



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	集束イオンビームの探針加工への応用
Author(s)	佐々木, 泰; Sasaki, Yasushi; 末岡, 和久 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 174, 41-47
Issue Date	1995-07-28
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/42448
Type	departmental bulletin paper
File Information	174_41-48.pdf



集束イオンビームの探針加工への応用

佐々木 泰* 末岡和久 岩田達夫*
宮尾正大** 安達 洋** 早川和延***
武笠 幸一

(平成7年3月31日受理)

Study of Focused Ion Beams for Probe Tip Milling .

Yasushi SASAKI*, Kazuhisa SUEOKA, Tatsuo IWATA*, Masahiro MIYAO**
Hiroshi ADACHI**, Kazunobu HAYAKAWA***, Koichi MUKASA
(Received March 31, 1995)

Abstract

Several kinds of ultra-sharpened metallic tips were made by means of focused ion beams (FIB). In contrast to chemically sharpened tips, the FIB milled tips are well defined at the nano-meter scale. In this study, we tried to make polycrystalline W, Ni, Mo wires and a Si-tip on a micro cantilever into ultra-sharpened tips. The shapes of these tips were observed by SIM (Scanning Ion Microscope) images and also the FIB milled W, Mo and Ni tip were observed by FIM to identify their apex radius. We found that the cone angle of $12 \pm 3^\circ$ and the apex radius of 10nm can be achieved. This technique is not limited to these materials, and has many potential applications. The FIB milled ultra-sharpened tip is one of the candidate for a probe tip for Scanning Probe Microscopy (SPM).

1. はじめに

原子レベルからミクロンオーダーまでの広い範囲の表面構造観察装置として、原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy : AFM) や走査型トンネル顕微鏡 (Scanning Tunneling Microscopy : STM) などの、いわゆる走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscopy : SPM) が様々な分野で利用されている¹⁾。SPM を用いて表面観察を行う際、特に凹凸の大きい試料の場合には、探針形状が観察像に影響を与えることが知られている。しかし先端の曲率半径と開き角の小さい探針を用いることで、探針の形状の観察像に及ぼす影響を小さくできる。従来、このような探針を作製するには電解研磨や機械研磨を用いる方法、ウィスカーを用いる方法など様々なアプローチが行われているが²⁾³⁾、熟練したエッチング技術や高度な成膜技術を必要とする。集束イオンビー

電子情報工学専攻 情報メディア工学講座

*北海道東海大学

**室蘭工業大学

***北海道大学触媒化学研究センター

ム(Focused Ion Beam : FIB)を用いた加工法は、このような探針を制御良く作製するための有効な手段の一つである⁴⁾。また新しい試みとして、Ar や Xe イオンのスパッタによる探針の加工も行われている⁵⁾⁶⁾。

本研究ではFIBを用いて探針先端の先鋭化を行い、加工前後の探針形状の変化を走査イオン(Scanning Ion Microscope : SIM)像観察した。さらにFIB装置で使用しているGaイオンビームが探針表面近傍の結晶構造にどのような影響を与えるかを電界イオン顕微鏡(Field Ion Microscope : FIM)を用いて評価した。

2. 実験装置

本研究ではイオン源に高純度、高輝度でイオン化効率の高い液体Ga金属を使用したFIB装置を使用している(エリオニクス社製EIP-3300)。この装置に電子線描画用制御装置を接続することでイオンビームのベクトル走査を可能とし、円錐をはじめ様々な形状の探針微細加工に対応できるようにした。静電ディフレクタによるイオンビームの最小移動量は、静電ディフレクタ制御用デジタル・アナログコンバータの最小変化量より0.2nmで、最小ビームスポット径は約50nmである。イオン電流量は集束レンズと4段階の可動絞りをを用いて数pA~500pA程度に調整できる。

FIBで加工した探針先端の表面構造を観察するために簡易的なFIMを作製した。試料となる探針は液体窒素温度まで冷却し、イメージガスには高純度Heを用いた。また探針先端の高電界(4V/Å)でイオン化したHeの探針表面でのイオン化率分布を約300万倍に拡大したFIM像の観察にはシェブロンタイプのマイクロチャンネルプレートを使用した。

3. 実験結果

3.1 探針の電解研磨

金属探針用材料としては直径0.1mmの多結晶W線とMo線、直径0.2mmの多結晶Ni線を用いた。FIBでの加工に先立って、電解研磨溶液を用いて先端を大まかに研磨した。電解溶液としてWに対しては4%のKOHを使用し、NiとMo線については3%のHClを用い、対向電極にはPt線を用いた。3~10Vの直流電流で電解研磨を行った。研磨中は実体顕微鏡で目視しながら研磨状態を監視し印加電圧を調整しながら先端の曲率半径が数百nmとなるまで研磨した。この程度の曲率半径の電解研磨探針の作成には熟練を必要としない。

3.2 FIBによる探針加工の手順

電解研磨した探針は、中心軸の真上からイオンビームを円周状に走査し加工を行う。探針先端真上からのSIM像観察、走査円の中心と探針中心とのアライメントを容易にするために、本装置では2つの2次電子検出器による2次電子像観察機構がついている。走査する円の大きさは直径50nm, 100nm, 400nm, 1μm, 2μm, 3μmの6種類を主に用いるが、任意のサイズの直径を選択できる。またイオン電流量は集束レンズと4段階の可動絞りをを用いることで数pAから約500pAまで任意に使い分けことができ、加工速度の調節が可能である。走査する円の大きさと、イオン電流量の組み合わせでどのような形状の電解研磨探針加工にも対応ができる。

実際の加工の手順を図1に示す。図1(a)は電解研磨後の探針で、先端の曲率半径は数百nmである。FIBの試料ホルダにセットされた探針は、最初に周りの部分を大まかに削り落とすために

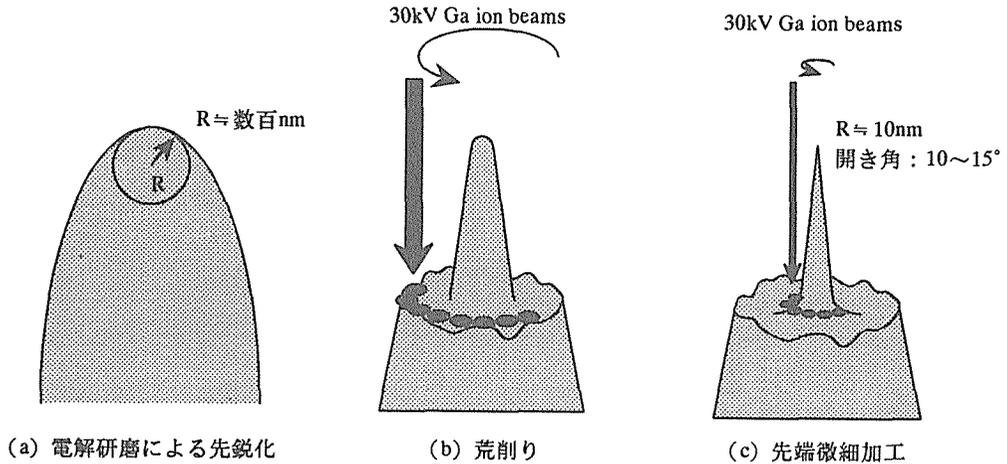
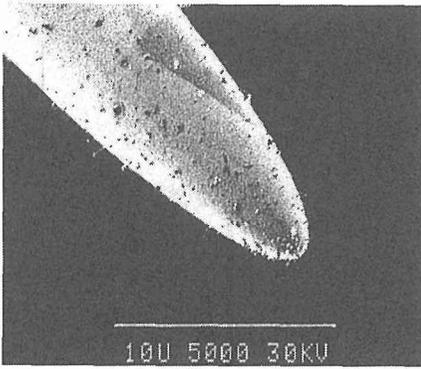
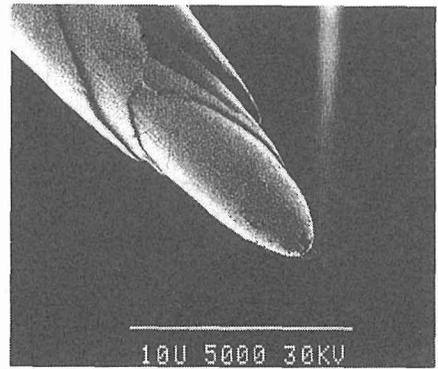


図1 FIBによる探針加工の手順

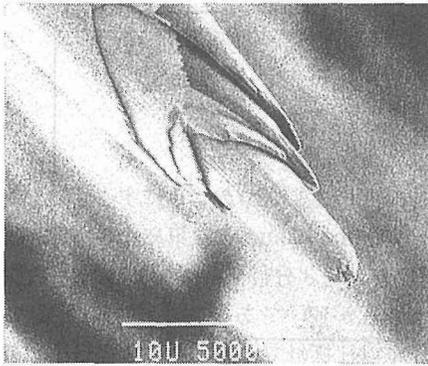
約200pAのイオン電流で直径2または3 μm の円走査を約30分行い図1 (b)のようにする。SIM像で加工の様子を観察しながら走査する円の大きさを1 μm , 400nm, 100nmと次第に小さくし、数段階の加工を経て30~50pAのイオン電流で直径50nmの円走査を約3分行うと図1 (c)のような探針が得られる。このとき先端の曲率半径が約10nm, cone angleが 12° である。図2にNi探針の場合の先端先鋭化手順を詳細に示した。図2 (a)は電解研磨後のNi探針で先端の曲率半径は1 μm である。この探針に700pAのイオン電流量で直径5 μm の円周走査を8分行った(図2 (b))。次に700pAのイオン電流で直径3 μm の円周走査を7分行った(図2 (c))。さらに500pAのイオン電流で直径2 μm の円周走査を7分行った(図2 (d))。ビームの回転半径を小さくし500pAのイオン電流で直径1 μm の円周走査を5分行った(図2 (e))。最後に100pAのイオン電流量で直径800 nmの円周走査を5分行った(図2 (f))。これらのSIM像は全て5000倍の写真であり、(a)と(f)を比べると先端が先鋭化された様子がはっきりと確認できる。同様の手順で加工したW探針のSIM像を図3に、Siカンチレバー上のSiマイクロチップのSIM像を図4に示す。図4に示したSIM像の中の文字は、電子線描画システムにより作製したパターンでSiカンチレバーをイオンビーム加工したもので、1文字の大きさは $5 \times 5 \mu\text{m}$ である。金属探針の加工時間には、結晶構造や面方位の違いよると思われる差がみられたが、どれも30~60分の加工時間を要し再現性よく加工することができた。



(a) 電解研磨後



(b) 加工第1段階



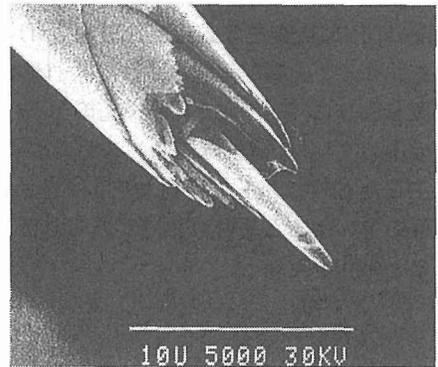
(c) 加工第2段階



(d) 加工第3段階



(e) 加工第4段階



(f) 最終段階加工

図2 Ni 探針の加工プロセス

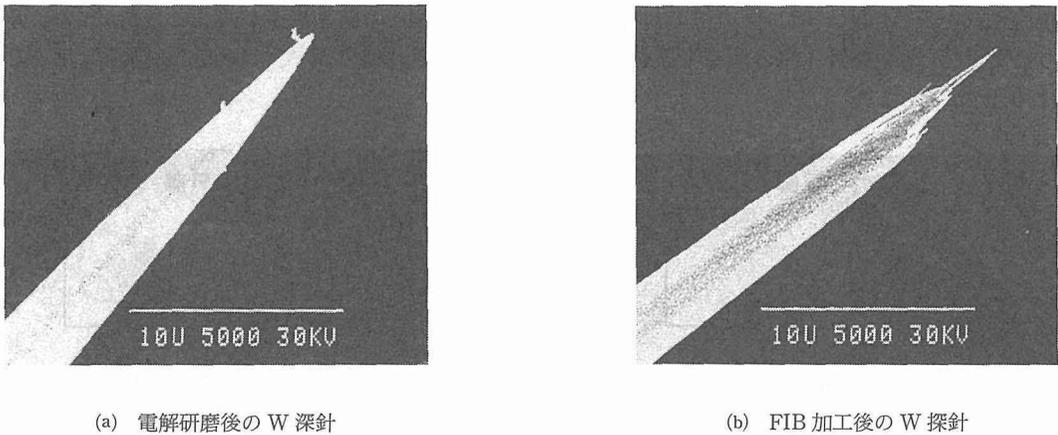


図3 FIB 加工前後の W 探針の SIM 像

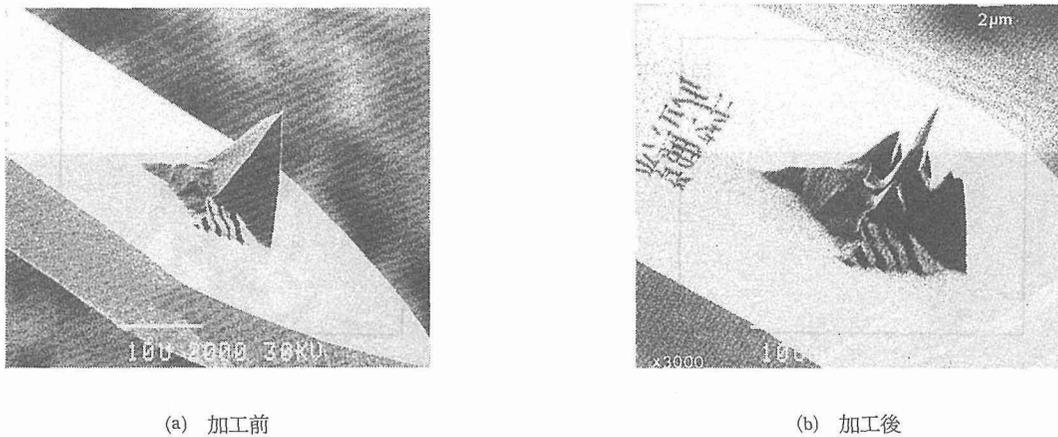


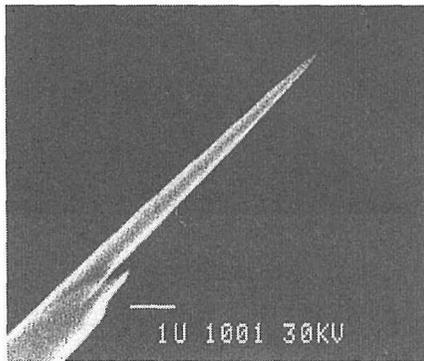
図4 FIB 加工前後の Si マイクロカンチレバーの SIM 像

3.3 電界イオン顕微鏡による加工探針の観察

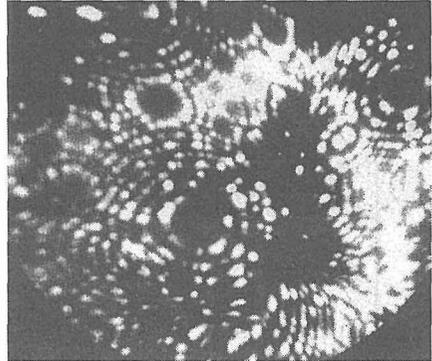
ここまでの FIB による探針加工後の評価としては SIM による像観察であった。しかしこれは分解能がそれほど良くはなく、原子レベルでの評価はできない。ここで本研究では、FIM を用いて加工後の探針の結晶構造を観察した。

観察に使用した試料は FIB により加工した W 探針と Mo 探針である。また、Ni 探針については探針の冷却が不十分であるために肉眼では FIM 像が確認できたが、像がゆらぐため写真に撮ることはできなかった (Ni の場合にはイメージガスには Ne を用いた)。本研究ではきれいな FIM 像を作ることが目的ではないので、探針の熱処理は行わず電界蒸発のみで探針の清浄化を行った。図 5 に W 探針と FIM 像、図 6 に Mo 探針と FIM 像を示す。ベースプレッシャー 1×10^{-6} Pa に高純度の He ガスを 1×10^{-3} Pa まで導入し、チップ部分は液体窒素温度まで冷却した。図 5 の W 探針の印加電圧は 11.5 kV、図 6 の Mo 探針の印加電圧は 9.0 kV である。どちらも bcc 構造であり、

観察された FIM 像は (011) 面方位の対称性が見られ, W, Mo の結晶構造が確認できた。また, 得られた FIM から探針先端の曲率半径を計算することができ, 図5の W では14.5nm, 図6の Mo では15.0nm であった。



(a) FIB 加工後の W 探針

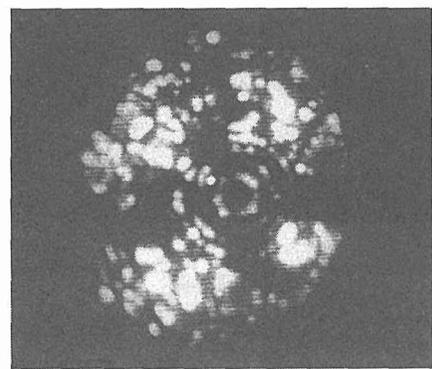


(b) FIM: 印加電圧9.0kV

図5 FIB 加工後の W 探針と FIM 像



(a) FIB 加工後の Mo 探針



(b) FIM: 印加電圧9.0kV

図6 FIB 加工後の Mo 探針と FIM 像

4. ま と め

本研究では試料として W, Ni, Mo 探針と Si マイクロカンチレバーを FIB を用いて加工した。加工に要する時間には若干の差がみられたが, どの探針に於ても先端の曲率半径が10~15nm で開き角が15° 以下の探針が再現性よく加工できた。このような探針をプローブ顕微鏡に用いることで, 複雑な形状を持つ試料表面も忠実に走査できるものと期待される。また加工した探針の FIM 像を観察した結果, W, Mo の結晶構造を観察することができ, 先端部分の表面より数原子層下ではイオンビームをスパッタしたことによる結晶構造へのダメージは少ないと予想される⁷⁾。加工最

表面の結晶状態を観察するためには、表面酸化を防ぐために FIB, FIM を真空中で接続し, in-situ 観察ができるようにする必要がある。

参考文献

- 1) R. Wiesendanger and H. - J. Guntherodt,
"Scanning Tunneling Microscopy I, II, III", Springer-Verlag, Berlin, 1992.
- 2) H. Kado, S. Yamamoto, K. Yokoyama, T. Tohda, and Y. Umetani, J. Appl. Phys. 74,(1993) p.4354~4356.
- 3) T. Yoshida, H. Naito, and M. Okuda, Appl. Phys. Lett. 64(1994), p.3243~3245.
- 4) P. E. Russell, M.J. Vasile, D.A. Grigg, J.E. Griffith, and E.A. Fitzgerald, Rev. Sci. Instrum. 62(1991), p. 2167~2171.
- 5) D. K. Biegelsen, F.A. Ponce, and J.C. Tramontana, Appl. Phys. Lett. 54(1989), p.696~698.
- 6) S. Morishita and F. Okuyama, J. Vac. Sci. Technol. A9(1991), p.167~169.
- 7) 佐々木 泰, 亀井 孝明, 吉本 智己, 岩田 達夫, 鈴木 和郎, 末岡 和久, 武笠 幸一, "集束イオンビームを用いた探針加工の研究", 真空, 1995年3号.