

課題番号 : F-18-KT-0044
 利用形態 : 技術代行
 利用課題名(日本語) : 原子間力顕微鏡によるナノスケール表面下構造可視化
 Program Title(English) : Nanometer-scale subsurface feature imaging using atomic force microscopy
 利用者名(日本語) : 小林圭, 戸野博史, 横町伝
 Username(English) : K. Kobayashi, H. Tono, T. Yokochi
 所属名(日本語) : 京都大学大学院工学研究科
 Affiliation(English) : Graduate School of Eng., Kyoto Univ.
 キーワード/Keyword : 原子間力顕微鏡、ナノ構造、形状・形態観察、分析

1. 概要(Summary)

2005年にNorthwestern大学のDravidらにより、原子間力顕微鏡(AFM)を用いた走査型近接場超音波ホログラフィ(SNFUH)が開発され、表面下の構造物をナノスケール分解能で可視化できることが報告された。われわれも、ポリイミド基板上に散布した金ナノ粒子をフォトポリマーのスピコート膜で覆ったサンドイッチ構造試料を作製し、SNFUHを用いて実験を行い、金ナノ粒子の可視化が可能であることを確認した。SNFUHではカンチレバーおよび試料を励振するが、カンチレバーの接触共振周波数付近でカンチレバーだけを励振する超音波原子間力顕微鏡(UAFM)や、試料だけを励振する原子間力音響顕微鏡(AFAM)を用いても同様の結果が得られることを明らかにした。また最近、カンチレバーの熱振動ノイズスペクトルを各点において測定する走査型熱振動顕微鏡(Scanning Thermal Noise Microscopy: STNM)を開発し、同試料の表面下構造の可視化に成功した。このSTNMを用いて、ポリイミド基板上の金ナノ粒子だけでなく、シリコン基板上的ポリスチレンナノ粒子も可視化可能であることが分かった。ポリスチレンナノ粒子直上における接触共振周波数がフォトポリマーの膜厚とどのような関係にあるかを調べるため、表面に凹凸のパターンを形成したシリコン基板を用いて、STNMによるポリスチレン粒子可視化実験を行うことを目指し、京都大学ナノテクノロジーハブ拠点の設備を利用して微細加工を行った。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

ウエハスピン洗浄装置、大面積超高速電子ビーム描画装置、レジスト現像装置、深堀りドライエッチング装置(Φ4"),ドライエッチング装置、ダイシングソー、紫外線照射装置、エキスパンド装置

【実験方法】

シリコン基板には一辺400nmの正方形のパターンを700nmピッチで作製することとし、深さは200nmを目標とした(Fig. 1)。

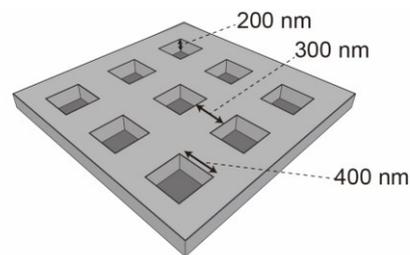


Fig. 1 Schematic of a Si chip with square pits.

京都大学ナノテクノロジーハブ拠点(微細加工ナノテクノロジープラットフォーム)において、ウエハスピン洗浄装置を用いて4インチSiウエハ(両面研磨)をSPM洗浄し、レジスト(ZEP520A)を塗布後、大面積超高速電子ビーム描画装置を用いてパターン描画し、有機現像液型レジスト現像装置を用いて、現像液(ZED-N50)を用いて現像を行った。その後、深堀りドライエッチング装置(Φ4")を用いてドライエッチングを行った。エッチングはTable 1に示す#1~#6の工程を1サイクルとして、8~12サイクル行った。表中において括弧をつけて示した値は、バイパスラインに流すガスの流量を示している。

Table 1: Etching condition of Reactive Ion Deep Silicon Etcher.

	#1	#2	#3	#4	#5	#6
SF ₆ (sccm)	0	(60)	60	60	60	60
C ₄ F ₈ (sccm)	100	100	0	0	0	(100)
O ₂ (sccm)	5	5	5	5	5	5
Bias (W)	5	5	1	10	0	0
ICP (W)	1000					
Time (s)	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2

次に、ドライエッチング装置を用いてO₂プラズマアッシングを行った。プラズマアッシングの条件はO₂の流量100

sccm、パワー100 W、圧力10 Paで120秒間アッシングを行った。最後に、ウェハスピン洗浄装置を用いてレジストを除去した。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

作製したデバイスを電子顕微鏡 (Fig. 2) および AFM (Fig. 3) により観察し、所望のパターンが作製できていることが確認できた。

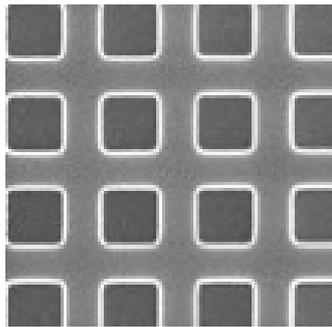


Fig. 2 Scanning electron micrograph of a Si chip with square pits.

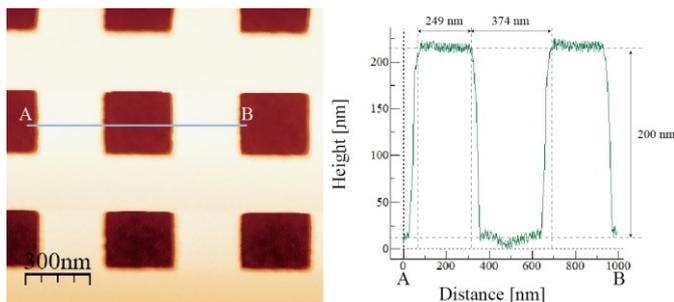


Fig. 3 Atomic force microscopy image of a Si chip with square pits.

本チップ上にポリスチレンナノ粒子 (粒径 100 nm) を散布し、フォトポリマーのスピンコート膜 (膜厚 300 nm) で覆った。115°C に加熱したホットプレート上で5分間ベーキングし、サンドイッチ構造試料を作製した。この試料に対し、STNMを用いてカンチレバーの接触共振周波数マップを得た。ポリスチレンナノ粒子は400 nm 角のピットの内側および外側に分布しており、ピットの内側にあるポリスチレンナノ粒子の直上には膜厚約500 nmのフォトポリマー膜があり、ピットの外側にあるポリスチレンナノ粒子の直上には膜厚約300 nmのフォトポリマー膜があることになるが、後者の方が接触共振周波数が低くなることが分かった。これは、フォトポリマー膜よりもヤング率の低いポリスチレンナノ粒子が探針直下に存在することで接触共振周波数が下がったもので、前者では探針直下500 nmにポリスチレ

ンナノ粒子があるのに対し、後者では探針直下300 nmにポリスチレンナノ粒子があるため、後者の方がその影響をより強く受けたものと考えられる。

4. その他・特記事項 (Others)

・参考文献

- [1] G. S. Shekhawat et al., Science 310, (2005) 89.
- [2] K. Kimura et al., Ultramicroscopy 133, (2013) 41.
- [3] K. Kimura et al., Nanotechnology 27, (2016), 415707.
- [4] A. Yao et al., Scientific Reports 7, (2018), 42718.

・科学研究費 (挑戦的萌芽研究) 「走査型熱雑音顕微鏡による表面下構造可視化のメカニズム解明および応用可能性探索」

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

- (1) 野坂 俊太、戸野 博史、木村 邦子、小林 圭、山田 啓文、走査型熱振動顕微鏡法を用いた高分子膜下のポリスチレンナノ粒子の可視化(2)、第65回応用物理学関係連合講演会、2018年3月19日

6. 関連特許 (Patent)

該当なし。