

ノート

高湿度雰囲気下でのプローブ 顕微鏡によるサブピコアンペア 微小電流計測

安藤和徳^{* ***}・倉持宏実^{* ***}・横山 浩^{* ***}

* ナノ機能合成技術プロジェクト研究体

研究コンソーシアム

〒305-8562 茨城県つくば市東1-1-1 中央第4
**セイコーインスツルメンツ

〒410-1393 静岡県駿東郡小山町竹の下36-1

***産業技術総合研究所ナノテクノロジー部門

〒305-8568 茨城県つくば市梅園1-1-1 中央第2

(2003年4月19日受付; 2003年5月14日掲載決定)

Minute Current Detection by Scanning Probe Microscopy under High Humidity Atmospheres

Kazunori ANDO^{* ***}, Hiromi KURAMOCHI^{* ***}and Hiroshi YOKOYAMA^{* ***}

*Research Consortium for Synthetic Nano-Function Materials Project (SYNAF), National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), 1-1-1 Higashi, Tsukuba, Ibaraki 305-8562

**Seiko Instruments Inc., 36-1 Takenoshita, Oyama-cho, Sunto-gun, Shizuoka 410-1393

***Nanotechnology Research Institute, AIST, 1-1-1 Umezono, Tsukuba, Ibaraki 305-8568

(Received April 19, 2003; Accepted May 14, 2003)

Detection of pA order minute current by scanning probe microscopy encounters some problems under high humidity atmospheres, such as the increased background level and the poor reproducibility, because of the surface leak current. We were able to overcome these problems by using hermetic sealing and keeping the whole electronics equipment in a humidity-controlled atomic force microscope system. Detection of minute current of sub-pA level has been achieved even under high humidity atmospheres.

走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope: SPM) による微小電流測定は、真空中では fA レベルまでの範囲で可能である。しかし、実際に材料やデバイスが利用されるのは大気中であることが多く、強誘電体薄膜材料評価¹やデバイス実用化のための負荷耐性試験・故障解析、ナノファブリケーション等の試験測定・研究では、大気中における電流計測・電流像測定が多勢を占める。強誘電体薄膜材料のナノ領域 I-V 測定¹および Si の SPM 陽極酸化に関わるファラデー電流^{2~6}は、いずれも pA オーダーであった。デバイス材料の局所絶縁破壊試験⁷において、真空中と大気中での pA レベルの微小電流検出に差があることが指摘されている。原因となるのは、大気中湿度の装置・サンプルへの影響である。著者らが行った実験によれば、65% 以上の高湿度条件下においては pA ~ nA レベルのバックグラウンド電流の変化が装置側に現れて検出電流の再現性の低下をもたらし、検出電流がバックグラウンド電流以下になる現象も起きたことがあることがわかった⁸。近年、Si 表面^{5, 6}や SAM 膜⁹の加工例のように、湿度制御した高湿度雰囲気中のナノファブリケーションも増えてきた。これらの場合、加工中の電流をモニターしようとすると、高湿度で微小電流を測定することになり、検出電流はノイズ電流に埋もれてしまう事態が予想される。今回、湿度に起因する装置側の問題点を解決し、高湿度環境下でもサブ pA 以下の電流測定を可能にしたので報告する。

この実験に用いた原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM) 装置の写真を Fig. 1 (a) に示す。この装置は、環境制御型 SPM (SPA-300 HV, セイコーインスツルメンツ) と湿度調整装置 (ヤマト科学) から構成されている。Fig. 1 (b) に示すように、装置はチャンバー本体とカンチレバーホルダで構成され、ホルダはカンチレバーおよび試料の交換時に取り外しができるようになっている。電流検出にかかるカンチレバーおよびコンタクト部 A, B は電気絶縁部品によって固定され、ホルダおよびチャンバー本体から絶縁されている。電気絶縁部品はホルダおよびチャンバー本体に埋め込み接着されている。p 型 Si(001) (1~10 Ω · cm) 試料を装着後、ホルダをチャンバーに装着するとコンタクト部 A とコンタクト部 B は電気的に接触し、同時に O リングシールでチャンバー内は密封性が確保される。導電性カンチレバーを試料に接触させた状態で試料に電圧を印加すると、電流は導電性カンチレバー、コンタクト部 A, B を経由して検出され、試料の電気特性が測定される。この装置を用いて 20~80% の範囲 (精度 1%) で湿度を制御

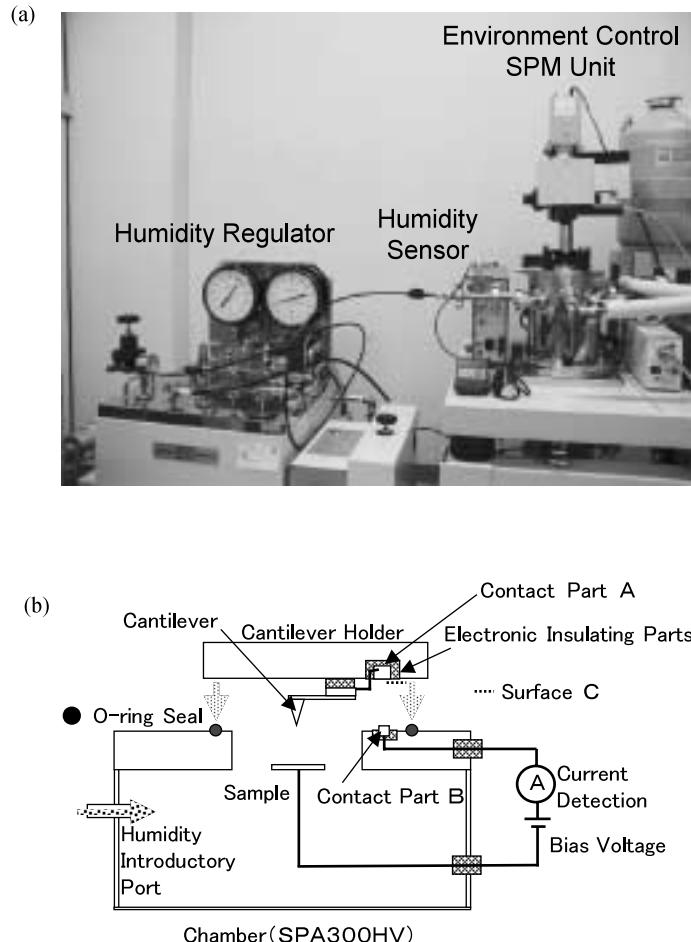


Fig. 1 (a) An environmental control AFM unit with humidity regulator.
 (b) Layout drawing of the tip and the sample of the humidity control AFM.

しながら実験を行うことができる。

湿度が装置にどのような影響を及ぼすのか調べるために、カンチレバーと試料を離したままで電流測定を行った。加湿しない時にこの状態で検出されるのは装置の持つノイズ電流であり、大気湿度 40 % で 100 fA 以下であった。65 % 以上の湿度にした場合、あるいは長時間加湿を行った場合には、カンチレバーと試料を接触させない状態でも 100 pA 以上の電流が検出された。カンチレバーと試料を離した状態では電流は検出されないはずであるから、これは高湿度の影響であることがわかる。チャンバー内に湿度ガスを導入した時、電気絶縁部品表面に湿度に応じた濡れが生じ、チャンバーとの間で電気絶縁部品表面 [沿面 c , Fig. 1 (b)] を経由して電流のやりとりが行われ、正しい電流検出が行われない結果とな

る。チャンバーがアース電位で試料バイアス電圧が 0 V でも、わずかな電位差により、湿度増加とともに電気絶縁部品表面を経由した沿面電流リークの形で現象が現れる。バックグラウンド電流の増加は湿度に依存することから、沿面リーク電流が検出されていると考えられる。様々な湿度において装置側のリーク電流を測定すると、湿度の増加と共にリーク電流が指数関数的に増加し、80 % 湿度では 100 pA 以上のリーク電流が検出された。その後、ロータリーポンプで真空中に引くと、リーク電流はすぐに fA オーダーまで下がることがわかった。一方、チャンバー内を乾燥させるために 20~30 % 湿度の乾燥空気を流した場合には、リーク電流はゆっくりと減少するが、12 時間乾燥後でも無視できる大きさにはならなかった。したがって、電気絶縁部品部分における吸湿の

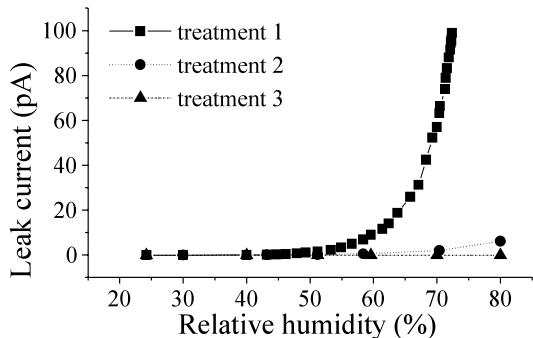


Fig. 2 Leak current at various RH after 3 step treatments. Treatment 1: cleaning of electric insulating parts. Treatment 2: Silicone-sealant coating of electric insulating parts. Treatment 3: change the material of electronic insulating parts.

可能性があることがわかった。

以上の結果を踏まえて、高湿度環境下でもリーク電流の無い測定をするために装置側に3段階の改良を加えた。各段階の改良作業後のリーク電流の湿度依存を測定した結果を Fig. 2 に示す。試料の電気特性と分離するためカンチレバーは試料に接触させない状態で確認した。まず、処理 1 としてマコール製の電気絶縁材部品 [Fig. 1 (b), Contact part A, B 周辺部] の表面を洗浄し、接着剤の回り込みを除去した。この処理では、湿度の増加とともにリーク電流は指数関数的に増加し、処理前と比較してほとんど違いはなかった [Fig. 2, treatment 1]。次に、電気絶縁材部品の沿面に耐湿処理コート（シリコーンシーラント、東レ・ダウ・コーティング）を施した（処理 2）。Fig. 2 (treatment 2) から、処理後のリーク電流はほぼ 1/10 となっていることがわかる。耐湿処理コートは有効な方法であるが、70 % を越える高湿度では、数 pA のリーク電流が残存しており、完璧ではないことがわかった。そこで、絶縁材部品の材質を高分子樹脂材料（テフロン）に変更した（処理 3）ところ、Fig. 2 (treatment 3) に示すように 80 % においてもリーク電流はほとんど見られなくなった。即ち、これらの耐湿処理によって、湿度環境に依らずサブ pA 以下の低リーク電流対応の装置が実現できた。

上記の耐湿処理後、70 % の湿度条件下でも装置に起因するリーク電流はサブ pA オーダーに留まった。改良点の評価のために、改良後の装置を用いて Si 試料の陽極酸化を行い、反応中の電流を検出した（Fig. 3）。湿度 70 %、印加電圧 8 V でナノドットを作成したとき、検出電流は電圧を印加した直後に立ち上がり、時間と共に減少した。電圧を印加して 2 秒過ぎると、検出電流はサ

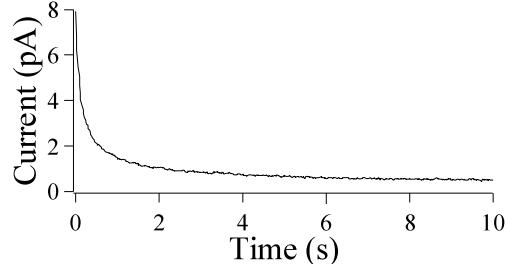


Fig. 3 A typical current-time curve during nano-dot fabrication at bias voltage of 8 V and the RH of 70 %.

ブ pA オーダーになるが、この領域においても電流が時間と共に減少していく様子が捉えられている。10秒の時点ではファラデー電流はほぼ 0 になり、陽極酸化がもはや進行していないことを示している。10秒間に検出された電流量を積分で求めると 9.1 pA であり、形成されたドットの体積から期待される電流量は 9.0 pA であった。即ち検出された電流のほとんどが陽極酸化に寄与するファラデー電流であり、リーク電流は無視できる大きさであることがわかる。したがってこのグラフは、リーク電流の影響を受けずに陽極酸化中の微小ファラデー電流を検出できたことを証明している。

特に高湿度雰囲気下でなくとも、湿度制御していない実験室の湿度は、日本の冬期の晴天（20 ~ 30 %）と梅雨時（~ 80 %）では大きな違いがあり、それぞれの条件下でのリーク電流の差は、当該装置の場合耐湿処理をしていなければ、100 pA にも及ぶ。これは pA レベルの精度が要求される場合には検出信号の大きさと同等であり、非常に大きな誤差となる。また、50 ~ 60 % 程度の湿度であっても、検出系が長時間湿度に晒されると、電気絶縁部品部分における吸湿によりリーク電流が検出される場合があることがわかっている。

以上に述べたように、高湿度雰囲気下でのサブピコアンペアレベルの電流測定・電流像観察には装置側に耐湿処理を施す必要がある。また、湿度の変化は再現性の悪さにつながるため、65 % 未満の湿度条件下での大気中測定においてもより精密な測定や再現性を求めるためには装置側の耐湿処理は有効である。将来的には有機薄膜等の吸湿性材料の評価、バイオトロニクス等、高湿度条件下での電気測定の機会が増えてくると予想される。高湿度雰囲気中で検出したい信号がピコアンペアレベル以下と予想される場合には、装置側の耐湿性が十分であるかどうか注意が必要であり、不十分である場合には積極的な耐湿対応が要求される。

本研究は、材料ナノテクノロジープログラムの一環として、NEDO の委託により実施されたものである。

文 献

- 1) C. Yoshida, A. Yoshida and H. Tamura: *Appl. Phys. Lett.* **75**, 1449 (1999).
- 2) P. Avouris, T. Hertel and R. Martel: *Appl. Phys. Lett.* **71**, 287 (1997).
- 3) For example, J.A. Dagata, J. Schneir, H.H. Harary, C.J. Evans, M.T. Postek and J. Bennett: *Appl. Phys. Lett.* **56**, 2001 (1990).
- 4) For example, R. Garcia, M. Calleja and H. Rohrer: *J. Appl. Phys.* **86**, 1898 (1999).
- 5) H. Sugimura and N. Nakagiri: *Jpn. J. Appl. Phys.* **34**, 3406 (1995).
- 6) H. Kuramochi, K. Ando and H. Yokoyama: *Surf. Sci.*, in press.
- 7) A. Ando, R. Hasunuma, T. Maeda, K. Sakamoto, K. Miki, Y. Nishioka and T. Sakamoto: *Appl. Surf. Sci.* **162/163**, 401 (2000).
- 8) H. Kuramochi, K. Ando and H. Yokoyama: *Jpn. J. Appl. Phys.*, in press.
- 9) A. Inoue, T. Ishida, N. Choi, W. Mizutani and H. Tokumoto: *Appl. Phys. Lett.* **73**, 1976 (1998).