

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 2 日現在

機関番号：14501

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24360046

研究課題名(和文) ナノ結晶成長法とMEMSの融合による単結晶量子細線の機械-電気連成特性評価

研究課題名(英文) Evaluation of mechanical-electrical coupled properties for single crystal silicon nanowires using MEMS

研究代表者

磯野 吉正 (Isono, Yoshitada)

神戸大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：20257819

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,500,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、次世代の高感度力学センサの素子として期待される、Silicon Nanowire (SiNW) の機械-電気連成特性評価を実施した。長さ10 μ m、直径80nmのSiNW単体に対して、単軸歪みを付与しながら電気特性を調べたところ、歪み3%において、 $\langle 111 \rangle$ 方向SiNWの電気伝導率が5倍@3%、 $\langle 112 \rangle$ 方向のそれは1.53倍@3%に達した。また、SiNWのゲージ率は、 $\langle 111 \rangle$ 方向SiNWが-170.7@0.2%を示し、また、 $\langle 112 \rangle$ 方向SiNWは-128.9@0.1%となった。この値はバルクSiより大きな値であり、次世代力学センサ素子として、SiNWは有効であることが示唆された。

研究成果の概要(英文)：The strain-induced silicon nanowires (SiNWs) will be effective for high-sensitive piezoresistance elements used in MEMS force sensors due to their electronic energy band structural features under mechanical strain. This research examined the piezoresistive effect of individual SiNWs under uniaxial tensile strain using the MEMS-based nanotensile testing device. The SiNWs in directions of $\langle 111 \rangle$ and $\langle 112 \rangle$ were grown on the testing device by the VLS technique. The SiNWs were tensioned using the device and simultaneously their I-V characteristics were measured. The resistance change ratio of strain-induced SiNWs of $\langle 111 \rangle$ and $\langle 112 \rangle$ directions have reached -80% and -35% at 0.03 strain, respectively. The gauge factors for SiNWs of $\langle 111 \rangle$ and $\langle 112 \rangle$ also showed -170.7 at 0.002 strain and -128.9 at 0.001 strain, respectively, which were larger than unknown values for n-type bulk silicon. These results are extremely important to nanomechanical force sensors.

研究分野：実験ナノメカニクス

キーワード：実験ナノメカニクス MEMS ナノワイヤ マルチフィジックス

1. 研究開始当初の背景

近年、急速に開発研究が推進されてきた半導体量子細線を積極的に活用した新しいナノ機械量センサや、革新的なナノシステムを開発することが期待されている。これら量子細線を構成要素としたナノ機械量センサは、細線単独のスケール効果や特異な物性を積極的に利用しようとするものであり、細線自体のナノメカニクス特性や機械 - 電気連成特性（ピエゾ抵抗効果）がセンサ機能や信頼性に影響を及ぼす。したがって、センサの高性能化と長期信頼性の保証を確保するには、量子細線単体での機械特性およびピエゾ抵抗係数を定量的に把握するとともに、それに基づいたデバイス・シミュレーションによる構造・機能設計が必須となる。

2. 研究の目的

本研究の目的は、MEMS 技術とナノ単結晶成長法の一つである VLS (Vapor-Liquid-Solid) 法を融合して『モノシリック・ナノ材料評価デバイス』を開発し、一次元シリコン細線 (Silicon Nanowire: SiNW) 単体での力学特性および機械-電気連成特性（ピエゾ抵抗効果）を解明することである。このため、本研究では、(1) LP-CVD 技術に基づいた VSL 装置の開発、(2) 『モノシリック・ナノ材料特性評価 MEMS デバイス』の構造設計と製作、および (3) SiNW の巨大歪み下でのピエゾ抵抗特性の評価、を実施する。

3. 研究の方法

(1) 【LP-CVD 技術に基づいた VSL 装置の開発と SiNW 成長実験】

低圧 CVD 技術に基づいた VLS 装置を開発する。VLS 装置は、材料ガス配管、高温・低圧反応炉、マスフル - コントローラ、電磁弁、真空排気装置、および電気炉から構成する。電気炉は可動式を採用し、プロセス終了と同時に反応炉から素早く離脱できる急速冷却構造とする。また、シリコン基板上に触媒粒子として金ナノ粒子を分散させた後、SiNW を気相成長させながら、合理的な結晶成長プロセス条件を抽出する。

(2) 【『モノシリック・ナノ材料特性評価 MEMS デバイス』の構造設計と製作】

新たに『モノシリック・ナノ材料特性評価デバイス』としてデバイス構造設計を実施するとともに、MEMS-VLS 融合プロセス行程の構築を行う。評価試料となる SiNW 自体をデバイス作製時に同時に形成することが、細線アライメントの問題やジャンクション抵抗の問題を同時に解決できる方法であることから、本研究では、デバイスと SiNW のモノシリック構造化を図る。

(3) 【SiNW の巨大歪み下でのピエゾ抵抗特性の評価】

MEMS-VSL 融合プロセスを実施し、アクチュエータ、センサ、および SiNW が一体となった『モノシリック・ナノ材料特性評価デバ

イス』を試作する。ここで、VLS 実施中、既に加工が終了している MEMS 微小構造体が破損することが懸念される。構造体破損が発生する場合は、SEM 内ナノプローバーを用いた SiNW の架橋と一体化技術を確立する。デバイス完成後は、SiNW 単体の力学特性および機械 - 電気連成特性の高精度評価を行う。

4. 研究成果

(1) 【LP-CVD 技術に基づいた VSL 装置の開発と SiNW 成長実験】

開発した VLS 装置を図 1 に示す。同装置を用いて、SiNW の結晶成長プロセス条件を抽出した。最終的に達成すべき技術目標は、MEMS デバイス上の任意の位置に金属ナノ粒子を配置し、そこから結晶成長させることである。結果として、{111}面を表面としたシリコン基板上に触媒粒子として金ナノ粒子を分散させた後、温度 500、圧力約 300Pa の下で、He で 2% に希釈された SiH_4 ガスを H_2 ガスとともに流し込み、2 時間の結晶成長させたところ、長さ 10 μm 、直径 80nm の SiNW の結晶成長に成功した。図 2 に結晶成長後の SiNW の SEM 像を示す。〈111〉方向の SiNW だけでなく、〈112〉、〈110〉方向のそれも多く見受けられ、高精度な SiNW の方位制御が今後の課題となった。



図 1 SiNW 気相成長専用 VLS-CVD 装置

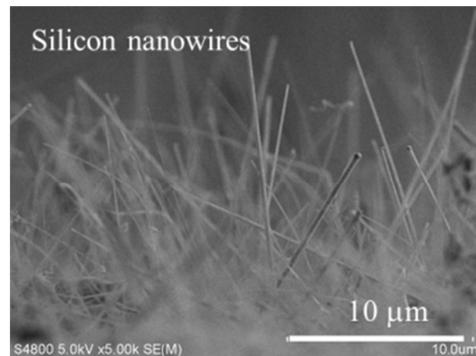


図 2 Si 基板上で気相成長した SiNWs の SEM 像

(2) 【『モノシリック・ナノ材料特性評価 MEMS デバイス』の構造設計と製作】

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、「ナノ材料特性評価 MEMS デバイス」の設計・試作に成功した。プロセスでは、5 μm 活性層、2 μm の犠牲層、および 400 μm 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「ナノ材料専用特性評価デバイス」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「ナノ材料特性評価 MEMS デバイス」の試験片部に、単一の SiNW を VLS 法による結晶成長にて架橋するには、試験片部の側面に金ナノ粒子を固定する必要がある。本研究では、金ナノ粒子含有コロイド溶液を用いた誘電泳動法によって、デバイスの試験片部側面にのみ金ナノ粒子を固定することに成功した。また、その後の VLS 法によって、試験片部に SiNW 単体を結晶成長させることにも併せて成功した。図 4 に架橋後の $\langle 111 \rangle$ 方向 SiNW の SEM 像を示す。

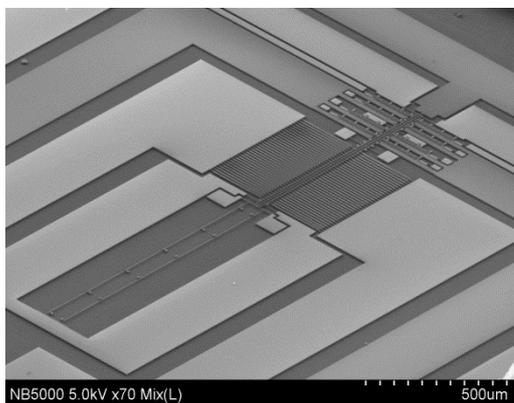


図 3 ナノ材料特性評価 MEMS デバイス

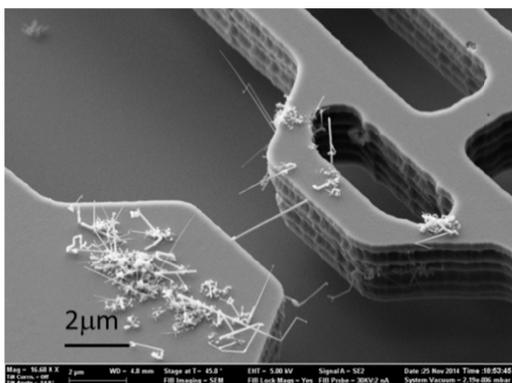


図 4 MEMS デバイスの試験片部側壁上で架橋成長した単一 SiNW

(3) 【SiNW の巨大歪み下での piezo 抵抗特性の評価】

単体の単結晶 SiNW が架橋部の試験片ギャップ(3 μm)に架橋していることを確認した後、単軸応力下での電気伝導特性評価を $\langle 111 \rangle$ 方向および $\langle 112 \rangle$ 方向に対して実施した。ここでは、静電アクチュエータに電圧を印加しな

がら引っ張り試験を実施するとともに、I-V 計測を同時に行った。

図 5 に、 $\langle 112 \rangle$ 方向の SiNW に対して得られた応力 歪み線図を示す。ここで、SiNW の長さは 3.21 μm 、平均直径は 70.31nm である。同図より、アクチュエータへの印加電圧が 60V に達した時に SiNW が破断し、この時点で 6.5%もの巨大歪みが生じていたことが確認できる。同図に示す 2 種類の近似直線は SiNW の歪み 0.05% までを直線近似したもの、および歪み 0.2% までを直線近似したものである。バルク Si のヤング率は $\langle 112 \rangle$ 方向で 168GPa であることから、歪み 0.05% までは近い値をとっていることがわかる。しかしながら、歪みの増加に伴い非線形性を示していることが認められる。これは結晶性が変化したのではなく、本実験でのデバイス作製プロセ

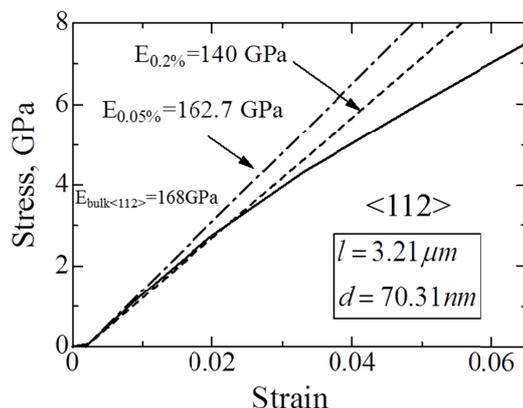


図 5 $\langle 112 \rangle$ 方向 SiNW の応力 歪み線図

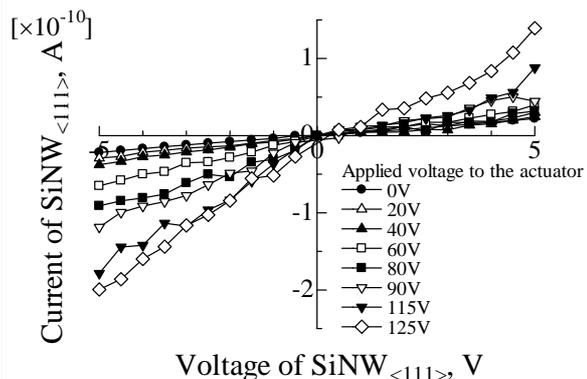


図 6 $\langle 111 \rangle$ 方向 SiNW の I-V 特性

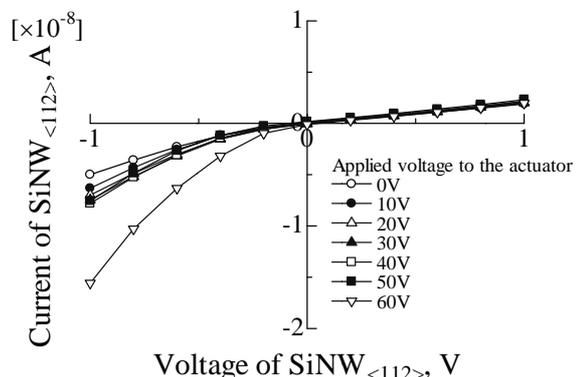


図 7 $\langle 112 \rangle$ 方向 SiNW の I-V 特性

スにおいてデバイスの変位拡大機構であるカンチレバーが変形した事に起因する計測誤差が増大したためであると考えられる。

図 6、7 に<111>方向および<112>方向の SiNW の引っ張り負荷中の I-V 特性を示す。静電アクチュエータの印加電圧の増加に伴い、<111>方向、<112>方向 SiNW とともに SiNW の電気抵抗が減少していることがわかる。

ピエゾ抵抗効果を評価するため、この I-V 特性から、図 8、9 に示す電気抵抗変化率と歪みとの関係を整理した。<111>方向、<112>方向 SiNW とともに、歪み増加に伴って電気抵抗変化率が減少していくことが確認された。例えば、歪み 3% において、歪みが付与されていない初期状態の SiNW に対して、電気抵抗変化率が<112>方向では-35%、<111>方向では-80%にまで達している。これを電気伝導率に変換すると、<111>方向 SiNW で 5 倍、<112>方向 SiNW で 1.53 倍の電気伝導率の増加に相当する。一方、ピエゾ抵抗効果の指標として、ゲージ率を同図より概算したところ、<111>方向 SiNW では、歪み 1% にて-32、0.2% にて-170.7 となり、また、<112>方向 SiNW では、歪み 1% にて-3.3、0.1% にて-128.9 であった。微小な歪み下ではピエゾ抵抗効果は大きいですが、巨大歪み下ではその効果は小さいことが解った。

今後は、更に計測精度を向上させながら、多数の SiNW についてデータを収集し、信頼性の高い評価を実施していく必要がある。

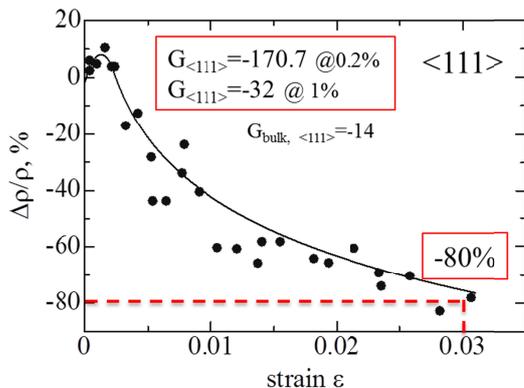


図 8 <111>方向 SiNW の歪み誘起電気抵抗変化率

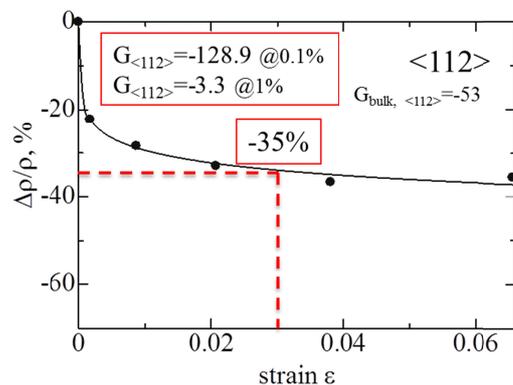


図 9 <112>方向 SiNW の歪み誘起電気抵抗変化率

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)

Stefan Wagesreither, Emmerich Bertagnolli, Shinya Kawase, Yoshitada Isono, and Alois Lugstein, "Electrostatic Actuated Strain Engineering in Monolithically Integrated VLS Grown Silicon Nanowires", *Nanotechnology*, Vol. 25, (2014), 455705 (6pp). 査読有

Hyun-Jin Oh, Hideaki Omori, Mitsutaka Sadakata, Ikko Tsubokura, and Yoshitada Isono, "Characterization of Interlayer Sliding Deformation for Individual Multiwalled Carbon Nanotubes Using Electrostatically Actuated Nanotensile Testing Device", *Journal of Micro Electro Mechanical Systems*, IEEE/ASME, Vol. 23, No. 4, (2014), pp. 944-954. 査読有

Hyun-Jin Oh, Shinya Kawase, Itsuo Hanasaki, and Yoshitada Isono, "Mechanical Characterization of Sub-100-nm Thick Au Thin Films by Electrostatically Actuated Tensile Testing with Several Strain Rates", *Japanese Journal of Applied Physics*, 53, No.2, (2014), 027201 doi:10.7567/JJAP.53.027201. 査読有

[学会発表](計 3 件)

K. Yamauchi, T. Kuno, K. Sugano, Y. Isono, "Anomalous Resistance Change of Ultrastrained Individual MWCNT using MEMS-Based Strain Engineering", The 28th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS2015), pp. 369-372 (2015). Estoril, Portugal, 2015 年 1 月 20 日. 査読有

T. Kimura, N. Saito, Toshimitsu Takeshita, K. Sugano, Y. Isono, "Direct Measurement of Shear Piezoresistance Coefficient on Single Crystal Silicon Nanowire by Asymmetrical Four-Point Bending Test", Proc. of The 27th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS2014), pp. 600-603 (2014). 2014 年 1 月 29 日, San Francisco 査読有
H. Ohmori, K. Yamauchi, H-J. Oh, K. Yashiro and Y. Isono, "EVALUATION OF NANO DEFORMATION MECHANISMS OF MWCNT BY MEMS-BASED TENSILE TEST AND MOLECULAR DYNAMICS SIMULATION", The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators, and Microsystems (Transducers 2013), Barcelona, SPAIN, Technical Digest of Transducers2013, pp. 2017-2020, 2013 年 6 月 18 日. 査読有

[図書](計 1 件)

Yoshitada Isono (Editor: Elton N. Kaufmann), "Characterization of Materials (2nd edition), Volume 1, Chapter: Characterizing Micro and Nanomaterials Using MEMS Technology (by Yoshitada Isono)", John Wiley and Sons, Inc., U. S. A., (2012/11/5), pp. 445-460, ISBN-10: 1118110749 (ISBN-13: 978- 1118110744).
査読有

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

()

なし

研究者番号：

(3)連携研究者

()

なし

研究者番号：