

令和元年6月27日現在

機関番号：52601

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06031

研究課題名(和文) 雰囲気制御分子線エピタキシャル結晶成長による規則的マイクロテクスチャの自律的創成

研究課題名(英文) Autonomously Generating Nano-Micro Textured Ultra Flat Smooth Surfaces by Applying Molecular Beam Epitaxy with Molecular Beam Source

研究代表者

角田 陽 (KAKUTA, AKIRA)

東京工業高等専門学校・機械工学科・准教授

研究者番号：60224359

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：マイクロテクスチャとは、代表寸法がマイクロメートルオーダー以下の単位規則形状が無秩序に、または秩序よく規則的に整列配置されている面である。同面を持つ機械構造体や機械要素部品では、さまざまな分野への直接的・間接的な波及効果が期待できる。しかし、その創成技術の確立は十分とはいえない。そこで本研究では、規則的配列マイクロテクスチャ創成技術のひとつとして、雰囲気制御環境下での分子線エピタキシャル結晶成長における分子の自律的な整列現象により、従来にない多様な単位規則形状が整列したマイクロテクスチャの創成技術の確立をめざした。実際の試作実験や解析により、その創成技術の確立に資する知見を得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、雰囲気制御分子線エピタキシャル結晶成長における現象を応用し、マイクロテクスチャ創成技術として確立するための第一段階として、技術確立に資する知見を得た。

具体的には、雰囲気制御環境下における、創成可能な単位規則形状およびマイクロテクスチャを明確化した。すなわち、雰囲気制御環境下における、基板面方位、成長条件(基板温度、成長速度)と創成規則的単位形状の関係を実験的に明らかにした。また、雰囲気環境と、あらかじめ付与する幾何形状を加工条件として、本手法によって創成可能なテクスチャの形状を実験的に明確化をはかり、今後の同テクスチャ創成技術確立に有効な情報を得ることができたといえる。

研究成果の概要(英文)：Nano or micro textured ultra flat surfaces have received attention and increased demands. However, it is difficult to generate those surfaces because of the fineness and smallness. This study aims to generate nano or micro-textured surfaces by using epitaxial growth process. The molecules are autonomously deposited in accordance with crystalline lattice of the substrate. Therefore, the defective parts of the crystal are automatically filled and revised by these molecules in the molecular level, that is, nano level. In this study, MBE was carried out on mono crystal Si substrate with pre-patterns by photolithography and etching under property conditions. This study investigated that how different the surface properties were generated by using molecular beam sources with the different atmosphere.

研究分野：精密・微細加工学

キーワード：微細加工 エピタキシャル成長 テクスチャ

1. 研究開始当初の背景

マイクロテクスチャとは、例えば直径が数マイクロメートルオーダ以下の円柱などの単位規則形状が配置されている表面をいう。

テクスチャをもつ物体表面の凹凸幾何形状はさまざまな効果をもたらす。例えば、摩擦や撥水性の制御などの特徴をテクスチャは実現できる。こうした工業的なテクスチャでは、その効果を安定的かつ効率的に生じさせるために、代表寸法がマイクロメートル以下の単位規則形状が、無秩序ではなく、規則的に整列したマイクロテクスチャとなっていることが望ましい。しかし、そうした工業用途テクスチャの作製技術としては、形状が微細になればなるほど、単位規則形状そのもののみならず、それらを整列させることは、加工精度や形状精度の点で、これまでの機械的加工では技術的にもコスト的にも困難で、新たな技術開発の進展が必要となっている。

そうした中で、本研究者らは、エピタキシャル結晶成長における自律的な分子の整列現象が、マイクロテクスチャの創成技術として応用できることを明らかにしている。その中で、成長雰囲気成分や比率によって、より多様なマイクロテクスチャの創成可能性を見いだしている。

2. 研究の目的

上述の研究背景において述べたように、エピタキシャル結晶成長を応用した、自律的な分子の整列現象によるマイクロテクスチャの創成技術において、成長雰囲気の成分やその量比によって、より多様なマイクロテクスチャが創成できる可能性がある。その際の加工条件とテクスチャ形状の関係は理論的にある程度は予測できるものの、加工技術として実用化するには、実験的に検証し、その関係を整理体系化し、創成メカニズムを解明する必要がある。そこで本研究では、成長時雰囲気制御環境下における、あらかじめ付与する幾何形状パターンと創成テクスチャの関係を実験により定量的に明確化し、その創成メカニズムを一般化することで、より多様なマイクロテクスチャ加工技術の確立に資する知見を得ることを目的とする。

3. 研究の方法

分子線エピタキシャル成長 (MBE) とは、超高真空環境下において、単結晶基板上に飛来・付着した原子(分子)を基板と同じ結晶方位の単結晶薄膜として成膜させる技術である。すなわち、基板に付着した原子は、加熱された基板からのエネルギー等により、基板上を表面拡散する。このとき基板上の段差部などは、ポテンシャルエネルギーが低く安定した位置であるため、そこで捕捉原子はそこにとどまりやすい。これが形状を作る核となり、複数の原子が集まることになるが、その形状はポテンシャルエネルギー場にもとづく規則的な形状となりやすく、これらが繰り返されることにより規則的なマイクロテクスチャ面となる。MBEによりできるそれらの形状やその大きさは、基板面方位、基板温度、成膜量などのさまざまな条件に依存する。

1 分子層ごとに均一な成膜が行える他、結晶の創成が自律的に行われるという長所があるが、膜の成長速度が遅い。また、結晶の創成条件に不明な点が多いという問題点もある。

現状では、MBEによる加工条件とテクスチャの創成条件には未だ不明な点が多い。その関係を明らかにするために、本研究では、表面拡散する分子を捕捉しやすくするためのプレパターン形状をフォトリソグラフィやRIEを用いてあらかじめ付与した単結晶 Si 基板に対して、適切な条件設定の下 MBE によるエピタキシャル成長を行い、創成される形状の位置や形状の影響を調べている。

以下に実験工程を示す。

1) プレパターンの作製

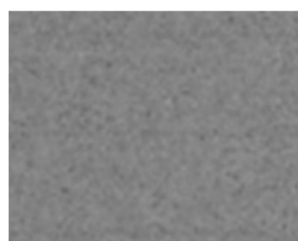
使用する基板は直径 100mm の円形 Si 基板である。Si 基板を洗浄した後、ポジ型フォトリソト材である OFPR-800 を Si 基板に塗布し、フォトリソグラフィによりプレパターンを転写する。このレジストパターンをマスクにしてドライエッチングを行い、基板にパターンを転写する。

2) MBE によるテクスチャ創成

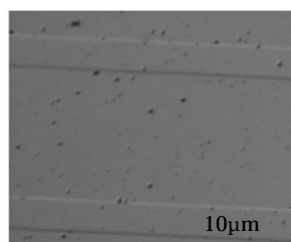
Si 基板を MBE 装置に搬入し、エピタキシャル成長を行う。高真空中の環境下で Si 基板はヒーターによって加熱される。飛来分子線源としてはヘリコンスパッタリング分子線源を用いた。スパッタリングとは、Ar などの不活性物質を対象となる固体(ターゲット)に高速で衝突させ、ターゲットの構成する原子を飛び出させることをいう。この際にターゲットに向かい合わせて基板が置かれていると、飛び出した原子が基板上に付着・堆積して膜が形成される。本研究では、先行研究でヘリコンスパッタ源として用いられていたアルゴン(以下 Ar)の他に、雰囲気ガスの一例としてアセチレン(以下 C₂H₂)の影響を 0ccm, 0.2ccm, 0.4ccm, 0.8ccm, 1.5ccm の 5 段階について調査した。

4. 研究成果

成膜面の観察には、光学的微分干渉顕微鏡と、原子間顕微鏡(以下 AFM という)を用いた。観察結果の一例として、C₂H₂ を添加しなかった実験(Ar 35ccm, C₂H₂ 0ccm)と 1.5ccm 添加した実験(Ar 33.5ccm, C₂H₂ 1.5ccm)の比較結果を図 1, 2 に示す。両図において、(a)は比較実験として C₂H₂ を添加しなかったもので、(b)は C₂H₂ を 1.5ccm 添加したものを示している。観察したパターンは、幅 4 μm、ピッチ 20 μm の直線パターンである。

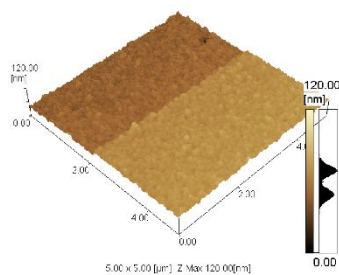


(a) C₂H₂ なし

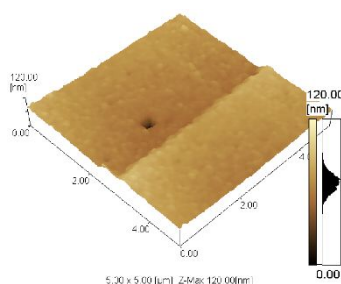


(b) C₂H₂ あり

Fig. 1 金属顕微鏡による創成面の観察結果の一例



(a) C₂H₂ なし



(b) C₂H₂ あり

Fig. 2 原子間力顕微鏡による創成面の観察結果の一例

Ar のみを添加した場合と比較して、C₂H₂ を添加した場合は基板表面に小さな形状が現れることが確認できた。金属顕微鏡で観測された形状は、原子間力顕微鏡の観察結果に見られる小さな孔であると推測できたため、該当部分を拡大して観察したところ、この小さな孔は 1 辺が 0.2nm で深さが 70nm の四角錐であることが分かった。

先行研究では(111)単結晶 Si 基板を用いたため、三角形の孔や凸形状が確認されたが、今回

用いた Si 基板は面方位が(100)であったために、四角形の孔形状が現れたと考察できる。

成長時雰囲気制御環境下における、あらかじめ付与する幾何形状パターンと創成テクスチャの関係を実験により定量的に明確化し、その創成メカニズムを一般化することで、より多様なマイクロテクスチャ加工技術の確立に資する知見を得られた。引き続き加工条件と創成テクスチャの関係について、実験をしていきたい。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 2 件)

A. KAKUTA, S. KAWAKAMI: Autonomously Generating Nano-Micro Textured Ultra Flat Surfaces by Applying Molecular Beam Epitaxy, Proceedings of the 7th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2017), USB-Memory, 2017. 11, (査読有)

A. KAKUTA, S. MARUTA: Autonomously Generating Nano-Micro Textured Ultra Flat Smooth Surfaces by Applying Molecular Beam Epitaxy with Helicon Sputtering Molecular Beam Source for Nanoimprint Die, World Congress on Micro and Nano Manufacturing (WCMNM2018), USB-Memory, 2018. 9, (査読有)

〔学会発表〕(計 2 件)

川上俊介, 角田陽: 分子線エピタキシャル結晶成長を用いた表面創成 - ヘリコンスパッタリング分子線源を用いた Si-Si ホモエピタキシャル成長 -, 精密工学会学生会員卒業研究発表講演会講演論文集, CD-ROM, 2017. 3, 日本, 慶應義塾大学(神奈川県横浜市)

丸田修平, 角田陽: エピタキシャル成長によるマイクロテクスチャ面の創成 - ヘリコンスパッタリング分子線源を用いた Si-Si ホモエピタキシャル成長における雰囲気ガスの影響 -, 精密工学会学生会員卒業研究発表講演会講演論文集, CD-ROM, 2018. 3, 日本, 中央大学(東京都文京区)

6. 研究組織

研究分担者: なし

研究協力者: なし

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。