

# 走査型トンネル顕微鏡による塑性および 放電現象を用いたナノメートル加工

東京農工大学 工学部 機械システム工学科

助教授 梅田倫弘

(平成5年度研究開発助成 AF-93027)

## 1. 研究の背景

ナノメートル加工技術は、ナノメートル計測技術を基盤にして原子・分子レベルの加工である。このナノメートル加工技術が機械工業、電子産業、バイオテクノロジーなどを含む広範な産業分野で、必要な加工技術になりつつある。回路パターンを微細化することによって集積度を上げるように量的な効果を生み出すものから、量子効果デバイスのように微細化することによって従来とは異なる質的な効果を生み出すものまで、各種の目的のための加工技術が考えられる。

1982年に、IBMチューリッヒのビニッチ博士とローラー博士らにより開発されたSTMは<sup>[1]</sup>、原子スケールの分解能を有する顕微鏡として知られ、また最近では、超精密加工器への応用が研究・開発の一つとなっている<sup>[2]</sup>。それらの加工法の中で、我々は「電圧パルスを探針-試料間に加えて発生する熱エネルギーを用いた加工法」である電氣的加工を現在まで試みてきた。その結果、金薄膜を試料として探針-試料間に電圧パルスを印加する方法でマウンドとホール2種類の加工痕が形成され、特に探針側が負極のパルスでホールが70%の再現性で加工されることがわかった。しかし電氣的加工を行うと、加工痕を一定の形状に保つ事が困難で、加工形状の再現性に問題があった。また、加工痕の直径・深さのいずれも数十nmのオーダーが限界で、より微細な加工形状を得ることができなかった。

そこで、本研究では加工形状を一定にさせるために機械的手法を利用することを考え、機械的加工の後に電氣的加工を加えることによる加工再現性の向上を検討した。また、機械的加工及び電氣的加工におけるナノメートルスケールの加工特性と加工機構を、熱伝導方程式を用いて解析的に

明らかにすることを試みた。

## 2. 実験方法

### a) 実験装置

本研究のSTMは、大気中で動作する、原子分解能を有する装置である。機械的手法と電氣的手法のいずれも同一の装置を用いて行った。STM探針には、耐酸化性に優れているPt/Ir合金をガラス管による膜エッチング法により製作したものを用いた。表面粗さの少ない試料を得るために純度99.95%、直径0.5mmの金線をガスバーナーにより溶解させて再結晶させた金を導電性の板の上に付着させることによって製作した。

### b) 加工方法

機械的加工法は、図1(a)のようにZ軸PZTに電圧 $V_i$ を印加することにより、探針を試料表面に $Z_i$ だけ押し込み、加工痕を形成させる。その時の加工痕直径を $\phi_i$ 、加工痕深さを $h_i$ とする。

機械的加工と電氣的加工とを組み合わせた場合には、図1(b)のように機械的加工の後、電圧 $V_i$ から電圧 $V_r$ 分だけZ軸PZTの電圧を降下させることにより探針の位置を後退させ、その後に電圧パルス $V_i - V_r$ を印加し加工痕を形成させる。その時の加工痕直径を $\phi_t$ 、加工痕深さを $h_t$ とする。パルス設定値は探針側を負極として、パルス振幅5V、パルス幅を100 $\mu$ secとした。

## 3. 実験結果及び考察

### a) 機械的加工

まず、STM探針の押し込み量に対する加工痕の深さについて調べた。その結果を図2(a)に示す。この図より、加

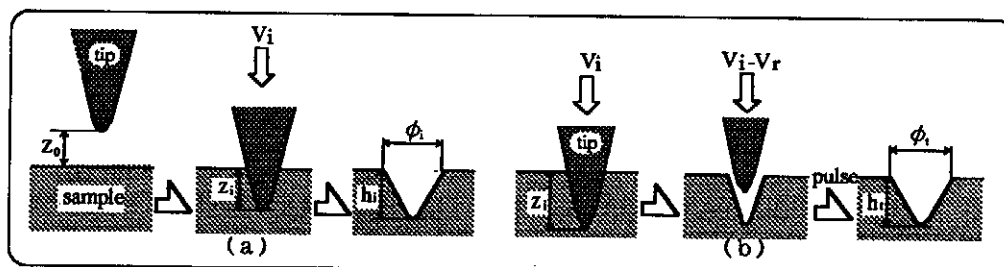


図1 加工方法

工痕の形成に対して、STM探針の押し込み量にしきい値があることがわかる。すなわち、押し込み量が140nm以下では加工痕が形成されないが、約145nmから加工痕が形成され、150nm以上では、押し込み量を増加していくと、加工痕の深さも比例的に増加していく傾向がみられた。このふるまいは、主に試料の弾性的性質に起因していると考えられる。

さらに、STM探針の押し込み速度をパラメータとして、加工痕深さを求めた。その結果を図2 (b) に示す。この結果より、押し込み速度の増加に伴い、加工痕形成のための押し込み量のしきい値は減少し、さらにグラフの傾きも減少傾向にあることがわかる。これは、加工速度の増加により、試料の変形抵抗が減少するためと考えられる。

機械的加工を施したときのSTM像を図3に示す。このような加工を17回行い、機械的加工の再現性について調べ

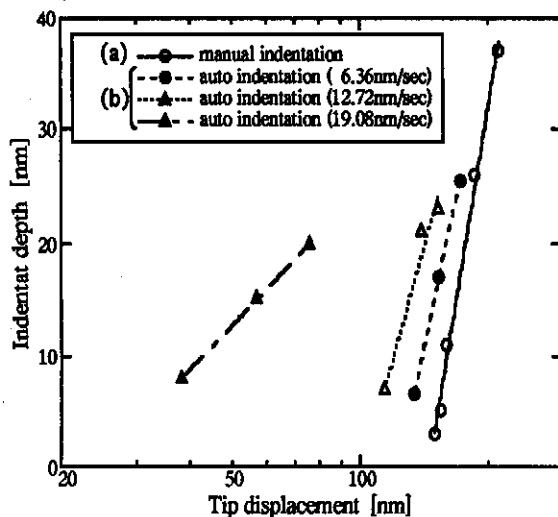


図2 探針の押し込み量に対する加工痕の深さ

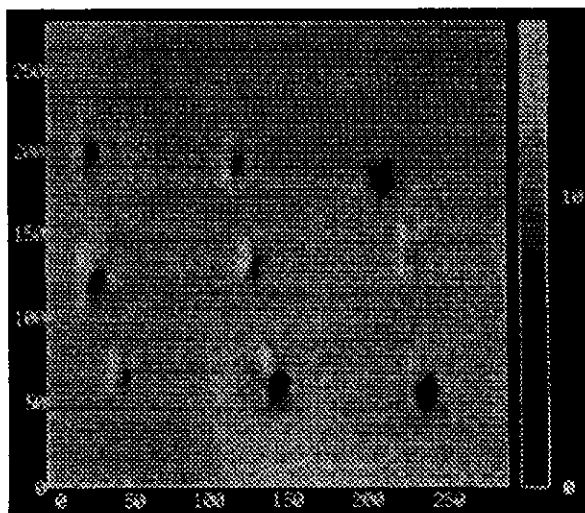


図3 機械的加工によるSTM像

た。その結果を図4に示す。実験条件として、押し込み量は約160nmとした。この図より、加工痕深さは平均約7nmと小さい、しかし、加工痕直径は平均約23nmで、ばらつきが約±15nmと大きいことがわかる。

#### b) 組み合わせ加工

機械的加工と電氣的加工とを組み合わせた場合の形状について評価した。

10回の加工実験に対して得られた加工痕の直径 $\phi_t$ と深さ $h_t$ の加工再現性を図5に示す。実験条件として、押し込み量は約160nm、電圧パルスは、探針側を負極として、パルス振幅=5V、パルス幅=100 $\mu$ secで一定した。図4の時と同様に、加工痕深さについては、平均値が約23nm程度で比較的再現性のよい加工が行われていることがわかる。しかし、加工痕直径については、かなりばらつく傾向がある。

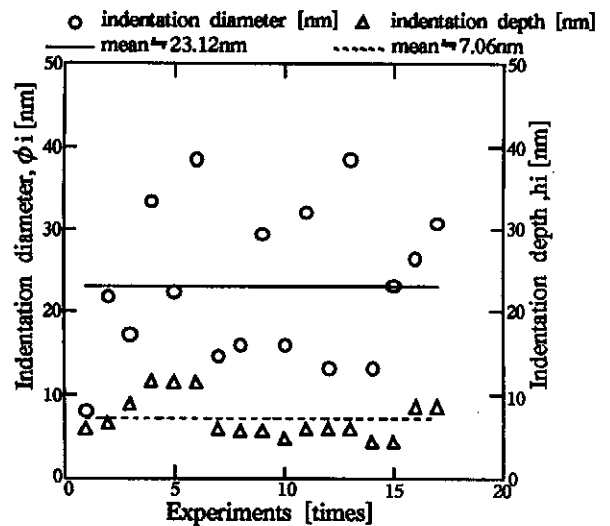


図4 加工再現性 (機械的加工)

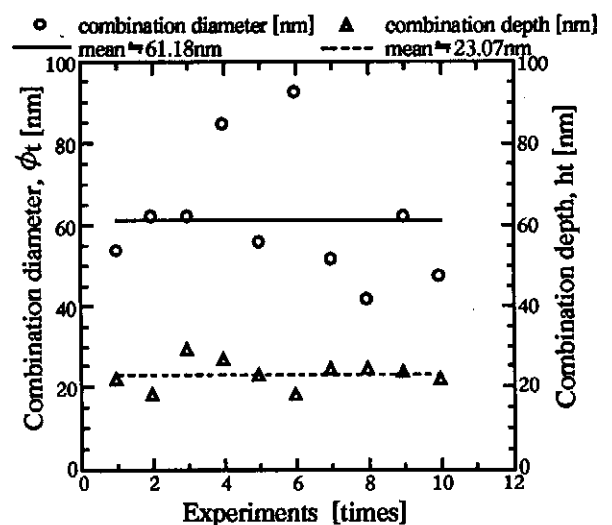


図5 加工再現性 (組み合わせ加工)

次に、電氣的加工を施す探針の位置による影響について調べた。探針の位置を変化させた時のSTM像を図6に示す。また、図7に示すように後退電圧により換算されたZ軸PZTの変位量に対する加工痕の直径 $\phi t$ と深さ $ht$ を求めた。この結果より、加工痕直径については、後退変位量の増加により徐々に減少していることがわかる。また加工痕深さに関しては、後退変位量が25nmのときを除き、約13nm前後で一定であることがわかる。したがって、探針が試料表面にかなり近い場合を除き、電圧パルスを印加するZ軸方向の位置によって加工痕の直径は減少し、加工痕の深さは変化しないことがわかる。

c) 加工形状の評価

機械的加工の場合と、組み合わせ加工の場合との加工痕の形状を比較するため、加工痕直径の最大軸を最小軸で割った軸比を図8にまとめた。

まず、9回の機械的加工による楕円特性は、平均値 = 1.91、ばらつき =  $\pm 1$ であった。一方、組み合わせ加工の場合、平均値 =  $\pm 1.34$ 、ばらつき =  $\pm 0.25$ であった。したが

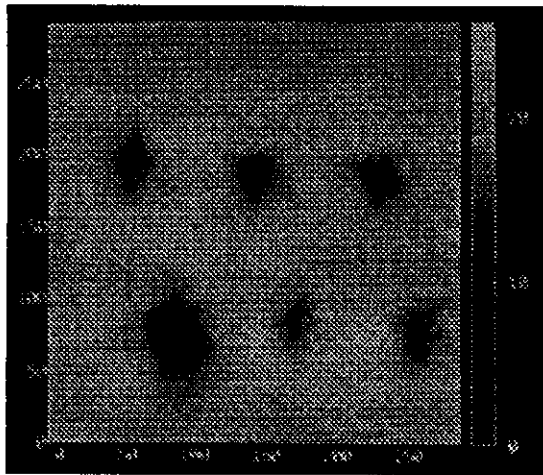


図6 後退電圧の変化 (STM像)

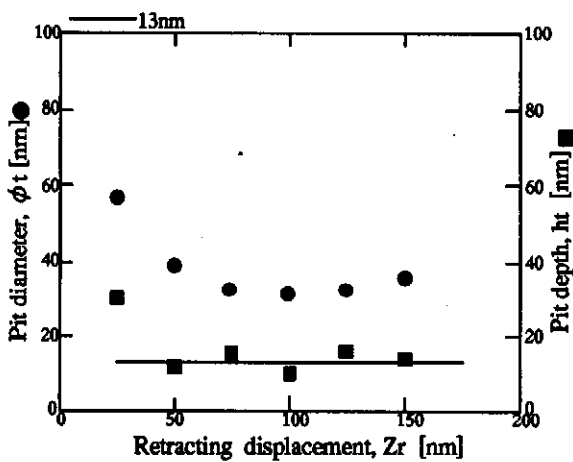


図7 探針の位置による加工痕形状の変化

って、機械的加工に比べて機械的加工の後に電氣的加工をすることにより、加工痕の形状が楕円形から円形に近づくことがわかった。

d) アスペクト比の比較

加工痕深さと加工痕直径の比をアスペクト比として、機械的加工のみの場合と組み合わせ加工の場合との比較を行った。

まず、機械的加工のみの場合には、アスペクト比 = 0.30、組み合わせ加工の場合には、アスペクト比 = 0.38 となり、約25%程改善された。このことより、機械的加工のみでなく、機械的加工と電氣的加工とを組み合わせた場合の方が深溝加工には適していることがわかる。この理由として、電圧パルスの探針先端における断面強度は中心部が強くなっているため、機械的加工によって得られた加工痕が電氣的加工によって均等に加工されず、中心部に近いところ程より選択的に加工されるためにと考えられる。

e) 熱変形解析

試料表面に電圧パルスを印加した時、パルスにより生じた高エネルギー密度が試料表面に与える熱的影響を調べるため、エネルギービーム加工における熱解析法を用いて、試料表面の温度分布を推定した<sup>[3]</sup>。本研究における熱解析の手法においては前進差分法を、座標系に関しては軸対称分布熱入力密度の場合であるので、円筒座標系 ( $r, z, t$ ) を採用した。格子分割数と時間分割数およびステップ数は、計算結果が発散しない程度で決定した。

$$\theta_s = \frac{Q}{\pi \lambda a} \text{ [}^\circ\text{C]} : (\text{飽和温度}) t = \infty \text{の平衡状態の表面の入射ビーム中心温度} \quad (1)$$

$$\tau_c = \frac{\pi a^2}{K} \text{ [s]} : (\text{基準応答時間}) \text{表面中心温度が } 0.84\theta_s \text{ となるまでの時間} \quad (2)$$

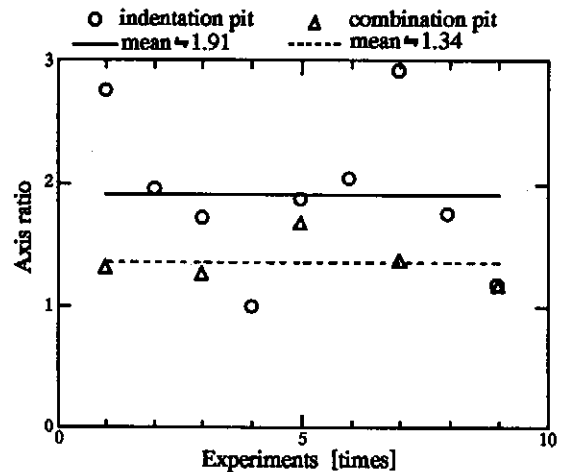


図8 加工面内形状の評価

数値計算によって厳密に計算し、温度分布、温度変化を求めることは可能である。しかし、工学的には、数値計算による温度分布や温度変化は定性的には、(1)、(2) 式に示すような値を基準化の尺度として、ほぼステップ熱入力に対する加工物の温度分布や温度変化の目安が、あらゆる加工条件について得られる。そこで、差分法により算出された値が (1)、(2) 式に一致する時、解析値が妥当であると判断される。熱入力半径が10nmの場合と20nmの場合の差分法による解析結果を図9に示す。この解析値は、理論値とほぼ一致しているとみなし、ここで製作された差分法プログラムを使用して加工痕が存在する場合の熱解析を行った。

組み合わせ加工を行う際に、実際には電圧パルスを印加する前には機械的手法により形成された加工痕が存在する。そこで、加工痕の存在する部分の物性値を室温の空気に置き換えて数値計算を行った。数値解析を簡単に行うために、

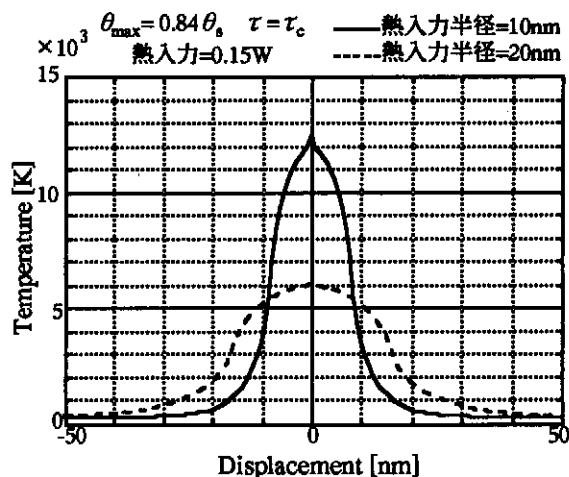


図9 ステップ熱入力による温度分布 (解析値)

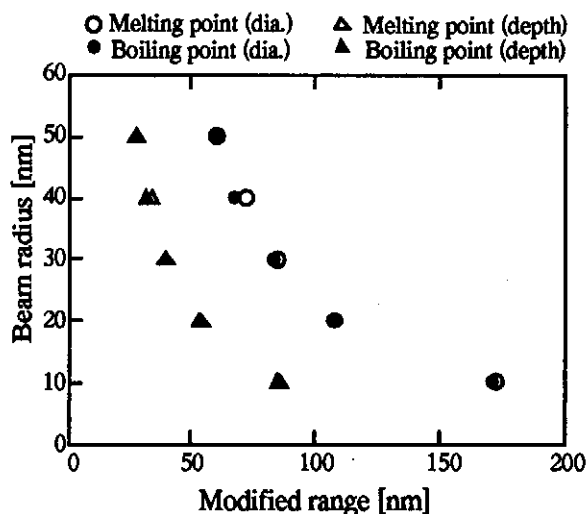


図10 加工痕のある場合の数値解析 (加工痕直径=20nm, 深さ=10nm)

機械的加工により加工された加工痕の直径を20nm、加工痕の深さを10nmと仮定した。この数値計算により得られた結果を図10に示す。縦軸にビーム半径、横軸に熱入力による変形領域とする。この結果より、ビーム半径が50nm付近のときに実験値に近い結果が得られていることが確認できる。

したがって、本研究の数値解析においては、「直径=20nm、深さ=10nmの加工痕が存在しているところに、パワー密度=1.91×10<sup>9</sup>W/cm<sup>2</sup>の電圧パルスによって直径≒60nm、深さ≒28nmの加工痕が形成するのに必要なビーム径は100nmである」という結果が導出された。

#### 4. 結論

本研究において、STMを用いてAu表面の機械的及び機械的手法と電気的手法を組み合わせたナノメートル加工を試みた。その結果、機械的加工による試料表面の変形を観察したところ、STM探針の押し込み量にはしきい値が存在し、手動操作の場合には約145nmの時に加工痕が形成されることがわかった。また、押し込み量の増加により加工痕の深さは比例的に増加し、加工速度の増加により試料の変形抵抗が減少する結果が得られた。

次に、機械的手法と電気的手法とを組み合わせ加工方法により直径≒61nm、深さ≒23nmの再現性の良い加工形状が得られた。また、機械的加工のみの時よりも機械的加工の後に電氣的加工を施すことによって、加工アスペクト比が約25%改善され、機械的加工に比べて加工痕の形状が楕円から円になる傾向がみられた。

熱伝導方程式から前進差分法を利用して、熱解析を行った、その結果、直径=20nm、深さ=10nmの加工痕が存在しているところに、パワー密度=1.91×10<sup>9</sup>W/cm<sup>2</sup>の電圧パルスによって直径≒60nm、深さ≒28nmの加工痕が形成するのに必要なビーム径は100nmであるという解析結果が得られた。

#### 5. 謝辞

本研究を遂行するにあたりご討論いただいた東京農工大学工学部吉澤徹教授、国枝正典助教授、桑原利彦助教授に感謝申し上げます。

#### 6. 文献

- [1] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel: Phys. Rev. Lett. 50, 120 (1983)
- [2] R. G. Garcia: Appl. Phys. Lett., 60, 1960 (1992)
- [3] 谷口紀男: ナノテクノロジーの基礎と応用、工業調査会 (1988)

本研究に関する発表

- (1) 石川嘉久、梅田倫弘、高柳淳夫：第6回電磁力関連のダイナミックスシンポジウム講演論文集、321 (1994)
- (2) 石川嘉久、高柳淳夫、梅田倫弘：第55回応用物理学学術講演会講演予稿集、368 (1994)
- (3) Y. Ishikawa, N. Umeda, and A. Takayanagi :

Nanofabrication of gold surface with scanning tunneling microscope by combination of mechanical and electrical method, Proceedings of third international conference on nanometer - scale science & technology, 256 (1994).