

走査型フォース顕微鏡の高機能化

坂 井 文 樹

セイコー電子工業(株) ☎410-13 静岡県駿東郡小山町竹の下36-1

(1995年8月8日受理)

Trends in the Development of High Performance
Scanning Force Microscopes

Fumiki SAKAI

Seiko Instruments Inc.

36-1 Oyama, Sunto-gun, Shizuoka 410-13

(Received August 8, 1995)

AFMを起源とする走査型フォース顕微鏡はここ数年の間に急速に高機能化している。高機能化を①形状測定モードの多様化, ②測定できる物性の種類の拡大, ③装置の高機能化, という三つの視点からとらえて解説する。まず形状測定モードの多様化であるが, これにより硬い試料はもちろん, 有機物や生体のような柔らかい試料まで安定して測定できるようになってきた。このため, 広い分野で高分解能観察装置としての地位を固めつつある。また, 形状と同時に測定できる試料表面の物理的な性質の種類も磁気力, 摩擦力, 電位, 粘弾性と増える一方である。表面形状に対応した物理的性質のマッピングは試料のミクロな解析方法として期待されている。さらに装置の高機能化という点では1台の装置でいくつかの機能を果たせる多機能化, 他の装置と組合せて得られる情報量を増やしたり使いやすくする複合化, 限定された試料に対して測定能率を向上させるための専用化など多方面からのアプローチがなされている。

1. はじめに

—走査型フォース顕微鏡とは—

走査型フォース顕微鏡(Scanning Force Microscope : SFM)とは, 鋭く尖らせたプローブを試料表面上に走査しながらプローブと試料との間に働く局所的な力を検出し, それを媒体として試料表面形状を観察したり物理的な諸性質を計測する顕微鏡の総称で, トンネル電流を検出して試料表面の形状を観察したり, 電子状態を測定する走査型トンネル顕微鏡(Scanning Tunneling Microscope : STM)と総合して走査型プローブ顕微鏡(Scanning Probe Microscope : SPM)と称するのが一般的である。走査型プローブ顕微鏡の起源は1982年IBMのチューリッヒ研究所から発表されたSTMである。STMの威力が実証されたのはSi(111)を超高真空中で1200℃で加熱した後, 830℃以下の温度領域で現れるDAS(ダイマー・アドアトム・スタッキングフォールト)再配列構造の実空間での観察である。それまで空想でしかな

かった再配列構造を見事にとらえることができたのである¹⁾。以来STMは科学の最先端のツールとして位置付けられ発展してきたがトンネル電流を用いるため絶縁物の測定は不可能であるという欠点があった。この欠点を克服したのが走査型フォース顕微鏡の起源である原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope : AFM)である。AFMは試料とプローブの間に働く力(引力, 斥力)をカンチレバーと呼ばれる弱いバネで検出しこれが一定になるように試料と探針間距離を制御しながら試料表面を走査する²⁾。試料表面をプローブでなぞりながら表面の凹凸を観察するという点では古くからある触針式粗さ計に似ている。触針式粗さ計との違いは針の先端径が数十分の1であるという点とプローブと試料間に働く力が前者では $10^{-5} \sim 10^{-4}$ Nであるのに対し後者は 10^{-9} N程度とはるかに小さい点にある。このため, STMと同等の高分解能で試料の凹凸を観察できる。この原子間力顕微鏡は, 探針と試料の間に働く力を検出することができるため表面形状以外に摩擦力, 磁気力, などの画像化ができる。こ

れらはそれぞれ摩擦力顕微鏡、磁気力顕微鏡というように呼ばれているが、冒頭で述べたように走査型フォース顕微鏡と総称される場合もある。この走査型フォース顕微鏡について特長をレビューしたうえで、高機能化の現状について述べる。

2. 走査型フォース顕微鏡の特長

2.1 形状と物性の同時測定が可能

走査型フォース顕微鏡の基本機能は形状測定であるが形状測定のための力検出と同時に物性計測のための力検出を行うので形状像と物性像を同時に取り込むことができる。すなわち形状情報に対応した物性情報を得ることができるわけで、これにより局所の性質を詳細にとらえることができる。図1はハードディスクの表面の凹凸像と磁気像を同時測定したもので、表面状態とそこに記録される磁気情報の関連を調べることができるという例である。

2.2 測定環境の自由度が大きい

原理上、大気中、真空中、ガス中、液中などの多様な環境でも動作するという点で電子顕微鏡や電界イオン顕微鏡などに代表される高分解能顕微鏡にない利点をもつ。測定環境はどんな試料のどんな状態を測定したいかで決めればよい。大多数の試料は大気中で測定を行うことができるため、高い分解能にもかかわらず測定が容易であるというメリットを享受できる。液中で測定できるという特長を生かした応用としては化学反応のその場観察があげられる。試料台を電気化学セルで構成し、この中で試料に電気化学反応を与えながら表面のその場観察を行うという手法である。これにより金属の腐食過程、電解析出過程、貴金属電極表面構造、半導体/溶液表面構造の観察が可能となっている。また、生体試料を生きたままの状態を観察したいというニーズからも液中測定は期待されている。一方、SiやGaAsのように大気中におくと瞬時に酸素や水分と結合してしまう試料の真性表面の観察には、超高真空環境が不可欠であるため測定部

を超高真空チャンバー内に置く。このように原理上測定環境を選ばないため応用分野は拡大が続けている。

3. 走査型フォース顕微鏡の高機能化

走査型フォース顕微鏡の高機能化について、形状測定モードの多様化、測定できる物性の種類の拡大、装置の高機能化という三つの視点から述べる。

3.1 形状測定モードの多様化

測定したい試料は金属や鉱物のように硬いものから高分子材料やゴムのように柔らかいものまできわめて多様である。これらさまざまな試料について最適な測定ができるようにいくつかの測定モードが開発されてきた。形状測定モードの概念を図2に示す。コンタクトモードは探針を試料表面に 10^{-8} N 以下程度の力で押しつけて探針、試料間の斥力を検出する。最も一般的な測定モードで、高い分解能が得られる反面、探針または試料に変形やダメージを与えることがあるので柔らかい試料の測定には不向きといえる。摩擦力や粘弾性の測定はこのコンタクトモードで行う。ノンコンタクトモードは試料と探針を離して両者間に働く引力を検出する。引力は斥力ほど距離依存性が大きくないため引力によるカンチレバーの自然なたわみを利用したのでは十分な感度が得られない。このため AC 検出方式を用いる。AC 検出方式とは、カンチレバーを共振周波数付近で振動させながら試料に接近させると、外力(引力)によりバネ定数が変わり振幅や共振周波数が変化することを利用している。すなわちこの振幅や共振周波数の変化量を検出してそれを一定にしながら試料表面を走査すると、試料表面の凹凸像を得ることができる。通常ノンコンタクトモードの測定では探針、試料間距離を 5~50nm に制御する。探針が試料表面から離れているためにコンタクトモードに比べて横分解能は劣るが生体のような柔らかい試料の測定に有効である。また、磁気力や静電気力などの長距離力を測定する場合はこのモードを用いる。磁気力を測定する場合は探針を磁化し試料からの磁界と磁気的な相互作用が働くようにする。カンチレバーを振動させた状態により試料に接近させていくとついには探針吸着水分層、さらには試料表面に間欠的に接触しカンチレバーの振幅

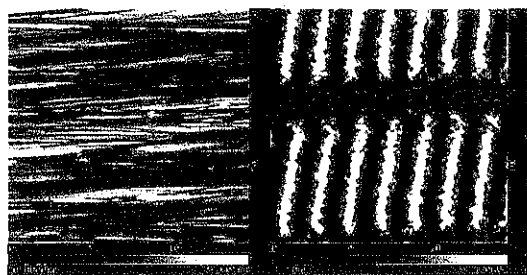


図1 磁気力顕微鏡(MFM)によるハードディスク表面の凹凸像(左)と磁気像(右)

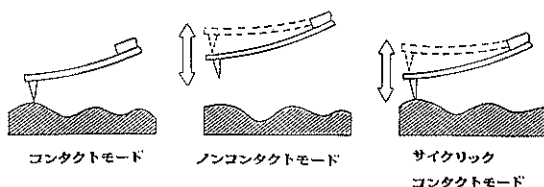


図2 走査型フォース顕微鏡の形状測定モードの概念図

は急激に減少する。この変化量をとらえて試料表面を走査するモードをサイクリックコンタクトモードという。このモードでは試料と探針は接触するほどに近接しているためコンタクトモードに近い分解能が得られる。また探針と試料の接触が間欠的であるため探針や試料の変形やダメージが少ないことから有機物や高分子などの柔らかい試料の測定に適している。

3.2 測定できる物性の種類の拡大

走査型フォース顕微鏡の機能の原点は表面形状の観察であるが、探針を磁化して試料の磁気力との相互作用力を検出して磁気像を得る走査型磁気力顕微鏡、探針を試料表面上に走査したとき横方向に働く力を検出して摩擦力の分布状態を画像化する摩擦力顕微鏡、表面の電位差分布をマクスウェル応力として検出するマクスウェル応力顕微鏡³⁾、試料に超音波振動を与えて試料の内部情報をも知ることができる超音波力顕微鏡⁴⁾、などの走査型フォース顕微鏡がつぎつぎに実用化されている。これらについては本特集の中で詳しく説明されているのでここでは説明を省略する。

3.3 装置の高機能化

装置の高機能化という点では多機能化、他の装置との複合化、特定試料を意識した専用機化など、いくつかの切り口がある。これらについて装置の実例を紹介する。

①多機能化

前項で述べたとおり走査型フォース顕微鏡の種類は増える一方である。ユーザの立場で考えるとその都度新しい装置を導入しなくてはならないとすれば、不経済このうえない。走査型フォース顕微鏡は物理量の検出原理が試料と探針間に働く力を微小バネの変形で検出するという点で同じであるため、カンチレバーの種類や保持のためのホルダー、制御やデータ処理のためのソフトウェアを変えるだけでさまざまな走査型フォース顕微鏡として動作できる。図3に示したのは多機能型システムの例であるが、これをベースにしてオプション部品やソフト

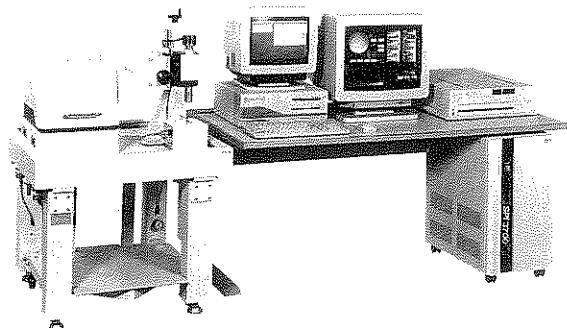
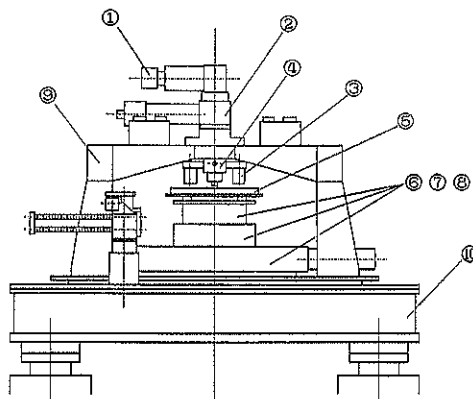


図3 走査型プローブ顕微鏡システムの例（セイコー電子工業 SPI3700 シリーズ）

ウェアの追加によりすべての走査型フォース顕微鏡の機能、および走査型トンネル顕微鏡の機能を果たすことができるようになっていく。

②複合化—光顕との複合化による高精度位置決め—

磁気ディスクやSiウェハのような大きな試料を切断することなくしかもその中の特定の位置を観察したいというニーズは大きい。この目的で開発された装置の構成を図4に示す。この装置は8インチまでの試料が搭載できる試料ステージと、走査型フォース顕微鏡、および試料の測定したい位置を捜し出す光学顕微鏡で構成されている。まず光学顕微鏡で試料の中の見たい位置を探しそこを光学顕微鏡の視野中心に入れた後に走査型フォース顕微鏡モードにして測定する。光学顕微鏡の視野中心と走査型フォース顕微鏡の探針中心のズレは特殊な標準サンプルによりあらかじめ正確に計測されているのでモードを切り換えたときステージが自動的にズレを補正する。光学顕微鏡はCRT上で2000倍程度の倍率をもつため試料上の1ミクロン程度の場所を特定しそこに探針を降ろして詳細観察ができる。光ディスクのグループやプリピットの観察、半導体デバイスの形状観察などに威力を発揮している。一方、半導体では高密度化の進展により0.1ミクロンレベルの欠陥や異物が歩留まり向上のうえで重要となる。これらの異物や欠陥の存在は光散乱方式の異物欠陥検査機で検出が可能である。しかし、その立体形状を知ることはできないため付着異物なのか、結晶欠陥によるピットなのかの判別ができずこれの成因の追求や除去方法の開発に限界があった。筆者のグループでは三菱電機と共同でこのような微小異物、欠陥に走査型フォース顕微鏡探針を位置決めし形状観察がで



- ① CCDカメラ
- ② 光学顕微鏡
- ③ 対物レンズ
- ④ 走査型フォース顕微鏡
- ⑤ 試料台
- ⑥ XYZステージ
- ⑦ 支持台
- ⑧ 検振台
- ⑩ 検振台

図4 光学顕微鏡と複合化した走査型フォース顕微鏡

きる装置を開発した。この装置の仕組みについて簡単に説明する。まず従来の異物検査装置でウェハ上の異物の数と位置を確認する。つぎにこの位置情報を前述の光学顕微鏡と走査型フォース顕微鏡を一体化した装置の試料ステージに入力する。この状態で数十ミクロンの精度での位置合わせができていたため光学顕微鏡の視野には入る。しかし、0.1ミクロンの異物は光学顕微鏡では認識できない。そこで前述の装置に光照射系を組み込み異物周辺に照射して、異物による散乱光を高感度 CCD で検出することにより光学顕微鏡での可視化を可能にし、異物位置を特定してここに探針を降ろして測定する。8インチウェハ上の0.1ミクロンレベルの異物を特定することとは東京ドームから砂粒1個を拾い上げるのに等しいが、この装置を用いるとこれが可能となる。図5に0.1ミクロンの付着異物の測定例を示す。異物が洗浄などのプロセスでどのように変わるか追跡調査をすることもできる。観察視野が狭いという走査型フォース顕微鏡の欠点を克服した例である。

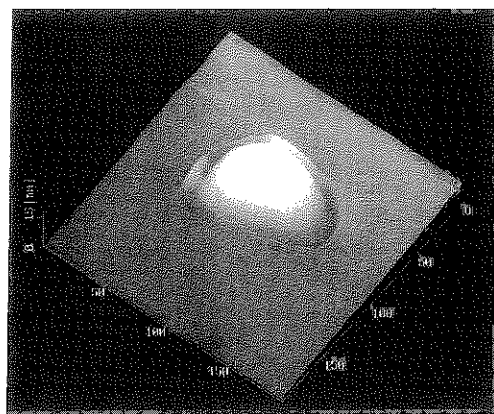


図5 シリコンウェハ上の付着異物

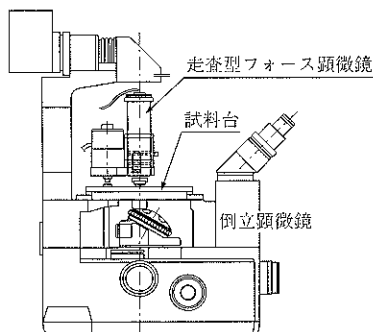


図6 倒立顕微鏡と組合せた走査型フォース顕微鏡 (生体観察用)

③専用化—生体観察用走査型フォース顕微鏡—

細菌、血液細胞、腫瘍細胞、染色体などの生体試料は生きたままもしくはそれに近い状態で、その全体像をまず把握しその中の特定の位置を高分解能で観察したい。この目的のために開発されたのが図6に示す倒立顕微鏡と走査型フォース顕微鏡を組合せた装置である。試料台は透明ガラスで作られているためシャーレやプレバード上の試料を倒立顕微鏡で下方から観察できる。必要があれば試料に蛍光染色を施して観察したり、マニピュレータで処理を施しながら観察することもできる。さらに上方からの探針の接近状態を顕微鏡で観察できるため、試料の見たい位置に探針を正しく位置決めができる。また走査型フォース顕微鏡はそっくり外すことができるため透過モードで試料の観察が必要なときは外して観察し、再び乗せて詳細観察をするということも可能である。生体観察への走査型フォース顕微鏡の応用は始まったばかりであるが3章1節で紹介したように柔らかな試料に適した測定モードも用意されるようになったので今後普及していくと期待される。

4. おわりに

走査型フォース顕微鏡は形状を測定する機能以外はまだ実用化が始まったばかりで、得られたデータの定量性にはまだ問題がある。これを解決するためには探針ひとつをとってみても先端形状、対磨耗性などの機械的性質、親水性、疎水性といった化学的性質など解明していかなければならない問題は多い。しかし、局所情報を得るという点では他に勝る手法であるため当該分野の研究者、装置メーカー、熱心なユーザの手で急速に解決が進み科学と工学の分野でなくてはならない測定器として定着していくものと期待される。

文 献

- 1) G. Binning, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel : Appl. Phys. Lett. **49**, 178 (1982).
- 2) G. Binnig, C. F. Quate and Ch. Gerber : Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).
- 3) H. Yokoyama, K. Saito and T. Inoue : Mol. Electron. & Bioelectron **3**, 79 (1992).
- 4) O. Kolosov and K. Yamanaka : Jpn. J. Appl. Phys. **32**, 1095 (1993).
- 5) 藤野直彦, 狩野 勇, 大森雅司, 堀浩一郎, 安武正敏, 脇山 茂 : 第42回応用物理学関係連合講演会講演予稿集 No.2 (1995) p. 703.