

イオンシャドー法による STM 探針の作製

北大(院) ○広瀬 龍介 北大工 有田 正志、浜田 弘一、岡田 垂紀良 北大工・CREST 武笠 幸一

要旨

探針材 Si に塗布したダイヤモンド粒子をマスク材として用いて、イオンスパッタ法(イオンシャドー法)により尖鋭な STM 探針の作製を試みた。その結果、鋭く非常に長い探針(平均的には先端 6nm、開き角度 30° 、長さ $50\mu\text{m}$)を再現性よく作製できることがわかった。

1 背景と目的

他の分析機器に比べ優れた垂直分解能をもつ STM が発明されて以降、原子間力顕微鏡(AFM)、スピン偏極 STM(SP-STM)などのさまざまな走査型プローブ顕微鏡(SPM)が開発され、清浄表面の原子構造の観測や、電子状態の研究など表面科学に大きく貢献している。その性能は探針の形状、清浄性に大きく依存する。また探針の材質は使用目的により異なり、多様化している。

このように多様な探針材に対して応用可能な加工手法としてイオンシャドー法が挙げられる。イオンシャドー法とは試料にダイヤモンド粉を付着させ、垂直方向からスパッタを行うという簡便な手法である。このときダイヤモンドがマスク材として働き影になっていた部分に細く鋭い突起ができる(Fig.1)。本研究グループはこれまでに、Si を探針材料として先端曲率半径 $5\sim 10\text{nm}$ 、長さ $10\sim 20\mu\text{m}$ 程度でアスペクト比の高い探針の作製、STM 像の観察に成功した。しかしながら良質な探針、STM 像はまれにしか得られていない。本研究において

は Si 探針の形状に注目し、良質な探針が再現性よく得られない原因を調べた。更に、その結果をふまえた解決策の考案をおこなった。

2 問題点の原因究明

これまでに用いた探針作製法は以下のとおりである：(I) Si(001)ウェハから $10\times 0.5\times 0.5\text{mm}^3$ に切り出したロッドの先端を予備加工(エメリー紙、KOH 水溶液)により $10\mu\text{m}$ 程度に尖鋭化、(II) スラリー($4\sim 8\mu\text{m}$)への浸漬によるダイヤモンド粒子の付着、(III) Ar^+ ($5\text{kV}, 0.5\text{mA}$)によるスパッタ。本研究では、この手法による探針形状を評価するため、約 30 本の Si 探針を比較した。その結果、Fig.2 に示すような 3 つのグループに分類できることがわかった：(a) 数本の突起のうち一本のみ(A)が突出している($10\mu\text{m}$ 程度以上)、(b) ダイヤモンド付着位置が予備加工後の先端(B)から離れていたため十分な有効長さが得られない、(c) 先端の突起が複数本に分かれている(マルチチップ)。このうち STM 測定に使用可能な(a)の探針は全体の 24%のみであった。

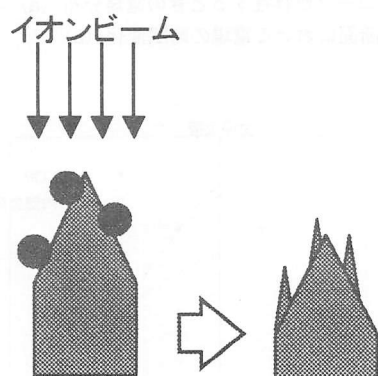


Fig.1 イオンシャドー法

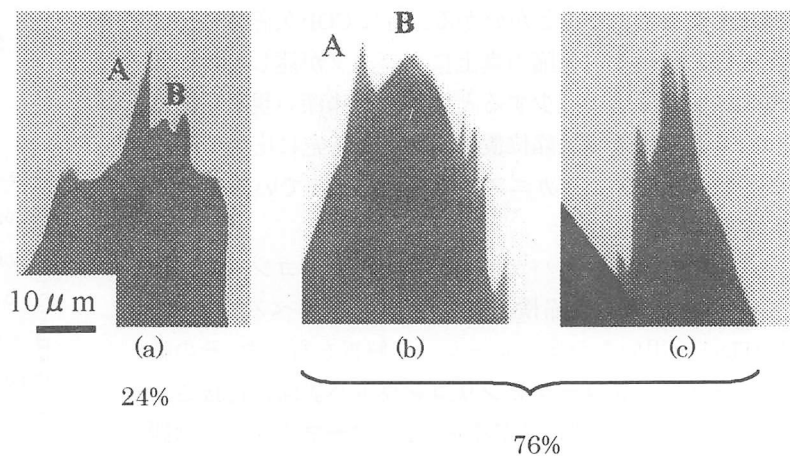


Fig.2 Si 探針(TEM 像)

再現性よく Fig.2(a) の探針を作るためには、複数の突起形成を防ぐ必要がある。また、予備加工による先端の悪影響を最小限におさえるためには、より長い探針を先端近傍に作成しなくてはならないことがわかった。

3 作製方法の改善

従来の手法ではスラリーの分散性を考慮して 4~8 μm クラスのダイヤモンドを使用していたが、探針を長くするという立場に立つとより大きな粒子が必要である。本実験条件下でダイヤモンド薄膜と Si(001)のスパッタ速度を測定したところ、80 及び 370nm/min であることがわかった。よって、6~12 μm クラスのダイヤモンド粒子を用いると、50 μm 程度の突起が一時間強で作成できると予想される。この値はこれまでの二倍である。

突起を先端近傍に一つだけ作成するために前述の(II)のプロセスを大幅に変更した。まず複数個のダイヤモンド粒子を一旦別の針に塗布し、そのうち一つの粒子のみを予備加工した Si 探針へ付着させた。三次元可動試料台をそなえた光学顕微鏡下でこの操作を行うことにより、短時間で粒子の付着が可能になった。

以上は μm スケールの形状を問題にした改良であったが、最先端の nm サイズでの形状も非常に大切な要因である。適切なスパッタ時間を把握するために、CCD カメラを用いて約 500 倍に拡大した先端像をモニタリングした。以下に述べるように、スパッタのしすぎによ

る先端曲率半径の増大は激減した。

改善した手法による探針の一例を Fig.3 に示す。探針は先端に一本の突起をもち、その長さは 70 μm である。これを見るとほぼスパッタ比通りの探針長が得られていることがわかる。Fig.3 と同様の探針を再現性よく作製できた。Fig.4 に先端部分の TEM 像を示す。スパッタにより生じたアモルファスがみられるもののナノメートルスケールの先端が得られている。作製した七本についての曲率半径および開き角度を Table1 にまとめた。#38 の試料の曲率半径、開き角度は他より大きい。これはスパッタのしすぎが原因であると思われる。モニタリングを行っている#40 以降の探針については鋭い先端が再現性よく得られており、6nm 程度となっている。この結果は、FIB 等による加工結果と比較しても同等以上のものとなっている。

4 まとめ

今回の実験を通して、本手法により良質な先端形状で非常に長い突起をもつ探針を再現性よく一時間程度で作製できることがわかった。つまりイオンシャドー法の有用性が確認できたといえるであろう。この手法を他の探針材にも適用することにより、SPM の分野に多大な寄与ができるものと期待している。ちなみに、試験的に作製した Fe 探針においては長さ 15 μm の突起をもつものが得られている。

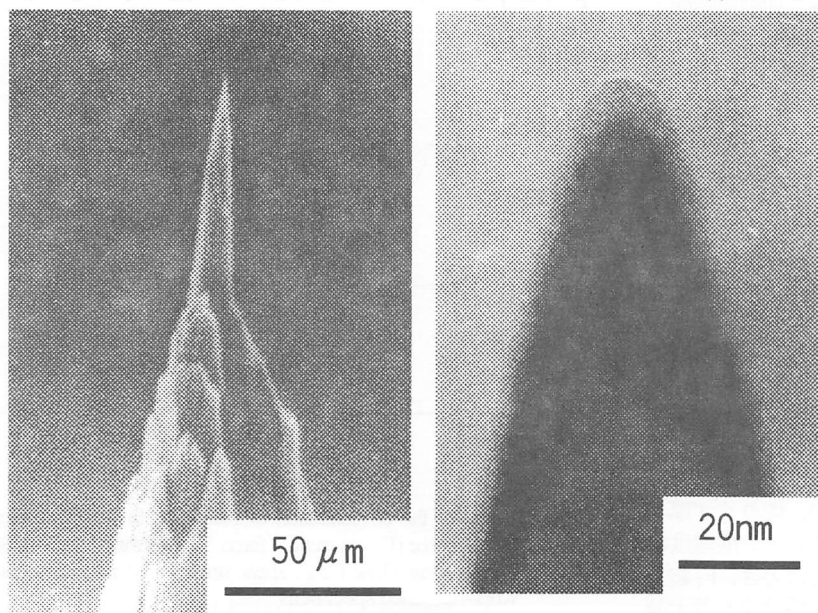


Fig.3 作製探針の例(SEM 像)

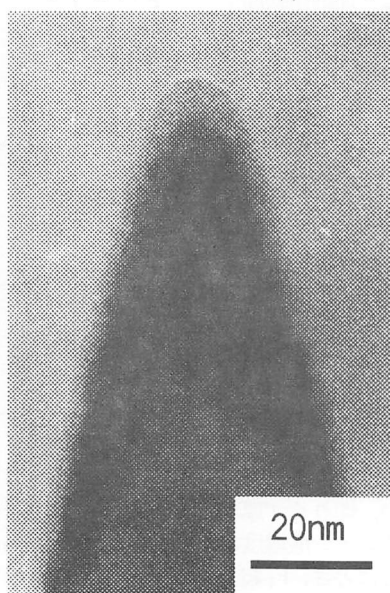


Fig.4 最先端の TEM 像

探針番号	曲率半径 (nm)	開き角度 (deg.)	モニタリング
#37	5.3	35	×
#38	7.9	76	×
#40	6.6	25	○
#42	6.6	37	○
#44	-	25	○
#46	5.25	15	○
#47	5.3	34	○

Table 1 探針先端形状