

論文題目 表面間力の定量的評価に基づくスティクション防止膜に関する研究

氏 名 山下 崇博

微小電極の機械的な開閉により駆動するオーミックコンタクト型MEMS(Micro Electro Mechanical System)スイッチにおいて、可動電極が対向電極や隣り合う構造体に固着し動作不良を起こすスティクションが問題となっている。MEMSの一般的な構成材料であるシリコンや通常の金属などは、大気中ではその表面は酸化され親水性となる。そのため、スイッチ接点間隙に水分が毛管凝縮し水メニスカスが形成され、それにより発生する表面間力の一種である毛管力がデバイス動作中に発生するスティクションの主因とされる。ここで、微小物体間における表面間力を定量的に測定する方法として、原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)によるフォースカーブ測定を用いる方法が知られている。通常、AFMは先端に探針(ティップ)を備えたプローブが使用されるため、従来の研究ではその多くでティップ先端と試料間の表面間力を測定している。しかしながら、物体間に発生する表面間力の大きさはそれら物体の表面形状に強く依存するため、一般的に可動電極が平板構造であるMEMSスイッチで発生するスティクションを検証する場合、平板間における表面間力の測定が重要となる。そこで、本研究では先端にティップを備えていない平板型プローブを用いて、様々な金属薄膜、及び疎水性の低表面エネルギー膜を自律的に形成する有機化合物による、自己組織化単分子膜(Self-Assembled Monolayer, SAM)試料の表面間力を測定する。また、使用したプローブの先端形状を詳細に反映させた水メニスカモデルを用いて、測定された表面間力を定量的に評価する。さらに、それら薄膜試料の低荷重領域における接触抵抗を測定することで、MEMSスイッチのスティクション防止膜としての応用を検討する。

第2章では、スティクションの発生防止に向けた指針を得るため、その原因の表面間力を定量的に測定することを目的とし、MEMSデバイスで用いられる様々な薄膜材料や微小形状間の表面間力をAFMにより調査した。具体的には、親水性である SiO_2 、 Al_2O_3 、 Cu_2O 、 CuO 酸化膜、疎水性である Si 、大気中では表面の酸化がほとんど進行しない Au 、 Pt 薄膜、並びに疎水性SAMを形成するペルフルオロデシルトリクロロシラン(FDTS, $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$)、オクタデシルトリエトキシシラン(OTE, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$)試料における表面間力を、標準的な形状の SiO_2 プローブティップ、あるいはより鋭利な形状の SiO_2 スーパーシャーププローブティップを備えたプローブ、さらに平板形状の SiO_2 ティップレスプローブを用いて、湿度10~85%の範囲で測定した。また、標準プローブティップとティップレスプローブについては、表面にFDTSと Au をそれぞれ堆積させたものも使用した。親水性の SiO_2 プローブを用いた実験では、先端形状に関わらず親水性試料においては湿度の上昇と共に毛管力が発生した。ティップを備えたプローブでは、湿度60~70%付近で表面間力は最大となり、その値は100~150nN程度であったが、ティップレスプローブでは湿度85%までその上昇に伴い表面間力も単調増加し、最大値はティップを備えたプローブと比較して10倍以上の値となった。よって、平板形状の構造体から構成されるMEMSデバイスでは、その多くでAFMプローブティップを用いて行われている従来の表面間力測定研究で得られた値よりも遥かに大きい表面間力が発生することを確認し、その低減技術の重要性を改めて示した。また、親水性試料であっても水接触角や表面粗さの大きい試料では、それらが小さい試料と比較すると表面間力は低減した。このことから、表面粗さの制御による表面間力の低減技術の可能性が示された。具体的には、平板の表面粗さをRMS値で1nm程度とすることで、先端曲率半径が10nm程度の形状をした構造体との間では、湿度が50%前後まで増加しない限り毛管力は発生しないことを確認した。一方、FDTSや Au をコーティングしたプローブを用いた実験では、プローブ先端形状や試料表面のぬれ性に関わらず、毛管力は測定されなかった。よって、2つの表面のうちの少なくともどちらか一方をそれら薄膜で覆うことで、毛管力の発生を回避できることが示された。また、FDTSや Au をコーティングしたティップレスプローブを用いた実験では、毛管力は発生しないものの、試料によって測定される表面間力の大きさは顕著に異なる結果となった。これは、平板形状のプローブは試料との接触面積が大きいこと、試料の表面粗さの違いによる影響が顕著に表れた結果と考えられる。よって、平板形状の可動構造を備えたMEMSデバイスにおいては、その表面を疎水性とし、さらにその表面粗さを大きくすることで、発生する表面間力を大幅に減少できることが示された。

第3章では、微小構造体間で発生する表面間力を湿度の関数として高精度に算出することのできる水メニスカスモデル、及び式の導出を目的とし、従来用いられてきた表面間力の理論式を、微小構造体のより詳細な形状を反映させられるように修正した。その修正式を用いてAFMプローブ先端と試料間の表面間力を算出し、第2章で測定された実験値と比較することで、提案した式の汎用性や妥当性を確認した。まず、第2章で使用した先端曲率半径約10nm、開き角約20°の標準的なプローブタイプは、赤道半径62nm、極半径380nmの縦長の回転楕円体と仮定し(このとき回転楕円体の先端曲率半径は約10nm、開き角は約19°となる)、また、先端曲率半径数nm、開き角10°以下のスーパーシャーププローブタイプは、赤道半径35nm、極半径700nmの縦長の回転楕円体と仮定し(このとき回転楕円体の先端曲率半径は1.75nm、開き角は約5.7°となる)、タイプ先端と試料間の距離を試料の表面粗さRMS値とし、フォースカーブ測定でタイプ先端が試料に繰り返し押し付けられたことによる変形を考慮したモデルを構築して計算を行ったところ、算出した表面間力の最大値や湿度に対する挙動は実測値と高精度に合致した。一方、タイプレスプローブを用いて測定された表面間力については、ファンデルワールス力はプローブのAFMへの取り付け角(約10°)による垂直方向の傾き、並びに水平軸からの微小な傾きを考慮した平板間モデルを提案し、毛管力はプローブの幅35 μm という平板形状とその傾きを同時に満たす水メニスカスモデルとするため、プローブ先端を赤道半径17.5 μm 、極半径2 μm の横長の回転楕円体と仮定し(このとき回転楕円体は直径35 μm 、開き角約167°となり、開き角と水平軸間の角度は6.5°となる)、プローブ先端と試料の表面間距離に試料の表面粗さRMS値を反映させて表面間力を算出したところ、この場合も実測値の湿度に対する挙動や最大値を高精度に再現する結果となった。

第4章では、オーミックコンタクト型MEMSスイッチのスティクション防止膜としてSAMの適用を検討し、導電性、及び疎水性のSAM形成が期待されるチオフェノール(TP, $\text{C}_6\text{H}_5\text{SH}$)、並びに2-ナフタレンチオール(2-NT, $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{SH}$)を金薄膜上に成膜した試料を作製し、導電性の金コーティングタイプレスプローブを用いてMEMSスイッチのスイッチング荷重と同程度の接触力範囲で接触抵抗を測定した。また、同プローブによる 10^6 回の連続的な繰り返し接触実験や、約2年の経年劣化に相当する加熱加速劣化試験を行い、それらコーティングの耐久性や長期信頼性を評価した。まず、表面間力測定結果より、TP、あるいは2-NTコーティングを用いることで湿度環境下における毛管力の発生を防ぐことができ、またファンデルワールス力についても、MEMSスイッチの一般的な電極材料であるAu薄膜と比較して30~40%の値となることを示した。具体的には、その表面粗さをRMS値で1nm程度とすることで、一般的な大きさ(数十 μm ×数十 μm)の可動電極を備えたMEMSスイッチであれば、スイッチ電極間に発生する表面間力を120nN以下とできる。次に、接触抵抗測定結果より、TP、及び2-NT試料では4 μN 程度の接触力で安定的な導通が確認され、接触抵抗値はAu試料と同程度の約1 Ω となった。一方、Au試料では導通までに約16 μN の接触力が必要であったことから、Au薄膜表面における汚染物堆積による絶縁性膜の形成が示唆された。そこで、TP、及び2-NT試料の集中抵抗を算出したところ、実験で得られた接触抵抗値とよく一致したため、高抵抗性の汚染物の吸着が発生していないこと、すなわちそれらコーティングによる防汚性が示された。また、大気中で約 $2 \times 10^4 \sim 7 \times 10^4$ 回の繰り返し接触まで電気的な導通不良に至ることはなかったため、約 7×10^3 回の繰り返し接触で導通不良に至ったAu薄膜よりもデバイスの信頼性を向上させることができると言える。さらに、機械的な外力のない環境下であれば、TP、及び2-NTコーティングは少なくとも2年程度はデバイス表面から容易に脱離せず、疎水性や防汚性を維持し続けることを確認した。

以上の結果から、疎水性SAMの低ファンデルワールス力性、及び毛管力発生防止効果を表面間力測定実験、及び理論式による表面間力算出値から定量的に確認し、導電性、防汚効果を兼ね備えたSAMが大気中におけるMEMSスイッチのスティクション防止膜として有効であることを示した。