

平成 30 年 6 月 8 日現在

機関番号：14501

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15H03893

研究課題名(和文) MEMS援用弾性歪み工学による半導体ナノ細線の応力誘起電子伝導特性評価

研究課題名(英文) Evaluation of Piezoresistivity for Semi-conductive Nanowires by MEMS-based Strain Engineering

研究代表者

磯野 吉正 (Isono, Yoshitada)

神戸大学・工学研究科・教授

研究者番号：20257819

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,100,000円

研究成果の概要(和文)：3C-SiCNWは、過酷環境下で使用されるMEMS用ピエゾ抵抗素子としての利用が期待されている。本研究では「ナノ細線集積MEMS歪み制御デバイス」を新開発し、同デバイスを利用してSiO₂で包まれた3C-SiCNW(C/S-SiCNWという)の機械的特性およびピエゾ抵抗を明らかにした。SiO₂シェルを含まない3C-SiCNWとC/S-SiCNWの引張強さは、平均でそれぞれ22.4、7.3GPaを示した。また、3C-SiCNWのゲージ係数は0.022で-17.6であった。このように、3C-SiCNWはn型半導体の振る舞いを示し、ピエゾ抵抗素子材料として有用であると示唆された。

研究成果の概要(英文)：3C-SiCNWs are one of promising piezoresistive elements used in harsh environmental MEMS/NEMS applications, because of its high dielectric breakdown strength and excellent temperature/chemical stabilities. Especially, 3C-SiCNW wrapped by SiO₂ shell is directly effective for fabrication of vertical structure FETs and FET-based mechanical sensors. This research clarified mechanical properties and piezoresistivity of 3C-SiCNWs wrapped with SiO₂ (core/shell silicon carbide nanowires: C/S-SiCNWs) for harsh environmental MEMS/NEMS applications, using the MEMS-based nanotensile testing device. The tensile strengths for 3C-SiCNWs without SiO₂ shell, and C/S-SiCNWs showed huge values of 22.4 GPa and 7.3 GPa on average, respectively. The gauge factor of the 3C-SiCNW without SiO₂ shell showed -17.2 at 0.022. Thus, the C/S-SiCNW has behaved as an n-type semiconductor, and it is useful as structural materials and piezoresistive elements in harsh environmental MEMS.

研究分野：実験ナノメカニクス、MEMS

キーワード：実験ナノメカニクス マルチフィジックス 半導体ナノ細線 シリコンカーバイド

1. 研究開始当初の背景

近年、カーボン系、シリコン(Si)系、あるいは酸化物系の半導体ナノ細線の結晶成長研究が活発になり、これらナノ細線の電子デバイスやマイクロセンサへの応用が期待されている。とくに、Si系半導体ナノ細線は、機械的な弾性歪みの付与によって電子物性、光物性、あるいは磁気特性などの各種物理特性をチューニングできる可能性が見いだされ(この種の学術分野を Elastic Strain Engineering と呼ぶ)、これらナノ細線を大規模センサネットワーク用機械量センサの検出素子として適用することが期待されている。これは、半導体ナノ細線が、既存センサが抱える「小型化に伴う検出感度の低下」という本質的課題を根本的に解決できる素子材料としての利用が期待でき、かつ超低消費電力センサの実現可能性が高いことに由来している。

2. 研究の目的

上記の背景の下、本研究では、“半導体ナノ細線の Elastic Strain Engineering” に基づいた超小型機械量センサの実現を目指して、MEMS 技術によって『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』を開発し、巨大弾性歪み下での Si 系ナノ細線のナノメカクス特性および電気伝導現象を解明することを目的とする。具体的には、新開発した上記 MEMS デバイス上に、VLS (Vapor-liquid-solid) 法によりボトムアップ成長させた SiCNW 単体を架橋設置し、同 NW に対する単軸引張試験、ならびに単軸歪み下での I-V 計測を実施する。これにより、次世代超小型機械量センサの検出素子として期待されている SiCNW 単体の力学特性および mechano-electric 特性を同時、かつ高精度に評価する。項目別の研究実施内容は、(1) 『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』の構造・機能設計および製作、(2) TEM による SiCNW の結晶構造観察、(3) SiCNW の機械的特性評価、および巨大歪み下での piezo-resistive 特性の評価、である。

3. 研究の方法

(1) 【『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』の構造・機能設計および製作】

本研究では、図 1 に示す櫛歯型静電駆動マイクロアクチュエータ搭載『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』を開発する。同図において、MEMS デバイスは試験片部(同図(b))、静電アクチュエータ部(同図(c))、差動容量式変位センサ部(同図(d))、校正部の 4 つの部分から構成されている。試験片部には、本研究の特性評価対象であるナノワイヤを架橋するための 3 μ m のギャップを設けている。アクチュエータ部は 240 組の櫛歯型静電駆動アクチュエータで構成されており、電圧印加して静電引力を発生させることで、SiCNW に単軸引張荷重を加えることができる。センサ部は平行平板型差動容量式変位セ

ンサが搭載されており、デバイスの変位に応じたセンサの静電容量変化によってデバイス変位を高精度に検出する。校正部には、デバイスの変位を一定倍率で機械的に増幅するための、両端固定梁およびそれに接続されたカンチレバーを有する変位拡大機構を搭載している。図 2 は同 MEMS デバイスの構造簡略図である。同図において試験片部、アクチュエータ部、センサ部、校正部は連結し同一チップ上に集積している。また、これらの機能要素は、チップ基板に固定された弾性支持梁によってそれぞれ支持されている

以上の MEMS 構造に対して、デバイス機能を満足する形状寸法を設計し、マイクロプロセスにより製作する。

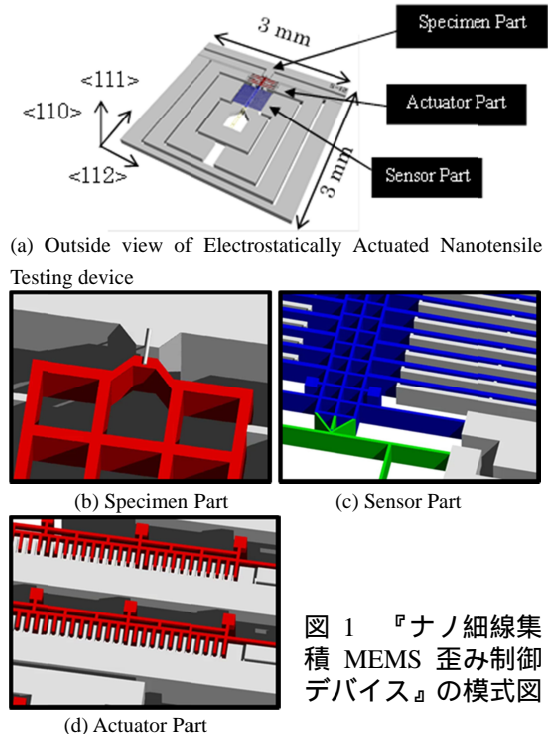


図 1 『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』の模式図

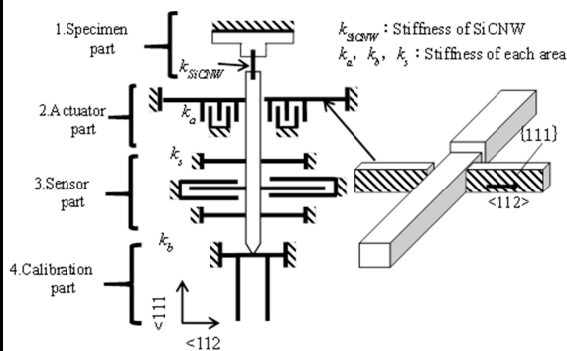


図 2 『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』の構造簡略図

(2) 【TEM による SiCNW の結晶構造観察】

本学既存の STEM(日本電子(株)製, JEOL 2100F)を用いて、SiCNW の TEM(透過型電子顕微鏡)観察を実施する。これは、SiC の結晶構造が、その積層順序によって 200 種類以上存在し、 α -SiC と β -SiC などに分類され、例えば、 β -SiC は六方晶構造を有し 2H-SiC、

4H-SiC、6H-SiC が一般的に知られている。-SiC は立方晶構造であり、唯一 3C-SiC が分類されている。SiC のバンドギャップは結晶構造によって異なり、六方晶構造の 2H-SiC、4H-SiC、6H-SiC のバンドギャップは 3C-SiC のそれより大きく、中でも 4H-SiC が最大となる。そのため、4H-SiC を用いたパワーデバイスの開発研究が盛んに行われている。しかしながら、4H-SiC は MOS デバイスにおける酸化膜との界面準位密度が大きく、チャネル移動度が減少するといった課題を有している。一方、3C-SiC は、バンドギャップなどのいくつかの物性値が 4H-SiC の結晶構造のそれより劣るものの、界面準位密度が小さいためチャネル移動度が大きく、大電流対応 MOS デバイスへの応用が期待されている。

(3) 【SiCNW の機械的特性評価、および巨大歪み下での piezo-resistive 特性の評価】

SEM 内ナノマニピュレーターを用いて、SiCNW 単体の捕獲、移動およびデバイス上への設置、固定を実施し、アクチュエータ、センサ、および SiCNW が一体となったモノリシックな『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』を完成させる。その後、マイクロアクチュエータへの電圧印加により、SiCNW 単体に単軸歪みを付与しながら、変位計測、I-V 計測を実施し、同 NW 単体の力学特性および mechano-electric 特性を定量評価する。

4. 研究成果

(1) 【『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』の構造・機能設計および製作】

マイクロプロセス技術を用いて、ナノ材料引っ張り駆動用の櫛歯型静電マイクロアクチュエータと変位検出用静電容量センサを含んだ、「ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス」の設計・試作に成功した。プロセスでは、5 μ m 活性層、2 μ m の犠牲層、および 400 μ m 基板層を有する SOI ウエハを用いて、Si バルクマイクロマシニングで作製した。静電アクチュエータ部には、高アスペクトな櫛歯構造が必要となることから、深堀反応性イオンエッチング加工を採用している。完成した「ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス」の SEM 写真を図 3 に示す。同図より、静電アクチュエータ、および静電容量センサの各部が高精度に形成されていることが確認できる。

一方、作製した「ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス」の試験片部に、単一の SiCNW を架橋するため、VLS 法によりボトムアップ成長させた SiCNW 単体の捕獲が必要である。本研究では、SEM 内ナノマニピュレーターを用いて、直径 50nm 程度の SiCNW 単体に対して、その捕獲、およびデバイス上への架橋固定することに成功した。デバイス上に架橋設置した SiCNW の SEM 像の一例を図 4 に示す。同図において、SiCNW は、ほぼ引張軸方向に一致して架橋されている。

(2) 【TEM による SiCNW の結晶構造観察】

図 5 に SiCNW の TEM (透過型電子顕微鏡)

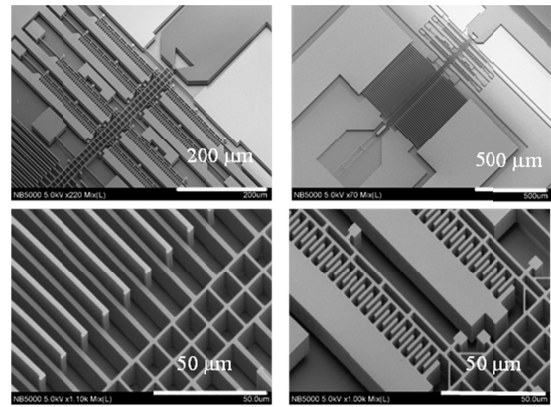


図 3 『ナノ細線集積 MEMS 歪み制御デバイス』の SEM 像

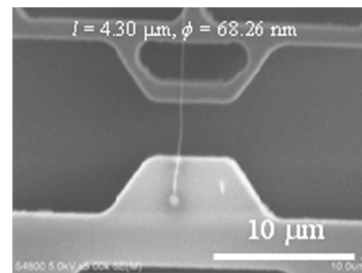


図 4 デバイス試験片部に架橋設置された SiCNW の SEM 像

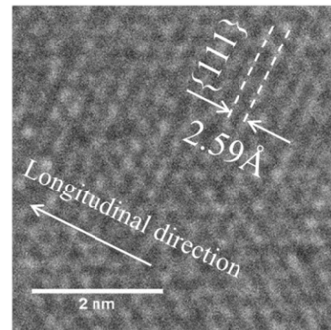
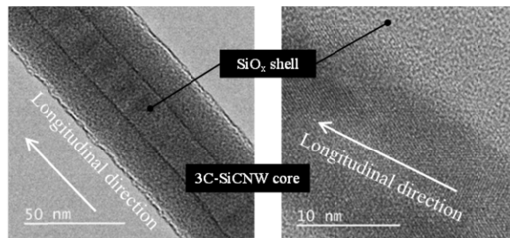


図 5 SiO_x 被覆 SiCNW の TEM 像

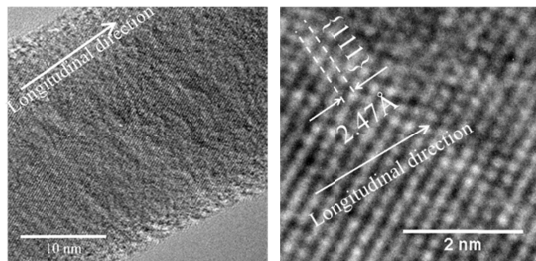


図 6 立方晶構造を有する SiCNW の TEM 像

画像を示す。同図において、SiO_x から成る非晶質の被覆層領域と SiC から成る結晶質のコア領域およびコア部分の結晶秩序が確認で

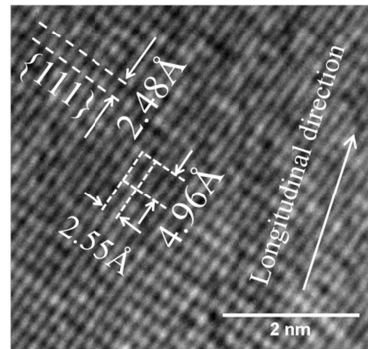
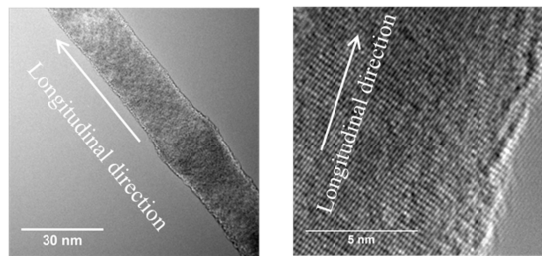
きた。上記コア領域の結晶構造は、NW 長手方向にそって約 2.59\AA の格子間隔をとっており、3C-SiC の結晶構造の(111)面の格子結晶間距離 2.51\AA とほぼ一致している。このことから、コアは $\langle 111 \rangle$ 方向に沿って成長した3C-SiC であると考えられる。図6に、前図のSiCNW に対して、Vapor HF エッチングプロセスにより SiO_x 被覆層を除去した、SiCNW コアの TEM 画像を示す。同図において、非晶質領域はほとんどエッチングされ、3C-SiC 構造を有するコア領域のみが鮮明に観察された。本研究で用いた SiCNW のコアのほとんどは立方晶構造であったが、次に示す六方晶 SiC 構造も一部観察された。

図7(a)、(b)に、前図とは異なる SiCNW のコア領域の TEM 像を示す。同図(a)において、破線で長方形に囲った領域に注目すると、SiCNW の長手方向に沿った3原子分の幅は 4.96\AA であり、長手方向と垂直な方向に沿った2原子分の幅は 2.55\AA であった。これらは、2H-SiC の原子配列における $\langle 111 \rangle$ 方向に沿った3原子分の幅 5.02\AA 、また、 $\langle 111 \rangle$ 方向と垂直な方向に沿った2原子分の幅 2.67\AA と、それぞれ近い値を示した。また、同図(a)では、上記の破線領域の原子が規則的に配列しており、2H-SiC 構造をしていると言える。一方、同図(b)において、原子が重なって見える線が角度 139° で折れていることが多数観察される。これは、4H-SiC および 6H-SiC 原子配列において、 $\{111\}$ 面同士が交差する面角度 140.1° とほぼ一致し、3C-SiC 構造では存在しない面角度である。これら六方晶構造と考えられる原子配列は、VLS 成長中に生じるショックレー部分転位に起因した積層欠陥によるものと考えられる。

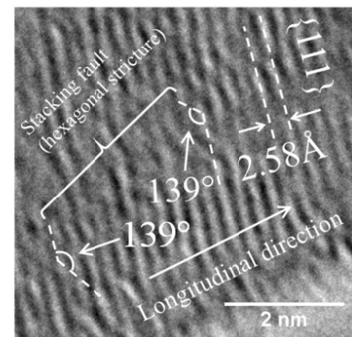
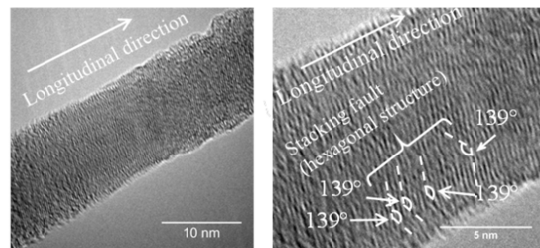
(3) 【SiCNW の機械的特性評価、および巨大歪み下での piezo 抵抗特性の評価】

図8(a)、(b)に SiCNW の引張試験結果の一例を示す。同図(a)は櫛歯型静電駆動アクチュエータへの印加電圧の増加に伴う引張変位の変化を示し、同図(b)は応力-歪み線図を示す。同図(a)に示すアクチュエータ印加電圧-変位関係において、ナノワイヤの破断前後で変位差が明確に認められる。この変位差がナノワイヤの引張変形に費やされた変位量に相当する。一方、同図(b)の応力-歪み関係は、同図(a)で得られたナノワイヤ破断前後の変位差に、MEMS デバイスの支持梁の総ばね定数を乗じて導出できるナノワイヤ単体への作用力から求めたものである。

SiCNW の応力-歪み関係は、破断に至るまで線形を示しており、室温環境下で脆性を有している。なお、応力-歪み線図における引張負荷初期の低歪み領域で応力増加が見られない領域があるが、これは架橋したナノワイヤの初期たわみに起因するものである。SiCNW のヤング率と破断強度は、 SiO_x 被覆の有無によって差異が生じた。すなわち、 SiO_x 被覆 SiCNW のヤング率は $193\text{GPa} \sim 240\text{GPa}$ 、SiCNW コアのヤング率は $439\text{GPa} \sim$

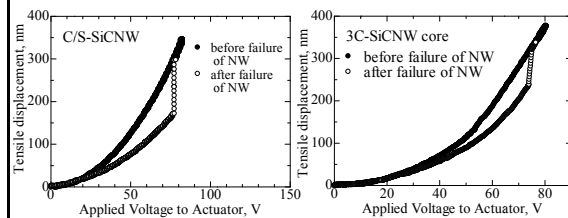


(a) SEM images of SiCNW with 2H structures

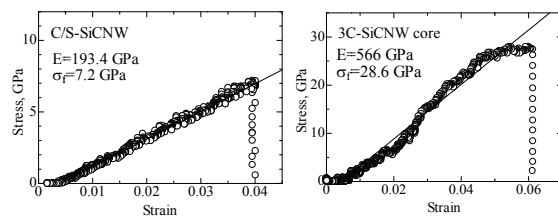


(b) SEM images of SiCNW with 4H or 6H structures

図7 六方晶構造を一部に有する SiCNW の TEM 像



(a) Variations of tensile displacement for SiCNWs with increasing the applied voltage to the actuator



(b) stress-strain curves

図8 SiCNW の引張試験結果の一例

566GPaであった。一方、SiO_x 被覆 SiCNW の破断強度は平均 7.0 GPa、SiCNW コアのそれは平均 22.4 GPaであった。このことから、VLS 成長によって作製した 3C 構造の NW コアは高い結晶性を有しているといえる。

実験で得られた SiCNW コアのヤング率の確からしさを検証するため、図 9 に示す SiO_x 被覆 SiCNW モデルを用いて SiCNW コアのヤング率を解析的に概算した。同図において、NW モデルの中心から SiO_x 被覆表面までの半径を R_{CS} 、SiCNW コアの半径を R_{core} とし、さらに SiO_x 被覆 SiCNW のヤング率を $E_{shell+core}$ 、SiO_x 被覆のヤング率を E_{shell} とすると、SiCNW コアのヤング率 E_{core} は次式となる。

$$E_{core} = \frac{E_{core+shell} R_{CS}^2 - E_{shell} (R_{CS}^2 - R_{core}^2)}{R_{core}^2} \quad (1)$$

先の STEM 観察から得られた R_{core} の平均は 14.5nm、 R_{CS} のそれは 26.1 nm であったことから、両者の比（半径比率）は平均 1.80 であった。この平均半径比率を用いて、(1)式より SiCNW コアのヤング率を算出したところ、表 1 に示す値となった。ここで、SiO_x 被覆 SiCNW のヤング率は本実験で得られた結果を用い、また、SiO_x 被覆のヤング率は非晶質 SiO₂ のヤング率 67.975 GPa を用いた。同表より SiCNW コアのヤング率は 469.8 ~ 629.3 GPa の範囲にあり、先の実験で得られた NW コアのそれとほぼ一致した。このように、幾何学的モデルに基づく簡易解析からも、本研究で開発した MEMS デバイスによる SiCNW コアの引張試験結果は妥当であると考えられる。

最後に、Vapor HF エッチングプロセス後の SiCNW コアに対して、引張試験中に I-V 特性計測を実施し、同 NW の歪み誘起電気伝導特性、すなわち、 piezo 抵抗効果について実験的に調べた。なお、本実験では、静電アクチュエータに 1.5V 印加する毎に、NW の I-V 計測を ± 20 V の範囲で実施した。また、無歪み下での SiCNW コアの電気抵抗値は、約 2.25 TΩ であった。図 10 に単軸引張歪み下で計測された SiCNW コアの I-V 特性を、また、図 11 に単軸歪みの増加に伴う抵抗変化率の変化を示す。ここで、I-V 特性の傾きの逆数が、各単軸歪み下での電気抵抗値に相当する。図 11 において、電気抵抗は、歪み 0.04 に至るまで線形的に減少している。すなわち、SiCNW コアには明確な piezo 抵抗効果が認められた。一方、同図中の一点鎖線は、多項式近似によるフィッティングラインであり、この近似曲線からゲージ率を求めた。その結果、歪み 0.0222 でゲージ率 -17.6 を示した。すなわち、SiCNW コアは負のゲージ率を示したことから、n 型半導体の振る舞いをしていると言える。これは、VLS 法において触媒として用いた Fe(NO₃)₃ が微量ながら SiCNW コア内に不純物として拡散したことが原因だと考えられる。

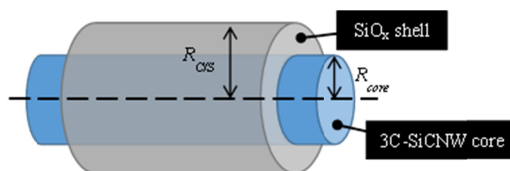


図 9 SiO_x 被覆 SiCNW モデル

表 1 SiCNW コアのヤング率の概算値

	Dia. [nm]	R_{CS} [nm]	R_{core} [nm]	E_{shell} GPa	$E_{core+shell}$ GPa	E_{core} GPa
1	81.7	40.8	22.6	67.9	240.8	629.3
2	73.9	37.0	20.6	67.9	232.4	595.1
3	68.2	34.1	19.1	67.9	193.4	469.8
4	93.0	46.5	26.0	67.9	230.0	587.3
5	90.3	45.2	25.2	67.9	214.3	536.9

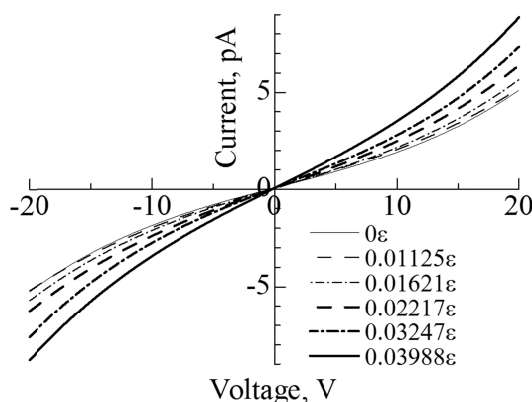


図 10 SiCNW コアの単軸歪み下での I-V 特性

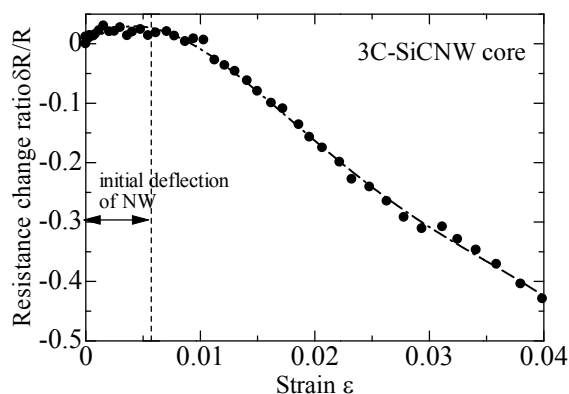


図 11 単軸歪み増加に伴う抵抗変化率の変化

以上のことから、VLS 法でボトムアップ成長させた SiCNW は、ヤング率、破壊強度ともに極めて大きく、ナノ構造材料としてその機械的特性が優れているだけでなく、さらに、piezo 抵抗素子としても利用できることが実験的に解明された。

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 1 件)

J. Greil, S. Assali, Y. Isono, A. Belabbes, F. Bechstedt, F. O. Valega Mackenzie, A. Yu. Silov, E. P. A. M. Bakkers, and J. E. M. Haverkort, "Optical Properties of Strained Wurtzite Gallium Phosphide Nanowires", Nano Letters, Vol. 16, No. 6, pp.3703-3709, 2016.

〔学会発表〕(計 5 件)

Shinya Nakata, Koji Sugano, Mario Negri, Francesca Rossi, Giancarlo Salyati, Alois Lugstein, Yoshitada Isono, "MEMS-Based Mechanical Characterization of Core-Shell Silicon Carbide Nanowires for Harsh Environmental Nanomechanical Elements", The 29th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS2016), Shanghai International Conference Center, Shanghai, China, Jan. 24-28, 2016, pp.543-546. (査読有り)

Shinya Nakata, Yuma Kitada, Stefan Wagesreither, Alois Lugstein, Koji Sugano, Yoshitada Isono, "Evaluation of Piezoresistivity for VLS-Grown Silicon Nanowires Under Enormous Elastic Strain", International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015 (ATEM'15), LOISIR HOTEL TOYOHASHI, Toyohashi, Japan, Oct. 4-8, 2015, OS-12-2.

Shinya Nakata, Koji Sugano, Francesca Rossi, Giancarlo Salyati, Alois Lugstein, Yoshitada Isono, "Mechanical Characterization of VLS-Grown Core-Shell SiC Nanowires for Nanomechanical Sensors", 29th International Microprocesses and Nanotechnology Conference (MNC2016), ANA Crowne Plaza Kyoto, Kyoto, Japan, Nov. 8-11, 2016, 9C-3-3 (2p).

Shinya Nakata, Daiki Imoto, Koji Sugano, Francesca Rossi, Alois Lugstein, Yoshitada Isono, "Piezoresistance effect of VLS-synthesized core/shell-SiC nanowires", International Symposium on Micro-Nano Science and Technology 2016, The University of Tokyo, The University of Tokyo, Tokyo, Japan, Dec. 16-18 2016, SuP-1 (1p).

Shinya Nakata, Daiki Imoto, Francesca Rossi, Giancarlo Salviati, Alois Lugstein, Koji Sugano, Yoshitada Isono, "Evaluation of mechano-electric properties for VLS-grown core/shell silicon carbide nanowires", 14th International Conference on Fracture, Rhodes, Greece, Jun. 18-23 2017.

〔その他〕

<http://www.research.kobe-u.ac.jp/eng-isonolab/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

磯野 吉正 (ISONO, Yoshitada)
神戸大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：20257819

(2) 研究分担者

菅野 公二 (SUGANO, Koji)
神戸大学・大学院工学研究科・准教授
研究者番号：20372568

(3) 連携研究者

()

なし

研究者番号：