

Title	二軸傾斜機能を備えたTEMホルダーの開発と薄膜化されたシリコンのナノインデンテーション観察
Author(s)	陳, 桐民
Citation	
Issue Date	2022-09
Type	Thesis or Dissertation
Text version	ETD
URL	http://hdl.handle.net/10119/18147
Rights	
Description	Supervisor:大島 義文, 先端科学技術研究科, 博士

氏 名	CHEN, Tongmin
学 位 の 種 類	博士（マテリアルサイエンス）
学 位 記 番 号	博材第 548 号
学 位 授 与 年 月 日	令和 4 年 9 月 22 日
論 文 題 目	二軸傾斜機能を備えた TEM ホルダーの開発と薄膜化されたシリコン のナノインデンテーション観察
論 文 審 査 委 員	主査 大島 義文 北陸先端科学技術大学院大学 教授
	水谷 五郎 同 教授
	高村 由起子 同 教授
	安 東秀 同 准教授
	西 竜治 福井工業大学大 教授

論文の内容の要旨

Silicon is used in a wide range of industries as an important semiconductor material. With the development of nanomaterials, more sophisticated devices are required to be fabricated, so it has become important to understand the properties of silicon at the nanoscale. Since there are various phase transitions in silicon at high temperature or high pressure, and various forces are applied during device processing or use, understanding the structural property transformation of silicon materials at the nanoscale after being subjected to forces becomes a great topic. Nanoindentation experiments are widely used as a material characterization technique to characterize the structural phase transition of silicon. Many indentation experiments on bulk silicon have been reported, but not many nanoindentation experiments have been performed to observe silicon in situ due to the high sample requirements, so more experimental support is still needed to fully understand the changes of nanoscale silicon materials after stress. Therefore, in this thesis, we developed an in situ holder for transmission electron microscopy (TEM) observation and investigated the structural transformation of silicon nanosheets under indentation experiments.

We developed an in situ TEM holder designed to study the structural transition of silicon nanosheets under indentation experiments. First, in order to be able to observe the atomic structure, the sample holder needs to be developed with a double-tilt function. The double-tilt function is provided by a piezoelectric actuator that provides the initial displacement, which is generated by applying a bias voltage and driving a lever structure used to amplify the displacement, which is connected to the sample stage and the amplified displacement drives the stage to complete the rotation. Our in-situ double-tilt TEM holder allows us to obtain atomic TEM images and the applied bias voltage versus the tilt angle of the sample stage, demonstrating that it is stable and effective for TEM observations. An ultrasonic motor was then used to provide displacement in connection with the loading table on which the indenter was mounted, bringing the indenter close to the sample and providing the displacement required for indentation experiments by connecting an additional tubular piezoelectric actuator to the indenter. A linear relationship between the bias voltage applied to the tubular piezoelectric actuator and the indenter displacement can be obtained from the obtained TEM images. It shows that a stable indentation experimental operation can be performed.

We fabricated thin-film silicon samples with a thickness of 20 nm using FIB equipment, and fabricated indenters of different sizes to investigate the effect of indenter size on the indentation results. In situ nanoindentation experiments were performed on the thin-film silicon samples using a TEM mount to investigate the response of the thin-film silicon samples under pressure. Large indenter ($R=120$ nm) and small indenter ($R=15$ nm) were used, respectively.

Our results show that during the indentation experiments on the thin-film silicon material using the large indenter, a fan-shaped region of poor crystallinity was created near the residual indentation region, which we believe underwent

plastic deformation. We believe that this area has been plastically deformed, and that a surface defect belonging to the group of crystalline planes (113) has occurred. This defect is often reported in electron irradiation experiments on silicon. During indentation experiments on thin-film silicon materials using small indenters, partial rotations of silicon crystallites were produced in the residual indentation region and were confirmed by geometric phase analysis (GPA). At the same time, a region with the presence of Moire pattern was produced near the residual indentation region, which was surrounded by amorphous silicon. Amorphous silicon is believed to be generated during the indentation experimental loading process of β -Sn structured silicon during the rapid unloading process. And the results of the analysis of the Moire pattern region indicate the presence of two high-pressure phases, Si-V, and Si-VI, in this region.

Keywords: in situ TEM, Si- thin film, Nanoindentation, high-pressure phases, defects

論文審査の結果の要旨

半導体デバイスでは、プロセスなどに依存して局所的に大きな力が働くため、欠陥などが生じることがある。このような局所的な材料の機械的性質を調べる手法としてインデンテーションがある。特に、シリコン基板にマイクロスケールのインデント（圧子）を押し付けた時の形状や構造変化は精力的に調べられており、圧子先端の半径が大きい場合は、広範囲が歪み、転位や欠陥を生じ、小さい場合は、狭い範囲に大きな圧力がかかり、 β -Sn に似た高压相ができることが報告されている。近年、このインデンテーションによる形状や構造変化をリアルタイムで計測するため、インデンテーションのその場透過型電子顕微鏡観察が行われるようになってきている。

本研究は、2 軸傾斜機能を備えたインデンテーション用の TEM ホルダーを開発することで、薄膜化されたシリコンへのインデンテーション観察によって、圧子先端の半径が大きい場合と小さい場合での違いを明らかにすることを目的としている。

2 軸傾斜は、観察試料の原子分解能像を得るために不可欠な機能である。従来のインデンテーション用の TEM ホルダーには備えられていなかった。そこで、積層ピエゾによる直線の変位をレバー機構によって約 15 倍に増幅させ、その増幅した変位で回転軸を動かす方法を発案している。予定では約 10 度程度の傾斜であったが、レバー材料の剛性、回転軸の位置ずれなどの問題を十分に解消できなかったため、約 1.5°C 程度の傾斜を実現している。しかし、回転軸を含め高い剛性が保たれており、標準 TEM ホルダーで得られる原子分解能像とほぼそん色のない TEM 像が得られる。このような機能性のある精密な TEM ホルダーの開発は、世界的にも初めてである。

開発した TEM ホルダーを用いて、厚さ約 20nm の薄膜化されたシリコンへのインデンテーションについて高分解能 TEM 観察を行っている。観察した試料は、Si(001)ウエハーから断面観察用として切り出されたもので、[110]方向から観察している。半径約 120 nm の圧子を押し付けた場合、多数の転位と {113} 面欠陥の発生を確認している。一方、半径約 15 nm の圧子を押し付けた場合、Si-V や Si-VI といった高压相ができることを確認している。特に、インデンテーションによって {113} 面欠陥の発生や Si-V の形成することを観察したのは、これが初めてである。

以上、本論文は、2 軸傾斜機能を備えたインデンテーション用の TEM ホルダーを開発することで、圧子先端の半径に依存した構造変化を見出しており、学術的に貢献するところが大きい。よって博士（マテリアルサイエンス）の学位論文として十分価値あるものと認めた。