

令和元年6月19日現在

機関番号：34315

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16H03819

研究課題名(和文) MEMSと透過型電子顕微鏡その場観察によるナノ構造の物性評価

研究課題名(英文) Evaluation of physical properties of nano-scale structures by combination of MEMS and in-situ TEM observation

研究代表者

安藤 妙子 (ANDO, Taeko)

立命館大学・理工学部・准教授

研究者番号：70335074

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 15,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、ナノ構造の引張変形をTEM内の超高倍率するための引張試験用デバイスの設計を行った。一方向から押し込むことにより、ナノ構造が両方向に引っ張られるが観測位置となる試験片中央部は、上下左右方向に全く移動しない構造を有限要素解析により設計している。開発した引張試験デバイスを用いてTEMその場観察下で引張試験を行ったところ、単結晶シリコン試験片の変形を干渉縞などで観察し、また破断した様子を観察することができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ナノ構造における変形・破壊挙動を明確にする手法として引張試験は最も適した実験方法の一つであるが、通常バルク材の試験結果では平均化されたデータしか得られない。本研究ではMEMS技術とTEMその場観察を組み合わせることで、原子レベルで局所的なひずみ場のふるまいを直接観測しながら物性計測を行うといった従来困難であった計測が可能となる。とくに構造材料として必要な機械的な特性だけでなく、ナノ構造の電気特性や熱特性評価、これらの複合評価などへ展開することができる。

研究成果の概要(英文)：In this study, a tensile testing device is designed for magnified-view observation of tensile deformation of nano-scale structures in TEM. The device concept is that a center of the nano-scale specimen doesn't move in both x and y direction when external load was applied to the device. We conducted tensile tests in TEM by using fabricated tensile-testing device. The deformation of single-crystal-silicon specimen is observed through the interference stripes and fracture surface of the specimen is observed after tensile fracture.

研究分野：マイクロ・ナノ構造材料

キーワード：単結晶シリコン 引張変形 ピエゾ抵抗 TEM 高倍率観察

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

半導体 IC から始まったマイクロ・ナノテクノロジーの発展は著しく、微細化に伴う高性能化に加え、MEMS などのメカニカル要素を集積化することにより応用先が多様化している。今後 MEMS の発展においてはナノスケール構造体がセンシング部材や駆動体として活用されていくこととなる。したがってナノ構造の電気的特性や機械的な強度、変形など物性の理解が重要な課題である。シリコンはマイクロ・ナノデバイスにおいて最も一般的に使用される材料であり、マイクロセンサやマイクロアクチュエータを素子として持つ MEMS デバイスでは、動作中に発生する応力（メカニカルストレス）がデバイスの性能や耐久性に影響する。マクロ構造体としてのシリコンは脆性材料であり、600°C以下の領域では破壊靱性が低い、いわゆる“割れやすい”材料である。一方、近年マイクロ・ナノスケールと寸法が小さくなるにつれて、より低い温度で塑性変形が現れることが報告されている。申請者はこれまでに、以下のような知見を他に先だって得ている。

(1) 厚さ 4 μm のシリコン薄膜で 500°C でくびれを生じる塑性変形を生じることを確認した。

(2) マイクロスケールで新規に見られた現象として脆性-延性遷移温度の低下がある。厚さ 4 μm の薄膜では、70°C で破壊靱性値が大きく上昇した。

これらの研究より、マクロのシリコン構造体における破壊はき裂の発生を主過程とするが、マイクロ・ナノスケールへとスケールダウンをすると、その変形過程で転位の発生や結晶のアモルファス化などが生じ、従来の破壊力学がそのまま使えない。とくにナノスケールでの変形・破壊現象に関する実験的な知見は非常に少ない。これはナノ構造体を対象とした実験手法が確立しおらず、試料の準備から実験時の計測まで解決しなければならない課題が様々な存在するためである。

2. 研究の目的

本研究では、これまで系統的な実験が全く行われていない代表寸法が 10 nm から 1 μm の単結晶シリコンナノ構造体の変形・破壊挙動を解明するための実験的手法を開発し、MEMS 部品としての強度や実用性を阻害するメカニズムを解明する。具体的には以下のとおりである。

(1) ナノ構造の変形・破壊挙動を評価できる実験方法の開発

(2) ナノ構造の変形・破壊挙動の評価

(3) ナノ構造の電気物性評価

3. 研究の方法

本研究では、MEMS と TEM その場観察を組み合わせ、ナノ構造の変形・破壊を実時間観察しながら物性計測を同時に行うことが基礎となる。ナノ構造の局所挙動を 10 万倍以上の超高倍率で観察するとき、観察位置の相対的な変動が問題である。ナノ構造の中心位置を観察点とし、引張変形時に局所観察が可能な図 3 のような形状の MEMS 構造を本研究で設計・開発し、力学特性、電気特性計測を実施する。

(1) ナノ構造引張試験用 MEMS デバイスの開発

TEM ホルダに組み込む試験用のアクチュエータが一軸方向に動作した際に、観察位置が移動することなく観察点が両側引張状態となり、定点観測できるような構造をもつ引張試験デバイスを製作する。

(2) 荷重負荷・および計測系の開発

本研究では(1)で記した MEMS デバイスに TEM 内で荷重負荷を与えることが可能な試験装置が必要である。まず駆動系を試料を設置する TEM ホルダに組み込む必要がある。またデバイスへの負荷時には試験片だけでなく比較的剛性の高い周辺構造体にも変形を与える必要があることから 0.1 N 以上の負荷が必要である。ピエゾアクチュエータを TEM ホルダに搭載することで、ナノメートルオーダーの精度で試験に必要な負荷を達成する。

(3) ナノ構造の引張試験の実施

開発した試験デバイスの特性評価試験や TEM 観察等の結果を蓄積するとともにその比較検証等を行っていく。

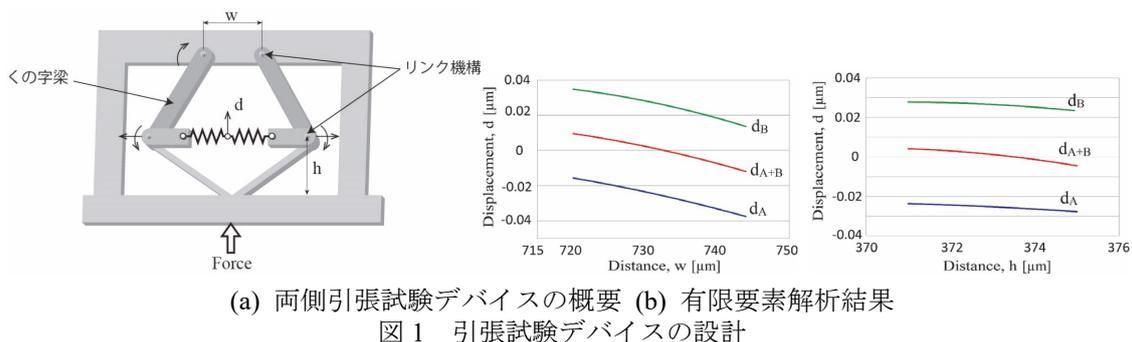
(4) ナノ構造の電気物性評価

半導体のピエゾ抵抗効果をシリコンナノ構造について検証する電気物性評価を行う。半導体パラメータと引張試験用 MEMS デバイスを用いて、応力印加時の電気抵抗を測定し、ゲージ率（抵抗変化とひずみの比例定数）を求め、10 nm ~ 100 nm におけるピエゾ抵抗係数の寸法依存性について系統的な評価を行う。

4. 研究成果

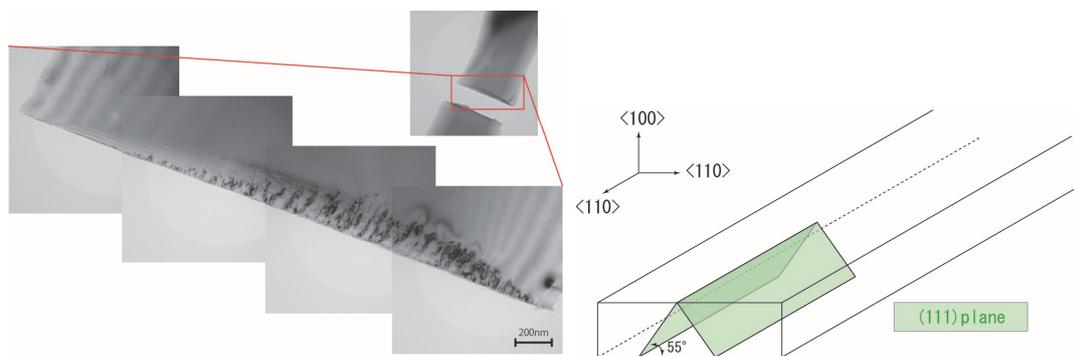
本研究ではまず、リアルタイム観察用のデバイス設計を行った。デバイスに求められる構造は、単軸の可動部で両側引張試験ができ、引張方向と垂直な軸に対しても試験片が移動しない構造である。この条件を満たすその場観察用デバイスの設計概要を図 1 に示す。本研究では、くの字の梁構造を利用した構造を採用した。この構造は 4 点のリンク機構と梁から構成されている。デバイス中央下部に上方向の荷重を加える事で中央の試験片を左右両側引張りすることができる。しかしこの構造は梁の形状によって上下に試験片が移動してしまう。そこで図 1 の変位 d が 0 になるように、有限要素解析を用いて構造の最適化を行った。図 1 (b) に解析結

果を示す。図 1 (b) は $h = 373 \mu\text{m}$, $w = 732 \mu\text{m}$ での w , h の値の変化に対する d_A , d_B の変化を示している。グラフの結果から w は $732 \mu\text{m}$, h は $373 \mu\text{m}$ と値を決定したとき、形状を最適化することができた。



TEM 内で引張試験をした観察結果を図 2 に示す。図 2 (a) の右上の写真は 15000 倍のリアルタイム引張観察結果である。実際に TEM 内で引張試験のリアルタイム観察が出来ることが確認できた。また、室温下で破断したシリコンに転位が発生したのを確認できた。

試験片に転位が入った経緯について考察する。図 2 (b) に試験片の破断部のモデル図を示す。転位は原子のずれによって発生する。また、シリコンの結晶構造において、(110) より (111) 面の方が、ずれが生じやすい。このことから図 2 (a) に発生した転位は引張破断の瞬間に図 2 (b) の (111) 面のずれによって発生したものと考えられる。



(a) 試験片破断部の TEM 写真 (b) 転位発生と結晶方位の関係
図 2 TEM 内引張試験結果

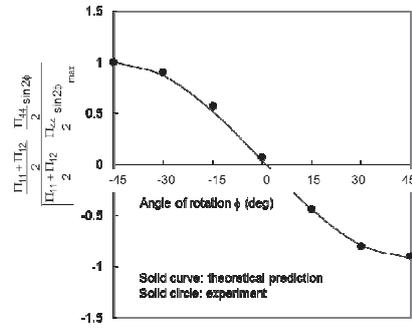
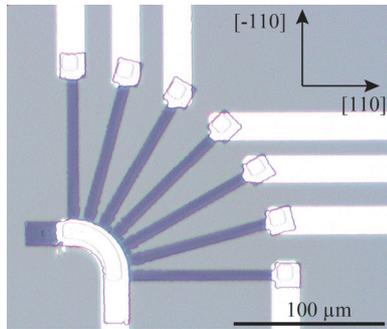
TEM 内でリアルタイム引張破断観察を可能にするためのデバイス構造を設計し、そのデバイスによって実際に TEM 内で観察を行うことができた。また、き裂の進展停止など通常の破断観察では見ることで見えないリアルタイム観察ならではの結果を得ることができた。

一方、微小試験片の力計測に向けて単結晶シリコンや多結晶シリコンのピエゾ抵抗テンソル表記法について詳細な検討を進めた。ピエゾ抵抗テンソルは等方成分と偏差成分に分解して、独立なパラメータを減らして簡潔に表すことができる手法について報告した。

上記のテンソル表記法について検証するために、実際に単結晶シリコンではピエゾ抵抗の長手方向の結晶方位を 4 種類用意し、ピエゾ抵抗素子を作製した。面方位は (100), $\langle 110 \rangle$ 方向のピエゾ抵抗素子と、 $\langle 110 \rangle$ から 15° , 30° , 45° 傾いたピエゾ抵抗素子である。作製したピエゾ抵抗素子と、それぞれのピエゾ抵抗係数を図 3 に示す。それぞれ抵抗評価を行い、上記テンソル表記法の偏差成分にてそれぞれの特性の差分をあらわすことができることを確認した。テンソル成分の中である程度方位が特定されているため、導出したテンソル方程式は下記のような形に簡易化されている。

$$\frac{\Delta R_{11}}{R_0} \cong \frac{\Pi_{11} + 2\Pi_{12}}{3} \sigma_0 - \left(\frac{\Pi_{11} - \Pi_{12}}{6} - \frac{\Pi_{44}}{2} \right) \sigma_0 \sin 2\phi$$

上式においては、左辺第一項が等方成分で、第二項が偏差成分である。第二項の方位 ϕ によって抵抗値が変化することが示されている。



(a) 検証評価用ピエゾ抵抗素子 (b) 実験結果とテンソル計算結果の比較
 図3 単結晶シリコンのピエゾ抵抗テンソル表記

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 7 件)

1. Taeko Ando and Xiao-An Fu, Materials: Silicon and Beyond, Sensors and Actuators A: Physical (in press), (2019) 査読あり
2. Takeharu Goji Etoh, Tomoo Okinaka, Yasuhide Takano, Kohsei Takehara, Hitoshi Nakano, Kazuhiro Shimonomura, Taeko Ando, Nguyen Ngo, Yoshinari Kamakura, Vu Truong Son Dao, Anh Quang Nguyen, Edoardo Charbon, Chao Zhang, Piet De Moor, Paul Goetschalckx, and Luc Haspeslagh, Light-In-Flight Imaging by a Silicon Image Sensor: Toward the Theoretical Highest Frame Rate, Sensor, vol. 19, no. 10, 2247 (2019) <https://doi.org/10.3390/s19102247> 査読あり
3. Taeko Ando and Toshiyuki Toriyama, Description of New Piezoresistance Tensor Equation for a Cubic Single Crystal and Its Application to Multiaxial Stress, Sensors and Materials, vol. 30, no. 9, pp. 2101-2124 (2018) <https://doi.org/10.18494/SAM.2018.1959> 査読あり
4. Taeko Ando and Toshiyuki Toriyama, Role of preferential crystallographic orientation in piezoresistance anisotropy for cubic polycrystalline aggregates, Sensors and Materials, vol. 30, no. 9, pp. 2125-2142 (2018) <https://doi.org/10.18494/SAM.2018.1960> 査読あり
5. 安藤妙子, 鳥山寿之, 結晶方位分布関数による結晶集合組織のピエゾ抵抗表記, 電気学会論文誌 E (センサ・マイクロマシン部門誌), vol. 138, no. 5, pp.214-219 (2018) <https://doi.org/10.1541/ieejmmas.138.214> 査読あり
6. Taeko Ando, Mitsuhiro Shikida, and Kazuo Sato, Effect of Temperature and Humidity on Degradation of Single-Crystal Silicon Microbeam in MEMS Resonator, Sensors and Materials, vol. 28, no. 2, pp. 113-120 (2016) <https://doi.org/10.18494/SAM.2016.1257> 査読あり

[学会発表] (計 15 件)

1. Taeko Ando, In-Situ Observation of Fracture Behavior of Silicon in a Transmission Electron Microscope, 29th International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science (MHS 2018), 2018
2. Taeko Ando, Tensile Testing Silicon Device in Transmission Electron Microscope for High-Magnification in-situ Observation, The 9-th Asia-Pacific Conference of Transducers and Micro-Nano Technology (APCOT 2018), 2018
3. Kohei Okada, Size Effect on Crack Propagation of Nano-scale Silicon with Different Type of Notches, 28th 2017 International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science (MHS 2017), 2017
4. 中村 真也, 異なる形状の切欠きを持つナノスケールシリコンのき裂進展挙動, 第 34 回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム, 2017
5. 安藤妙子, 単結晶シリコンのき裂治癒による破壊強度変化, 日本機械学会 2017 年度年次大会, 2017
6. Taeko Ando, Piezoresistance for Polycrystalline Aggregates Represented by Crystallite Orientation Distribution Function, The 19th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers2017), 2017
7. 安藤妙子, 結晶方位分布関数による多結晶集合組織のピエゾ抵抗表記, 電気学会センサ・マイクロマシン部門総合研究会, 2017
8. 坂越啓悟, マイクロスケールの環境制御引張試験法の開発, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016
9. Taeko Ando, Piezoresistive Rosette Gauge Taking into Account of Silicon Cubic Crystal Anisotropy, Asia-Pacific Conference of Transducers and Micro-Nano Technology 2016 (APCOT2016), 2016
10. 中村真也, 薄膜シリコンの破断における切り欠き形状がき裂進展に与える影響, 電気学会センサ・マイクロマシン部門総合研究会, 2016

11. Taeko Ando, Compliant MEMS Structure for Observation of Fixed Point under Tensile Deformation, The 11th Annual IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (IEEE-NEMS 2016) 2016

[その他]

- TAN Q 「？」があるなら実験だ —立命館大学理系スペシャルサイト
<http://www.ritsumei.ac.jp/tanq/349293/>

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名：中島 正博

ローマ字氏名：(NAKAJIMA, Masahiro)

所属研究機関名：名古屋大学

部局名：工学研究科

職名：招へい教員

研究者番号 (8桁)：80377837

研究分担者氏名：鳥山 寿之

ローマ字氏名：(TORIYAMA, Toshiyuki)

所属研究機関名：立命館大学

部局名：理工学部

職名：教授

研究者番号 (8桁)：30227681

※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。