

科学研究費助成事業（特別推進研究）公表用資料
〔研究進捗評価用〕

平成21年度採択分
平成24年 5月28日現在

研究課題名（和文） **MEMS と実時間 TEM 顕微観察によるナノメカニカル特性評価と応用展開**

研究課題名（英文） **Nano Mechanical Characterization Method by MEMS devices and In-situ TEM Observation and its Applications**



研究代表者
藤田 博之 (HIROYUKI FUJITA)
東京大学・生産技術研究所・教授

研究の概要：本研究は、MEMS 対向針と透過型電子顕微鏡を組み合わせた計測形を構築し、ナノ物体や極微量分子を対象に応力による変形、表面や固相内の拡散、電気接点の劣化、量子的な電気や熱の伝導、ナノトライボロジーなど総合的かつ実時間で観測を行う。

研究分野：複合領域

科研費の分科・細目：ナノ・マイクロ科学、マイクロ・ナノデバイス

キーワード：MEMS、TEM、第一原理計算、ナノ接合、ナノハンドアイシステム

1. 研究開始当初の背景

近年、化学的手法や走査プローブ顕微鏡の発達で、単分子レベルの計測が可能となった。しかし、化学測定では統計的平均値として単分子相当の感度を得る点、走査プローブ顕微鏡では多くの分子から偶然測定にかかった単分子を評価する点などの限界があった。原子・分子レベルで様々の物理特性とその形状を同時に評価するには、サンプルレベルから個々のナノ物体や極微量分子を選択的に捕獲し、原子・分子レベルの感度や分解能を持つ極限測定技術と可視化装置を総合的に用いて、ナノ物体を評価する計測系を創出する必要がある。

2. 研究の目的

本研究の目的は、半導体マイクロ・ナノ加工で作るMEMSデバイスと、ナノ物体を可視化できる透過電子顕微鏡(TEM)を組み合わせた計測系を構築し、ナノ物体や極微量分子を対象に応力による変形、表面や固相内の拡散、量子的な電気や熱の伝導などを総合的かつ実時間で測定することである。ナノ物体の形状変化に対する電気機械特性の依存性を詳細に観測し、分子動力学などの計算機解析と比較することで、様々な微視的機構の解明をめざす。

3. 研究の方法

研究代表者の藤田や研究分担者の静岡大学の橋口が得た実験結果に対して、研究分担者の佐々木が理論的解釈を与えることで研究を進める。実験研究は6つの項目にわかれる。A マルチパラメータ実験を行うための計測系の拡張を行う。これを用いて、B. パッケージング技術の向上を目指した拡散接合機構の解明、C. MEMS 電気スイッチの

信頼性向上を目指した電気接点劣化機構の解明、D. ナノ機能素子を目指した繊維状ナノ分子の特性評価、E. ナノ領域における熱伝導特性評価、F. TEM 内部でのナノトライボロジー試験によるナノ領域の劣化機構解明を行う。理論研究では実験結果と原子レベルでの構造変化の関係性について、第一原理ベースの計算手法を用いて解明する。

4. これまでの成果

A. 計測系の拡張

[TEM 中温度可変計測・微小領域温度計測法] TEM 内でナノ接合の局所的な加熱を実現するために、B を高濃度を含む Si でマイクロヒーターとマイクロ温度センサを作製し、MEMS 対向針に集積化した。

[分子ピンセット試料操作] 液中で極微量分子を、分子ピンセット間に捕獲する手法として、誘電泳動法と Pick&Place 法を開発した。

[ナノせん断破壊試験法] せん断破壊試験法のために、対向針同士を近づける方向とそれに垂直な方向の両方に動く2自由度のアクチュエータを集積したデバイスを開発した。

B. 拡散接合機構の解明

金針とシリコン針の間で放電を起こし、シリコン針上に金ナノクラスターを付加した。その後、シリコンと金が常温で拡散する様子を観察することに成功した。拡散の活性化エネルギーは 0.2eV とマクロな拡散と同等の値を示した。

さらに、マイクロヒーターで 600°C に加熱して高温における拡散の様子を観察した。金とシリコンの接触界面において、金のシリコン側への非連続的な移動が確認できた。さらに、金ナノクラスター表面に微結晶粒が形成された。

C. 電気接点劣化機構の解明

MEMS スイッチの接点劣化は、機械的と電気的原因がある。マクロな接触面内の微視的な真実接点を模擬するナノ接合を用い、これらを検討した。接触力：接触力が $1\mu\text{N}$ 程度の場合は、対向針間で数十 nm 程度の金の移着が観察された。電界： $1 \times 10^9 \text{ V/m}$ 程度の対向針間の電界では、ナノ接合形成過程は電界蒸発で 10nm 級の変形が生じた。電流： 1mA 以上の電流では、ナノ接合を起点として数 μm の範囲の金薄膜が融解し、金薄膜が消失した。繰返：接触力や電界などのアシストにより、数 μm の接合が両電極を橋絡した。

D. 繊維状ナノ材料特性評価

「A. 計測系の拡張・分子ピンセットの試料操作」にて、分子ピンセット間に極微量分子を捕獲する、誘電泳動法と Pick&Place 法を開発した。しかし、対象分子の捕獲後に溶液から引き上げると、表面張力により捕獲した極微量分子が脱離もしくは破断してしまう。そこで、極微量分子を液中で検出する光学的な手法を新規に開発した。実現に向けてデバイスを開発中である。

E. ナノ熱特性評価

熱伝導実験中のナノ接合の形状を観察・制御しながら、シリコンナノ接合の中を熱が伝わる様子を測定した。片側針をマイクロヒーターで加熱し、シリコンナノワイヤを通じてもう一方の針が加熱される様子を測定した。直径数十 nm 長さ 100nm 以下のナノ接合では、バルクシリコンの熱伝導率に比べて熱伝導率が高いことがわかった。

F. ナノトライボロジー

対向針先端の材料を変えることで、材料に依存したせん断破壊の変化を比較した。材料はシリコンと、金、銀などの金属を比較した。マクロスケールではシリコンは脆性破壊し、金属は延性破壊をする。しかし、ナノスケールではシリコンは室温においても超塑性変形をし、金属はシリコンより $1/3$ のせん断歪みで破断した。

G. 理論

TEM 内でシリコン対向探針間接合をせん断破壊した実験結果を解釈するための、分子動力学シミュレーションを行い、せん断過程の微視的メカニズムを調べた。せん断過程が、接合部が(1)水平方向にずれる領域、(2)伸長して細くなり、シリコンナノワイヤが形成される領域に別れた。接合部の形状変化は、TEM 測定による形状変化と非常に良く対応した。

5. 今後の計画

- 拡散接合機構の解明：金ナノクラスターとシリコン針の結晶状態や元素移動を評価し、高温における拡散や合金化の過程を解明する。
- 電気接点劣化の解明：高融点材料である Pt や Ru を用いて、電圧、電流、接触力、接触回数に対する劣化の様子を観察し、電気接点材料に適する条件を明らかにする。
- 繊維状ナノ材料特性評価：平成 23 年度までに作製した、ピンセットの先端まで光が導波す

る MEMS ピンセットを用いて、ピンセット間に繊維状ナノ材料である DNA を極微量捕獲し、液中にてその検出を行うことを試みる。

- ナノ熱特性評価：金属ナノ接点の熱伝導特性を評価し、シリコンと金属で熱伝導特性がどのように異なるかを解明する。
- ナノトライボロジー：ナノせん断試験において負荷加重を測定できる MEMS デバイスを開発し、負荷加重依存性を確認する。摩擦力と負荷加重の関係が明らかとなり、ナノ機械デバイス開発に有用な知見を与える。
- 理論：(1) 計測結果を、弾性論・塑性論に基づき解釈し、マクロな力学定数の定義が、微視的極限でどこまで適用出来るのかを明らかにする。(2) 原子論的モデルを用いて Ag 結晶の滑りを記述して、実験結果と比較する。

6. これまでの発表論文等 (受賞等も含む) (研究代表者は二重線、研究分担者は一重下線、連携研究者は点線) 学術論文 (全 20 件)

- T. Ishida, K. Kakushima and H. Fujita, “Gentle Cold Welding between Gold Nano Objects Driven by Electrical Field and Atomic Rearrangement”, Journal of Applied Physics, 110, 104310 (2011).
- T. Ishida, E. Cleri, K. Kakushima, M. Mita, T. Sato, M. Miyata, N. Itamura, J. Endo, H. Toshiyoshi, N. Sasaki, D. Collard and H. Fujita, “Exceptional plasticity of silicon nanobridges,” Nanotechnology, 22, 355704(2011).
- T. Sato, T. Ishida, L. Jalabert and H. Fujita, “Development of MEMS-in-TEM Setup to Observe Shear Deformation for the Study of Nano-scale Friction,” Tribology Online, 6, 5 2011. 査読有。#
- T. Ishida, T. Sato, S. Nabeya and H. Fujita, “Quasi-Static Frictional Test between Silicon Sharp Probes with in-situ TEM Observation of Real Contact Point,” Journal of Physics: Conference Series 258, 012011 (2010) reviewed.
- T. Ishida, K. Kakushima, N. Sasaki and H. Fujita, In-situ TEM Observaiton of Nano Bonding Formation between Silicon Tips,” Nanotechnology, 21, 435705 (2010) reviewed.

受賞(全 10 件)

- 佐藤隆昭が平成 23 年度東京大学大学院工学系研究科電気系工学専攻優秀博士論文賞を受賞(2012 年 3 月 22 日)。
- 小熊将嗣が成蹊大学理工学部優秀学生賞を受賞(2012 年 3 月 19 日)。
- 石田忠が第 27 回井上研究奨励賞を受賞(2011 年 2 月 4 日)。
- 板村賢明が ICSF2010, Excellent Poster Award を受賞(2010 年 9 月 15 日)。

ホームページ等

<http://www.fujita3.iis.u-tokyo.ac.jp/~tokusui/>