

## イオンシャドー法による尖鋭な金属針の作製

北大院 ○広瀬 龍介 北大工 有田 正志、浜田 弘一、岡田 亜紀良

### 講演要旨

「ダイヤモンド粒子をマスク材としてスパッタを行う」というイオンシャドー法は、多種の材質を用いた尖鋭な針の作製を可能とするため、ナノ加工、STM探針等への応用が考えられる。その際、針形状はスパッタ時間に大きく依存する。本研究ではスパッタ過程の解析を行うことにより、尖鋭な探針形状を再現性よく作製する手法の開発を試みた。

### 背景・目的

STM(走査トンネル顕微鏡)の測定データは探針の形状、清浄性に大きく依存する。また、原子間力顕微鏡(AFM)や磁気力顕微鏡(MFM)等さまざまな走査型プローブ顕微鏡(SPM)の開発にともない、使用される探針材料も多様化している。そこで、探針の作製にTEMの分野で用いられているイオンシャドー法の応用を試みた。イオンシャドー法は「試料にダイヤモンド粒子を付着させスパッタするのみ」という非常に簡便な手法である。ダイヤモンドのスパッタ速度が非常に遅いためにマスク材として働き、まわりの部分がより速く削られダイヤモンドの影になっている部分が残る。ダイヤモンドが完全に無くなるまでスパッタを続けるとその影であった部分が鋭い突起となり、それを探針として利用する(Fig.1)。

これまでに、非常に鋭いSi探針の作製に成功しているが、本研究においては、金属探針への応用を目指してAu、Fe等の探針作製を行った。このことを通じて、イオンシャドー法が広範な材質の探針作製に有効であることを実証しようとするものである。その際、適切なスパッタ時間を設定することが再現性良く尖鋭な探針を作製するために不可欠である。例えば、スパッタ時間が短いとダイヤが残存し、スパッタしすぎると、先端の形状が劣化してしまう。つまり、正確にFig.1-dの状態でスパッタを停止する必要がある。そのためスパッタ時における形状変化の解析を行い、本手法の確立を目指した。

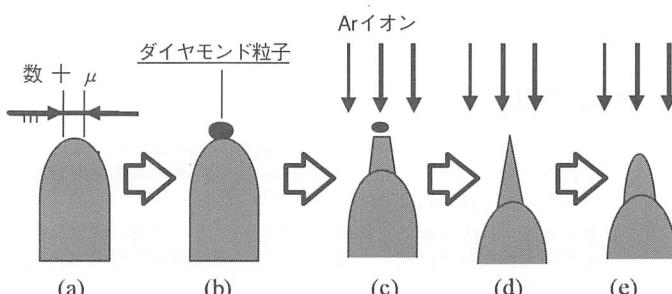


Fig. 1 イオンシャドー法の概念図。(a) エメリー紙による加工、(b) ダイヤモンド粒子の付着、(c)～(e)  $\text{Ar}^+$ によるスパッタ

### 金属探針の作製

まず、探針材( $\phi 0.5\text{mm}$ 程度のワイヤー)の先端を数十 $\mu\text{m}$ になるまでエメリー紙により研磨した。洗浄後、その先端に約 $10\mu\text{m}$ のダイヤモンド粒子を付着させた。ここで複数個のダイヤが付着しているとその数だけ突起ができるため、ダイヤを一つのみ付着させた。付着したダイヤは軽い振動や衝撃では落ちることがない。次に、このダイヤが付着した探針材にイオンビーム( $\text{Ar}^+$ 、5kV、0.5mA)を照射しダイヤが無くなるまでスパッタした。およそそのスパッタ時間はCCDカメラのモニタリング映像(500～1000倍)を目視することで決定した。以上の手順で作製したAu及びFe、パーマロイ、インバー探針をFig.2に示す。いずれの場合も基本的には同様の探針形状が得られており、金属に対しても非常に鋭い探針の作製が可能であることがわかった。

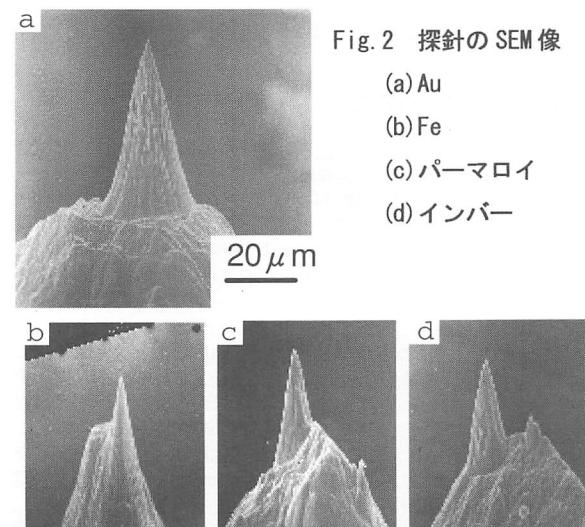


Fig. 2 探針のSEM像

- (a) Au
- (b) Fe
- (c) パーマロイ
- (d) インバー

材質	探針長	開き角度 (先端より $20\mu\text{m}$ )	開き角度 (先端より $20\text{nm}$ )	曲率半径
Si	$60\mu\text{m}$	$15^\circ$	$30^\circ$	$5\sim 8\text{nm}$
Au	60	20	60	$20\sim 40$
Fe	15	20	50	10
Permalloy	25	15	40	9
Invar	30	20	60	10

Table1 探針形状についてのまとめ

Table1は探針の形状についてまとめたものである。探針の長さは材質によりそれぞれ違う。これは材質によりスパッタ速度が違うためであり、また、Fe等は強磁性体であるために $\text{Ar}^+$ が磁場の影響をうけ、軌道が曲がり、スパッタされにくくなっていると考えられる。最先端の形状については、Auが他より多少鈍くなっている。これはAuのスパッタ速度が速いために、スパッタのしそぎの影響が他の材質より大きいと考えられる。そのため、再現性良く尖鋭な探針を作製するためには、ダイヤが完全に無くなった直後にスパッタを止めることが必須の条件となる。

#### 先端形状のコントロールについて

最適なスパッタ時間の指標を得るために、モニタリング映像をもとに探針形状変化について調べた。Fig.3aは映像からトレースしたAu探針の形状変化である。時間の経過とともに、ダイヤの影になつてない部分が削られていき探針が形成されていくのが確認できる。Fig.3bには時間経過にともなう先端位置変化を示してある。矢印を境に先端位置が下がり始めている。初期のスパッタ速度は  $0.15 \mu\text{m}/\text{min}$ 、矢印以降では  $1 \mu\text{m}/\text{min}$  でありそれぞれダイヤ、探針材のスパッタ速度に対応している。よって、ダイヤは矢印近辺の時間帯で完全にスパッタされたものと考えられる。

ここでダイヤが無くなる瞬間の詳細な解析を行うために、モニタリング映像からパソコン上で輪郭を抽出し先端位置

を実時間にて割り出した。具体的には、Fig.3-a のように横をx、縦をy軸と設定した上で先端近傍のx方向全てのピクセルに対しy方向の輝度分布(256階調)を計測した。一例を Fig.4 に示す。その輝度が急激に変化する部分(つまり微係数の最小位置)を結ぶことにより探針の輪郭を認識した。こうして認識した輪郭の最上部を先端位置とし、その時間変化を調べた。得られた結果の一例を Fig.5 に示す。先端が急激に下がり始めた(矢印①)後に、傾きがさらに変化し(矢印②)、グラフはA,B,Cの3領域に分けられる。各領域に対する時間帯でスパッタを終了した探針のTEM像を Fig.6 に示す。Aでは当然のことながらダイヤが残存している。Bでは非常に小さくなっているものの、まだダイヤが残存している。他方Cの探針には、ダイヤの残存がみられなかった。つまり、映像で認識した先端が急激に下がり始めたときではなく、2回目の傾き変化でダイヤが無くなると予想できる。Fig.5 のような二段階の変化が出現する原因としては、光学顕微鏡の収差、分解能の限界や映像のボケ、先端位置認識方法等が考えられるが、今後より詳細な検討が必要である。未だ不明な点は残っているが、今回の解析結果は、Fig.5 に相当するデータを用いることで、適切なスパッタ時間の設定が可能であることを示している。このことにより、ダイヤの残存やスパッタしそぎを回避でき、探針形状の尖鋭化と再現性の向上が期待できる。

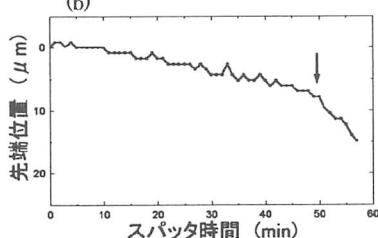
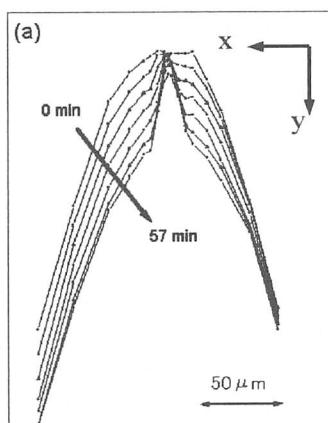


Fig. 3 時間経過にともなう

(a) 形状変化

(b) 先端位置

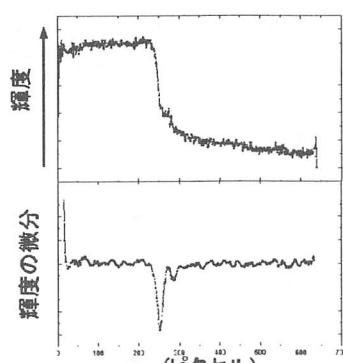


Fig. 4 yに対する輝度分布、及びその微分

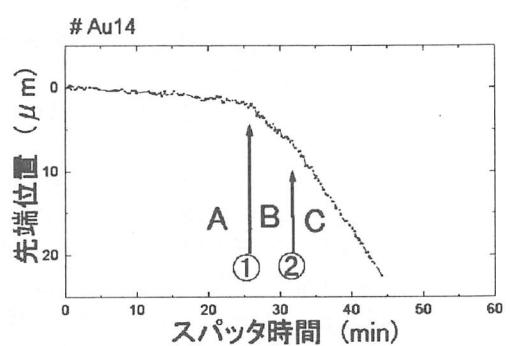


Fig. 5 先端位置の時間変化

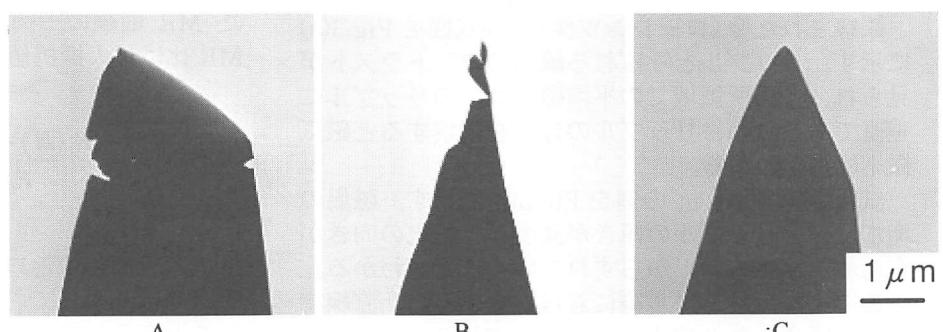


Fig. 6 Fig. 5でのそれぞれの領域でスパッタを終了した探針のTEM像