

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 16 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420306

研究課題名(和文) ナノ薄膜への可逆的非破壊電気コンタクトの形成

研究課題名(英文) Formation of Non-Destructive Reversible Electric Contact to nm-Thick Films

研究代表者

吉武 道子 (Yoshitake, Michiko)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・ナノエレクトロニクス材料・MANA研究者

研究者番号：70343837

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：非常に薄く、少しの力を加えただけで壊れてしまうような膜や電極に対し、原子力顕微鏡のような力のフィードバック・除振機構、ピエゾ素子によるアプローチを必要とせずに、試料を破壊・汚染することなく非破壊で可逆的に電気コンタクトを形成する技術を開発して、I-V特性・C-V特性やバイアス印加XPSなどの評価を可能にした。

具体的には、AFMにおけるフォースカーブで弾性変形している領域の圧力を、接触面積が百マイクロメートルのオーダーで実現するコンタクトプローブを開発し、バイアス印加XPS測定や5層グラフェン膜の電気抵抗測定により、有効性を実証した。

研究成果の概要(英文)：A simple probe that is applicable as an electric contact to nm-thick films and 2D films such as graphene and MoS₂ without destroying the specimen has been developed. The concept of the development of the probe is based on the repulsive region used in atomic force microscopy technique but without any precise feedback. The robust electric contact with the probe has been demonstrated by biased XPS measurement of a MOS specimen and by resistivity measurement of a 5-layer graphene film on sapphire. It has also proved that there was no detectable damage or contaminations on the specimens after the measurements.

研究分野：表面・薄膜

キーワード：電気特性 超薄膜 計測技術 XPS

1. 研究開始当初の背景

非常に薄く、少しの力を加えただけで壊れてしまうような膜や電極に対し、電気特性を測定したり、電圧を印加するための電気コンタクトを得るためには、特殊な加工・構造を付与した試料を作製する必要があった。そのため、二次元膜の電気測定やデバイスの動作環境下 XPS 測定などが簡便に行えなかった。

2. 研究の目的

非常に薄く、少しの力を加えただけで壊れてしまうような膜や電極に対し、原子力顕微鏡のような力のフィードバック・除振機構、ピエゾ素子によるアプローチを必要とせず、試料を破壊・汚染することなく非破壊で可逆的に電気コンタクトを形成する技術を開発して、I-V 特性・C-V 特性やバイアス印加 XPS などの評価を可能にすることを目的とする。

3. 研究の方法

研究の目的を達成するために、以下の5つの点について開発を行う。

電気コンタクト機構の探索

電気コンタクト機構には、A) コンタクトに用いるプローブは電氣的に金属コンタクトを実現する材料であること。B) 試料の最上面の表面を、コンタクトワイヤーと完全に等電位にすること。C) 試料の最上面の5nm以下の膜を破壊せずにコンタクトを取ること、の3つの条件が必要である。これらの条件を満たすコンタクト材・支持材料の探索を行う。

コンタクト機構による電気接触の検証

上記により見出された材料とコンタクト機構を用い、マイカ上に金膜を蒸着した検査試料上にコンタクトプローブを接触させ、金膜-コンタクトプローブ間の接触抵抗がゼロになるかを調べる。

コンタクトによる試料汚染の検討

本コンタクトプローブにより電氣的コンタクトを得て測定を行った試料を別の測定等に使用する(コンタクトの可逆性)には、コンタクトによって試料が汚染されないことが重要である。コンタクト後の試料の表面組成を測定して、コンタクト材による汚染がないかどうかを確認する。

バイアス電圧印加テスト

以前に特別な加工を施した試料で行った、バイアス印加 XPS と同様な実験を、本コンタクトプローブにより厚さ4nmのPt膜上に電気コンタクトを得て行い、特別な加工を施した試料で得られたのと同じ結果が得られるかどうかを調べる。

市販プローブのプローブ取り付け機構への適合

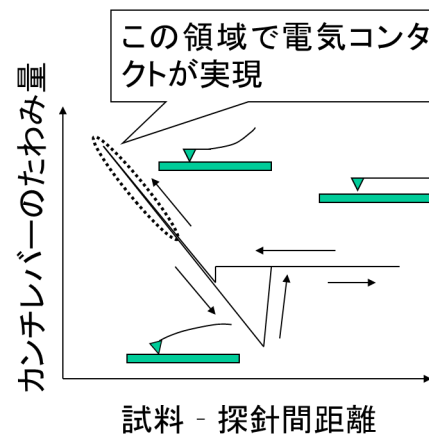
多くの試料の電気特性測定は、プローブと呼ばれる装置を用いて行われる。特に精密なデバイス特性評価には、市場で評価を獲得した機種による測定が必須とされている。そ

のため、測定部分は市販のプローブを用いることができるように、市販プローブで用いられているプローブと交換して本コンタクトプローブが使用できるようにアダプターを開発する。

4. 研究成果

(1) 電気コンタクトの機構

原子間力顕微鏡(AFM)において、導電性感知レバーを用いた電気特性測定は斥力領域で行われかつ非破壊測定とみなされている。したがって、この領域に相当する圧力を試料に加えても試料は破壊しないと考えられる。AFMにおけるフォースカーブ(下図参照)で、弾性変形している試料-探針間距離、その時の感知レバーのパネ定数、AFM像より推定される探針の接触面積(nmレベル)から、試料に印加されている圧力が推定できる。



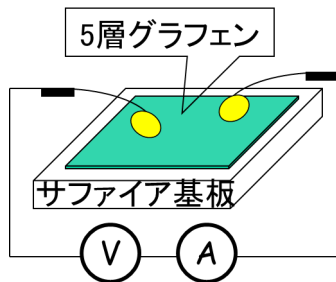
AFMにおいては接触面積が小さいので、力(=圧力×面積)が小さく精密な力の測定・制御が必要だが、電気コンタクトにおいては接触面積が百マイクロンのオーダーで十分であり、力はAFMの 10^8 倍程度になり、コンタクトプローブの支持体材料を選ぶと、支持体のたわみ量を目視するだけで弾性変形領域の圧力を得ることができる。また、非常になめらかな表面を得るために、溶融させてコンタクト材を形成させることを考え、一般的な構成として、ヘアピン状のタングステンワイヤー上に、金を球状に溶融させたものをコンタクトプローブとした。

(2) コンタクト機構による電気接触の検証

マイカ上に金膜を蒸着した検査試料上にコンタクトプローブを接触させ、金膜-コンタクトプローブ間の接触抵抗がゼロになるかを調べた様子が、次の写真である。写真のように、電気抵抗はゼロを示し、作製したコンタクトプローブにより良好な電気接触が得られていることが実証された。



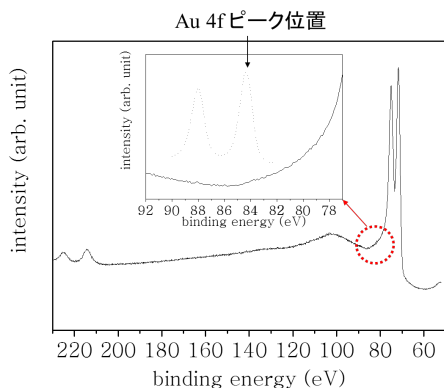
また、本コンタクトプローブを 2 個用いて、サファイア基板に形成された 5 層グラフェン膜の簡易的な電気抵抗測定を行った（下図参照）。



その結果、コンタクトプローブ間約 1mm において抵抗値は約 3k Ω となり、計算される電気抵抗率は 8×10^{-6} [$\Omega \cdot \text{m}$] 程度となった。この電気抵抗率は、無限層グラフェンであるグラファイトの電気抵抗率 4.0×10^{-7} [$\Omega \cdot \text{m}$]、酸化グラフェン還元を還元したグラフェン（2~10 層）の電気抵抗率 8.8×10^{-5} [$\Omega \cdot \text{m}$] と比較して、妥当な値と考えられ、本コンタクトプローブによる良好な電気接触が確認された。

(3) コンタクトによる試料汚染の検討

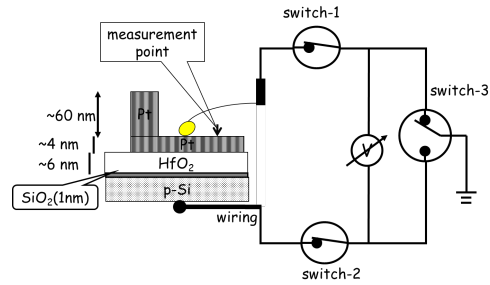
厚さ 4nm の Pt 膜上に金コンタクトプローブにより電気接触を得、次に述べるバイアス印加テストを行った後、Pt 膜上の金プローブ接触位置の表面汚染を XPS により調べた結果が、下の図である。Au 4f のピーク位置に全くピークは観察されず、コンタクトによる試料汚染が無いことがわかった。



(4) バイアス電圧印加テスト

以前に特別な加工を施した試料で行った、

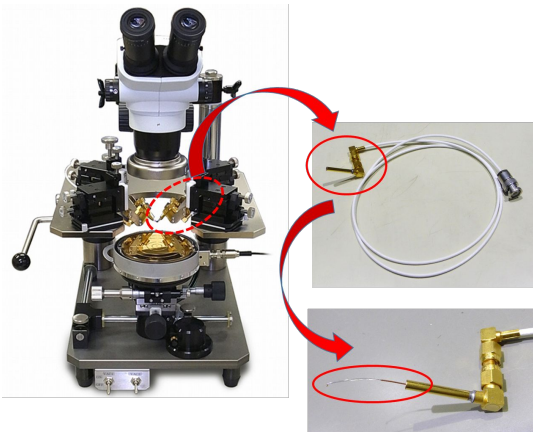
バイアス印加 XPS と同様な実験を、本コンタクトプローブにより厚さ 4nm の Pt 膜上に電気コンタクトを得て行った。その時のコンタクトと電気回路の模式図が下の図である。



印加バイアス電圧に対する、Pt、Hf、O、Si のピーク位置の変化は、以前の測定結果と全く同じであり、特別な加工を施さなくても本プローブを用いて厚さ 4nm の Pt 膜上に電気コンタクトを得ることで、バイアス印加 XPS 測定が可能であることを実証した。

(5) 市販プローバ のプローブ取り付け機構への適合

市販プローバ にはいくつも種類があり、同軸ケーブルとプローブが一体化されたものもあるが、大手であるハイソル社は、どのメーカーのプローバ にも取り付け可能で、プローバ の脱着が可能な同軸ケーブルを提供している（下の写真右上参照）。今回開発したコンタクトプローブを、ハイソルの同軸ケーブルに装着できるようにアダプターを開発した。



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 1 件)

- (1) Michiko Yoshitake, Shinjiro Yagy, Toyohiro Chikyow, Development of a Simple Probe for Non-Destructive Reversible Electric Contact to nm-Thick Films and 2D Films, e-Journal of Surface Science and Nanotechnology,

〔学会発表〕(計 6件)

吉武道子、柳生進二郎、知京豊裕、プローバーコンパチ非破壊電気コンタクトプローブ、第63回応用物理学会春季学術講演会、2016/03/19、東京工業大学(東京都・目黒区)

吉武道子、柳生進二郎、知京豊裕、プローバー脱着可能な非破壊電気コンタクトプローブの開発、2015年真空・表面科学合同講演会、2015/12/01、つくば国際会議場(茨城県・つくば市)

吉武道子、柳生進二郎、知京豊裕、渡辺英一郎、二次元超薄膜への可逆的非破壊電気コンタクト、第62回応用物理学会春季学術講演会、2015/03/11、東海大学湘南キャンパス(神奈川県・平塚市)

吉武道子、柳生進二郎、知京豊裕、渡辺英一郎、二次元超薄膜への可逆的非破壊・接触面積制御電気コンタクト、第34回表面科学学術講演会、2014/11/06、くまもと県民会館(島根県・松江市)

吉武道子、柳生進二郎、知京豊裕、グラフフェン膜を含むnm厚電極膜への可逆的非破壊電気コンタクトの形成法、2013年真空・表面科学合同講演会、2013/11/26、つくば国際会議場(茨城県・つくば市)

吉武道子、柳生進二郎、知京豊裕、グラフフェン膜を含むnm厚電極膜への可逆的非破壊電気コンタクト、第74回応用物理学会秋季学術講演会、2013/09/16、同志社大学京田辺キャンパス(京都府・京田辺市)

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

吉武 道子 (Yoshitake Michiko)

国立研究開発法人物質・材料研究機構・ナ

ノエレクトロニクス材料・MANA 研究者

研究者番号: 70343837