

利用課題番号 : F-13-KT-0114  
利用形態 : 技術代行  
利用課題名 (日本語) : AFM 用シリコン先鋭化探針の作製  
Program Title (English) : Fabrication of a Si probe for atomic force microscopy  
利用者名 (日本語) : 一井 崇  
Username (English) : Takashi Ichii  
所属名 (日本語) : 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻  
Affiliation (English) : Department of Materials Sciences and Engineering, Graduate School of Engineering, Kyoto University

## 1. 概要 (Summary) :

われわれは音叉型水晶振動子 (Quartz tuning fork; QTF) をフォースセンサとする原子間力顕微鏡 (Atomic force microscopy; AFM) による液中、特にイオン液体などの高粘度液体中での固体表面分析ならびに固液界面分析に取り組み、原子分解能観察を達成してきた[1]。一般に QTF フォースセンサは、先鋭化した金属探針を取り付けて用いられる。特にタングステンは、電解研磨による先鋭化手法が確立しており、最も多く用いられている。しかし、タングstenは比重が大きく、その重さにより QTF の共振周波数が著しく低下する。これは力検出感度や走査速度の低下につながるため、より軽い探針の開発が求められている。

探針を軽くするには、探針を細くすること、および短くすることが最も単純であるが、液中で用いる場合、細い探針はそのバネ定数が低下し、走査において液体の粘性によりたわみが生じるという問題がある。また、短くする場合は、液体が探針を濡れ上がるため、これも問題である。したがって、比重の小さな材料が望ましい。しかし、多くの金属材料は、比重の小さいものはヤング率が小さいという問題がある。そこで本研究では、比重が小さく、かつヤング率の大きい材料として、金属ではなく、半導体であるシリコンに着目した。近年、フッ酸水溶液中でのシリコン細線のアノード溶解により、先鋭化が可能であることが報告されており[2]、これに習い、研究を進めた。さらにアルカリ溶液による異方性エッチングを施すことで、さらなる先鋭化に取り組んだ。

## 2. 実験 (Experimental) :

厚さ 150  $\mu\text{m}$  の n 型 Si(100)基板をナノテクノロジーハブ拠点のレーザダイシング装置 ((株)東京精密製

Mahoh Dicer ML200) にて<010>方向に幅 150  $\mu\text{m}$  で切断し、幅 150  $\mu\text{m}$ 、長さ 5 mm の Si 角柱を得た。この先端をフッ酸水溶液 (濃度 10 %) に浸漬し、Si をアノード、Pt をカソードとし、可視光照射下で電解研磨を行った。その後、さらなる先鋭化のため、その先端を水酸化カリウム水溶液 (濃度 30 %, 温度 60  $^{\circ}\text{C}$ ) に浸漬し、異方性エッチングを行った。

## 3. 結果と考察 (Results and Discussion) :

Si 細線-Pt 線間の印加電圧を 100 V, 150 V, 200 V の 3 種類とし、電解研磨の最適化を行った。その結果、100 V では先鋭化されず、また制御性の点などから、印加電圧 150 V, 印加時間 22 秒を最適条件として導いた。しかし、先端径は 1.2  $\mu\text{m}$  程度であり、AFM 探針として用いるには十分でなかった。そこで、KOH 水溶液による異方性エッチングにより、さらなる先鋭化を試みた。電解研磨された Si 探針先端のみを濃度 30 %, 温度 60  $^{\circ}\text{C}$  の KOH 水溶液に 30 分間浸漬した。その結果、先端径 100 nm 程度まで先鋭化することに成功した。

## 4. その他・特記事項 (Others) :

謝辞: Si のダイシングはナノハブ拠点井上良幸技官に代行いただきました。厚く御礼申し上げます。

参考文献:

[1] T. Ichii, M. Fujimura, M. Negami, K. Murase, H. Sugimura, *Jpn. J. Appl. Phys.* **51**, 08KB08 (2012)

[2] H. Izumi, T. Okamoto, M. Suzuki, S. Aoyagi, *IEEJ Trans. SM*, **129**, 373 (2009)

## 5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation) :

なし

## 6. 関連特許 (Patent) :

なし