

令和 元年 6 月 11 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06283

研究課題名(和文) ナノ薄膜への可逆的非破壊電気コンタクトの面積制御

研究課題名(英文) contact area control of non-destructive contact probe

研究代表者

吉武 道子 (Yoshitake, Michiko)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・国際ナノアーキテクトニクス研究拠点・主席研究員

研究者番号：70343837

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)：ナノメートル程度の薄膜や、グラフェンなどの二次元物質、壊れやすい材料などに、試料を破壊することなく電気的コンタクトを取り、電気特性測定などを可能にするプローブを開発し、その有効性を実証した。  
また、プローブの先端付近の電気的接触部分の面積を制御する方法を開発し、面積制御ができていることを確認するとともに、電気的接触面積制限プローブと、マスク蒸着電極膜による電気特性測定結果を比較し、電気的接触面積制限プローブによる測定の実証した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

様々な最先端の材料開発において、特性測定のための試料調整の手間と時間を大幅に短縮することに貢献し、新しい材料が市場に投入されるまでの時間とコストを圧縮する。  
また、不均一な材料において、特性測定を的確に行う手段を提供し、新たな材料の特性を正確に測定することを容易にし、材料-特性関連の効率的解明に寄与する。

研究成果の概要(英文)：A simple probe that is applicable as an electric contact to nm-thick films and 2D films such as graphene and MoS2 without destroying the specimen has been developed. The robust electric contact with the probe has been demonstrated by resistivity measurement of a 5-layer graphene film on sapphire.  
A way of controlling electric contact area has been developed. The achievement of designed probes with different contact areas have demonstrated. Electric measurements with the designed probe have been compared with the measurement using an evaporated electrode film on a resistive switching film. The advantage of using the designed probe has been demonstrated.

研究分野：表面界面

キーワード：電気計測 プローブ 非破壊

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

非常に薄く、少しの力を加えただけで壊れてしまうような膜や電極に対し、電気特性を測定したり、電圧を印加するための電気コンタクトを得るためには、特殊な加工・構造を付与した試料を作製する必要があった。そのため、二次元膜の電気測定などが簡便に行えなかった。また、壊れやすい材料や二次元膜において、電氣的に接触している面積が重要なパラメータとなる、電流密度や電気容量などの測定も簡便に行えなかった。

### 2. 研究の目的

非常に薄く、少しの力を加えただけで壊れてしまうような膜や電極に対し、原子力顕微鏡のような力のフィードバック・除振機構、ピエゾ素子によるアプローチを必要とせずに、試料を破壊・汚染することなく非破壊で可逆的に電気コンタクトを形成する技術を開発して、I-V 特性・C-V 特性などの評価を可能にすることを目的とする。また、電氣的に接触している面積を制御したプローブを開発する。

### 3. 研究の方法

研究の目的を達成するために、以下の5つの点について開発を行う。

コンタクト機構による電気接触の検証

Au 球を接触材としたプローブを用いて、転写法により作製されたサファイア上の5層グラフェン試料を用いて、電気抵抗測定を行い、その値の妥当性を検証する。

コンタクトの非破壊性の検証

本コンタクトプローブにより電氣的コンタクトを得て測定を行った試料を別の測定等に使用する(コンタクトの可逆性)には、コンタクトによって試料が破壊されないことが重要である。サファイアのような透明基板上に作成された数層のグラフェン膜は、部分的に一層はがれただけでも目視による膜コントラスト観察により検出することができる。そこで、コンタクト前後の試料を光学的に観察して、コンタクトによる試料の破壊がないことを検証する。

電氣的接触面積の制御

コンタクト材である Au 半球の頂点付近に、制御した面積だけ Au が表面に露出し、その他の箇所は絶縁膜で被覆された構造を、レーザーリソグラフィにより実現し、電氣的接触面積を制御されたプローブを作製する。

電氣的接触面積制御プローブを用いた測定

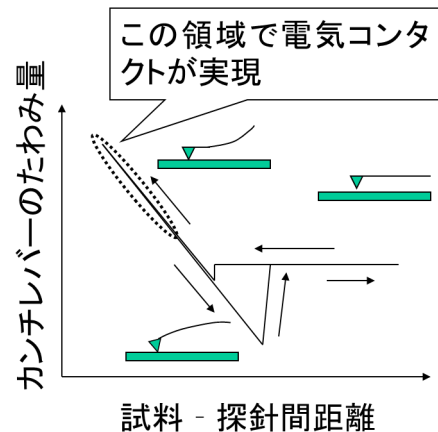
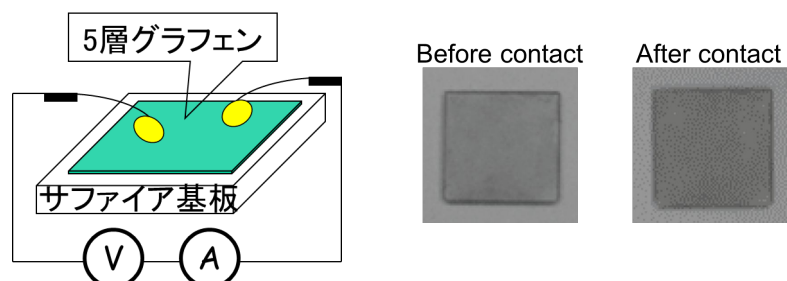
電氣的接触面積を制御したプローブを用いる利点の一つとして、電気容量などの接触面積依存の物性量測定の外に、マスク蒸着・塗布などによる面積制御電氣的接触において問題となる、蒸着原子や塗布溶剤などが試料中に侵入し電気特性が試料本来とは異なるという欠点が無い、という利点がある。電氣的接触面積を制御したプローブと、マスク蒸着による電気測定の結果を比較して、この利点を明らかにする。

### 4. 研究成果

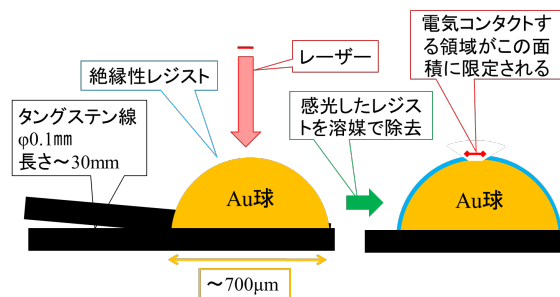
本プローブの非破壊性の原理は、原子力顕微鏡におけるフォースカーブ(右図)で、反発力が働くが探針が元に戻ること(=弾性変形=非破壊)に基づいており、フォールカーブにおける弾性変形的に反発する圧力領域を、目視で確認可能なプローブ支持材を選択するところにある。

このようにして作製したプローブを用いて、サファイア上の5層グラフェン試料の電気抵抗率を測定した。その結果、 $8 \times 10^{-6}$  [  $\Omega \cdot \text{m}$  ] という値が得られた。グラファイトの値として報告されているものが、 $10^{-5} \sim 10^{-7}$  のオーダーで、2-10 層の還元グラフェンの値が  $8.8 \times 10^{-5}$  [  $\Omega \cdot \text{m}$  ]、グラフェンの原子振動から推定されている可能な最小電気抵抗率が  $1.0 \times 10^{-8}$  [  $\Omega \cdot \text{m}$  ] なので、本研究で測定された値はリーズナブルと考えられる。

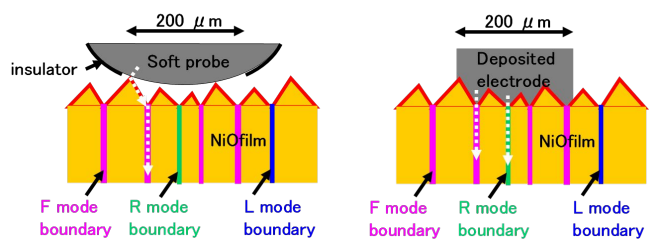
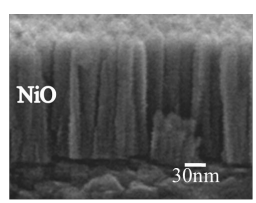
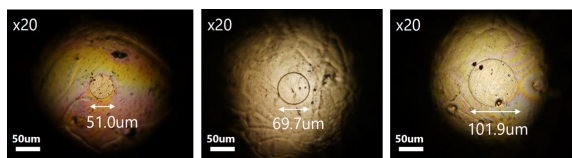
このサファイア上の5層グラフェン試料の測定前後の状態を光学的に観察した結果が、右下の写真である。コンタクト前後で層厚分布によるコントラストに変化は見られず、コンタクトによる試料の破壊が全く起こっていないことがわかる。



右に示したのが、レーザーリソグラフィーにより希望する面積だけ Au が表面に露出し、その他の箇所は絶縁膜で被覆された構造を作製するプロセスである。レーザー照射条件、絶縁性レジストの塗布条件や、感光後の熱処理などの条件を最適化することで、右下の写真に例を示すように、設計した径に対し誤差 2% 以内の径で開口部 (= Au が露出して、電気的接触が起こる部分) を形成することができた。



上記のようにして作製した電気的接触面積を制御した Pt コートプローブ (Au プローブに Pt 膜をコーティングし、その Pt コートプローブに対してリソグラフィーを施したもの) と、マスク蒸着による Pt 膜電極を用いて、抵抗変化メモリ材料である NiO 膜の電気抵抗を測定した結果を比較した。右の図が、試料の NiO 膜の断面写真とそれに本開発プローブと蒸着膜電極が接触している状態の模式図である。NiO は粒界の種類によって電気伝導性が異なっており、R モード粒界は常に電気抵抗率が低い。磁気抵抗変化メモリとして主に動作するのは印加電圧によって電気抵抗変化がスイッチングする表面部分 (図の赤線) であるが、蒸着により電極を作成すると、粒界が表面に露出している部分で図の赤線部分が無く、電極膜が直に R モード粒界と接触してしまう。そのため電気が流れスイッチング動作を示さない。一方、本開発のプローブを用いると、凹部である粒界が表面に露出している部分には Pt プローブは接触せず、本来の磁気抵抗変化メモリとしてのスイッチング動作が確認でき、スイッチング特性が測定できた。



## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 件)

〔学会発表〕(計 3 件)

- 吉武 道子、シュリダール ディーパック、柳生 進二郎、非破壊電気コンタクトプローブの内部光電効果測定への適用、応用物理学会、2019
- 吉武 道子、柳生 進二郎、知京 豊裕、接触面積を制御した nm 薄膜に非破壊で電気コンタクトするプローブの開発、表面分析研究会、2017
- 吉武 道子、肥田 聡太、森山 拓洋、岸田 悟、木下 健太郎、非破壊コンタクト面積制御型プローブによる電気抵抗測定、表面真空学会、2017

〔図書〕(計 件)

〔産業財産権〕  
出願状況 (計 件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年：  
国内外の別：

取得状況（計 件）

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年：  
国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名：  
ローマ字氏名：  
所属研究機関名：  
部局名：  
職名：  
研究者番号（8桁）：

(2) 研究協力者

研究協力者氏名：  
ローマ字氏名：

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。