

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 4月 1日現在

機関番号：33903

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560124

研究課題名（和文） MEMS用シリコンを強靱化するSPMを用いたナノ加工技術の開発

研究課題名（英文） Nanofabrication and Strengthening of Silicon Single Crystal by Using SPM

研究代表者

高木 誠 (TAKAGI MAKOTO)

愛知工業大学・工学部・教授

研究者番号：40288428

研究成果の概要（和文）：原子間力顕微鏡(AFM)を用いて、ダイヤモンド探針に微小荷重を作用させてシリコン単結晶表面を走査することにより面状に引掻き加工を行い、それに伴う微構造と機械的性質(硬さ)の変化を調べた。その結果、加工の進行に伴い、表面に発生したアモルファス Si 相は剥離して減少し、その直下に生じた転位はサイズが大きくなった。加工により表面の硬度は上がり、一種の加工硬化現象を示した。

研究成果の概要（英文）：Change in microstructure and mechanical properties of a Si surface after scanning-scratching tests under a very small loading force in an AFM was investigated by cross-sectional TEM observations and nano-indentation test. Amorphous Si phase and dislocations were generated by scratching, and amorphous Si phase was removed during scanning-scratching. The scratched sub-surface got harder.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,900,000	570,000	2,470,000
2011年度	900,000	270,000	1,170,000
2012年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：機械工学、生産工学・加工学

キーワード：MEMS、シリコン、ナノ加工、SPM、機械的性質

1. 研究開始当初の背景

(1) 環境問題に起因する省エネ化や高齢化社会の到来といった時代背景のなかで、より高機能な機械システムや、それを実現するための高度な技術の開発が必要とされている。そうしたなかで特に、医療分野をはじめ様々な分野で、マイクロシステムやナノデバイス(MEMS/NEMS)といった、これまでにない高精細な機器の開発が期待されている。それらの実現には、サイズダウンに伴って材料技術が重要になり、ナノスケールの超微細加工技

術や微小構造部材の強靱化などがキーテクノロジーになる。

(2) 近年、比較的簡便にナノスケール加工が可能な方法として、走査プローブ顕微鏡(SPM)が注目されている。それを用いたナノスケール加工の研究は進められてはいるが、加工条件や加工形状を系統的に研究した例は数少なく、加工表面の微細組織の変化や機械的性質等の物性値は未解明である。

(3) 本申請者らはこれまでの研究において、走査プローブ顕微鏡(SPM)でシリコン結晶の

表面を機械的に微細加工し、その加工断面を透過電子顕微鏡(TEM)で観察可能なナノレベルの構造解析技術を開発した。

2. 研究の目的

(1) 微細な加工領域の断面を透過電子顕微鏡(TEM)で観察する、独自のナノレベル構造解析技術を利用して、SPMによるナノスケール微細加工に伴うシリコン単結晶の微構造変化過程を解明する。

(2) 上記微構造変化が機械的性質に及ぼす影響を明らかにすることで、MEMS/NEMSに用いられるシリコン結晶の強靱化を図る。

3. 研究の方法

(1) 図1に示すように、SPMのAFMモードを用いて、 $200\mu\text{N}$ の微小荷重をダイヤモンド探針に作用させて、Si単結晶(100)面に[110]方向に長さ $10\mu\text{m}$ の1ラインの引掻き加工を行い、それを繰り返し走査させることで $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ の範囲を加工した。その際に加工条件として、探針の走査ライン数(走査間隔)を種々変化させて加工の密度(重ね合せ)を変えることにより、加工過程の種々の段階を再現した。

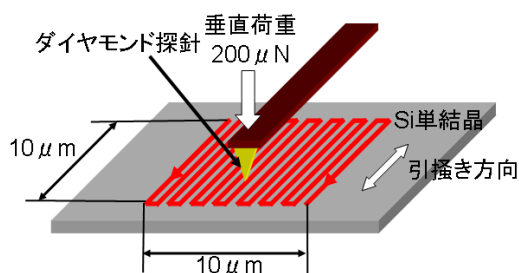


図1. 走査プローブ顕微鏡のAFMモードを用いた引掻き加工の模式図

(2) 加工に伴う形状の変化をAFMで高精度に測定するとともに、走査型電子顕微鏡(SEM)で加工表面を観察することにより加工粉の発生なども調べた。

(3) 生じた微細な加工面の断面や加工粉等を透過型電子顕微鏡(TEM)で観察して、加工に伴う微構造変化を詳細に調べることにより、加工過程を推測した。微細な加工部の断面観察は、集束イオンビーム装置(FIB)を用いた独自の 방법으로観察用試料を作製することにより実施した。

(4) 微小な加工面の表面近傍のみの機械的性質を精密に測定するために、ナノインデントーションを行うことにより、加工に伴うフォースカーブや硬さなどの変化を精密に測定した。

(5) 導電性探針を用いたSPMにより、探針とSi単結晶間に電圧を印加してナノ加工を行い、同様にTEM等により微構造変化を調べた。

4. 研究成果

(1) 加工形状

図2は、種々の走査ライン数で引掻き加工した加工部の断面プロファイルをもとめたものである。32~128ラインでは走査ライン数の増加に伴い加工深さは増加し、加工表面は平滑化していく。しかし256ライン以上では加工に伴いSiから剥離した加工粉が加工表面に堆積するため、大きな凹凸が観察された。走査ライン数の増加に伴い加工深さは増加して平滑化する傾向にあると考えられるが、加工粉の堆積により実際の加工形状が不明瞭となっている。

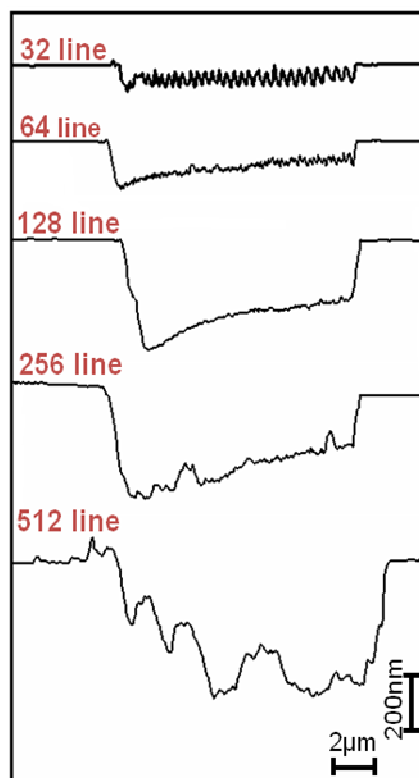


図2. 加工形状に及ぼす走査ライン数の影響

(2) 加工部の微構造

図3(a)~(e)は種々の走査ライン数で引掻き加工した加工部の断面のTEM像である。走査ライン数32~128ラインの加工条件では、表面近傍に加工による歪みの発生を示す湾曲した模様がはっきりと見られた。また、走査ライン数32~1024ラインの全ての加工条件で転位が発生し、特に1024ラインでは転位のサイズが増大して、転位線が明瞭に観察されるようになった。それらはSi単結晶(100)表面に対して 55° 傾いた転位または転位ループであった。一方、加工に伴い生じるSiのアモルファス相は、走査ライン数32~128ラインの加工条件では、走査ライン数の増加に伴ってその量が増大しながら表面全体を均一に覆うようになり、周期的なくさび

形の形状へと変化した。このことよりアモルファス Si 相は、延性的な性質を持つものであると考えられる。しかし走査ライン数 256 ライン以上になると、アモルファス Si 相の量は走査ライン数の増加に伴って減少傾向へと転じ、走査ライン数 256 ラインの TEM 像には表面から剥離したアモルファス Si 相も観察された。この傾向は走査ライン数の増加に伴って大きくなり、走査ライン数 1024 ラインではアモルファス Si 相は加工表面にごくわずか残るのみとなる。

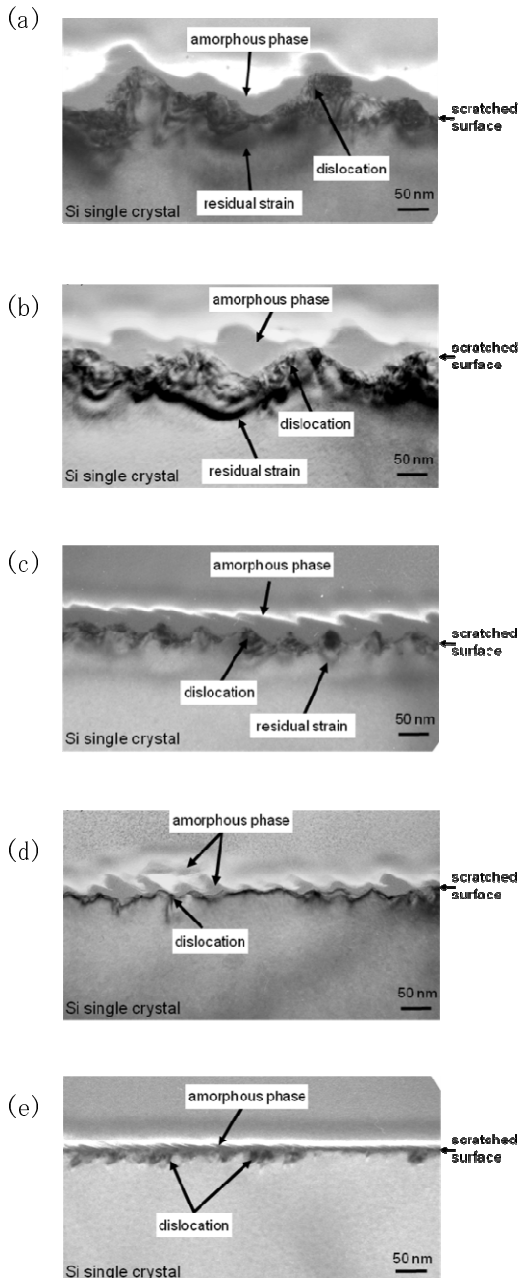


図 3. 種々の走査ライン数で引掻き加工した加工部の断面の TEM 像
走査ライン数 (a) 32、(b) 64、(c) 128、(d) 256、(e) 1024

アモルファス Si 相の厚さと加工深さとの関係を図 4 に示す。走査ライン数の増加に伴い、すなわち加工の進行に伴い、加工深さは増加し、アモルファス Si 相の厚さは減少する。

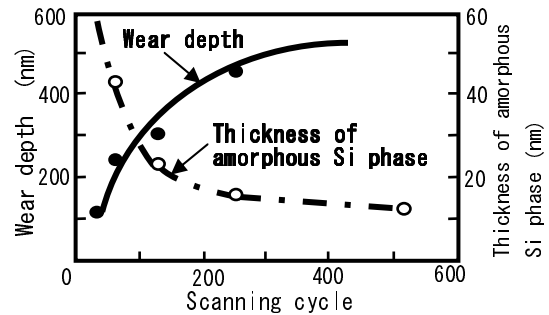


図 4. アモルファス Si 相の厚さと加工深さの関係

(3) 加工粉

図 5 は引掻き加工によって生じた加工粉を TEM で観察したものである。加工粉の形状は、通常の切削で発生する切り粉に似た薄片状をしている (図 5 (a))。この加工粉の高分解能 TEM 観察を行った結果、Si 単結晶の規則的な結晶構造は見られず、アモルファスを示す不規則な構造をしていた (図 5 (b))。さらに、加工粉の電子線回折を行うと、ハローリングと共にわずかにスポットが観察された。このことより、加工粉の大部分はアモルファス構造で、少量だけ結晶が混在していることが明らかになった (図 5 (c))。

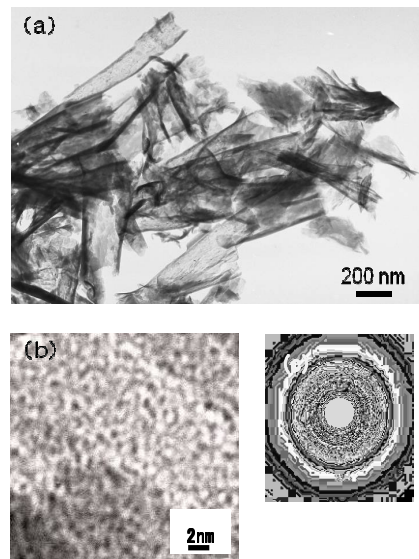


図 5. 加工粉の TEM 観察結果
(a) TEM 像、(b) HRTEM 像、
(c) 電子回折図形

EDS 元素分析をした結果、加工粉は Si から成っていた。これらの加工粉に関する実験結果および前述の加工部の微構造変化に関する実験結果(図3 及び図4)から、加工粉は、引掻き加工時に表面に生じるアモルファス Si 相が、加工の進展に伴い剥離したものであるとすることができる。

(4) 加工に伴う機械的性質の変化

AFM による引掻き加工に伴う機械的性質の変化を調べるために、微小な加工面の表面近傍のみの機械的性質を精密に測定可能な、ナノインデンテーションを行った。その方法により加工前後のフォースカーブを測定し、その結果から硬さを求めた。測定した試料は、走査ライン数 1024 で引掻き加工した、アモルファス Si 相がほとんど存在しなく明瞭な転位が観察された加工部(図3 (e))、および未加工部である。

図6は走査ライン数 1024 で引掻き加工した加工部および未加工部について測定したフォースカーブである。加工部および未加工部ともに滑らかなフォースカーブが得られ、加工部のフォースカーブは未加工部に比べて同じ荷重でも押し込み深さが小さくなっている。

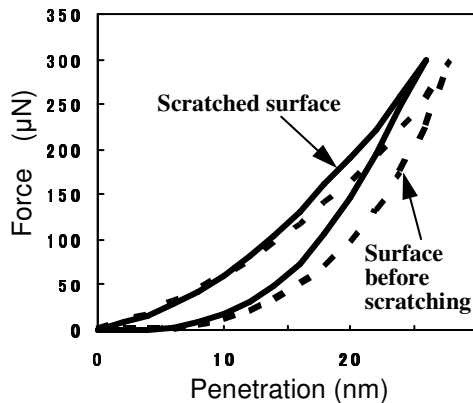


図6. 走査ライン数 1024 で引掻き加工した加工部及び未加工部のフォースカーブ

上記のフォースカーブ(図6)より求めた加工部および未加工部(加工前)の硬さを表1に示す。この結果より、走査ライン数 1024 で引掻き加工した加工部は未加工部に比べて硬さが増大していることがわかる。これは一種の加工硬化であると考えられる。

表1. 引掻き加工に伴う硬さの変化

	After scratching	Before scratching
Hardness (GPa)	1.7	1.2

(5) 電圧印加ナノ加工

導電性探針を用いて SPM の AFM モードにより、探針と Si 単結晶間に電圧を印加してナノスケールの微細加工を行い、引掻き加工と同様に TEM 等により微構造変化を調べた。その結果、10V 以上の電圧を印加した点加工および線加工において、Si 単結晶表面に数十ナノメートルの盛り上がりが生じた。その線加工部の断面を TEM により観察した結果、盛り上がり部の内部に半円状のはっきりとした加工領域が見られ、その領域はそれよりも内部の未加工領域と整合した Si 単結晶であった。この加工領域と未加工領域の境界は明瞭であった。この加工原理については、局所的な電圧印加に伴って Si 単結晶が熔融し、凝固時に再単結晶化したものと考えられるが、今後さらに詳細な実験を行って加工原理や機械的性質などを解明していく必要がある。

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3件)

- ① A. Matsumuro, M. Takagi, Fabrication of Nanostructures of Low-Resistivity Silicon Wafer with High-Aspect-Ratio Using Carbon Nanotube Probe of Scanning Tunneling Microscope, Proceedings of 2012 MRS Fall Meeting, 査読有, 2012, accepted.
- ② A. Matsumuro, M. Takagi, High-Aspect-Ratio Nanofabrication of Carbon Materials Using CNT Probe and TEM in-situ Observations of Their Process, Proc. the 11th euspen International Conference, 査読有, 2011, pp451-454.
- ③ A. Matsumuro, M. Takagi, High-Aspect-Ratio Nanofabrication Using Carbon Nanotube Probe in Scanning Tunneling Microscope, Proceedings of the 10th euspen International Conference, 2010, 査読有, pp282-285.

[学会発表] (計7件)

- ① 櫻井淳平、高木 誠、松室昭仁、岩田博之、AFM を用いた Si 単結晶のナノトライボロジーに及ぼす環境の影響、精密工学会秋季大会講演論文集、pp869-870、2012. 9. 14、北九州。
- ② 神戸健吾、松室昭仁、高木 誠、岩田博之、CNT を用いた STM による低抵抗 Si のナノ加工と原理の解明、精密工学会秋季大会講演論文集、pp871-872、2012. 9. 14、北九州。
- ③ M. Takagi, A. Matsumuro, H. Iwata, H. Saka, Microstructural Change and Work-hardening of Sub-surface of Silicon Single Crystal Scratched under a Very Small Loading Force

by AFM, Abstract of International Symposium on Role of Electron Microscopy in Industry, p2, 2012.1.19, 名古屋.

- ④ H. Iwata, M. Takagi, Y. Tokuda, Increasing Method of Hydrogen Exfoliation Area on The Surface of Silicon, Abstract of International Symposium on Role of Electron Microscopy in Industry, p12, 2012.1.19, 名古屋.
- ⑤ 若山大輔、高木 誠、松室昭仁、岩田博之、真空加熱下における AFM による Si 単結晶のナノ加工、精密工学会秋季大会講演論文集、pp355-356、2011. 9. 20、金沢.
- ⑥ 江間弘崇、高木誠、松室昭仁、岩田博之、電圧印加に伴うナノスケール現象の TEM 内その場観察、日本機械学会第 2 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム講演論文集、pp155-156、2010. 10. 15、松江.
- ⑦ 岩見裕介、高木誠、松室昭仁、CNT 探針を用いた STM によるカーボン材料の高アスペクト比ナノスケール加工、日本機械学会第 2 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム講演論文集、pp181-182、2010. 10. 15、松江.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

高木 誠 (TAKAGI MAKOTO)

愛知工業大学・工学部・教授

研究者番号：40288428

(2) 研究分担者

松室 昭仁 (MATSUMURO AKIHITO)

愛知工業大学・工学部・教授

研究者番号：80173889

(3) 連携研究者

()

研究者番号：