

平成21年5月8日現在

研究種目：若手研究 (B)
 研究期間：2007～2008
 課題番号：19760057
 研究課題名 (和文) 定量的で高感度な渦電流マイクロコピー法の実現とナノ薄膜の導電率評価
 研究課題名 (英文) Development of Sensitive Eddy Current Microscopy Technique for Quantitative Evaluation of Electrical Conductivity of Thin Films
 研究代表者
 燈明 泰成 (TOHMYOH HIRONORI)
 東北大学・大学院工学研究科・准教授
 研究者番号：50374955

研究成果の概要：磁気プローブの高速振動によりナノ薄膜内の局所的な領域に高密度の渦電流を形成し、これに起因したプローブの振動位相の変化（渦電流損失）を観察することで、ナノ薄膜の導電率を高感度、かつ定量的に評価することのできる渦電流マイクロコピー法を開発した。観察される磁気プローブの振動位相の遅れ量が薄膜の導電率に比例することを実験的、および理論的に示した。さらに、直径 800nm なる Pt ナノワイヤに高密度の渦電流を誘導すると共に、これによる磁気プローブの位相変化を検知することに成功した。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,800,000	0	1,800,000
2008年度	1,500,000	450,000	1,950,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	450,000	3,750,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：機械材料・材料力学、走査型プローブ顕微鏡、渦電流、ナノ薄膜、導電率

1. 研究開始当初の背景

各種金属、半導体、セラミクス、高分子材料でできたナノ薄膜は、次世代集積回路の形成に不可欠であり、これらナノ薄膜の電気的特性評価が大変重要となってきた。現在報告されているナノ薄膜等の微細構造体の電気的特性評価手法は、多端子法に代表される接触手法と、非接触手法とに大別される。接触手法は一般に高い計測感度を實現できるが、接触に伴うサンプルの幾何学的変形の影響を排除することができず、電気的特性の定量評価において問題が生じる場合がある。一方、

非接触手法として、微細なコイルを高周波数回路で駆動して微細構造体に渦電流を誘導し、これを利用して微細構造体の電気的特性を評価する手法も提案されているが (C.C. Watson and W.K. Chan, Appl. Phys. Lett. **78**, 129, 2001)、高周波数駆動によるコイル発熱が問題となり、さらなる高分解能化が望めない。また、通電状態下にある微細構造体の電気的特性は、構造体周りで形成される磁場を磁気力顕微鏡 (Magnetic force microscopy, MFM) により測定することで評価できるが (R. Yongsunthon, et al., Appl. Phys. Lett. **82**, 3287, 2003)、この場

合の測定感度および分解能は微細構造体への通電状態に依存し、MFM本来の数10nm程度なる高分解能は達成できない。ところで、MFMを用いてGaAs/AlGaAsヘテロ構造を観察したところ、両者の境界が鮮明に見え、これが微細構造体内に形成された渦電流によるものであるとの報告がある (B. Hoffmann, *et al.*, Appl. Phys. A, **66**, S409, 1998)。

物質中に周期的な磁場 \mathbf{H} の変動が生じる場合、物質表面層には導電率や透磁率に依存し、磁場の時間変動 $\partial\mathbf{H}/\partial t$ に比例した電流密度の渦電流が流れる (Faraday-Maxwellの式)。そこで、磁場分布が既知の磁気プローブをナノ薄膜上で高速に振動させて、薄膜内に局所的な高密度の渦電流を形成し、これによりプローブに生じる渦電流損失を測定することで、ナノ薄膜の導電率を非接触下で定量的に評価できる可能性がある。この測定原理によれば、対象ナノ薄膜への通電は必要なく、手法の更なる高感度化や高分解能化が望める。

2. 研究の目的

本研究は、磁気プローブの高速振動によりナノ薄膜内の局所的な領域に高密度の渦電流を形成し、これに起因したプローブの渦電流損失を観察することで、ナノ薄膜の導電率を高感度、かつ定量的に取得することのできる渦電流マイクロコピー法の実現を図るものである。

2年継続により、(1) 磁気プローブを用いた渦電流形成の実現、(2) ナノ薄膜内での局所渦電流形成の理論構築、(3) 電流が作る既知の磁場を用いた磁気プローブ垂直磁場の校正、(4) 各種金属ナノ薄膜の導電率評価、(5) 磁気プローブの改良と外部振動付与による高感度化の試み、(6) 白金ナノワイヤの導電率評価、なる6項目の研究を推進する。

3. 研究の方法

導電率の異なる非磁性の Cu、Au、Pt ナノ薄膜配線サンプルを MEMS プロセスにより作製した (表 1)。作製したナノ薄膜配線の厚みは 100nm、幅は 10 μm であった。はじめに、Au ナノ薄膜サンプルを用いて渦電流の形成を確認した (図 1)。シリコンカンチレバーの探針に CoCr を蒸着した磁気プローブを永久磁石で5分間磁化した。その後、磁気プローブを走査型プローブ顕微鏡 (Digital Instruments 社、D3000) に取り付け、Au 薄膜配線サンプルの非通電、通電下においてプローブの振動変化を観察した。観察はリフトオフモードにより行い、リフトオフは 75nm であった。また、実験に用いた磁気プローブの共振周波数はおよそ 80kHz であった。薄膜配線サンプルに通電する電流は 0~25mA の範囲で変化させた。次に、Au ナノ薄膜サン

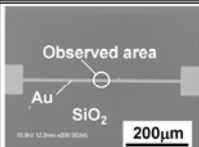
プルと同じ幾何学的形状を有する Cu、Pt ナノ薄膜に対して、非通電下における磁気プローブの振動変化を観察した。検証のため、それぞれのナノ薄膜の導電率を4探針測定器 (共和理研社、K-705RS) で測定した。なお、4探針法ではナノ薄膜配線部での端子配列が困難であり、導電率が測定できなかったため、同じプロセスで成膜した別の代替サンプルで導電率測定を行った。さらに、直径 800nm なる Pt ナノワイヤへの渦電流誘導を試み、ナノワイヤの導電率評価における本手法の適用性を確認した。

4. 研究成果

(1) 磁気プローブを用いた渦電流形成の実現 非通電下の Au ナノ薄膜サンプル上で磁気プローブを加振したところ、プローブの振動位相の遅れが観察された (図 2a)。一方、通電下においては、プローブの振動位相が配線中央に対して非対称となった (図 2b)。通電下によるプローブの位相変化は配線からの漏洩磁場に起因するものである。対して非通電下で観察されたプローブの位相遅れは薄膜内での渦電流形成を示唆している。そこで、薄膜配線部での位相変化 ($\Delta\phi$) を付与電流に対してプロットしたところ、およそ 10mA において位相変化が最小となった。この極小点は本渦電流顕微鏡法 (Eddy current microscopy, ECM) と MFM との競合点を示しており、本手法により Au ナノ薄膜内に形成された渦電流が僅かな外乱電流によっても乱されない程、高密度であることを示唆している (図 3)。

同様に、Cu、Pt ナノ薄膜サンプルに対して非通電下での磁気プローブの位相変化を観察したところ (図 4)、Au ナノ薄膜サンプルの場合と同様に薄膜内部に形成された渦電流に起因したプローブの位相変化 (渦電流損失) が生じた。

表1 ナノ薄膜配線サンプル

Film	Adhesive layer	Process	FE-SEM micrograph of Au sample
Cu	Ta	Lift-off	
Au	Cr	FAB	
Pt	Ti	FAB	

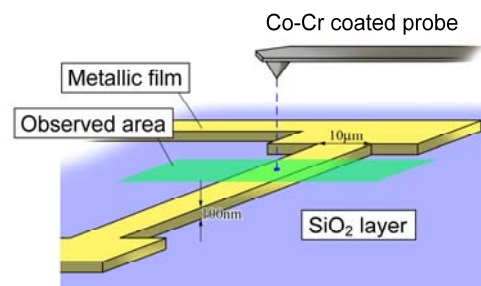


図1 実験配置図

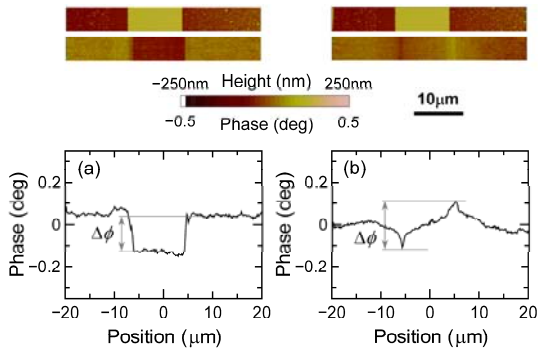


図2 通電、非通電下における磁気プローブの位相変化：(a) 非通電下、(b) 通電下

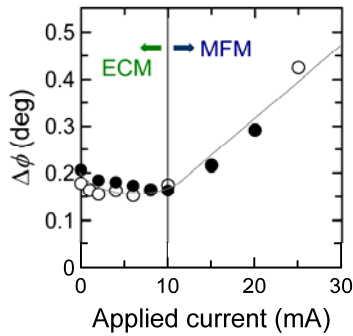


図3 付与電流と位相変化の関係

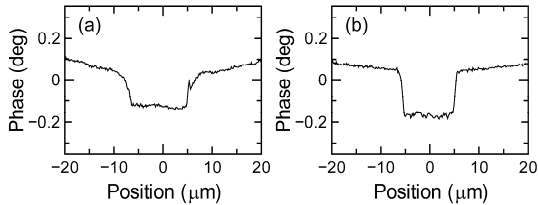


図4 Cu (a)、Pt (b) ナノ薄膜サンプルに対する磁気プローブの位相変化

(2) ナノ薄膜内での局所渦電流形成の理論構築
磁気プローブをナノ薄膜上で振動させた際に、ナノ薄膜内に形成される渦電流の理論モデルを構築した。構築したモデルは、振動する磁気プローブの漏洩垂直磁場変動により、薄膜内部に渦電流が誘起され、これによって発生する垂直磁場とプローブの垂直磁場とが相互作用を引き起こし、結果としてプローブの振動位相が変化するものである。理論モデルより、磁気プローブの振動位相の変化量がナノ薄膜の導電率に比例することを見出した。

(3) 電流が作る既知の磁場を用いた磁気プローブ垂直磁場の校正
幅 10 μm なる Al 薄膜配線に直流電流を付与し、配線周りに磁場を形成した。ここで配線の形状および付与電流より、ビオサバルの法則を用いて配線周りの磁場を算出し、既知の磁場に対して生じる磁気プローブの位相変化を観察することで、磁気プローブの垂直磁場を評価した。

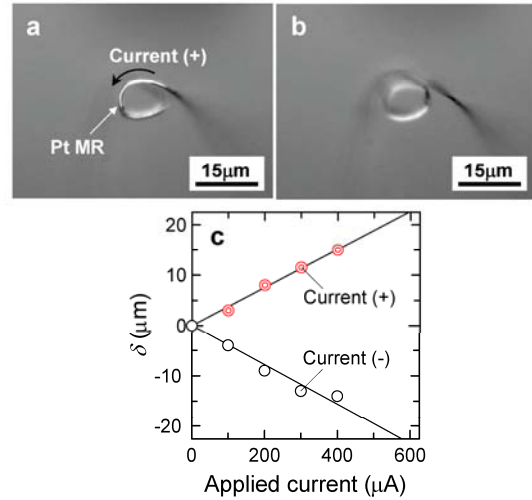


図5 金属マイクロリングの垂直変位 (δ) と付与電流の関係

(マイクロリングは永久磁石上に配置されており、通電方向により δ の符号が反転することは、同リングから 180° 異なる垂直磁場が発生していることを示す。)

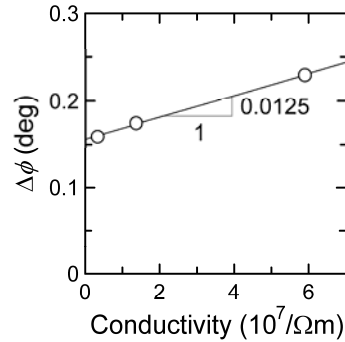


図6 各種金属ナノ薄膜サンプルに対する磁気プローブの位相変化と導電率の関係

また、細線に電流を付与して生じるジュール熱を利用した細線接合手法を利用して、直径 800 nm なる Pt 極細線に局所的な塑性変形を誘起することで、電極チップ上に通電可能なマイクロリングを試作することに成功した。同マイクロリングの直径は約 10 μm であり、通電方向を変更することで異なる方向の垂直磁場を局所的に発生できることを確認した (図 5)。この自立型マイクロリングは、磁気プローブの校正に大いに役立つ。

(4) 各種金属ナノ薄膜の導電率評価
項目 (1) で用いた各ナノ薄膜配線サンプルの導電率を 4 端子法により測定したところ、導電率は磁気プローブの位相変化が大きな順に一致し、Cu、Au、Pt ナノ薄膜の順であった。また、ナノ薄膜に対して観察された位相変化と、導電率との間に比例関係があることが明らかとなった (図 6)。この実験事実は理論モデルによる予測と一致している。最も高い Cu ナノ薄膜の導電率は Au ナノ薄膜のそれに比べておよそ 4 倍であることが磁気プローブの位相変化よりわかる。

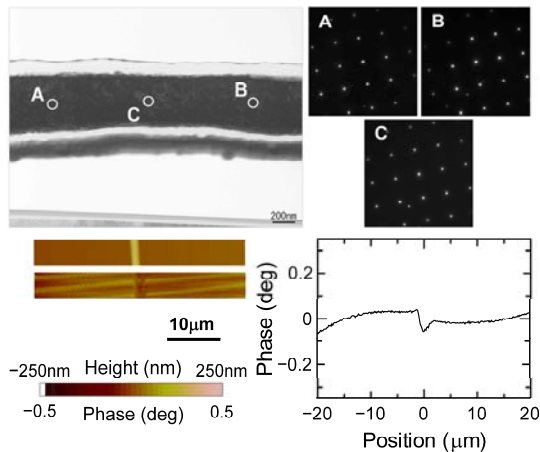


図7 Pt ナノワイヤへの渦電流誘導:透過型電子顕微鏡像(上図)と磁気プローブの位相変化(下図)

(5) 磁気プローブの改良と外部振動付与による高感度化の試み 磁気プローブ-金属ナノ薄膜間の距離を変化させた場合の渦電流誘起実験、および、先端形状の異なる磁気プローブを用いた場合の渦電流誘導に関する考察より、磁場の振動方向の変化率を大きくすることが本渦電流顕微鏡法の高感度化に有効であることを見出している。また、より高密度の渦電流を誘導する策として、ナノ薄膜の外部から磁気プローブの振動と逆位相の振動を付与する手法を提案し、外部加振方法として、高分子薄膜を介した超音波入射が効果的であることを見出している。

(6) 白金ナノワイヤの導電率評価 実験に用いた Pt ナノワイヤの直径は約 800nm であった。透過型電子顕微鏡を用いた結晶構造解析の結果、用いた Pt ナノワイヤの細線断面上の各点で得た電子線回折像は同じパターンであり、単結晶であることがわかった。酸化絶縁処理したシリコン基板上に単結晶 Pt ナノワイヤを配置し、同ナノワイヤ上で磁気プローブを加振することにより、ナノワイヤへの渦電流誘導に成功した(図7)。また、Pt ナノワイヤ上で観察される磁気プローブの振動位相の変化にナノワイヤ表面の曲率の影響が現れることを見出し、これを補正することで、ナノワイヤの非接触導電率計測が行える可能性を示した。

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4件)

- (1) H. Tohmyoh, A governing parameter for the melting phenomenon at nanocontacts by Joule heating and its application to joining together two thin metallic wires, Journal of Applied Physics, 査読有, 105 (2009), pp.014907-1-014907-9.

- (2) Y. Sun, H. Tohmyoh, Thermoelastic damping of the axisymmetric vibration of circular plate resonators, Journal of Sound and Vibration, 査読有, 319 (2009), pp.392-405.
- (3) H. Tohmyoh, M. Muraoka, K. Sakomizu, H. Takeda, M. Saka, Non-contact evaluation of electrical conductivity of thin metallic films by eddy current microscopy, Proceedings of the 2008 M&M International Symposium for Young Researchers, 査読有, (2008), pp. 269-272.
- (4) H. Tohmyoh, T. Suzuki, S.R. Ahmed, M. Saka, Measurement of potential drop distribution by scanning the closely coupled probes sensor for sensitive NDE of shallow surface cracks, Materials Transactions, 査読有, 48 (2007), pp. 1166-1172.

[学会発表] (計6件)

- (1) 武田大尚, 燈明泰成, ジュール熱を用いた金属極細線の操作と微小電磁気素子の作製, 日本機械学会東北支部第44期総会・講演会, 2009年3月13日, 仙台市.
- (2) 燈明泰成, 平山勇人, アカンダ Md. アブドゥス サラム, 超音波顕微鏡法によるナノギャップの検出性について, 日本非破壊検査協会平成20年度秋季大会, 2008年11月6日, 多賀城市.
- (3) 武田大尚, 燈明泰成, 坂真澄, 金属マイクロコイルの作製と微小磁場発生, 日本機械学会M&M2008 材料力学カンファレンス, 2008年9月17日, 草津市.
- (4) 武田大尚, 燈明泰成, 坂真澄, 微小磁場源としてのPtマイクロコイルの作製, 日本機械学会東北支部第43期総会・講演会, 2008年3月15日, 仙台市.
- (5) H. Takeda, H. Tohmyoh, M. Saka, Fabrication of a Pt Micro-Coil as a Very-Small Magnetic Source, The Taiwan-Tohoku Joint International Symp. for Mechanical Science Based on Nanotechnology, 2007年12月7日, Taipei, Taiwan.
- (6) 燈明泰成, 今泉卓也, 坂真澄, 武田大尚, ジュール熱を利用した金属極細線の接合と切断, 第51回日本学術会議材料工学連合講演会, 2007年11月29日, 京都市.

[その他]

<http://king.mech.tohoku.ac.jp/saka/index.htm>

6. 研究組織

- (1) 研究代表者
燈明 泰成 (TOHMYOH HIRONORI)
東北大学・大学院工学研究科・准教授
研究者番号: 50374955
- (2) 研究分担者
- (3) 連携研究者