellモデルはそれぞれ弾性率G_j、粘性率η_j、及び緩和時間 $\tau_j = \eta_j / G_j$

を持っていて、Fig.2.1 の集合体にはτ_jが極めて短い物から非常に長いものまで、いろいろ含まれて居る。模型の上下単に力を加えて変形する時には、１つ１つのMaxwellモデルにかかるF_jの総和が全体の力Fになっている。
また、各モデルの伸びは共通であり全体の伸びに等しいので

$$F = F_1 + F_2 + F_3 + \cdots\cdots + F_n = \sum_{j=1}^{n} F_j \tag{1.6}$$

$$S = S_1 = S_2 = S_3 = \cdots = S_j = \cdots = S_n \tag{1.7}$$

ここで１つ１つのMaxwellモデルについて成り立つためには、両端の伸びをS_j、スプリングの伸びをS_{j1}、ダンパーの伸びをS_{j2}とすると

$$S_j = S_{j1} + S_{j2} \tag{1.8}$$

全体にかかっている力をF_j、スプリングの弾性率をG_jとするとフックの法則より

$$F_j = G_j S_{j_1} \tag{1.9}$$

粘性定数をη_jとすると

$$F = \eta_j \frac{dS_{j2}}{dt} \tag{1.10}$$

式を微分して式と式を代入すると以下のようになる。

$$\frac{dS_j}{dt} = \frac{dF_j}{G_j dt} + \frac{F_j}{\eta_j} \tag{1.11}$$

伸びを一定に保つ時(応力緩和)、伸びが一定なので$\frac{dS}{dt} = 0$なので式(1.12)の関係式を得る事ができる。

$$F = S(G_\infty + \sum_{j=1}^{n} G_j e^{\frac{-t}{\tau_j}}) \tag{1.12}$$

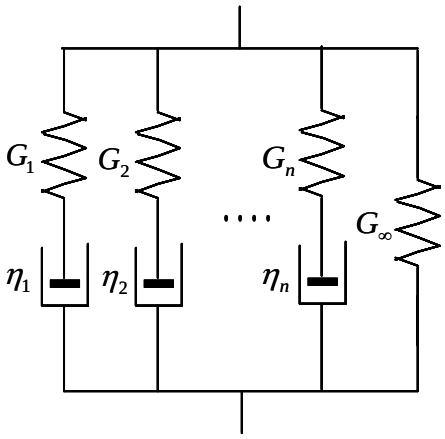


Fig.2.1 Maxwell model

2.3 サンブナンの原理（Saint-Venant's principle）

Fig2.2 に二つの長方形板がある。一つは上下端の両角に荷重 P がかかっており，もう一つは上下の端面の中央に集中荷重 P がかけられている。各板の横には，A-A，B-B，C-C 断面の応力分布がそれぞれ示されている。応力分布図において水平の破線は引張荷重 P を断面積で割った平均の応力を示している。応力分布は，両板ともに，A-A 断面から，C-C 断面へ移るにしたがってしだいに平坦になっており，C-C 断面の応力分布はほとんど平坦に近い。このことは，端面での荷重のかけ方が異なっていても荷重の総量が静的に等しければ，端面近くの応力分布は荷重のかけ方によって著しく異なるけれど，端面から遠く離れたところでは応力分布はほぼ等しくなることを示している．この現象のことをサンブナンの原理という．サンブナンの原理はこのような場合だけではなく，負荷が曲げモーメントやねじりモーメントの場合にも成り立つ．この原理は，より一般的に言うと，ある荷重の系をその近傍にかかる静的に等価な荷重の系に置き換えた場合，荷重点近傍では荷重系を置き換えたことによる差が著しいが，荷重点近傍の代表寸法に比べて遠方では両者の差は無視できるほど小さい．代表寸法は Fig2.2 の場合でいうと板の幅 2W のことである．

したがって，荷重やねじりモーメントを負荷する点と評価をする梁が代表寸法に比して十分に離れていれば，梁の応力分布は荷重負荷の形態によらず，試験方法や設計において自由度が高まるのである．また，この原理は有限要素法におけるサブモデリングの手法を用いる際に，全体モデルとサブモデルの設定においてはこの原理を考慮し，荷重点とは十分に離れた領域を境界に設定しなければならないのである．逆に言えば，十分離れた領域であれば，サブモデルを用いることは十分妥当と言える．

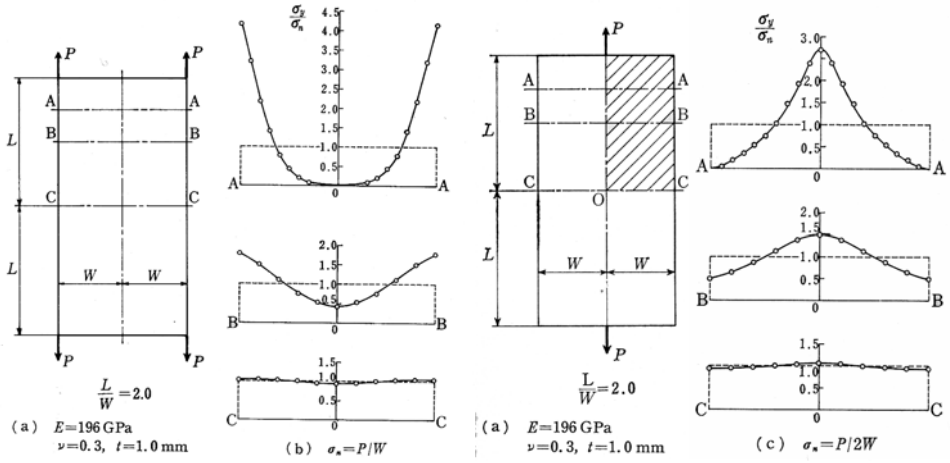


Fig.2.2 Stress distribution under different load configuration

第 3 章　先行研究と設計

3.1 先行研究

3.1.1 試験機概要

先行研究で使われていた試験機を Fig.3.1 に示す。試験片は X-Y ステージの上にあるウェハフォルダーの上に置かれていて、X-Y テーブルを動かして初期位置あわせを行う。測定は Z ステージを下降させ、ロードセルを試験片に押し付け試験片を変形させ、ロードセルで荷重を測定し、レーザ変位計で変位を測定している。レーザ変位計は㈱キーエンスの超高精度レーザ変位計 LC-2430(精度 0.5μm)を用いている。

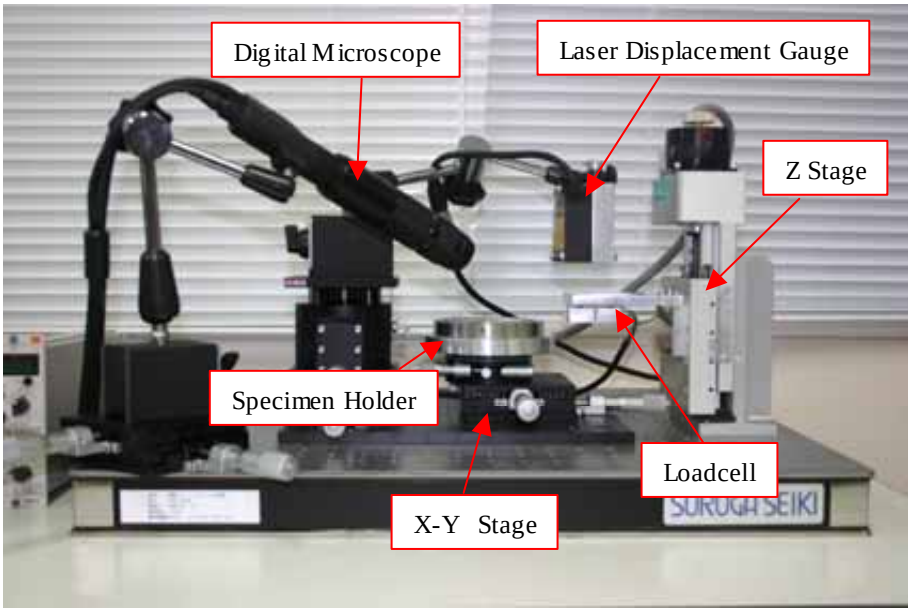


Fig.3.1 Experimental setup

3.1.2 試験機の問題点

この試験機には以下の三つの問題点があるのではないかと考え評価実験を行った。

①ロードセルの荷重精度

→市販の分銅をロードセルで荷重を測定することによりロードセルの精度評価を行った

②ロードセルの変形

→金属板を押してカンチレバー部が変形しないかどうか測定した

③ロードセル加重部のズレ

→試験片の中央部分をロードセルで押し、加重部がどのぐらいずれていいるかを観察した

3.1.3 試験片形状

先行研究で使用されていた試験片全体を Fig3.2 に示す。それぞれの試験片はシリコンウェハの中に配置されており、長方形のシリコンの板(以後ミラーと呼ぶ)を両端からポリイミドの梁で支えられていてる。形状は実際のマイクロミラーを模したもので、配線等がない以外ほぼ同一である。一つのシリコンウェハには計２１個のミラーがあり、それぞれ梁の長さ(L=1,1.4,2.0,2.8,4.0(㎜))、幅(W=0.2,0.4,0.8,1.6,3.2(㎜))が異なっている。また、シリコンウェハは 4 種類あり、ポリイミドの厚さ(T=8.2,14.7,20.5,34.9(μm))がそれぞれ異なっている。Fig3.2 には梁の長さ(L)、幅(W)を示す。

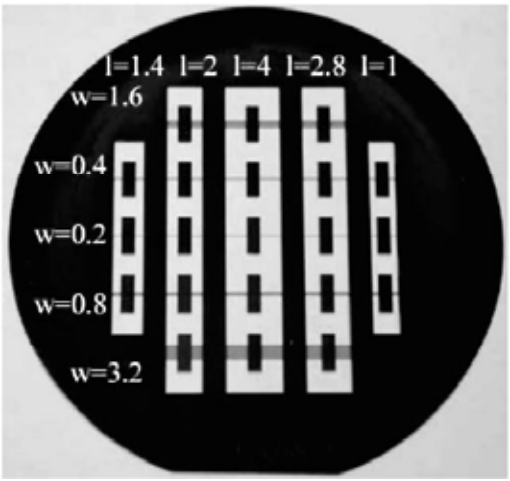


Fig.3.2 Specimen wafer(L,W mm)

3.1.4 試験片製造方法

Fig.3.3 に先行研究で用いた試験片の製造方法を示す。

(a) シリコンウェハの両面にシリコンナイトライドをパターニングする。

(b) 梁の形状を決めるためにエッチングのマスクとしてアルミニウムをスパッタし、その後ポリイミドを付着させる。

(c) TMAH を用いて長方形のミラー部と周辺部を形作る。

(d) シリコンナイトライドを除去した後、RIE を用いてポリイミドの梁をパターニングし、アルミニウムを除去する。

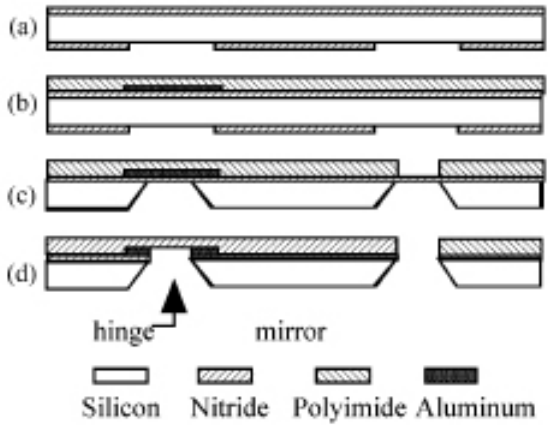


Fig.3.3 Specimen fabrication process

3.1.5 分銅の荷重測定

ロードセルが試験装置内で正しく動作しているかを確かめるため、ロードセルで分銅の重量を測定しロードセルの出力値と分銅の重量の比較を行った。ロードセルの荷重部が上を向くように設置し、カンチレバーの先端部に紐を架け、紐のもう一方の側に分銅をのせる台を設置し分銅をのせた。分銅は 100mg・200mg・500mg・１g・2g・5g を用いた。分銅をのせる台は十分にスペースを候補できなかったため、分銅は一つのみ置いた。概略図を FigA-2 に示す。得られた結果を FigA-3 に示す。分銅の重量とロードセルの出力値の差ほとんど見られなかった。

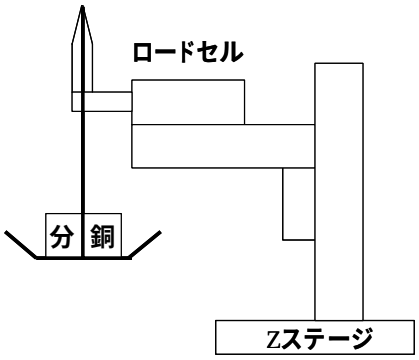


Fig.3.2

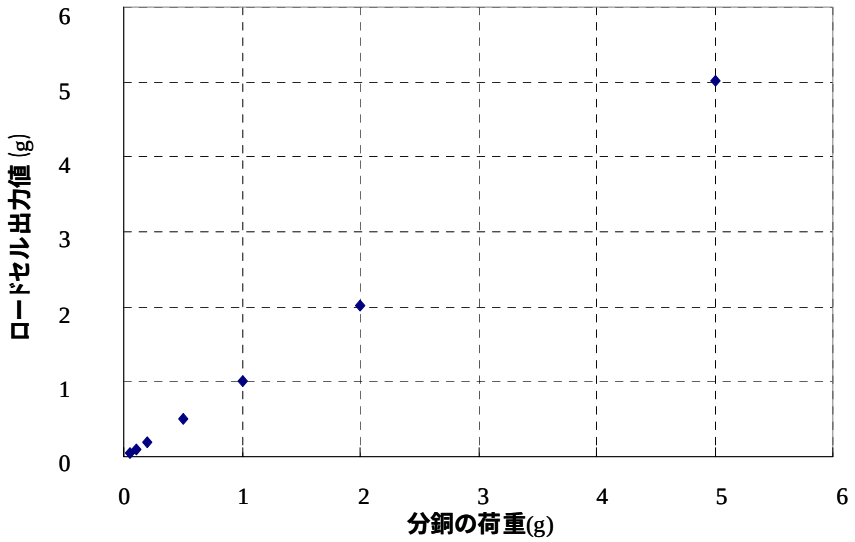


Fig.3.3

3.1.6 金属板押し込み

ロードセルで金属板を押すことによって、ロードセルの腕及び加重部が変形しているかを測定した。試験装置概略図を FigA-4 に示す。ロードセルの加重部は変形していなければレーザ変位計の値は 0 になる。試験の行った結果 FigA-5 のように変形が見られることが分かった。ポリイミドの試験片を用いた曲げ試験の結果(荷重 8g に対して変位 150μm)と比較には約一割程度の誤差がある。今回得られた荷重と変位の関係を押し込み試験やねじり試験にフィードバックすることによってより正確な測定結果が得られると考えられる。

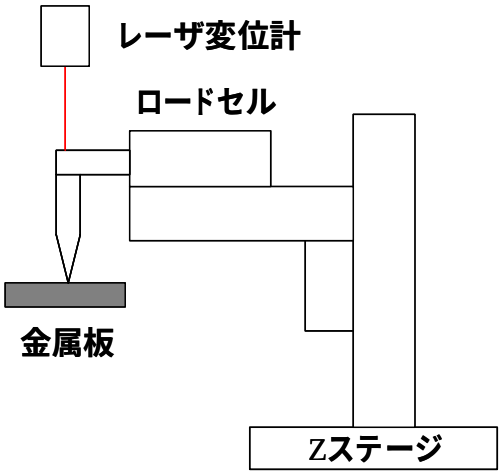


Fig.3.4

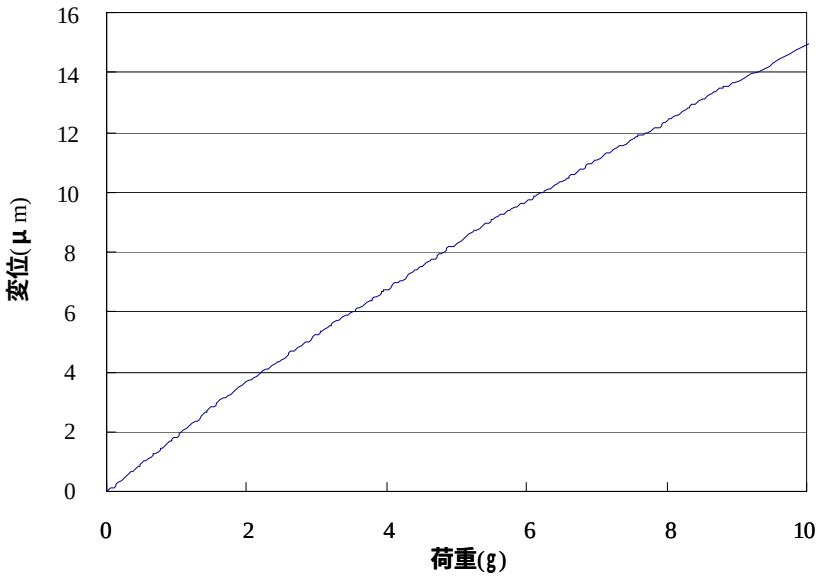


Fig.3.5

3.1.7 カンチレバーの加重部のずれと対策

オリンパス製の試験片を用いて押し込み試験を行いカンチレバー加重部のずれの観察を行った。なお、今回の観察では観察を容易にするために試験片の中央部分を押した。試験装置概略図を FigA-6 に示す。試験片を押す前と 100μm 押したあとの加重部付近の拡大図を FigA-7、FigA-8 に示す。写真を比較することによって、約 80μm カンチレバーの先端が矢印方向にずれていることがわかった。このズレが生じたのはカンチレバーが円運動によるものではないかと考えられる。

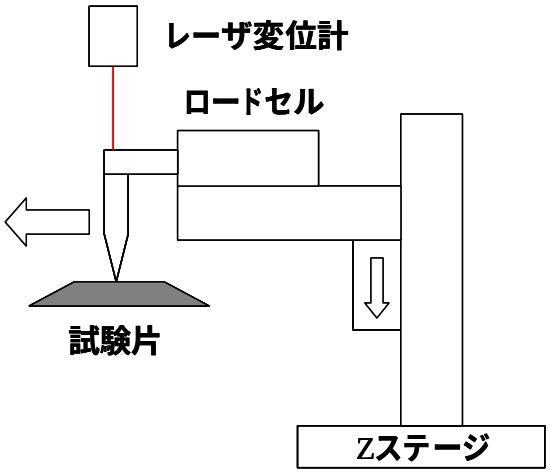


Fig.3.6

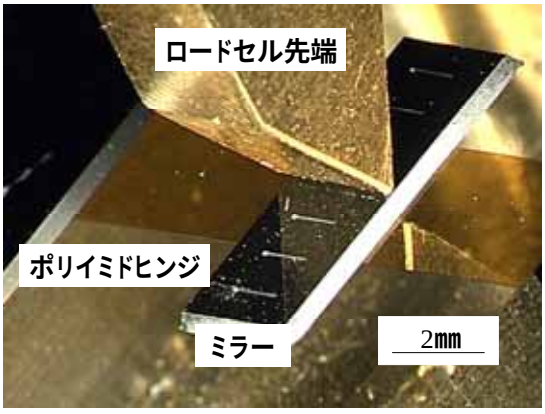


Fig.3.7

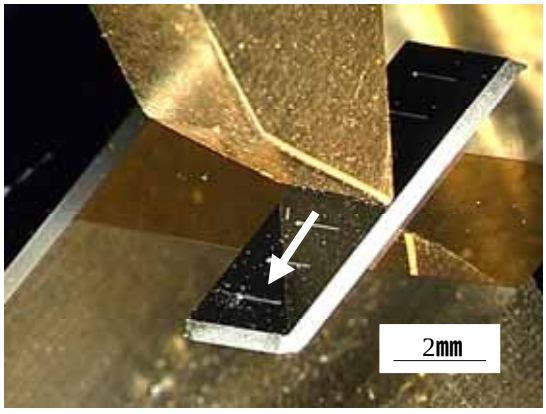


Fig.3.8

3.1.8 マイクロオートグラフとオリンパス試験機の比較

㈱島津製作所の微小強度評価試験機マイクロオートグラフ MST-1 を用いて試験を行い、オリンパス製試験機との比較を行った。得られた結果を FigA-9 示す。同時にオリンパス製試験機によって同様の実験を行った際の結果も示す。マイクロオートグラフの精度は 20mN と今回の試験片測定には不十分であるが、ある程度の測定結果を得ることができた。この測定結果は妥当かどうか分かっていないので検証する必要がある。

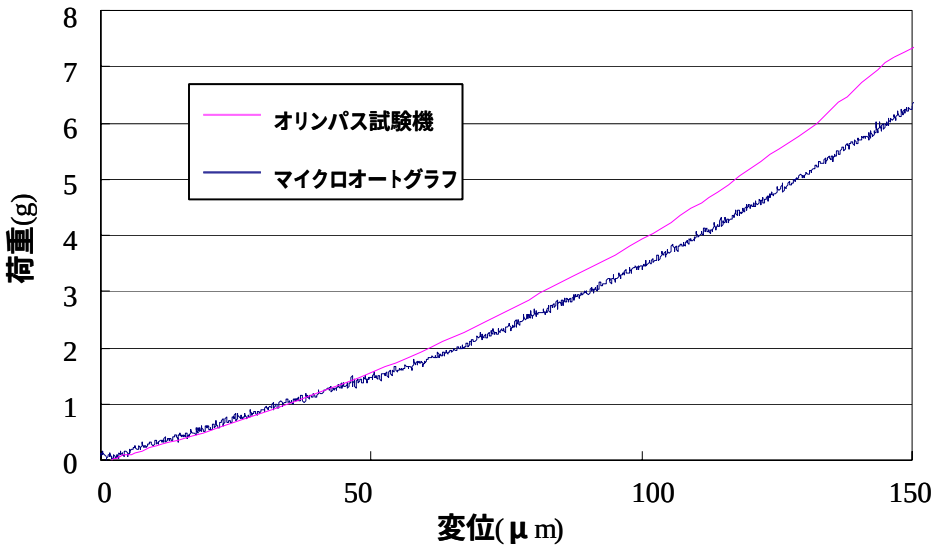


Fig.3.9

3.2 要求機能と構造

3.2.1 要求機能

本研究で用いる試験機・試験片に対する要求機能を以下に箇条書きする。

① ポリイミドのヤング率は10Gpa以下と非常に小さいので高い荷重精度(約100μN)が要求される。
② ①と同様ポリイミドのヤング率は非常に小さいのでかなり大きく変形すると予想されるので、高い変位精度（約10μm）と大きな変位レンジ（数mm）が必要となる。
③ 曲げ試験や捻り試験を行う際、押し込む位置が決められないと測定制度が低くなるので高い位置合わせ精度を持つ必要がある。また、カンチレバーのような円運動ではなく直動型の測定器である必要がある。

①、②に対しては既存の試験機で対応することができるので、それを用いることにした。③に対しては、本研究室には試験片を作る装置がなく借りた試験片で試験を行うため、試験片に追加工することと用いるロードセルの先端部の形状を工夫することにより対応した。また、直動型のロードセルを使用することによって対応した。

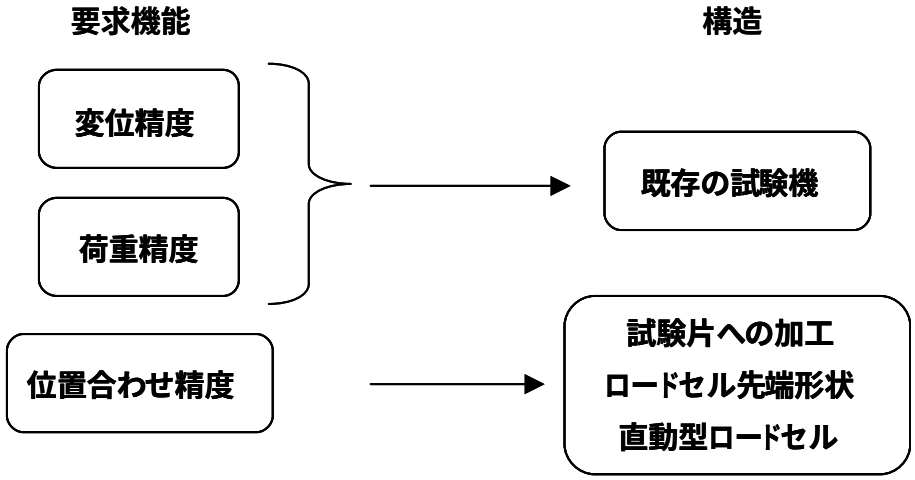


Fig3.10 Mechanism for demanded function

3.3.2 試験片加工

試験片の中央に穴をつけることにより高精度に位置合わせできるようにした。ロードセルの先端にとがった物を付け、穴に梁を綺麗にはめ込むことにより位置合わせを行う

ことができる。

以下、加工手順を示す。

① シリコンウェハと同サイズのテープ(３M 社製透明粘着テープ)をミラー上面に貼り付ける。

② ウェハ中央部分にあるテープに Ｆｓレーザを用いて長方形の穴を開け、中央部のテープを除去する。

③ テープが除去された部分に同サイズの中央に穴の開いたシリコン片を設置する。シリコン片は山口らが過去使っていた試験片より Ｆｓレーザで作成した。

製作概略図を Fig3.6 に、試験片(T=32.9(μm),W=0.8(mm),L=4.0(mm))で実際に追加工した物を Fig3.5 に示す。

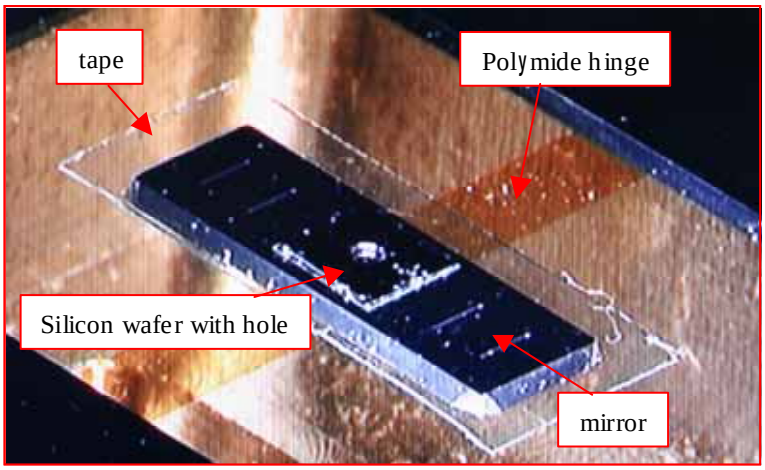
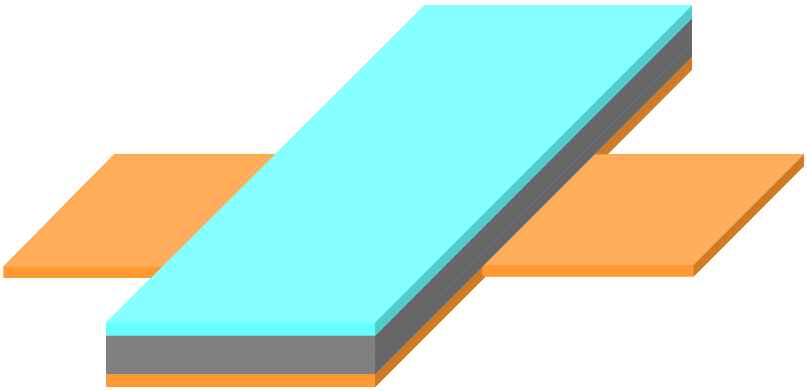
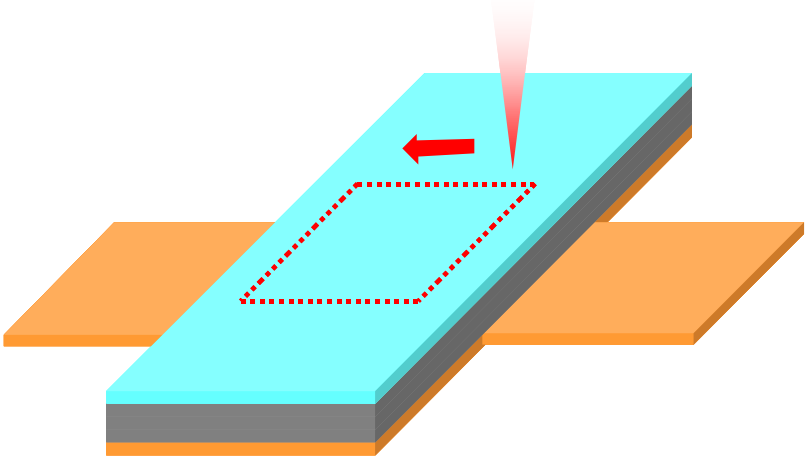


Fig.3.11 photograph of specimen

①透明テープをミラーに貼り付ける



②Ｆｓレーザで中央部のテープを除去する。



③中央に穴の開いたシリコン片を設置する。

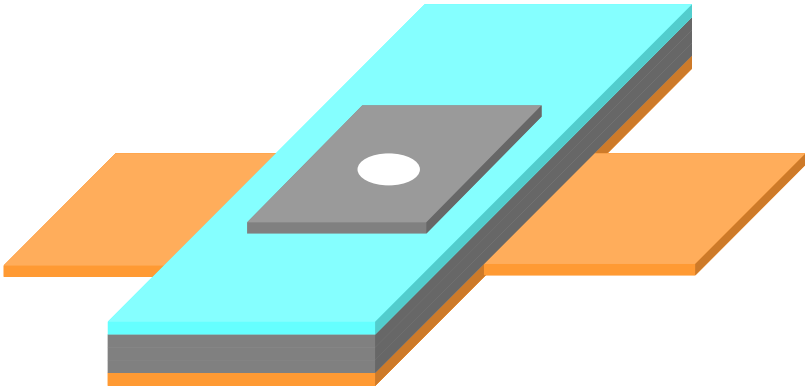


Fig.3.12 Specimen fabrication process

第 4 章　ヤング率の評価

4.1 ナノインデンテーション試験

4.1.2 測定手順

エリオニクス社製ナノインデンテーション ENT-2100 を用いてヤング率の測定を行った。試験機の概観を Fig4.1 に主な仕様を Table4.1 に示す。ウェハに配置されている試験片を一つ取り出しステージにポリイミドの薄膜が上になるように配置し押し込み試験を行った。また、温度によるヤング率の変化を測定するためステージ下部に配置されたヒータで試験片を温め、マイクロミラーの使用最高温度の 90℃とナノインデンテーションの測定最高温度の 250℃で測定を行った。押し込み条件を Table4.2 に示す。試験片は T＝8.2(μm),L＝4.0(mm),W＝0.2(mm)のものを試験片から切り出して用いた。

Fig4.1 Nano-indentation ENT-2100

Table.4.1 Principle specification of Nano-indentation ENT-2100

荷重制御	電磁式	変位計測方式	光変位系
荷重範囲(レンジ B)	0 ～ 104.856 (mN)	変位範囲(レンジ A)	0 ～ 20 (μm)
荷重分解能	1600 (nN)	変位分解能	0.3(nm)

Table.4.2 Parameter of Nano-indentation test

試験荷重	分割数	ステップインターバル
10（mN）	500	20(msec)

4.1.2 測定結果

4.1.2.1 ヤング率

ナノインデンテーションで押し込み試験を行った。実験は再現性を見るため 5 回行った。測定結果を Fig4.2 に示す。5 回の結果はほぼ全て同じであることから、高い再現性があると言える。得られた試験結果から式(1.1),(1.2)を用いて、ヤング率を導出した。計算に用いる各係数は Table.4.3 のように設定した。計算から得られたヤング率を Table4.4 に示す。Table4.4 を見てわかるようにヤング率は 7.5Gpa であることが分かった。

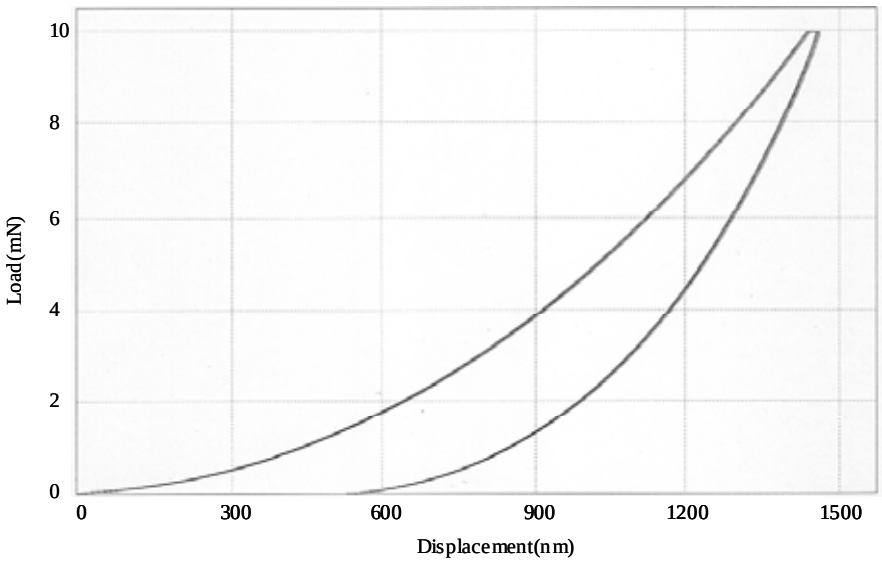


Fig.4.2 Result of Nano-indentation test(30℃)

Table.4.3 Material properties of polymide and diamond indenter

ν_s	ν_I	E_I
0.35	0.17	1140(GPa)

Table.4.4 Young's modulus(30℃)

1	2	3	4	5	average
7.52	7.49	7.46	7.51	7.49	7.49 (GPa)

4.1.2.2 温度特性

常温の時と同様、90℃・250 度で測定を行った。90℃では 5 回、250℃では 3 回試験を行った。90℃・250℃の際の測定結果を Fig4.3,Fig4.4 に示す。90℃の時は再現性を確認できた。250℃の時はばらつきが見られた。これは 250℃という高温で温度制御を行った時、圧子やステージが熱膨張・熱収縮をしてそれが測定誤差になった物である。

得られた測定結果からヤング率を導出した。求められたヤング率を Table4.5, Table4.6 に示す。ヤング率は 90℃の時は 6.68GPa となり、マイクロミラーの使用温度内では約 1 Gpa の変化があることが分かった。ヤング率が 250 時は 3.43Gpa となりガラス転移温度付近似るとヤング率が低下することが分かった。

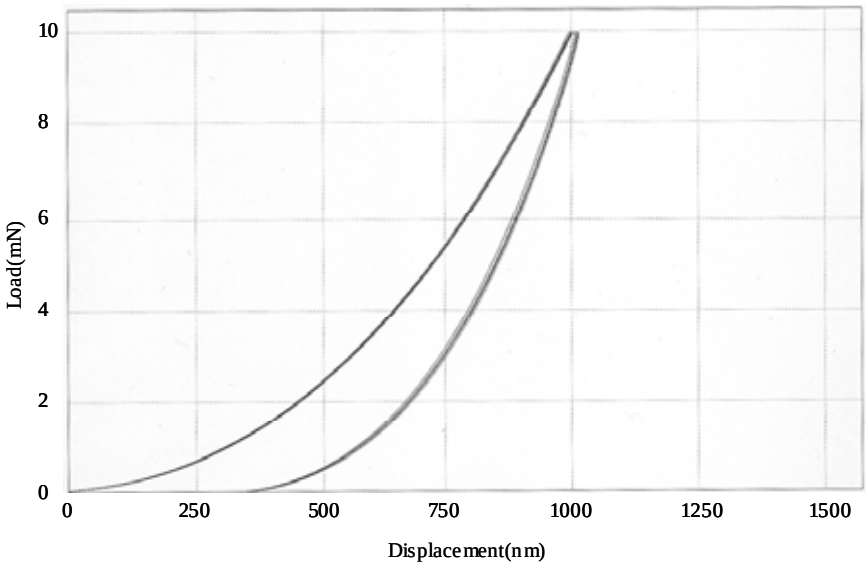


Fig.4.3 Result of Nano-indentation test(90℃)

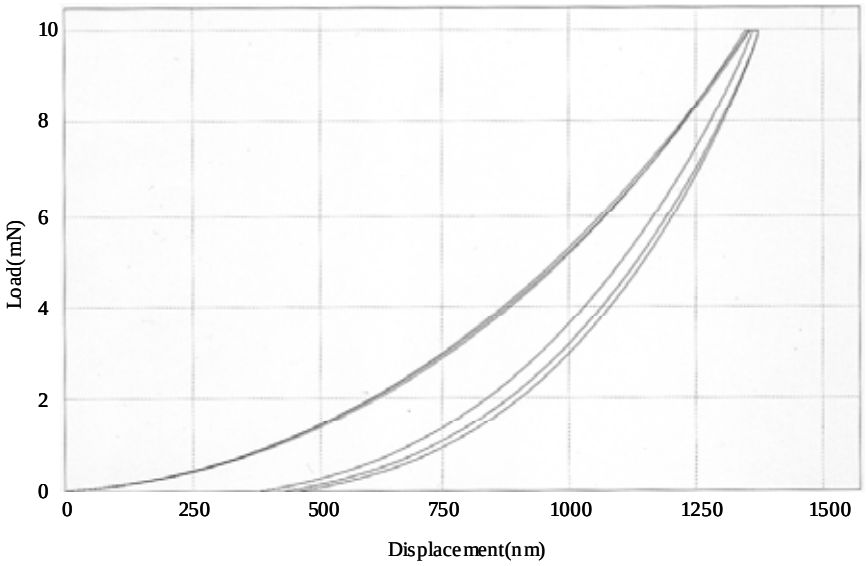


Fig.4.4 Result of Nano-indentation test(250℃)

Table.4.5 Young's modulus(90℃)

1	2	3	4	5	average
6.64	6.61	6.72	6.73	6.70	6.68(GPa)

Table.4.6 Young's modulus(250℃)

1	2	3	average
3.56	3.42	3.29	3.43(GPA)

4-2　曲げ試験と有限要素法解析

4-2-1 曲げ試験

ポリイミドのヤング率を求めるために曲げ試験と有限要素法解析の比較を行った。まず、曲げ試験を行い荷重と変位を測定し、測定結果と合うように有限要素法解析を行い、ポリイミドのヤング率をパラメーターとして合わせ込みを行った。

試験には（株）島津製作所の微小強度評価試験機マイクロオートグラフ MST-1 を用いた．主な仕様は Table5.1 に示す通りである．試験は，破壊荷重値を負荷容量 1N（精度 4mN）のロードセルで，変位を試験機内蔵のリニアエンコーダ（精度 0.2μm）を用いて計測した．試験設備全体の様子を Fig5.1 に示す．試験片はウエハホルダーに置かれていて，ホルダが固定された x-y テーブルを動かして，初期位置合わせを行う.直径 0.5mm の穴にニードル上の治具を押込むことにより，試験を実施する．実際に曲げ試験を行って最中の写真を Fig5.2 に示す．デジタルマイクロスコープの映像を液晶モニタに映し出すことによって，またロードセルの荷重値によって正確な位置合わせを行う。試験条件を table に示す。実験には L=0.8,L=3.2 の計 32 種類の試験片を用いた。

Table4.7 Principal specification of the micro testing machine

形式	MST-1
負荷方式	ボールねじ駆動による高精度定速ひずみ制御
負荷容量	最大 2kN
試験力測定精度	ロードセル容量の 1/250 までの指示値の±1%
試験速度	0.0012～30mm/min
負荷ロッドストローク計測装置	光学反射式リニアエンコーダ
測定分解能	0.02μm

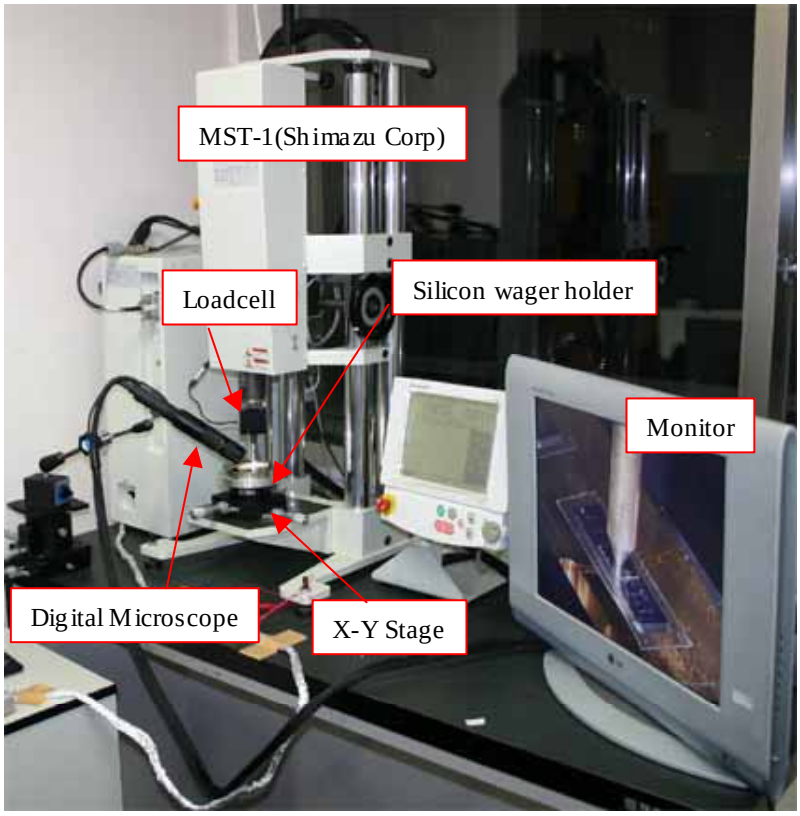


Fig4.5 Experimental setup of bending test

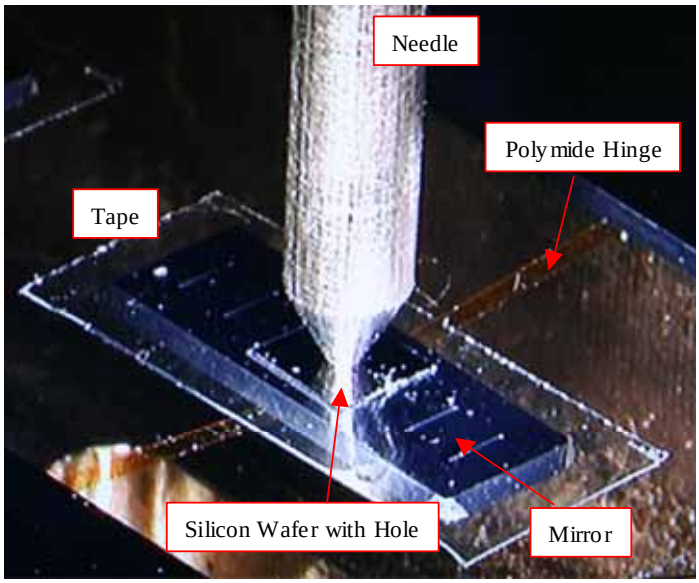


Fig4.6 photograph of bending test

4.2.2 有限要素法解析

本研究では，Fig5.3 に示すように，シリコンウェハ全体ではなく荷重を与えた試験片付近のみをモデル化して解析を行った．また、試験片は上下左右対称であり、シリコンウェハを置くフォルダーは左右対称なので解析モデルは 1/4 だけを対象にした。モデルは平面シェル要素 SHELL93 を用いた。境界条件は，周辺部分を境界対称条件，試験片の回転を防ぐために，荷重点に x，y 軸方向固定とする拘束条件、ウェハの内周部に z 軸方向固定とする拘束条件を与えた．詳細は Fig5.3 に示す通りである．

また，計算に用いたシリコンの各物性値を Table5.2 に示す．これは山口らが用いたものをそのまま用いた。ポリイミドの物性値はポアソン比を 0.35 とした。解析条件として，大変形による幾何学的非線形性を考慮して解析を行った．解析には有限要素法ソフト ANSYS9.0 を用いた。

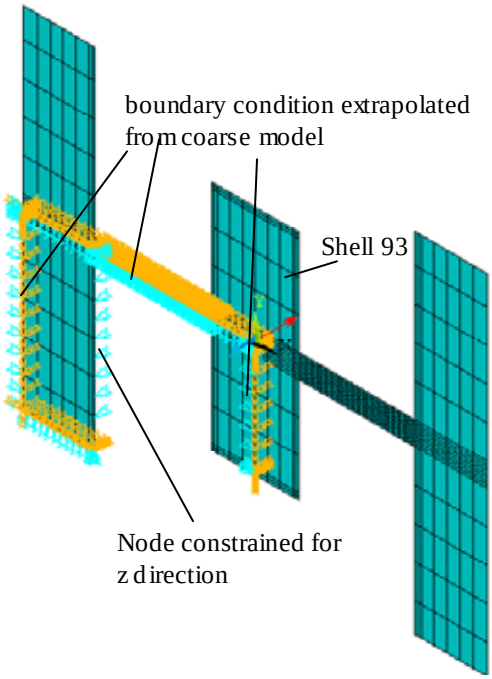


Fig4.7 FEM model

Table4.8 Material properties used in the FEM analysis. The values are based on the elastic constants of x:[110],y:[110],z[001]

E_x	E_y	E_z	ν_{xy}	ν_{xz}	ν_{yz}	G_x	G_y	G_z
168.9	168.9	130.2	0.064	0.361	0.278	50.9	79.4	79.4

4.2.3 比較検討

曲げ試験の測定結果と解析結果の比較を行った。比較結果を Fig5.4, Fig5.5 に示す。今回扱った試験片 32 個のうち 30 個は測定結果と解析結果に大きな違いがあった。以下に一致した二種類の試験片に対する測定結果と解析結果の比較を示す。一致しなかった物については考察で扱う。以上よりヤング率の測定結果は妥当であったといえる。

Fig に(T=14.7,L=4.0,W=0.8)、Fig に (T=20.5,L=4.0,W=0.8)の変位図と第一主応力分布を示す。

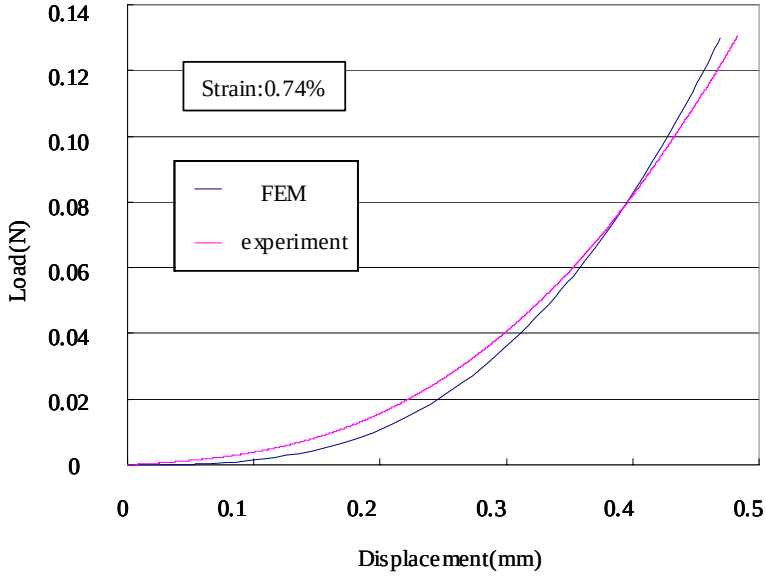


Fig.4.8 A load-displacement curve under bending test (T=14.7,L=4.0,W=0.8)

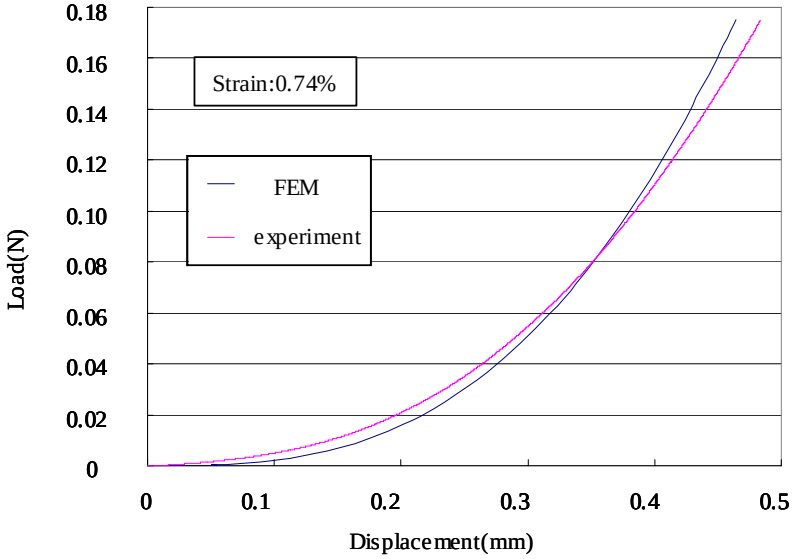


Fig.4.9 A load-displacement curve under bending test (T=20.5,L=4.0,W=0.8)

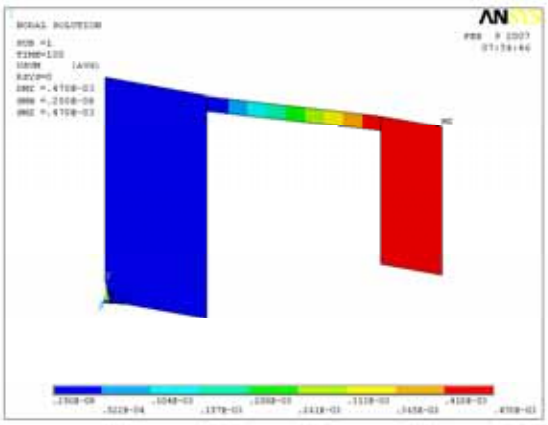


Fig.4.10 displacement（T=14.7,L=4.0,W=0.8）

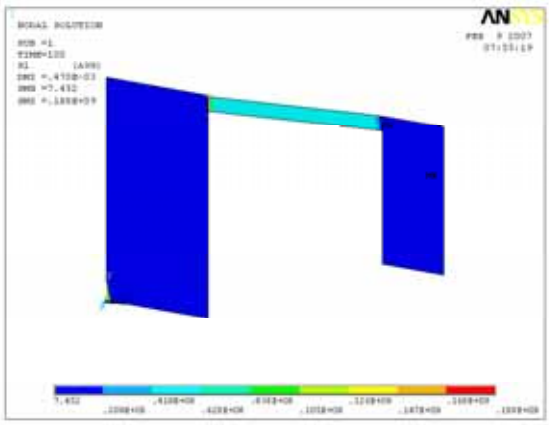


Fig.4.11 Stress(T=14.7,L=4.0,W=0.8)

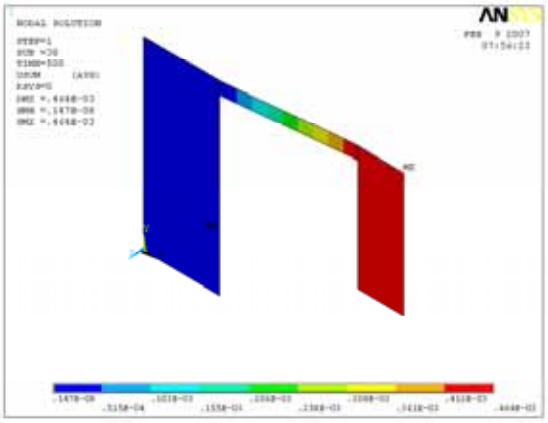


Fig.4.12 displacement (T=20.5,L=4.0,W=0.8)

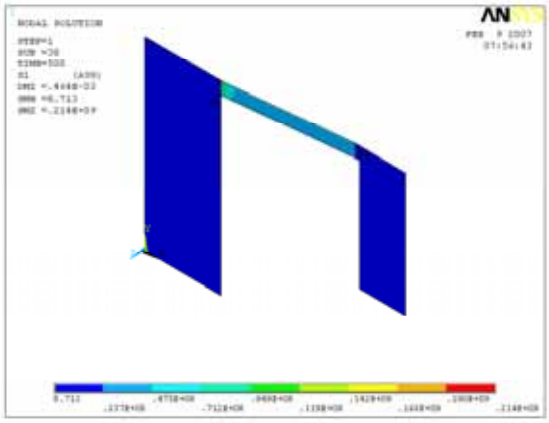


Fig.4.13 Stress (T=20.5,L=4.0,W=0.8)

4.3　考察

4.3.1 曲げ試験と解析結果の不一致

第 4 章で扱った曲げ試験と解析結果の比較を行った試験片 32 種類のうち 30 種類が大きく異なったものとなった。試験結果と解析結果が異なった試験片をキーエンス株式会社顕微鏡 VHZ－450 で観察したところシリコン基板とポリイミド薄膜の間で剥離が観察された。これらの剥離は大小様々な形ではあったが剥離が発生しているところはほぼ全て一緒だった。試験後剥離したものの測定結果と解析結果を比較したものの一例を Fig.7.1 に示す。測定結果は点 A から曲線の形が変わり、解析結果とこの時点でずれ始めている。これはこの時点で剥離が発生・進展したものと思われる。

試験で使用しなかった試験片 35 種類を観察したところ、35 種類のうち 32 種類で剥離が観察された。これは試験片の運搬中に剥離が起きたものと、先行研究で試験を行った際にできたものと考える。このことより、曲げ試験で使用した試験片も試験する前から剥離を起こしていた可能性がある。Fig7.1 の結果も点 A 以前に剥離が起きていた可能性がある。

よって、今後より精度良く計測を行うには剥離が起きていない試験片を用いて剥離を観察しながら試験を行う必要がある。また、①いつ剥離が起きるかを予測するため②剥離を起こさないように試験するために剥離強度を評価することが重要である。

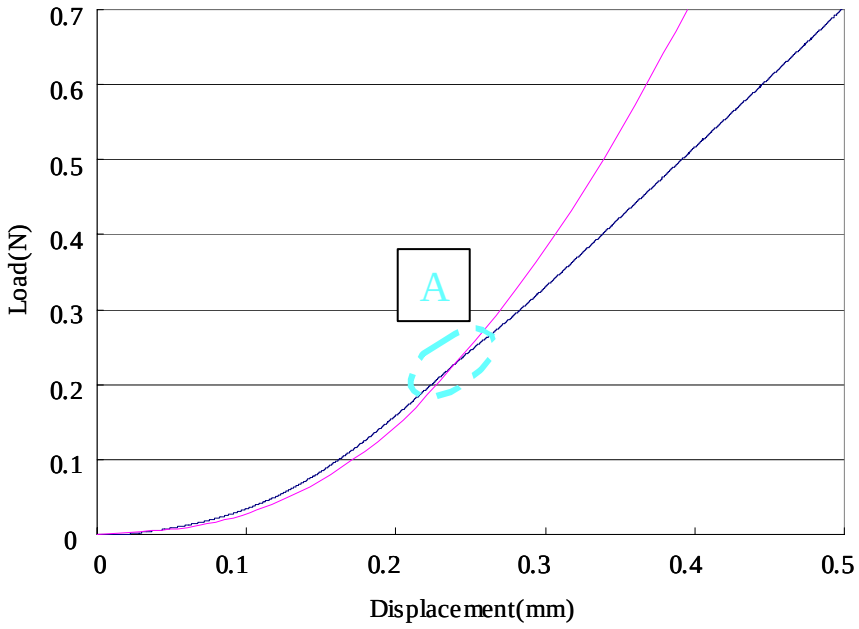


Fig.4.14 Comparison of result of bending test and FEM of peeling specimen (T=32.9,L=1.4,W=0.8)

4.3.2 剥離の評価

4.3.2.1 手順

剥離の評価を行うために直接試験片を観察しながら測定を行った。試験機はマイクロオートグラフを用い、手法はほぼ全て曲げ試験の際と同様に行い、剥離を確認するため試験片を裏から見られるようにするため、輪状で中心が空いているホルダーを用いて下からマイクロスコープを用い観察を行った。実際の試験片付近の実験風景を Fig7.2 に観察した剥離を Fig7.3 に示す。

4.3.2.2 有限要素法解析

．評価する試験片は微小であるが，ウエハ全体を含めた解析を行わないと，正確な解析ができないためサブモデリングという手法を用いた．サブモデリングは，相対的に粗いモデルにおいて計算された結果を，さらに細かい局所的なサブモデルに強制変位境界条件として導くことにより，例えば応力集中部などの関心の大きな部分のより詳細な解析が可能になる．サブモデリングの主な利点としては次のような点があげられる．

i) サブモデルにおいて，幾何学的形状の変更などを行うことで，寸法の異なる形状の解析が容易に行える．
ii) 計算機の性能によらず，要素の数を増加させることが可能であるため，非常に大きなモデルの解析が実行可能であり，関心のある部分の非常に詳細な解析が可能である．

サブモデリングは，ある面における荷重負荷の形態が異なっていても，荷重の総量が静的に等しければ，その面から離れた点においては応力分布がほぼ等しくなる，というサンブナンの原理（Saint-Venant's principle）に基づいている．そのため，全体モデルとサブモデルの境界は応力集中部などから十分離れた領域を選定しなければならない．

本研究では，サブモデリングを一回用いて fig に示すように，ウエハ全体を全体モデル，試験片 1 個をサブモデルとして計算した．全体モデルは平面シェル要素 SHELL93 を用い，サブモデルには六面体二次要素 SOLID95 を使用してモデリングを行った．

境界条件は，全体モデルにおいて，周辺部分を z 軸方向固定（単純支持），さらにウエハの回転を防ぐために，周辺にきわめて近い 2 点をそれぞれ，x 軸方向，x，y 軸方向固定とする拘束条件を与えた．詳細は Fig7.4 に示す通りである．。解析条件として，大変形による幾何学的非線形性を考慮して解析を行った．

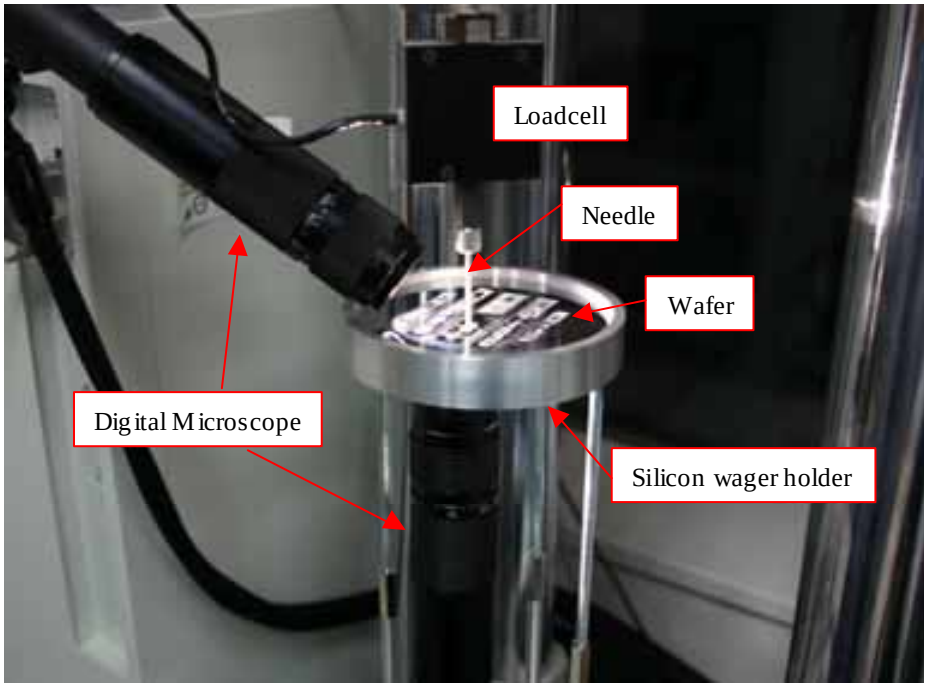


Fig.4.15 Experimental setup pf peeling test

Fig.4.16 Photograph of peeling

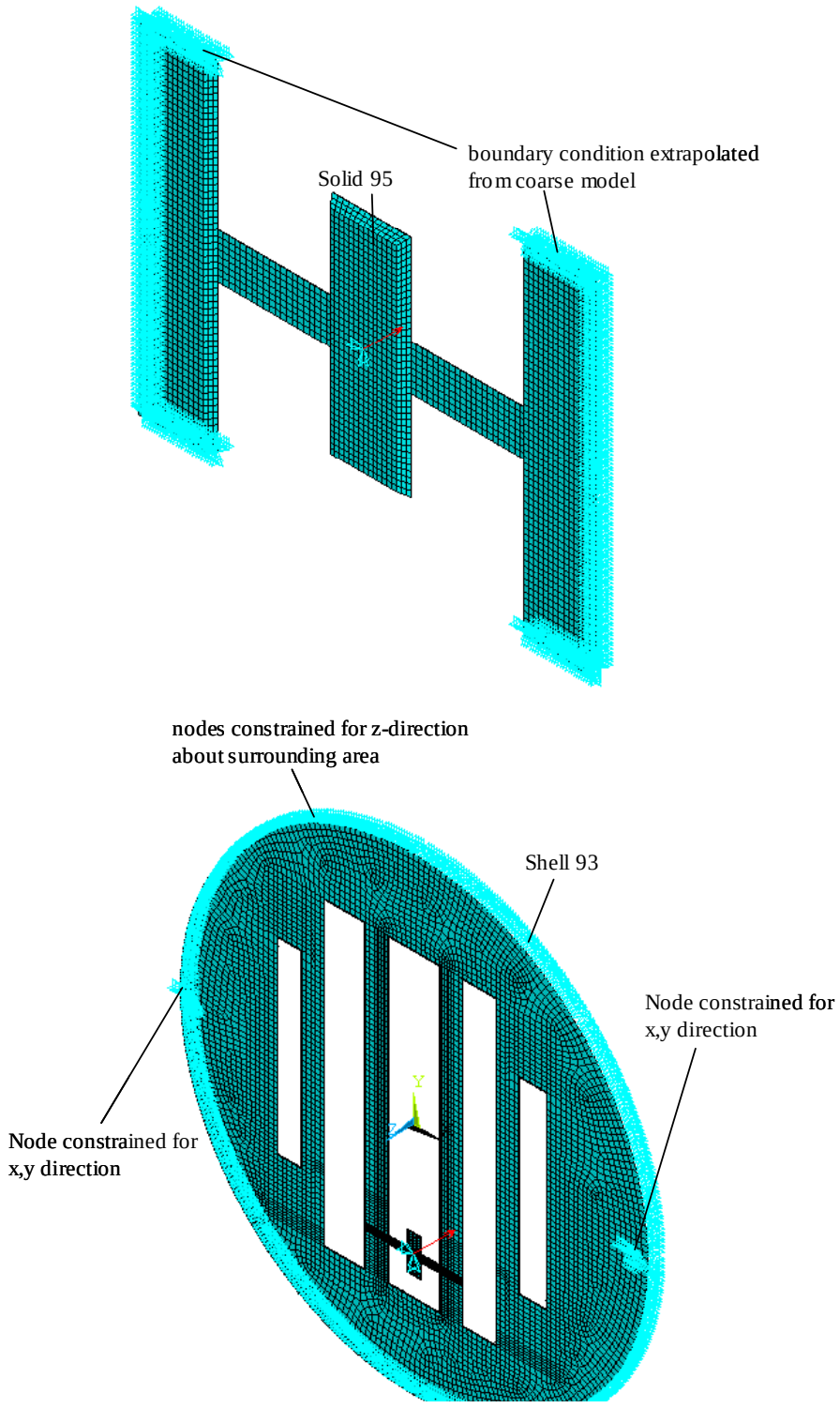


Fig.4.17 FEM model(whole model with shell element and sub model with solid element)

4.3.2.3 実験と解析の比較

測定結果と解析結果の比較を行ったものを Fig7.5 に示す。この試験片において変位は 99 パーセント一致した。よって、解析結果は妥当であると考える。

剥離の評価を行うために最大種応力を用いた。Fig7.6 には剥離した部分の最大種応力図を示す・この解析結果より剥離強度は 0.213Gpa であった。剥離が起きた際の最大応力部付近の応力分布を LineA,LineB でプロットした物を Fig4.20、Fig4.21 に示す。

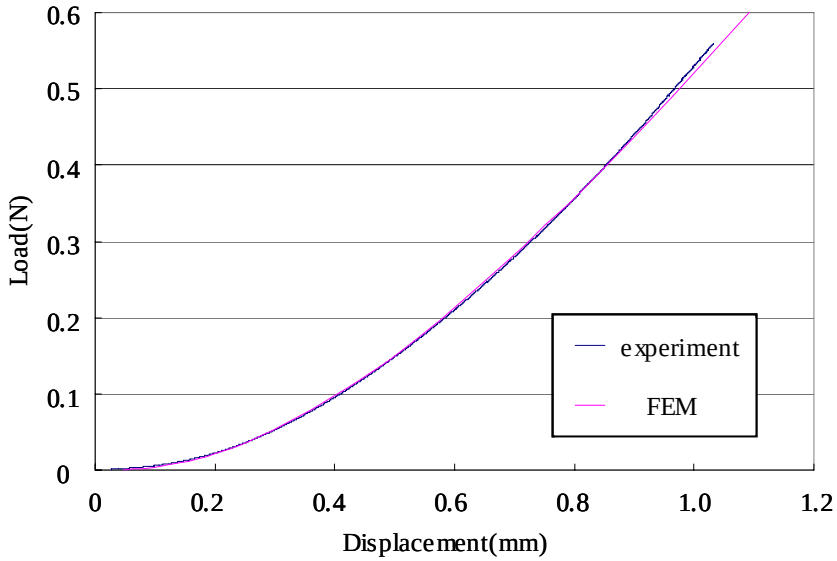


Fig.4.18 Comparison of result of peeling test and FEM (T=14.7,L=4.0,W=1.6)

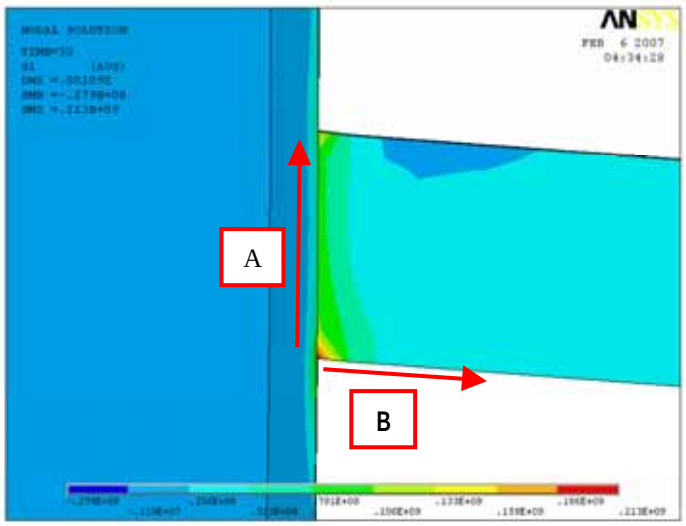


Fig4.19 Result of FEM analysis (principal stress distribution)

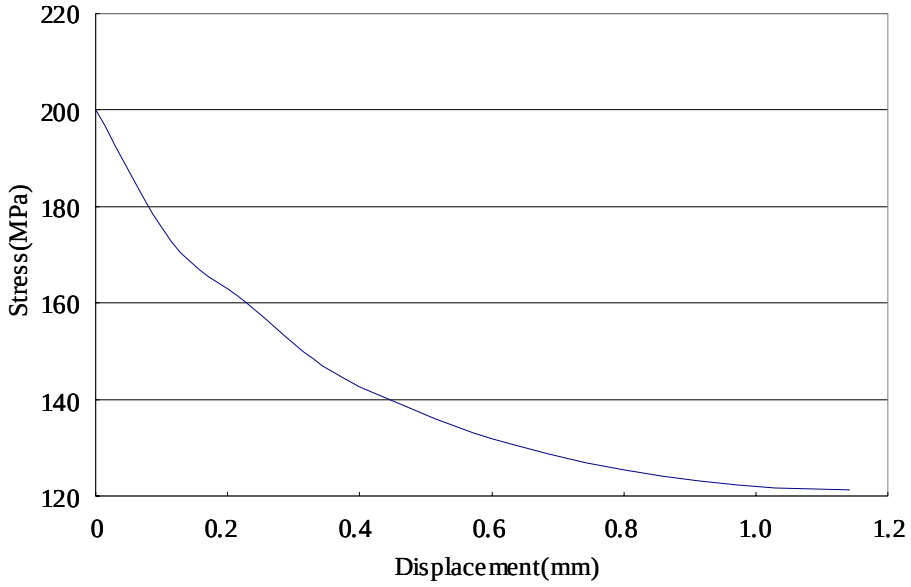


Fig.4.20 stress-displacement curve(line A)

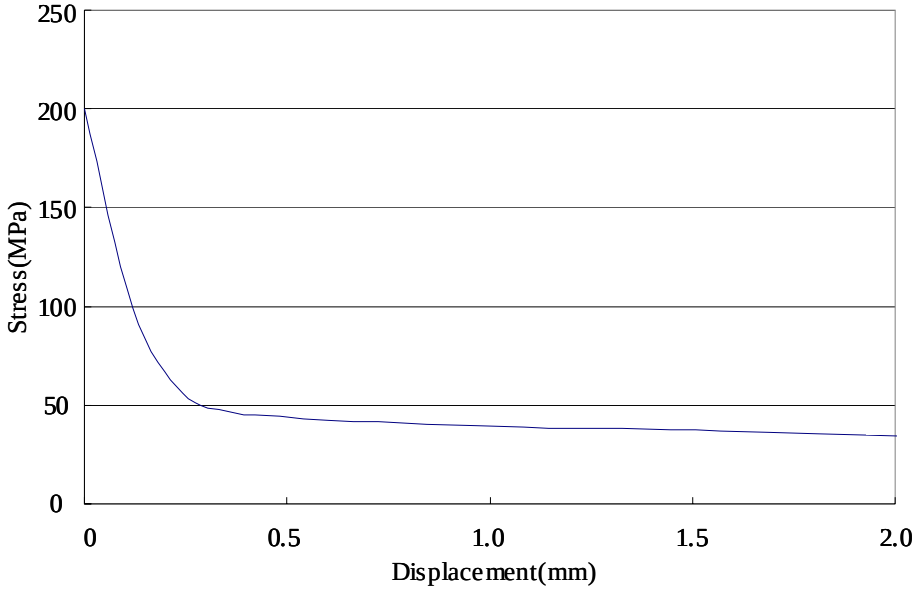


Fig.4.21 stress-displacement curve(line B)

第 5 章　応力緩和

5.1 応力緩和試験

高分子材料の特徴の一つである応力緩和特性の導出を行った。

試験には曲げ試験のときと同様（株）島津製作所の微小強度評価試験機マイクロオートグラフ MST-1 を用いた．また、試験は曲げ試験のときと同様に負荷容量 1N（精度 4mN）のロードセルで，変位を試験機内蔵のリニアエンコーダ（精度 0.2μm）を用いて計測した．試験片はウエハホルダーに置かれていて，ホルダーが固定された x-y テーブルを動かして，初期位置合わせを行う.直径 0.5mm の穴にニードル上の冶具を押込むことにより，試験を実施する。ある一定荷重で押しこんだ後は変位が一定になるようにマイクロオートグラフ側で制御を行い、荷重値の変化をデータローガを用いて計測した。試験条件を Table.6.1 に示す。試験には (T=20.5,L=4.0,W=0.4) (T=20.5,L=4.0,W=0.8)の 2 種類の試験片を用いた。

Table.5.1 Parameter of stress relaxation test

最大押し込み荷重		押し込み速度	押し込み保持時間
W=0.8	W=0.4		
0.2	0.1	0.1mm/min	30000(sec)

5.2 測定結果

応力緩和の測定を行った。測定結果を Fig6.1，Fig6.2 に示す。縦軸が荷重値で横軸が保持時間である。まず最初に押し込むことによって荷重値が増加し、目的の荷重値に達した時、変位が一定に保たれ荷重値が減少していく。よって二つの試験片において応力緩和を観察することができた。

5.3 Maxwell モデルによるモデル化

ポリイミドの梁の部分を全て引張り変形のみしていると仮定して、得られた測定結果を一般化 Maxwell モデルでモデル化を行った。今回は得られて係数を解析に入れ込みしやすいよう、N＝2 の 5 要素 Maxwell モデルを用いた。

$$F = S(G_\infty + G_1 e^{\frac{-t}{\tau_1}} + G_2 e^{\frac{-t}{\tau_2}})$$

モデル化は当研究室の熊谷が作成したソフトを用い 2 種類のデータのフィッティングを行い、得られた各係数をから両測定結果にあるように最適化をおこなった。モデル化して得られた係数を Table6.2 に示す。また、その係数を用いて計算した時の値と測定結果を比較したものを Fig6.3 Fig6.4 に示す。

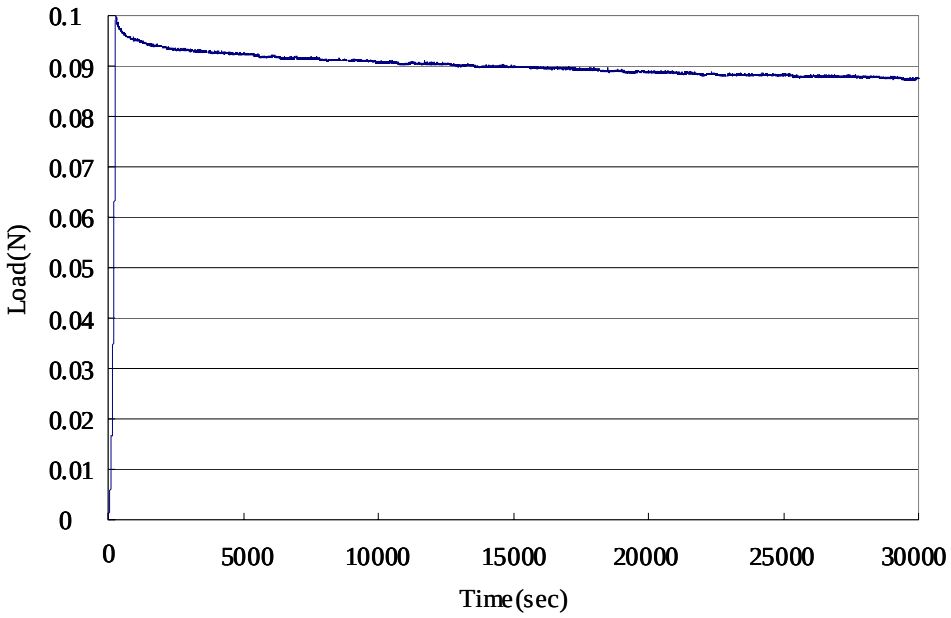


Fig.5.1 Result of stress relaxation test (T=20.5,L=4.0,W=0.4)

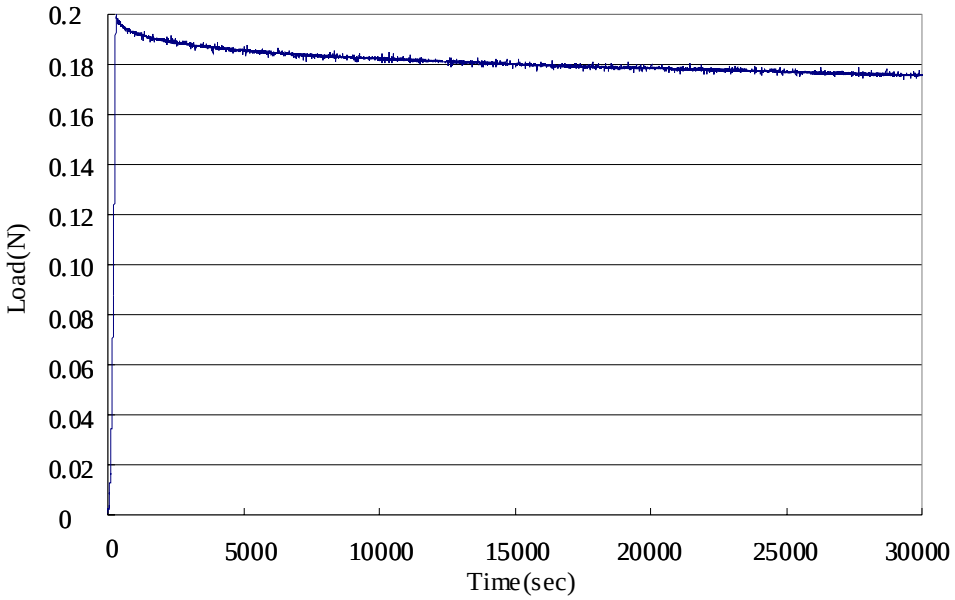


Fig.5.2 Result of stress relaxation test(T=20.5,L=4.0,W=0.8)

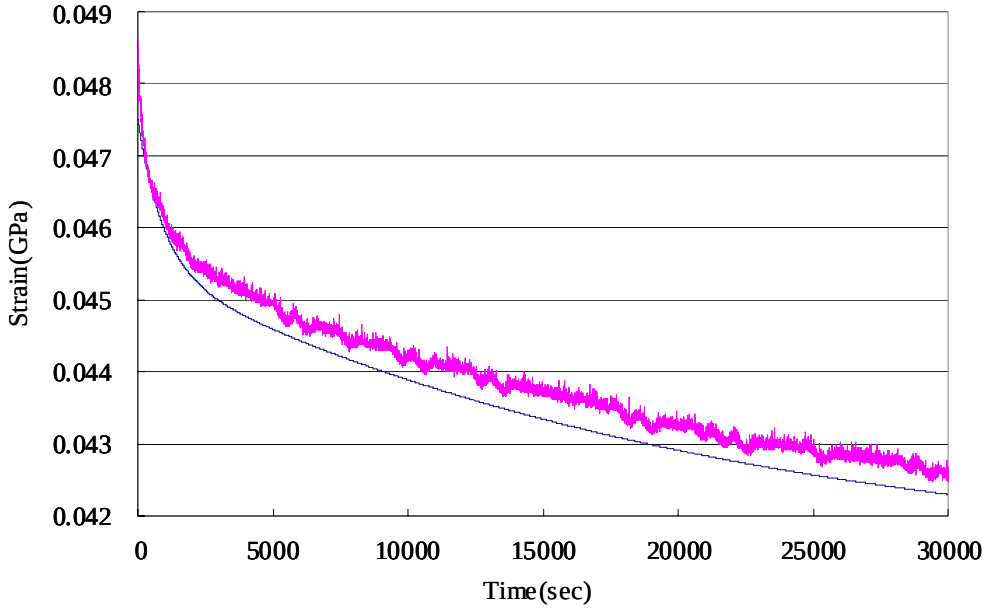


Fig5.3 Result of stress relaxation test and calculation (T=20.5,L=4.0,W=0.4)

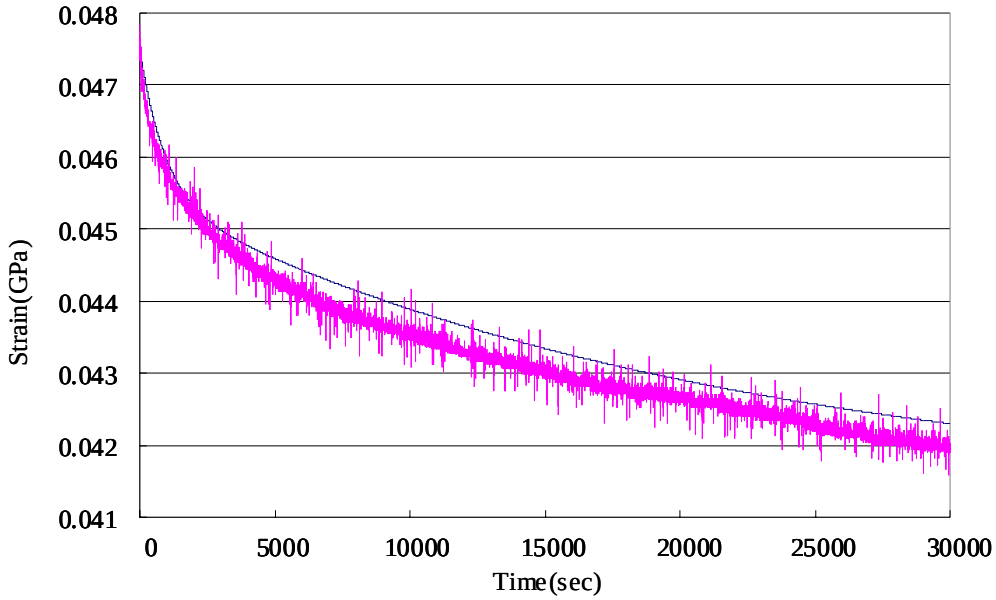


Fig.5.4 Result of stress relaxation test and calculation (T=20.5,L=4.0,W=0.8)

Table5.2 Parameter of 5 elements Maxwell model

G_∞	G_1	G_2	η_1	η_2
5.16	0.25	0.52	2.37×10^2	1.01×10^4

第 6 章　結論

本研究において、要求機能から試験装置を設計し、ナノインデンテーションによる押し込み試験、マイクロオートグラフを用いた曲げ試験・応力緩和測定を行うことにより、ポリイミドの力学特性を評価した。試験の結果から以下のような結論を得た。

- ナノインデンテーション試験によりヤング率が 7.5Gpa であることが分かった。
- 曲げ試験と有限要素法解析を比較することによりポリイミドのヤング率が 7.5Gpa であることを導出した。
- 応力緩和試験を行い、計測結果から Maxwell モデルでモデル化を行った。
- シリコンウェハとポリイミド薄膜の剥離強度の評価を行い、約 200Mpa で剥離することがわかった。

付録 A　本論文で用いなかったデータ

A-1 押し込み速度による違い

マイクロオートグラフで曲げ試験を行う際、基本的には 0.1mm/min で行った。しかし、ポリイミドには粘弾性特性があるのだから押し込み速度によって測定結果が違うかもしれないと重い検証を行った。試験方法は本論分で示した曲げ試験と同様のことを行い、押し込み速度は 30,10,0.1,0.01,0.0012(mm/min)で 0.5mm 押し込んだ。30(mm/min)はマイクロオートで制御できる最高速度で、0.0012(mm/min)は最低速度。試験片は T=8.2(μm),L=4(mm),W=3.2(μm)の物を用いた。測定結果を Fig に示す。30,10,0.1(mm/min)の場合はほとんど測定結果に違いは見られなかった。0.01(mm/min)、0.0012(mm/min)と押し込み速度が小さくにつれ緩和が観察された。しかし、極端に小さくしない限り緩和は確認できないので本研究結果にはそれほど押し込み速度の影響は無かったと思われる。今後は、30(mm/min)より極端に早い場合違いが出る可能性はあるのでそれを見る必要がある。

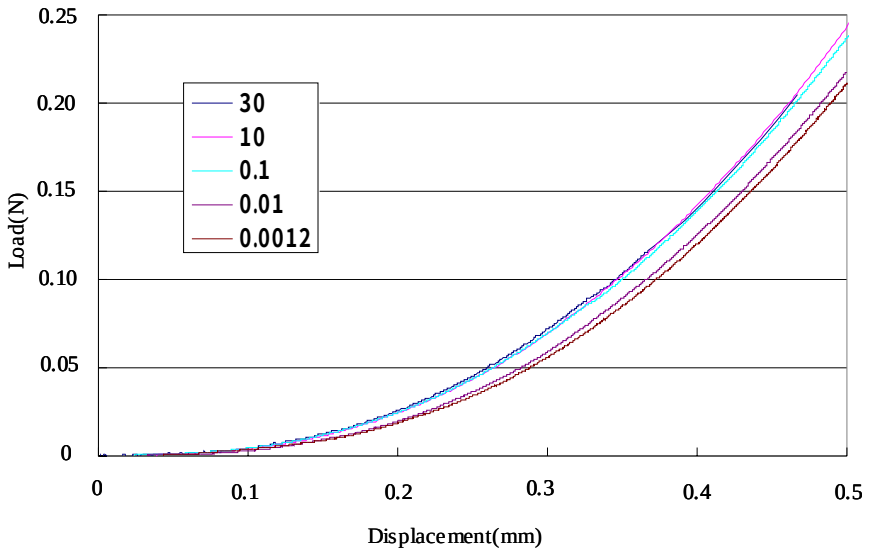
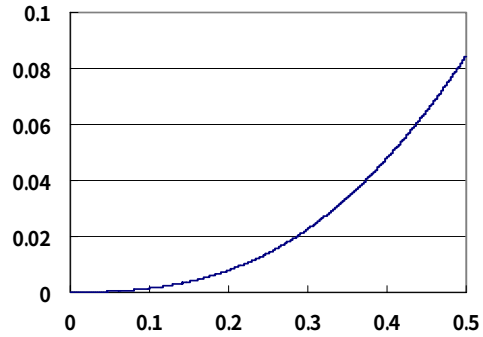


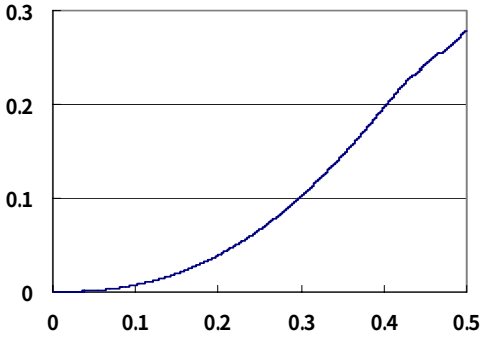
Fig A-1 A load-displacement curve(T=8.2,L=4,W=3.2)

A-2 曲げ試験の測定結果

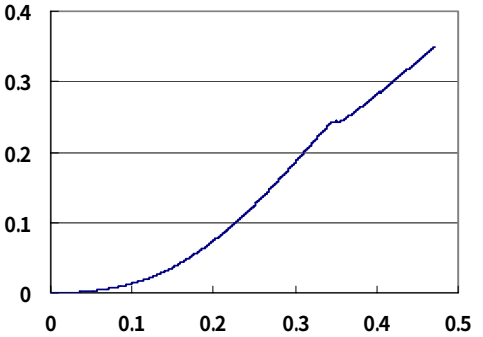
第五章で曲げ試験と有限要素法解析をいた際、比較した 32 種類の試験片のうち 30 個が大きくずれていて、それらはポリイミド薄膜とシリコンウェハの間で剥離が観察された。以下、剥離が観察された測定結果を示す。



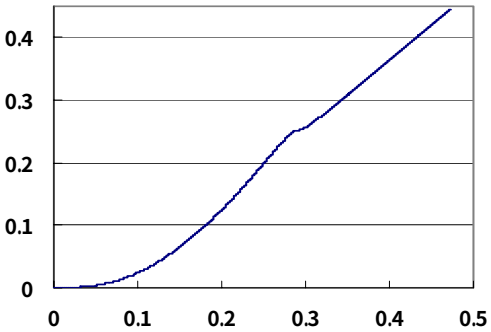
L=0.8 W=1.0



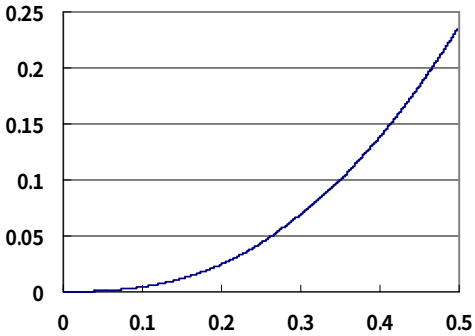
L=0.8 W=1.4



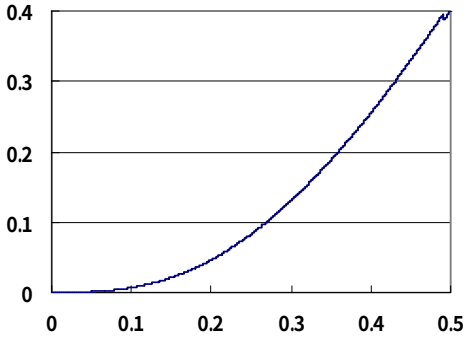
L=0.8 W=2.0



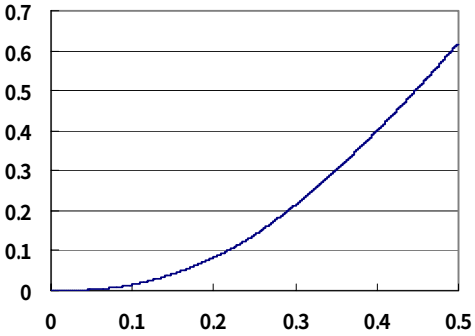
L=0.8 W=4.0



L=3.2 W=2.0

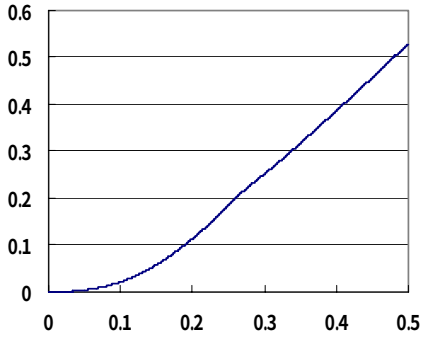


L=3.2 W=2.8

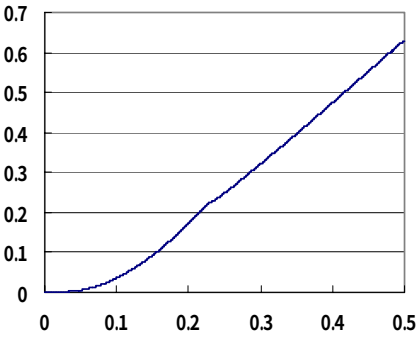


L=3.2 W=4.0

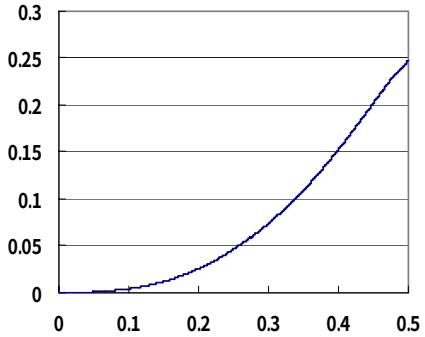
Fig A-2 A load-displacement curve (T=8.2)



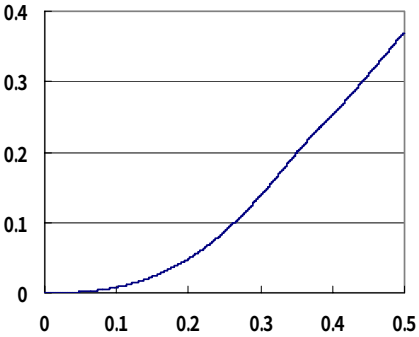
L=0.8 W=1.0



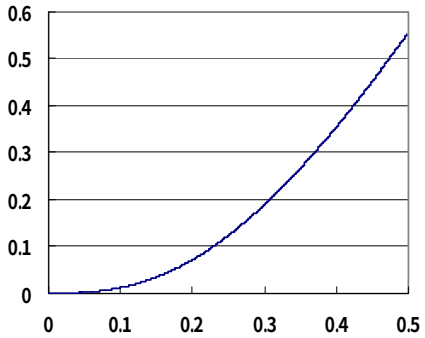
L=0.8 W=1.4



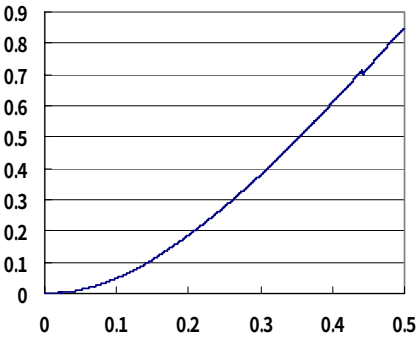
L=0.8 W=2.0



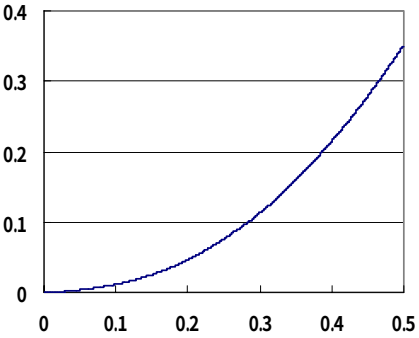
L=0.8 W=2.8



L=3.2 W=2.0

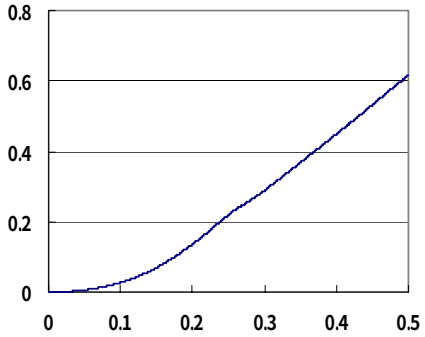


L=3.2 W=2.8

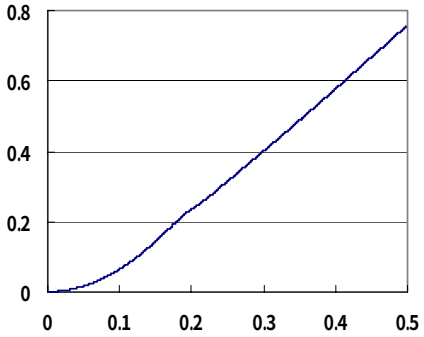


L=3..2 W=4.0

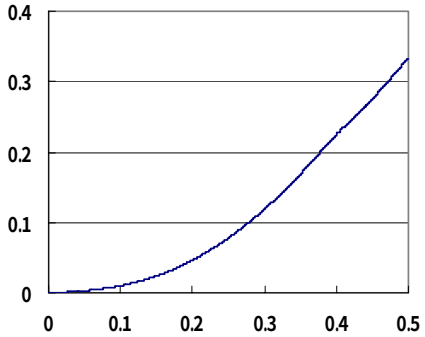
Fig A-3 A load-displacement curve (T=14.7)



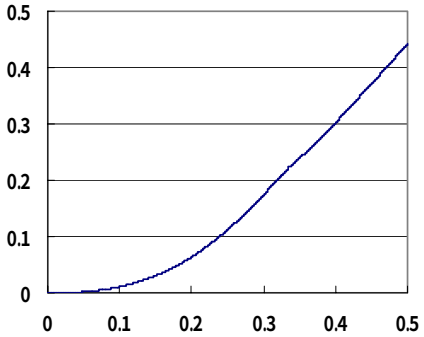
L=0.8 W=1.0



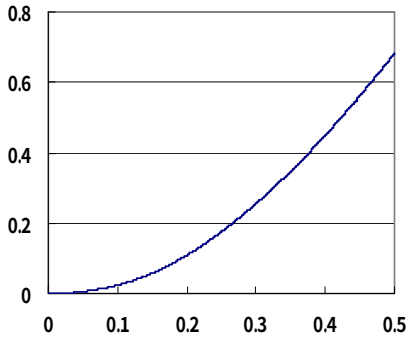
L=0.8 W=1.4



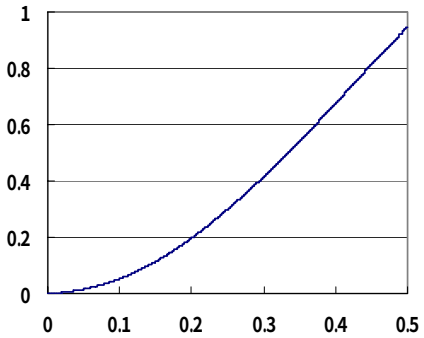
L=0.8 W=2.0



L=0.8 W=2.8

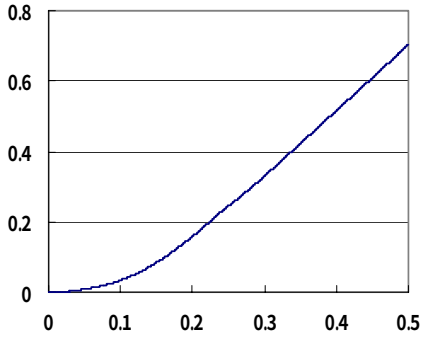


L=3.2 W=2.0

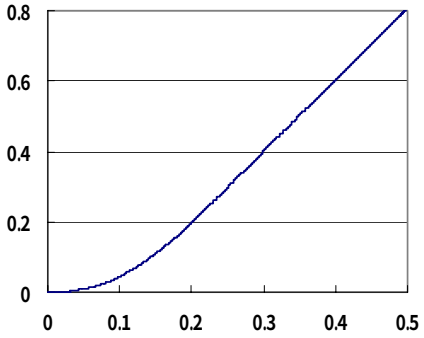


L=3.2 W=2.8

Fig A-4 A load-displacement curve (T=20.5)



L=0.8 W=1.0



L=0.8 W=1.4

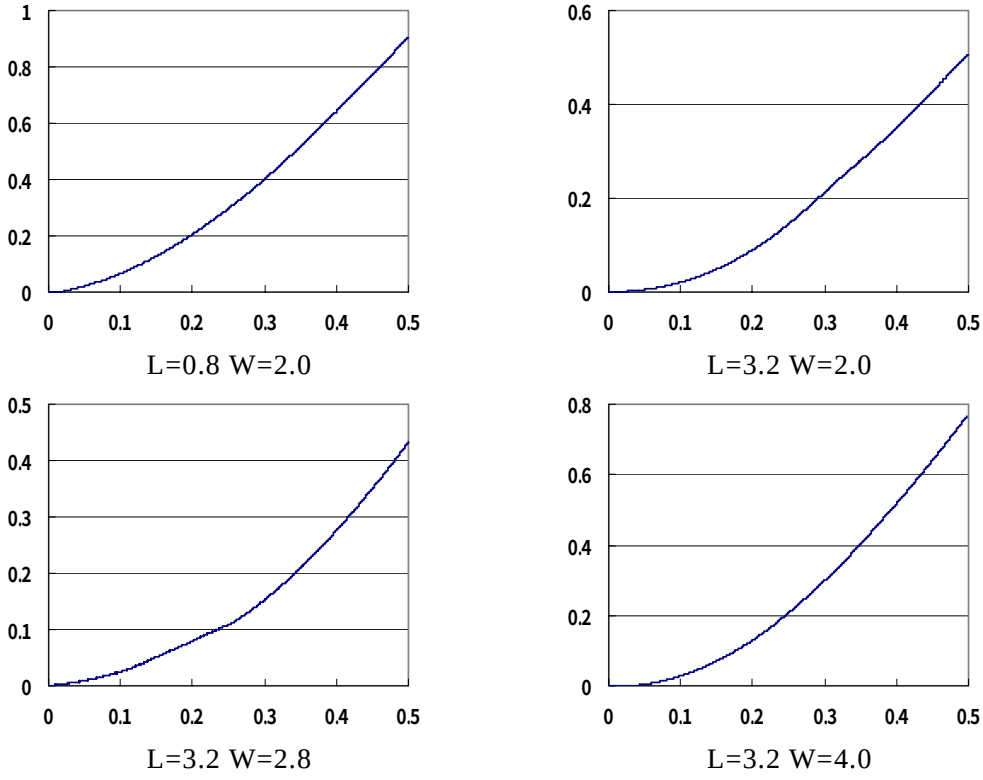


Fig A-5 A load-displacement curve (T=32.9)

A-3 ナノインデンテーション測定結果

様々な荷重で T=32.9(μm)の試験片をナノインデンテーションで押し込み試験を行い、ヤング率を測定した。FigC-6 はヤング率と押し込み深さの関係を示している。1500(nm)深いと深いと測定されたヤング率は高くなった。これは基板の影響と思われる。この測定結果はかなり表面に傷のついたポリイミドを用いたため、測定結果に誤差はあると考えられる。

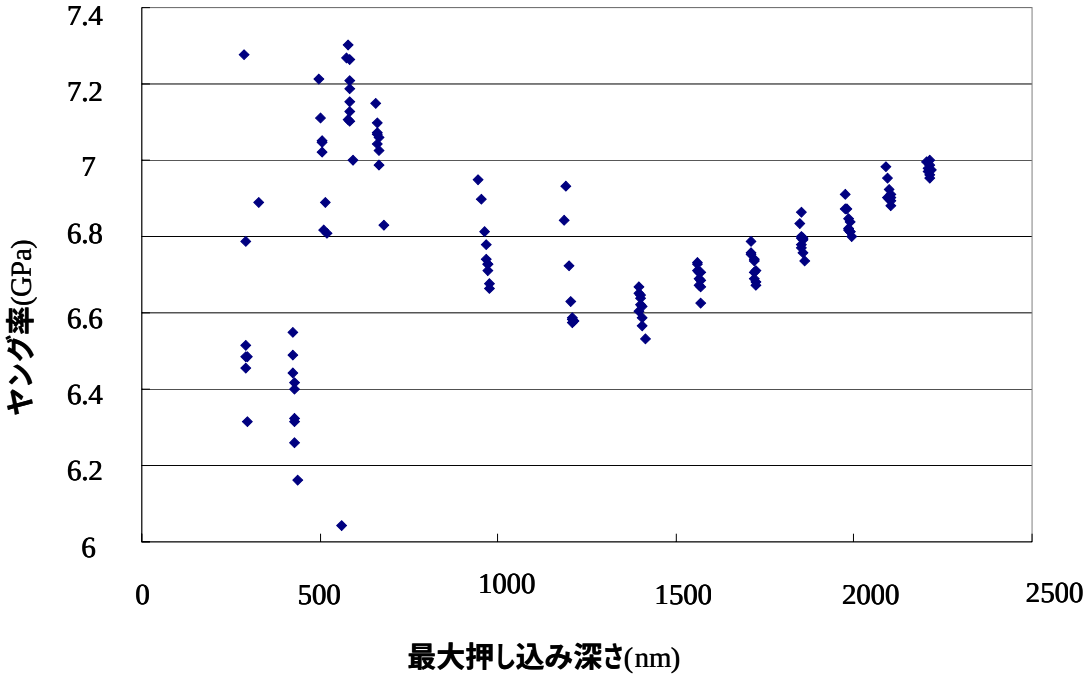


Fig A-6　young's modulus

付録 B　試験機使用上の注意

B-1 マイクロオートグラフ

B-2-1 マイクロオートグラフの使い方(簡略版)

① ロードセル取り付け
(注)ロードセルの銀色の部分には触らないこと。
② スイッチ ON
③ １５分待つ
④ キャリブレーション
(タッチパネルを押す順番)システム→アンプ調整→E-CAL→はい
⑤ TRAPEZIUM の設定
1.ユーザ名:admin パスワード:admin
2.新規作製
3.(スタート)次へ
4.(システム)圧縮→次へ
5.(センサー)試験力(レンジ・リミット)･ストローク(リミット)･サンプリング時間の設定
たわみ補正を行うをチェック→次へ
6.(試験制御) 次へ
7.(試験片) 次へ
8.(データ処理項目) 次へ
9.(グラフ)見易いように設定→次へ
10.(レポート)
11.(終了)試験開始
⑥ 試料の設置・微調整
⑦ ロードセルの位置の上下の微調整
(タッチパネル下部のボタン)MANU→△･▽OR マニュアルダイヤル
⑧ 押し込み試験開始
(タッチパネル下部のボタン)START
⑨ データの保存
⑩ 終了

B-2-2 ロードセル交換方法

マイクロオートグラフ用のロードセルを用いるにはただ取り替えるだけでいいのだが、EZ－TEST 用の１N のロードセルを使用するには作業が必要になる。

① 電源をつけていない状況でロードセルを取り替える
② スイッチを入れる(荷重値が異常値を示す)
③ 電源スイッチ上部にあるねじ穴をマイナスドライバーで左右どちらかに回す
④ マイクロオートグラフの荷重表示値が正常値になれば終了

EZ－TEST 用 1N のロードセルからマイクロオートグラフ用のロードセルに変える時も上記と同じ方法で交換する。

フェムト秒レーザは工学部 8 号館 6 階に置いてあり、誰でも使うことができる。しかし、講習会に参加しないと使用することができない。使用する際は COE で不定期に行われる講習会に参加するか、中尾・濱口研究室の四年生秋葉君(2007/02/09 現在)に聞くかすること。使用方法はマニュアルに書いてあるのでそれを読むこと。フェムト秒レーザは熟練度が必要になるので、とにかく頑張ってください。

B-3 ナノインデンテーション

エリオニクス社製ナノインデンテーションは工学部 2 号館地下一階に置いてある。加藤研の試験機だが、許可さえあれば使用することができる。使用したければ当研究室の浅川技官に指示を受けること。ナノインデンテーションはマニュアルさえ読めば使うことができるが、マニュアルに記載されていないノウハウがかなりあるためエリオニクス株式会社の営業の人に教えてもらうのが一番である。以下、自分の知っていることを箇条書きに書く。

- 分割数×ステップインターバル＝10000
- 修正液で試験片を固定するのはあまり良くない。アロンアルファで固定するのがベスト
- 試験開始時に試験片と圧子の間は圧子が振動しているため 1μm 以上話すこと。そうしないと、試験開始時から圧子が試験片に当たってしまい正しく測定できない。

あとがき

謝辞

本研究を行うにあたりまして酒井信介教授、泉聡志助教授には多くのご指導を受け賜り、深く感謝いたします。

オリンパス株式会社の宮島様・村上様、試験片を提供していただいただけではなく貴重な情報を様々いただき大変感謝しています。

産業安全研究所の山際様、様々な試験機を貸していただき、研究に対するアドバイスをいただきまして大変感謝しています。また、交通事故に遭った時交渉事の様々なアドバイスをいただきましてありがとうございまし。

株式会社エリオニクスの佐々木様・伊藤様、忙しいところナノインデンテーションを貸していただき、また実験を手伝っていただきまして大変感謝しています。御社へうかがった際佐々木様から伺った話は大変興味深く参考になりました。

株式会社島津製作所の山田様・川崎様・赤瀬川様、試験機に関して様々なサポートをしていただき大変感謝しています。

坂口電熱株式会社の店員の方々、熱に関しての質問に答えていただきまして大変感謝しています。

研究室の入口さん、淺川技術官、原先生、廬さん、熊谷さん、岡島さん、ハサンさん、一学年上の小林さん・笹尾様、同学年の本田さん木村・新国・安田・山崎・中嶋、一学年下の武君・前君・川口君・杉本君・久保寺君、二学年下の程島君・牧野君・大石君・中村君・藤本君・松本君、研究に際し様々なサポートをいただき感謝しています。あと、邪魔ばかりして申し訳なかったです。

中尾研究室秋葉君、無理言って試験機を貸していただき感謝しています。

この二年間、研究に関しては大した成果は残せませんでしたが楽しい研究室生活を送ることができました。これも、周りの皆様のおかげであることは言うまでもありません。本当にありがとうございました。

一刻館の管理人・音無響子様、修論追い込みの時苦しくてへこたれそうになったけど、あなたの笑顔を見て頑張ることができました。あなたは女神です。本当にありが問うございました。

参考文献

[1] N.Asada, H. Matsuki, K. Minami, M. Esashi, “Silicon Micromachined Two-Dimensional Galvano Optical Scanner”, IEEE Transactions on Magnetics, 30(1994), 4647-4649

[2] Jin-H. Lee, Y.-C. Ko, D.-H. Kong, J.-M. Kim, K.B. Lee,D.-Y. Jeon,”Design and fabrication of scanning mirror for laser display”, Sensors and Actuators A, 96(2002), 223-230

[3] David L. Dickensheets, and Gordon S. Kino, “Silicon-Micromachined Scanning Confocal Optical Microscope”, Journal of Microelectromechanical Systems, 7,-1(1998),38-47

[4] S. Eliahou-Niv, “Design, analysis and fabrication of a new MEMS scanning devise actuator”, Applied Surface Sicience, 248(2005),503-508

[5] Peter F. Van Kessel, Larry J.Hornbeck, Robert E. Meier, and Michael R.Douglass, “A MEMS-Based Projection Display ”, Proceedings of the IEEE,86,No8(1998),1687-1704

[6] Paul M. Zavracky, Sumit Majumder, and Nicol E. McGruer, “Using Nickel Surface Micromashining”, Journal of Microelectromechanical Systems, 6-1(1997),3-9

[7] Hiroshi Toshiyoshi and Hiroyuki Fujita, “Electrostatic Micro Torsion Mirrors for an Optical Switch Matrix”, Journal of Microelectromechanical Systems,5-4(1996),231-237

[8] 日本ポリイミド研究会編 “ 最新ポリイミド　～基礎と応用～ ” 株式会社 NTS(2002)

[9] 柿本雅明監修 最新ポリイミド材料と応用技術 シーエムシー出版 (2006)

[10] 次世代のエレクトロニクス・電子材料に向けた新しいポリイミドの開発と高機能付与技術　技術情報協会(2003)

[11] Hiroshi Miyajima,tTomoko Arikawa ,Toshiharu Hidaka,Kazunari Tokuda,Kazuyama Matsumnoto:”Experimental characterization of polymide torsional hinges for optical scanner”Sensors Actuators A 117(2005) 341.348

以上

p.1～51 完

修士論文

平成 19 年 2 月 9 日 提出

56168　大場　健史