

平成 28 年 6 月 13 日現在

機関番号：14301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26600062

研究課題名(和文) ナノギャップの熱物性計測デバイス

研究課題名(英文) Thermal properties measurement device for nanogap

研究代表者

土屋 智由 (Tsuchiya, Toshiyuki)

京都大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：60378792

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：数～10数nmの間隔，数 μm の非常に狭い空隙すなわちナノギャップの熱伝導，電気伝導特性を測定するためのナノギャップ計測デバイスを提案，試作，評価した．デバイスは熱膨張アクチュエータを駆動して単結晶シリコンの構造にへき開破壊を引き起こし，対となるへき開面によりナノギャップを創製する．デバイスの駆動でナノギャップの創製に成功し，間隔120nmのギャップについて電圧-電流特性を測定した結果，電子放出を確認した．

研究成果の概要(英文)：A nanogap fabrication and measurement device has been proposed, fabricated and tested, in order to measure the thermal and electrical transportation properties of a very narrow conformal gap (called nanogap) of a few to tens of nm wide and a few micrometer square. The device actuates thermal actuator to cause cleave fracture on a single crystal silicon structure and to form the nanogap consisting from a pair of fracture surfaces separated from one body. We successfully fracture-fabricated a nanogap by operating the device. By measuring the voltage-current relationship of the gap of 120 nm wide, we confirmed that the electron emission between the nanogap.

研究分野：ナノ・マイクロシステム工学

キーワード：ナノギャップ 熱膨張アクチュエータ 静電歯アクチュエータ へき開破壊 単結晶シリコン 熱電子放出 MEMS

1. 研究開始当初の背景

数 nm 程度以下の微小空間においては量子効果に基づく特異な現象 (例: トンネル効果, カシミール効果, 表面プラズモン効果) があり, これらを利用した様々な計測技術, デバイス (例: 原子間力顕微鏡, 表面増強ラマン分光) が提案されている. これらは点/点あるいは点/面間のギャップに働く現象を利用したものが多く, ナノギャップ空間の面積化を実現すると, 低損失なトランジスタ, ディスプレイ, 熱発電デバイスなど幅広い応用と可能性が期待されているが, 形成とその維持は非常に困難であり, その原理確認すら行われていない現状である.

我々はこれまでにナノスケール材料の材料特性評価をおこなうことを目的として, ナノオーダー (nm, nN) の計測精度を有するマイクロ材料試験デバイスを微小電気機械システム (MEMS) の技術を用いて開発し, シリコンやカーボンナノチューブなどのナノスケール材料の試験に応用してきている. このデバイスでは試料にナノスケールの変位を印加し, 同時に荷重と変位を計測することも可能である.

本研究ではナノギャップが有する高い熱絶縁性に着目し, 熱発電デバイスへの応用を提案する. これに当たり, 比較的大面積のナノギャップを等間隔, 均一に形成し, その空間の熱伝導特性, さらに電気伝導, 空間に働く引力などの計測が不可欠であると考えた. 応募者は一方でシリコンの破壊の研究を行っており (110)シリコンウエハから作製した <111> 方位の引張試験で平坦で垂直な破断面が得られることを明らかにしており, これをギャップ形成に用いることを提案する

2. 研究の目的

数 nm 以下の微小空間においては量子効果に基づく特異な現象があり, これらを利用した様々な計測技術, デバイスが存在するが, これらは点と点あるいは点と面とのギャップに働く現象が多い. ナノギャップ空間の面積化を実現すると, 低損失なトランジスタ, ディスプレイ, 熱発電デバイスなど幅広い応用の可能性が期待される. 熱発電デバイスとしては, 真空ギャップ間に高温電極から放出される熱電子を低温電極側に取り込んで電力を得る熱電子発電 (図1) のナノギャップ効果に注目している.

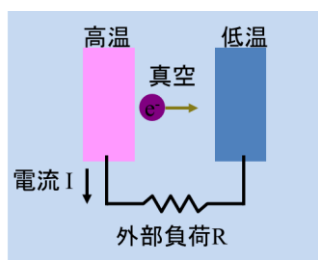


図1 熱電子発電の原理図

熱電子発電においてギャップを狭くすると図2で示されるように鏡像電荷の効果やバイアス電圧によって電極表面のエネルギー障壁が低く, また障壁を通り抜けるトンネル電子によって, 低温でも電子放出が起きる可能性が指摘されている.

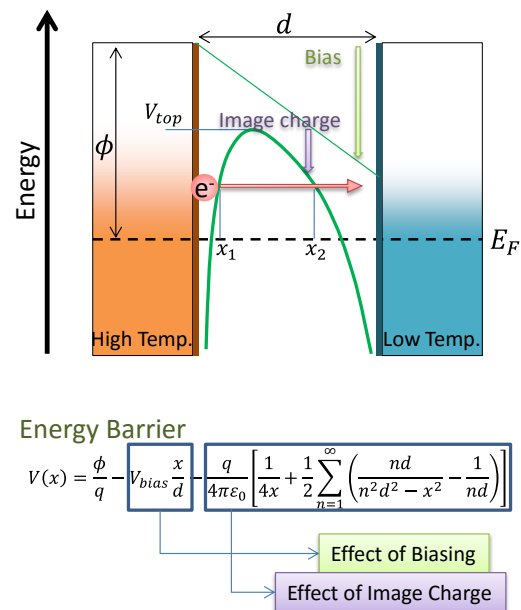


図2 ナノギャップの電子放出の模式図

本研究では数~数 10nm の間隔で数 μm 角のナノギャップの熱, 電気伝導, あるいは量子効果を測定するナノギャップ計測デバイスを開発し, 特にナノギャップの熱伝導特性を明らかにすることを目的とする. この技術は高効率の熱発電デバイスに展開可能である. 具体的には単結晶シリコンのへき開 (図3) を利用して, 均一かつナノスケールのギャップをシリコン構造体に作製し, このギャップを静電駆動型可変ギャップデバイス上に構築し, ギャップ間隔を nm オーダーで制御しながらギャップ間の熱伝導, 電気伝導, 作用力を測定する.

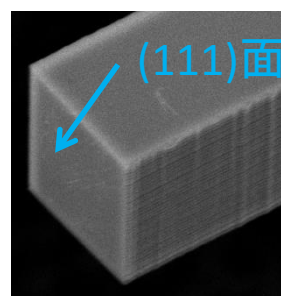


図3 へき開破壊で創製された平滑なシリコン (111) 結晶面

3. 研究の方法

①単結晶シリコンの MEMS デバイス構造を用いたナノギャップ形成の確認を行う. すなわち, 単結晶シリコン構造体に切欠きを入れ, これを MEMS アクチュエータで引張り, 切欠

き部でへき開破壊させ、この面の性質を調べる。また、ナノギャップ空間の熱伝導を計測する手法を検討し、その性能を把握する。

②上記の要素技術をベースとして、構造、および熱伝導計測器、ナノ荷重印加部、ナノ変位、ナノ荷重検出部を一体化し、へき開によるナノギャップ構造を組み込んだナノギャップ物性計測デバイスを設計、試作し、ギャップにおける熱伝導特性、電気伝導特性を測定することを目指す。

4. 研究成果

①へき開を用いたナノギャップ創成デバイス

単結晶シリコンの微小構造体を用いてへき開によってナノギャップを創成するデバイスを検討した。

単結晶シリコンのへき開は(111)面や(110)面で発生するが、結晶構造を考えると再稠密な(111)面を用いるのが適切であると考えた。マイクロメートルオーダの単結晶シリコンの破壊強度は 3GPa 程度であることを考慮して、MEMS アクチュエータでへき開破壊する可能性を検討し、比較的発生力の大きい熱膨張アクチュエータを用いることとした。熱膨張アクチュエータには駆動軸と直交方向に対して少し傾けた梁に電流を流して変位をするシェブロン型を用いている。

一方、ギャップを創成したのちにギャップ間の物理特性（熱伝導、電気伝導、作用力）のギャップ間隔依存性を測定するために、別途静電アクチュエータも設置することとした。これは、熱膨張アクチュエータ自体が熱を発するので温度測定への影響が懸念されたためである。変位の線形性を確保しやすい楯歯型を用いる。

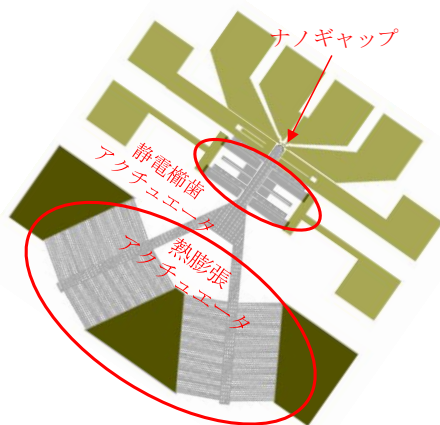


図4 ナノギャップデバイス（灰：シリコン構造パターン、黄：電極パターン）

さらにギャップ間の温度差の測定を目的として、固定側のギャップ近傍には抵抗線温度計を、駆動側のギャップ近傍にはヒータ構造を一体化する。以上の構造を Silicon on insulator(SOI)ウエハのデバイス層 (5 μm) に作製する。マスクパターンを図4に示す。ヒ

ータ構造の電極配線パターン用のマスクと Si デバイス層構造のマスクの 2 枚からなる。2 枚のマスクの重ね合わせが実際の Si デバイス構造となる。

構造はアクチュエータの駆動軸、すなわちギャップ面の方位が(111)方向となるように(110)ウエハを用いる前提でオリフラ方向{110}に対して 35.3 度傾斜させている。ナノギャップの寸法は熱膨張アクチュエータの発生力と切り欠き構造による応力集中を考慮して幅 5 μm 、厚み 5 μm とした。ナノギャップが形成される位置に位置に鋭い切り欠きを入れることでへき開破壊を引き起こすことが必要である。1 枚のマスクのパターンのフォトリソグラフィで、切り欠き形状を作っても光の回折効果で鋭さが保たれない、そこで上記の 2 枚のマスクの重ね合わせで実現する (図5)。

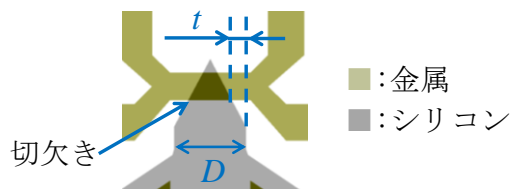
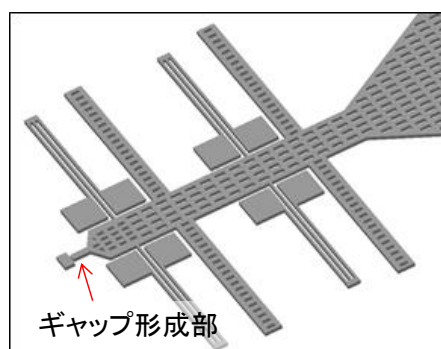


図5 ナノギャップ形成部

デバイスの作製は標準的な SOI-MEMS の作製プロセスである(図6)。まず、活性層厚 5 μm 埋め込み酸化膜厚 2 μm の SOI ウエハにネガ型フォトレジスト AZ5214E を用いて電極配線層パターンを紫外線リソグラフィで形成する。電極層は電子ビーム蒸着で Cr/Au/Cr をそれぞれ 30 nm/200 nm/50 nm 成膜し、リフトオフでパターンを形成する。Au 配線膜に対して下層の Cr は膜の密着性向上、上層の Cr は Si エッチング時のハードマスクの役割を有する。次にポジ型フォトレジスト OFPR-800LB を用いて、シリコン構造体パターンを紫外線リソグラフィで形成する。フォトレジストと電極パターンの Cr をマスクとして活性層の Si を誘導結合プラズマ型反応性イオンエッチング(ICP-RIE)装置を用いたボッシュプロセスでパターンニングした。レジストおよび上層の Cr を除去し、チップに分割したのちに、蒸気フッ酸エッチング装置を用いて、埋め込み酸化膜を犠牲層エッチングし、デバイスをリリースする。

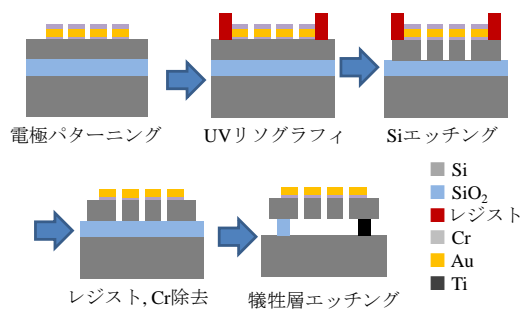


図6 ナノギャップデバイス作製プロセス

作製したチップを図7に示す。このチップをセラミックパッケージにマウントし、ワイヤボンディングで電気接続を行う。パッケージを光学顕微鏡、あるいは走査電子顕微鏡観察下に置き、熱膨張アクチュエータに電圧を印加して駆動し、ナノギャップ創成部にへき開破壊を起こす。

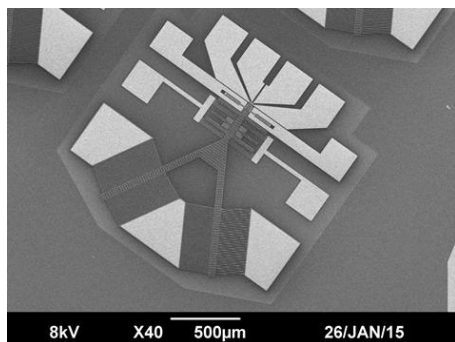


図7 作製したデバイス

初期試作では熱膨張アクチュエータへの印加電圧 10V でのへき開破壊を観察した。図8にへき開時の上方からの顕微鏡像とデバイスを破壊して、ギャップ部を観察可能にしてへき開面を観察した結果を示す。ギャップ形成部に(111)面方向に破断が発生しているようであるが、エッジが不明瞭であった。へき開面をみると(111)面が2/3程度の部分で波面を構成しているが、上面付近はエッチングされたようなダメージがあった。これは犠牲層エッチング時にAu電極とシリコンの間に電流が流れシリコンが陽極酸化されたものと考えている。このため、犠牲層エッチングの条件を見直した。

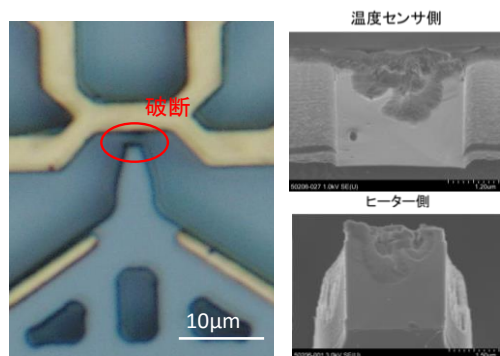


図8 初期試作でのへき開破断

図9は改良試作において、熱膨張アクチュエータに電圧を印加して、23V付近でへき開破壊を引き起こしたものである。破壊は発生したが、エッチングダメージが減少したために強度が向上しただけでなく、破面はV字型になっているようであり、熱膨張アクチュエータの発生した荷重がSiの剛性の結晶異方性によって軸に平行でなかった可能性がある。このため、次項の電子放出実験では、プローバを用いて破壊し、軸と直交方向で破壊したデバイスを用いた。

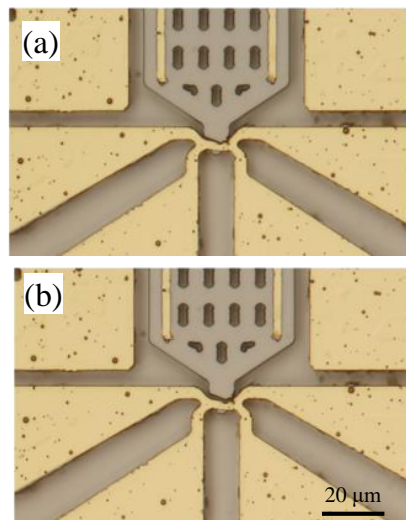


図9 熱膨張アクチュエータで形成したナノギャップ (a)駆動前 (b)破断後

②電子放出特性測定

へき開破壊によって創成したナノギャップを図10に示す。画像からギャップは120nm程度であると推定される。

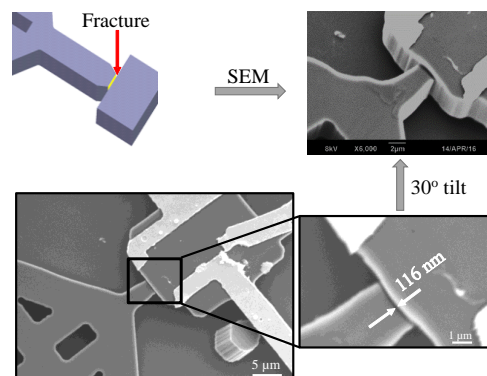


図10 電子放出を測定したナノギャップ

このデバイスを走査電子顕微鏡の試料チャンバー内に設置し、ギャップの両端に電圧を印加して電圧電流特性を測定した。真空度は 10^{-2} Pa程度と推定される。電圧と電流の関係を図11に示す。電圧を上昇させると10V付近で急激に電流が増加した。電子放出がこの付近で急激に増加しており、バイアス電圧によってギャップ間のエネルギー障壁が狭くなり、トンネル電流が増大したものと考えている。これはFowler-Nordheim電界電子放出と呼ばれる現象であり、電圧電流間に次の関係が成り立つとされている。

$$\frac{\ln\left(\frac{I}{V^2}\right)}{\left(\frac{1}{V}\right)} = \text{Constant} \quad (1)$$

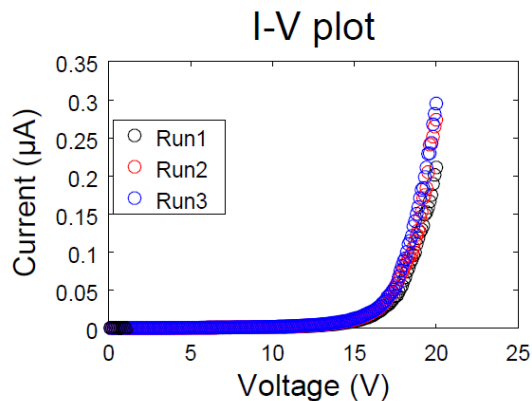


図 1 1 ナノギャップの電圧電流特性

これを確認するために図 1 2 に横軸を $1/V$ 、縦軸を $\ln(I/V^2)$ でプロットしたところ 10V 以上、すなわち図で 0.1 以下の領域で線形に変化していることが確認でき、Fowler-Nordheim 電界電子放出であることが確認された。

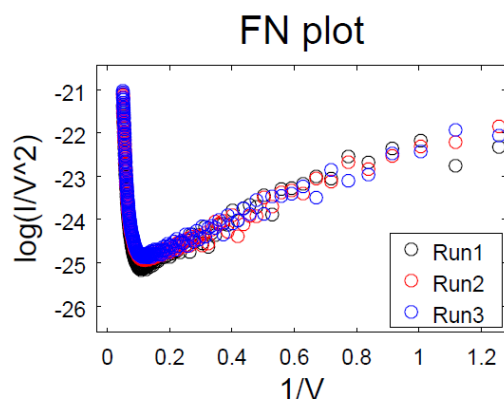


図 1 2 Fowler-Nordheim プロット

現在はギャップ間隔を静電アクチュエータで変化させながらの電圧-電流測定の計測を行っており、これらの測定から、精密なナノギャップ間隔、有効な表面、さらには電界集中などの効果を理解したうえで、熱量の輸送の計測を行い、ナノギャップを用いた熱電子発電の可能性について検討を進める。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 2 件)

① Akio Uesugi, Yoshikazu Hirai, Koji Sugano, Toshiyuki Tsuchiya, Osamu Tabata, Effect of crystallographic orientation on tensile fractures of (100) and (110) silicon microstructures fabricated from SOI wafers, Micro & Nano Letters, Volume 10, Issue 12, 2015, pp.678-682.

<http://hdl.handle.net/2433/207673>

<http://dx.doi.org/10.1049/mnl.2015.0334>

② Toshiyuki Tsuchiya, Kenji Miyamoto, Koji Sugano, Osamu Tabata, Fracture behavior of single crystal silicon with thermal oxide layer Engineering Fracture Mechanics, in press. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.08.029>

[学会発表] (計 3 件)

① T. Tsuchiya (invited), MEMS Based Test-Stand Device for “Nano” Characterization, The 11th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS 2016), Sendai & Matsushima-bay, Miyagi, Japan (17-20 Apr. 2016), B4L-A-1.

② Amit Banerjee, Yoshikazu Hirai, Toshiyuki Tsuchiya, Osamu Tabata, Electromechanical Fabrication of Conformal Nanogap Electrodes for Thermotunnelling Cooling, The 11th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS 2016), Sendai & Matsushima-bay, Miyagi, Japan (17-20 Apr. 2016), B3P-B-61.

③ Toshiyuki Tsuchiya, Tetsuya Hemmi, Jun-ya Suzuki, Yoshikazu Hirai, Osamu Tabata, Tensile Fracture of Integrated Single-Crystal Silicon Nanowire using MEMS Electrostatic Testing Device, The 21st European Conference on Fracture (ECF21), Catania, Italy (20-24 June, 2016), accepted.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.nms.me.kyoto-u.ac.jp/2016/04/thermotunnelingcooling/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

土屋 智由 (TSUCHIYA, Toshiyuki)

京都大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60378792

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし