

音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブに関する研究

名古屋大学大学院 工学研究科

マイクロ・ナノシステム工学専攻

肥田 博隆

目次

第 1 章 序論.....	1
1.1 本研究の背景.....	1
1.1.1 MEMS デバイス.....	1
1.1.2 AFM (atomic force microscopy).....	3
1.2 AFM プローブに関する従来の研究.....	5
1.3 本研究の目的.....	8
1.4 本論文の構成.....	10
第 2 章 音叉型水晶振動子の設計.....	11
2.1 AFM の計測原理.....	11
2.2 音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブ.....	16
2.3 AFM プローブの検出感度に関する検討.....	18
2.3.1 非接触モード AFM の検出分解能.....	18
2.3.2 プローブの設計指針.....	19
2.3.3 検出感度と材料および振動特性との関係.....	22
2.4 プローブ構造が振動特性におよぼす効果の検討.....	25
2.4.1 片持ち梁構造.....	25
2.4.2 音叉型構造.....	26
2.5 プローブの加振方法に関する検討.....	28
2.5.1 音叉型構造体の加振方法.....	28
2.5.2 水晶振動子の加振.....	31
2.6 まとめ.....	34

第3章 音叉型水晶 AFM プローブの作製.....	35
3.1 音叉型水晶振動子の作製.....	35
3.1.1 水晶のウエットエッチングプロセス.....	37
3.1.2 音叉型構造体の作製.....	39
3.2 探針の形成.....	49
3.2.1 エッチングによる振動子と探針の一体加工.....	50
3.2.2 FIB 装置による探針の先鋭化.....	57
3.3 まとめ.....	60
第4章 音叉型水晶振動子の基本特性評価.....	61
4.1 自己加振機能の評価.....	61
4.2 自己検出機能の評価.....	66
4.3 まとめ.....	72
第5章 音叉型水晶プローブを用いた AFM 計測.....	73
5.1 自己加振機能による計測.....	73
5.2 自己加振・検出機能による計測.....	78
5.3 まとめ.....	82
第6章 結論.....	83
謝辞.....	87
参考文献.....	89
付録.....	95

第 1 章 序論

1.1 本研究の背景

1.1.1 MEMS デバイス

MEMS(micro electro mechanical systems: 微小電気機械システム)加工技術は、単結晶シリコンを材料とする半導体製造プロセスを元に、20 世紀後半に飛躍的な進歩を遂げ、これまでに多種多様なデバイスが開発されてきた。これらの MEMS デバイスが積極的に製品化されてきた背景として、単結晶シリコンの優れた機械特性を利用し[1]、かつ、結晶異方性を用いたウエットエッチングプロセスにより、生産性の高い加工ができることが挙げられる[2-4]。

結晶異方性を用いた単結晶シリコンのウエットエッチングは、一般に KOH(水酸化カリウム)水溶液や TMAH(tetra methyl ammonium hydroxide: 水酸化テトラメチルアンモニウム)水溶液が加工液として用いられ、結晶方位に対するエッチレート(加工量)の差を利用することにより、微細な 3 次元構造体を作製するものである[5]。ウエットエッチングプロセスはその加工の性質上、均一な形状を持つ複数の構造体を一括に作製することが可能である。また、加工のための設備投資が比較的安価であり、MEMS 加工技術の代表例の一つである D-RIE(deep reactive ion etching)装置によるドライエッ

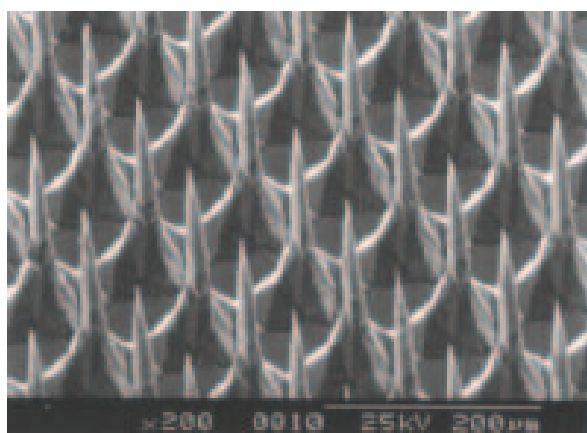


図 1-1 シリコンを材料とした医療用マイクロニードル[5,6]

チング加工と比べ、低コストで作製できる特徴を持つ。ウエットエッチングにより作製された MEMS デバイスの実用例は、圧力センサ、加速度センサ、マイクロフォンなど多岐に渡るものである。更に、ウエットエッチングの加工条件(保護マスク、加工液、温度など)を選択し、複雑な形状を持つ構造体を作製することで、マイクロニードルなど医療用デバイスへの応用研究もなされている (図 1-1)[5,6]。

水晶(組成式: SiO_2)は単結晶シリコンと同様に、結晶異方性によるウエットエッチングが可能な材料である[7]。また、圧電性による構造体の加振、および振動の電気信号検出が可能であることから、共振特性の変化より付着物の質量を検出する QCM(quartz crystal microbalance)[8,9]や、液体の物性を計るための SAW(surface acoustic wave)センサ、ジャイロセンサなど、様々なセンサデバイスの材料として用いられている [10-13](図 1-2)。また、共振時に高い周波数安定性を示すため、電子素子およびフィルターとして早くから実用化され、時計[14]やコンピュータのクロック回路など幅広い製品で用いられている。

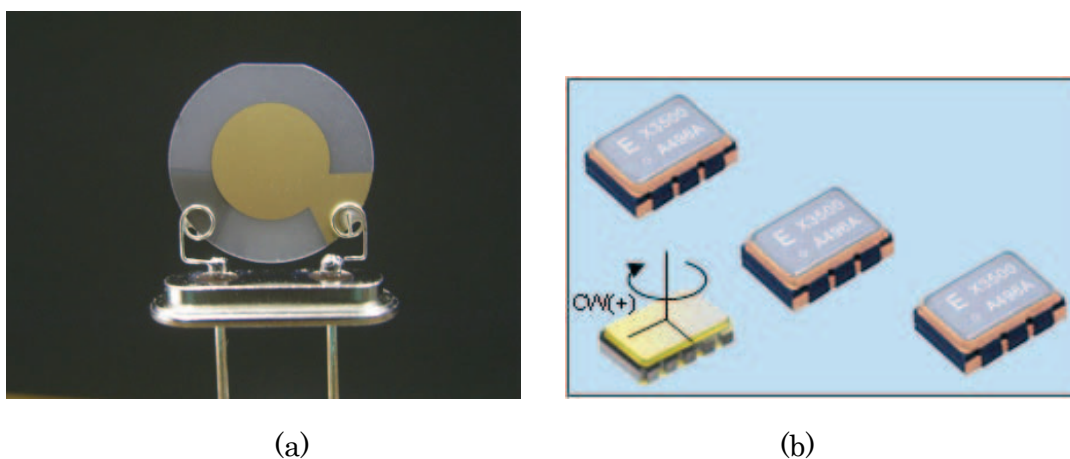


図 1-2 水晶を材料とする MEMS デバイス

(a)QCM(株式会社多摩デバイス社製)[15], (b)ジャイロセンサ(エプソントヨコム株式会社製)[16]

1. 1. 2 AFM (atomic force microscopy)

シリコンを材料とした微細構造体の応用において、AFM(atomic force microscopy:原子間力顕微鏡)プローブは代表的な成功例である(図 1-3)[17, 18]。走査型プローブ顕微鏡[19](SPM: scanning probe microscopy)の一つである AFM は、一般的にシリコンを材料とし、先端に探針を有した片持ち梁構造体をプローブとして用いる[20-22]。STM(scanning tunneling microscopy:走査型トンネル顕微鏡)と比較した場合の一番の優位性は、試料の導電性に関わらず観察が可能である点である[23-25](測定原理の詳細

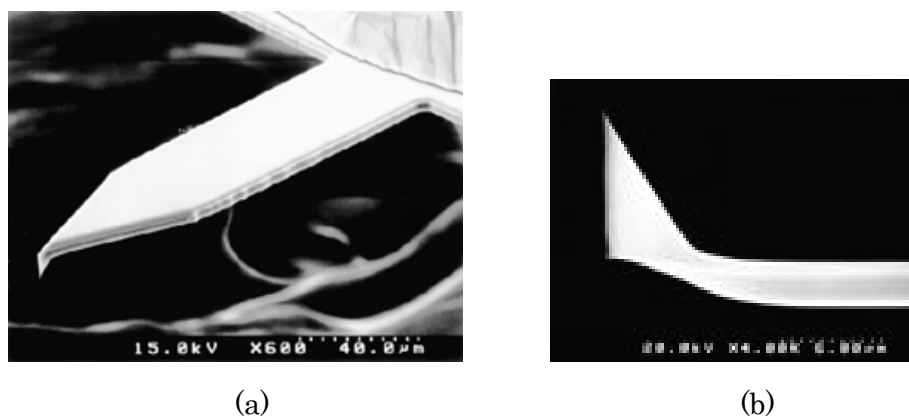


図 1-3 動的モード用 AFM プローブ[19]
(a)プローブ概観図, (b)探針

表 1-1 AFM の計測モード

	静的計測モード		動的計測モード	
	接触モード	タッピングモード	非接触モード	
概観図				
水平分解能	◎	○	△	
軟性・脆性試料への適合性	△	○	◎	
観察時の安定性	○	◎	△	

については第2章にて後述する)。AFMは、プローブを試料に接近させた際に探針と試料表面との間に働く相互作用力を検出することで試料形状を計測する。ファンデルワールス力や共有結合力に代表される相互作用力(原子間力)は、原理的に全ての物質に働くため、試料の物性に関わらず試料の表面形状の計測が可能である。また、真空装置を必要とせず、大気中で観察が可能であることもAFMの利点であり、これにより細胞などの生体試料の観察に対する適合性を有している。

AFMの計測法は大別して2種類あり、それぞれ静的計測モード(接触モード)、および動的計測モード(タッピングモード、非接触モード)と呼ばれる(表1-1)。このうち、動的モードでは、圧電振動子などの加振機構を用いてプローブを共振周波数付近で加振し、試料表面に接近させた際に生じる振動挙動(振幅、位相、共振周波数)の変化を検出することにより、表面形状を計測する。一般的には、試料およびプローブに対する荷重が1 nN未満と非常に小さい動的モードによるAFM計測が広く用いられている。特に、DNAなどの生体試料および高分子材料は柔らかく、損傷しやすいため、負荷が生じない非接触モードでのAFM計測は有効である。

しかしながら、現在、一般に用いられているシリコンを材料とした動的計測モード用AFMプローブは、以下の問題点を有している。

(1) 分解能向上の制約 (Q値(quality-factor)向上の限界)

振動エネルギー効率の指標であるQ値は、非接触モードAFMの分解能を決める要因の一つであり[26]、AFMの高分解能の実現においてQ値の向上は不可欠である。しかし、一般的なシリコン製AFMプローブの大気中におけるQ値は 10^2 程度であり、向上の余地があると考えられる。Q値は真空装置を用いることで 10^4 程度まで向上できるが、AFM装置全体が大型になり、また、生体試料などとの適合性が低くなるため、計測の汎用性を狭めることになる。

(2) 外部加振および検出機構の必要性

AFMの動的計測モードでは、プローブを共振周波数付近で加振し、その振動挙

動の変化を検出することにより、試料の表面形状を計測する。したがって、現行の AFM 装置には、プローブの加振には圧電振動子が、振動挙動の検出には光学検出系がそれぞれ用いられており、小型化および簡素化を図ることが難しい。

(3) プローブと試料との接触

一般の AFM プローブでは、解像度を向上するためプローブのばね定数を低く設計するが($10^0 \sim 10^1$ N/m)、その一方でばね定数を低くしたために、探針と試料との間に強い引力が働いた場合、プローブと試料とが接触し、試料およびプローブの損傷が生じる。特に、大気下では試料表面に水が付着するため、この吸着力(メニスカス力)によりプローブの吸着が生じやすくなる。

1.2 AFM プローブに関する従来の研究

上述の通り、現在用いられているシリコンを材料とした動的計測用 AFM プローブは、(1)分解能向上の制約 (Q 値(quality-factor)向上の限界)、(2)加振/検出機構といった外部機構が必要であること、(3)低いばね定数に起因するプローブと探針の接触といった問題点を有している。これらの課題を克服するため、これまでに行われてきた研究例 [27-35] を示し、それらの特徴および問題点を挙げる。

・圧電素子を組み込んだ AFM プローブ(図 1-4)

Watanabe ら [34] は、シリコン材片持ち梁の上にスパッタリング法により PZT (piezoelectric zirconate titanate: 圧電性ジルコン酸チタン酸塩) 薄膜を堆積することで、検出機構とプローブとの一体化を行った。しかしながら、プローブの加振には外部に圧電振動子を必要とし、また、大気中におけるプローブの Q 値は 10^3 未満であるため、AFM の分解能を考えた場合に依然として改善の余地があると考えられる。

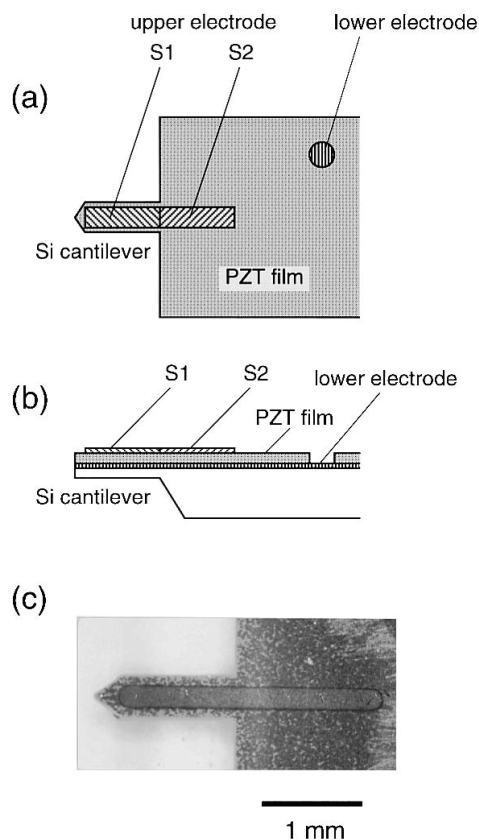


図 1-4 片持ち梁上に PZT 薄膜を堆積した AFM プローブ[34]

・音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブ(図 1-5)

音叉型水晶振動子は、大気下において Q 値が $10^3 \sim 10^4$ と比較的高い値を示すことが知られており、また、水晶の圧電性を用いることでプローブの加振、および振動挙動の電氣的検出が可能となる。Giessiblは商用の音叉型水晶振動子(時計用 共振周波数 32.768 kHz)をAFMプローブとして用い、非接触モードでのAFM計測によりSi(111)-(7×7)の原子像観察に成功している[32]。しかし、プローブの固定、およびタングステンの探針を接着固定することにより、音叉型水晶振動子の振動特性が大きく変化している(共振周波数は15~30 kHzに低下)。また、探針の形成は単一加工であり、音叉型水晶振動子の作製に対して追加加工が必要であるため、生産性に制限があることが問題点として挙げられる。

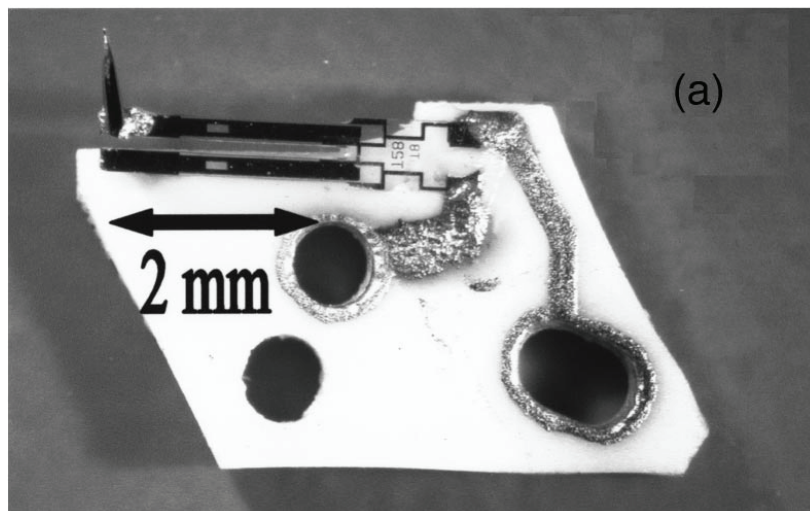


図 1-5 市販の音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブ

1.3 本研究の目的

本研究では、AFMの分解能の向上、および装置の簡素化を目的とする。具体的な方法として、(1)プローブのQ値向上、(2)プローブと加振/検出機構との一体化を実現するため、音叉型水晶振動子を用いたAFMプローブの開発を行った。本研究で提案する音叉型水晶プローブの特徴は以下の通りである。

(1) 逆相モード加振による高Q値

音叉型水晶振動子は2つの片持ち梁からなり、逆相モードで加振する(それぞれの片持ち梁を逆方向に振動させる)ことで固定部での振動エネルギー損失が低減でき、結果としてシリコン片持ち梁構造体を用いたプローブと比べて高いQ値を示す。

これにより、動的計測モードにおけるAFMの解像度の向上が図られる。また、Q値の向上により、従来のシリコンプローブでは困難であった高解像度と高いばね定数が両立でき、このため、非接触モード計測時における試料とプローブの接触を防ぐことができる。

(2) 加振/検出機構のプローブへの一体化

従来の動的計測モードのAFM装置は、プローブの加振機構、および振動の検出機構といった外部装置を必要とし、装置の小型化には限界があった。本研究では、圧電材料である水晶を用いてAFMプローブを作製することで、交流電圧を印加することでプローブが加振できる。また、プローブの振動を電気信号に変換することで、従来の光学検出系を用いることなく検出できる。以上より、プローブへの加振/検出機構の一体化が実現でき、その結果、外部機構が不要となる。

(3) プローブの高い生産性

水晶はフッ化系水溶液を用いることにより、結晶異方性を用いたウェットエッチング加工ができ、その加工の特性上高い生産性を有しており、プローブの作製コストが低減できる。従来、水晶の結晶異方性を用いたウェットエッチングプロセスで

は、その結晶構造の複雑さから、AFMプローブの様な探針を先端に有する片持ち梁などといった、複雑かつ微細な構造体を作製することは容易ではなかった。本研究では、エッチングシミュレータソフトを用い、エッチング加工時に用いる保護マスク形状を設計することにより、探針と音叉型構造体とが一体化されたプローブを作製した。

また、探針とプローブとの一体化を行うことで、探針形成(探針の接着付加など)による振動特性への影響が低減でき、音叉型水晶振動子の振動特性をより活用できる。

1.4 本論文の構成

第1章では、本研究の背景として、従来のAFMプローブの問題点を示し、その解決手段として音叉型水晶振動子を用いたAFMプローブを提案した。

第2章では、一般のAFMの計測原理について述べ、本研究で提案した音叉型水晶振動子を用いたAFMプローブについての設計指針、および音叉型水晶振動子の加振方法について検討する。

第3章では、まず、音叉型水晶振動子の作製に用いた結晶異方性によるウェットエッチングプロセスの特徴を述べる。次に、ウェットエッチングプロセスに用いる保護マスクパターンと作製した音叉型構造体との関係を示し、本研究で作製した探針と音叉型構造体とが一体化されたプローブを示す。また、FIB(focused ion beam)装置による微小かつ先鋭性の高い探針の形成方法について示す。

第4章では、作製した音叉型水晶振動子の基本特性評価として、圧電性により自励加振を行い、振動モードに対する周波数応答特性の計測結果を示す。また、AFMプローブとして用いるための自己検出機能の評価試験として、振動の電気信号検出について述べる。

第5章では、本研究で作製した音叉型水晶振動子を市販のAFM装置に実装し、計測を行った結果を示す。プローブは水晶の圧電性を用いて加振し、試料表面の計測は従来の光学検出系を用いた方法、およびプローブの自己検出機能を用いた方法で行い、自励加振および振動の自己検出機能の評価した。

第6章では本研究の結果をまとめ、結論を述べる。

第2章 音叉型水晶振動子の設計

本章では、まず AFM の計測原理について述べ、その特徴および問題点を挙げる。次に、本研究で提案する音叉型水晶振動子の特徴を述べ、プローブの設計および加振に関する指針を示す。

2.1 AFM の計測原理

AFM は、先端に探針を持つ片持ち梁構造体をプローブとして用い、探針先端と試料表面との間に作用する原子間力によるプローブの変形、もしくは振動挙動の変化を計測し、かつプローブを 3 次元に走査することで試料表面像を得る装置である(図 2-1)。プローブの変位検出は、一般に光てこ法と呼ばれる光学検出系を用いている。光てこ法とは、光源(レーザーダイオード)からプローブの背面に光を照射し、反射光の角度の変化を光学センサにより検出することにより、プローブの変形を計測する方法である。光学センサには 4 分割フォトダイオードが用いられ、それぞれの分割領域に入射される反射光量の差分からプローブの変形の検出を行う。

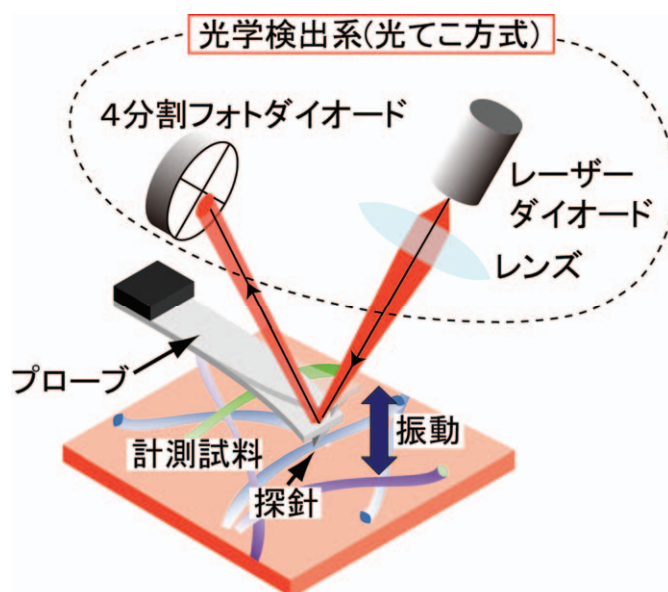


図 2-1 AFM 計測の概略

AFM の計測方式は主に(1)プローブを試料表面に接触させ、プローブの変形量から試料の表面形状を計測する”接触モード”, (2)プローブをその共振周波数付近で加振し、試料表面に周期的に接触させ、その振動挙動 (振幅, 位相) を検出することで試料表面の性状計測を行う”タッピングモード”[36], (3)プローブをその共振周波数付近で加振し、試料表面に接触させることなく、探針と試料表面との間に働く相互作用力による振動挙動 (振幅, 位相), もしくは共振周波数の変化から試料表面の性状計測を行う”非接触モード”[37]の 3 方式がある。それぞれの計測モードの詳細を以下に述べる。

(1)接触モード

接触モードは、探針を試料に接触させた状態でプローブを走査し、片持ち梁の変位から探針と試料との間の相互作用力を検出し、試料表面の凹凸を計測する方法である。相互作用力について、遠距離では主にファン・デル・ワールス力による引力が、近距離では主にパウリの排他律による斥力が働く。接触モードによる AFM 計測では、分解能は片持ち梁のばね定数、および探針の先鋭性に強く依存する。また、計測時の問題点として、探針と試料との接触により、互いに比較的強い力が加わるため、探針の先端および試料を破壊することが挙げられる。よって、軟性材料の計測には不向きであり、タッピングおよび非接触モードによる計測方法と比べて汎用性が低い。

(2)タッピングモード

タッピングモードによる AFM 計測の構成を図 2-2 に示す。計測時には、まず、プローブを外部の圧電振動子により共振周波数付近で加振する。次に、プローブを z 軸 (高さ) 方向に移動し、試料表面に周期的に接触させる。この時、試料表面の凹凸に応じて振幅が減少する。この振幅の変化量を検出し、フィードバック回路を用いることで、振動振幅の減少量が一定となるように試料ステージを z 軸方向に移動させる。同時に x, y(平面)方向に試料もしくはプローブを走査することにより、試料表面の 3 次元像を得ることができる。画像情報としては、凹凸の高さ(フィードバック回路による試料ステージの z 方向への移動量)、振幅および位相の変化量が用いられる。

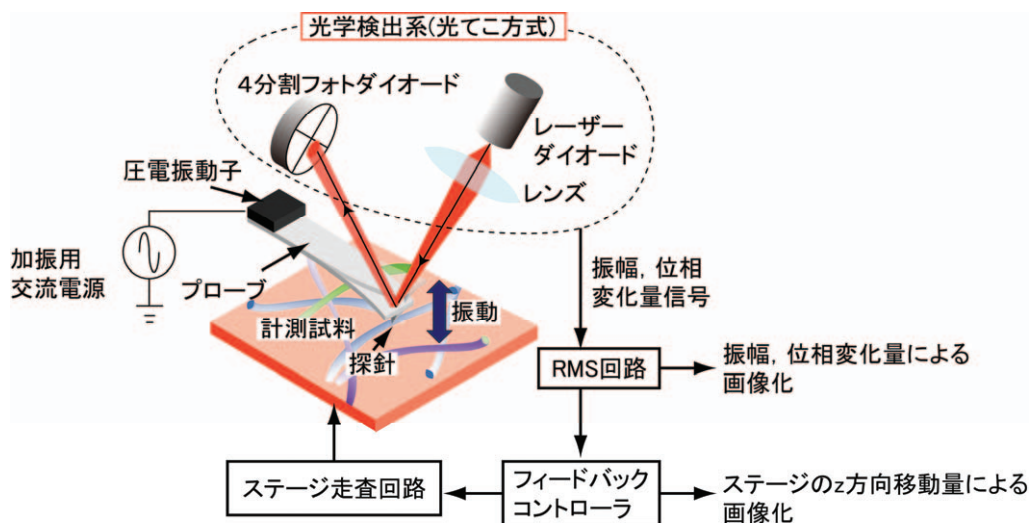


図 2-2 タッピングモード AFM

(3)非接触モード

非接触モードによる AFM 計測の構成を図 2-3 に示す。計測時は、タッピング型と同様にプローブを外部から共振周波数付近で加振する。プローブのばね定数を k 、有効質量を m とした場合、共振周波数 f_0 は式(2.1)で与えられる。

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (2.1)$$

次に、加振したプローブを試料表面に接触しない領域(探針-試料間距離 1 nm 未満)まで接近させる。このとき、探針と試料表面間に働く相互作用力により、共振周波数は f' へと変化する(図 2-4)。なお、相互作用力は等価的なばね定数 k' として表される。

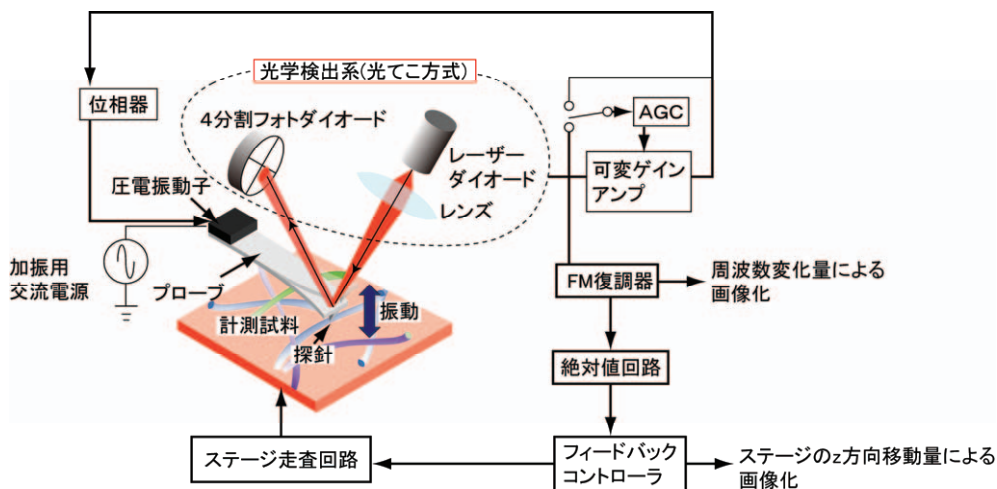


図 2-3 非接触モード AFM

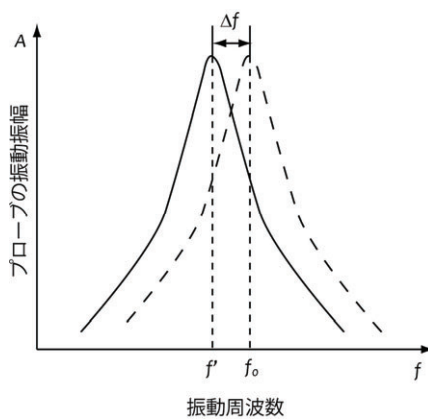


図 2-4 非接触型 AFM における力検出の原理

$$f' = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k - k'}{m}} \quad (2.2)$$

ただし

k' : 相互作用力と等価的なばね定数の変化量

プローブに引力が作用する場合、プローブの等価的なばね定数は減少し、図 2-3 に示す様に共振周波数は減少する。 $k \gg k'$ であるとき、等価的なばね定数は近似的に式(2.3)で求められる。

$$k' = 2k \frac{\Delta f}{f_0} \quad (2.3)$$

ただし

$$\Delta f = f_0 - f'$$

よって、共振周波数の変化量を求めることで試料と探針間に働く相互作用力を算出することができる(FM(frequency modulation)検出法[26])。

非接触型 AFM 計測では、可変ゲインアンプ、AGC (automatic gain control)回路、および移相器(正帰還が最大となるように位相調整を行う機構)からなる正帰還発振ループにより、プローブの振動振幅を一定値に維持する。式(2.3)で示したプローブの共振周波数の減少を FM 復調器で測定し、周波数の変化量を一定に保つように試料ステージを z 軸方向に操作する。この周波数の変化量および試料ステージの変化量より、試料表面の性状計測を行う。

2.2 音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブ

本研究で提案する音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブの概観を図 2-5 に示す。本プローブは 2 つの片持ち梁と実装時における固定部で構成されており、片側の片持ち梁の先端には探針が形成されている。また、片持ち梁の周囲、固定部の表面および側面には加振および検出用の電極が配置されている。

動的 AFM 計測時において、音叉型水晶プローブは試料に対して垂直に配置し、電極に交流電圧を印加することにより共振周波数付近で加振することが可能である(自己加振機能)。その状態で試料表面に接近させ、探針と試料との間に働く相互作用力による振動挙動の変化を電気信号として検出することにより (自己検出機能)、試料表面の凹凸像を計測する(図 2-6)。

音叉型水晶プローブの振動モードには、それぞれの片持ち梁が同方向に振動する”同相モード”，逆方向に振動する”逆相モード”がある(図 2-7)。この内、逆相モードは片持ち梁の振動モーメントがその根元部分で打ち消しあい、振動子の固定部が節となるため、振動エネルギー損失の低減、すなわち高い Q 値をもたらす。本プローブは、それぞれの片持ち梁に対する加振用印加電圧の位相を π ずらすことにより、同相および逆相モードで加振することが可能である。なお、音叉型水晶プローブの加振方法の詳細、および

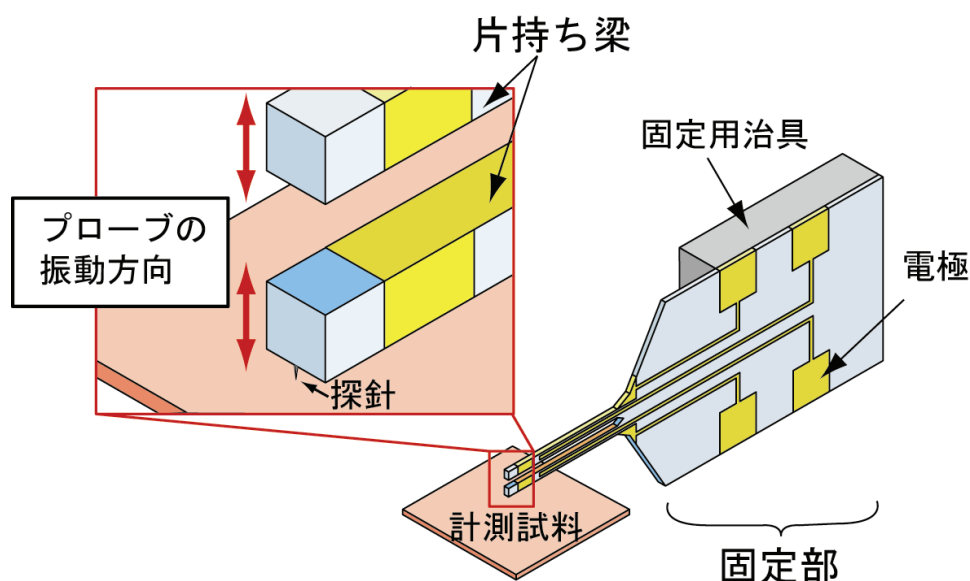


図 2-5 本研究で提案する音叉型水晶 AFM プローブ

Q 値の向上についての検討は 2.4 節にて、自己加振および自己検出機能に関する評価の詳細は 4 章にて述べる。

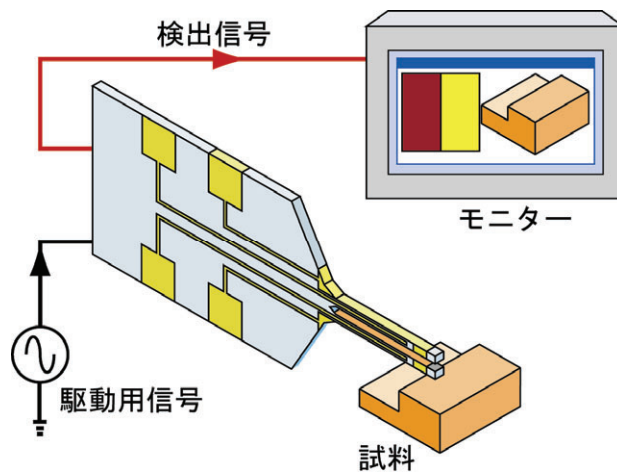


図 2-6 音叉型水晶プローブの自己加振および検出機能による計測の概要

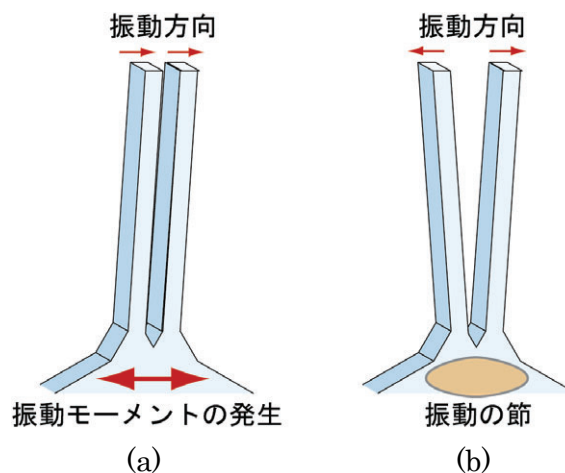


図 2-7 音叉型構造体の振動モード (a)同相モード, (b)逆相モード

2.3 AFM プローブの検出感度に関する検討

非接触モード AFM の分解能とプローブの形状や材料物性、振動挙動に関するパラメータ(ばね定数, 共振周波数, Q 値)との関係について検討し, 本研究で提案する音叉型水晶振動子の設計指針, および AFM プローブとして用いる場合における分解能について述べる。

2.3.1 非接触モード AFM の検出分解能

非接触型 AFM について, 片持ち梁構造体をプローブとし, FM 法(frequency modulation: 周波数変調)により探針と試料間に生じる相互作用力を検出する際, 最小検出限界値 F_{min} は式(2.4)で表される[26,37]。

$$F_{min} = \frac{d}{nA} \sqrt{\frac{4k_bTB}{2\pi}} \sqrt{\frac{k}{f_0Q}} \quad (2.4)$$

ただし

d : 探針先端と試料間との距離 [m]

n : 探針と試料との相互作用によって決まる定数($n=3\sim6$)

A : 振動振幅 [m]

k_b ボルツマン定数 1.381×10^{-23} [J/K]

T : 絶対温度 [K]

B : 検出系のバンド幅 [Hz]

k : プローブのばね定数 [N/m]

f_0 : プローブの共振周波数 [Hz]

Q : プローブの Q 値

k, f_0 および Q はプローブの形状や材料物性値, 固定条件によって決定される。式(2.4)より, 非接触型 AFM の最小検出力, 言い換えれば計測時における分解能は, (1)ばね定

数の減少, (2)共振周波数の増加, (3)Q 値の増加により向上する。

一般に用いられているシリコン AFM プローブは, 共振周波数および Q 値を向上することが難しく, その結果, 解像度の向上を図るためにばね定数が低くなる(数~数十 N/m)ように設計している。しかし, 試料表面に水などの吸着層が存在する場合, プローブには原子間力に比べ強い吸着力が働き, 探針と試料とが接触してしまう。この結果, 大気下での計測や, 生体試料などを液中で計測する場合に適用出来ないという問題が生じる。

そこで, 本研究では吸着層が存在する場合においても安定して試料が計測できることを第一優先として, まずプローブのばね定数を決定することとした。

AFM 計測の解像度の向上を図ると同時に, 計測時におけるプローブと試料との吸着を防ぐために必要なばね定数(寸法)について検討を行った。以下に, 具体的な方法を述べる。

2.3.2 プローブの設計指針

AFM プローブとして用いられる矩形断面を持つ片持ち梁構造体を板ばねとして考えた場合, ばね定数 k , および共振周波数 f_0 はそれぞれ式(2.5), (2.6)によって求められる。

$$k = \frac{Ebh^3}{4l^3} \quad (2.5)$$

$$f_0 = \frac{1.875^2}{2\pi} \sqrt{\frac{E}{12\rho} \frac{h}{l^2}} \quad (2.6)$$

ただし

E : 材料の縦弾性係数

b : 片持ち梁の断面幅

l : 片持ち梁の長さ

h : 片持ち梁の断面厚さ

ρ : 材料の密度

式(2.5)および(2.6)を式(2.4)に代入することにより、片持ち梁の形状に対するプローブの相互作用力の最小検出限界 F_{min} は式(2.7)と表すことができる。

$$F_{min} = \alpha \sqrt{\frac{bh^2}{l}} \sqrt{\frac{1}{Q}} \quad (2.7)$$

ただし

$$\alpha = \frac{d}{nA} \frac{\sqrt[4]{3\pi^2\rho E}}{1.875} \sqrt{\frac{4k_bTB}{2\pi Q}} \quad (2.8)$$

式(2.8)より、相互作用力の最小検出限界 F_{min} は $\sqrt{b}h$ に対し比例し、 \sqrt{l} に対し反比例する。よって、 b, h の値を小さくする、もしくは l の値を大きくすることにより、 F_{min} の値を下げ、AFM 計測時の分解能を向上することができる。

上記に示すように、ここでプローブのばね定数について考える。大気中で計測する場合、試料表面には水などの吸着層が存在するため、ばね定数が低い場合、プローブが吸着層に引き込まれることで探針や試料の損傷が生じる。このため、プローブのばね定数は式(2.9)を満たす必要がある。

$$kA = \frac{Ebh^3}{4l^3} A \geq F_c \quad (2.9)$$

ただし

F_c : 吸着力

A : プローブの振動振幅

動的計測モードにおける AFM プローブの一般的な振動振幅 A は 1~10 nm であり、吸着力 F_c は、文献値より 100~500 nN 程度とした[38,39]。

以上より、プローブの形状は、試料表面に吸着しない条件(式(2.9))を満たし、かつ最小検出力限界(式(2.7))を向上すべく設計した。

本研究では、上記の検討に加え、3章で後述する加工プロセスを考慮し、音叉型水晶振動子の片持ち梁の寸法を決定した(図 2-8 および表 2-1)。設計した片持ち梁の幅および厚さは $100\ \mu\text{m}$ 、長さは $1500\ \mu\text{m}$ であり、この場合におけるばね定数の理論値は、式(2.5)より $578\ \text{N/m}$ となった。プローブ加振時の振幅 $A=10\ \text{nm}$ とするとき、式(2.9)において条件を満たす値となる。また、片持ち梁の共振周波数の理論値 f_0 は式(2.6)より、 $38.9\ \text{kHz}$ となった。

なお、ばね定数および共振周波数の計算において、水晶の縦弾性係数および質量密度は表 2-2 の値を用いた。

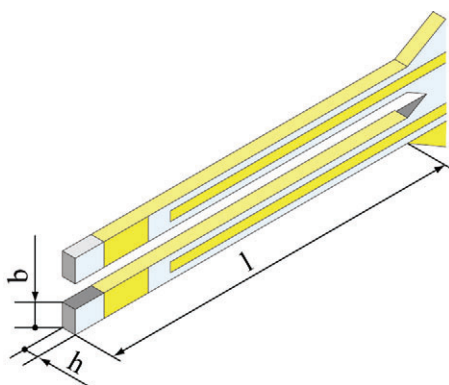


図 2-8 片持ち梁の寸法

表 2-1 片持ち梁の仕様

片持ち梁の寸法		
Length	l [μm]	1500
Width	b [μm]	100
Thickness	h [μm]	100
理論値		
Spring constant	k [N/m]	578
Resonant frequency	f_0 [kHz]	38.9

表 2-2 各材料における物性値

	水晶	シリコン
E [Gpa]	78	170
ρ [kg/m^3]	2650	2328

2.3.3 検出感度と材料物性値および振動特性との関係

材料物性値

プローブの材料にシリコンおよび水晶を用いた場合において、材料物性値(表 2-2)が検出感度に与える影響を検討する。式(2.7)および(2.8)より、片持ち梁の形状および振幅が等しい条件において、シリコンおよび水晶をプローブの材料として用いた場合の最小検出分解値 F_{min} の比 γ は、式(2.10)で与えられる。

$$\gamma = \sqrt[4]{\frac{\rho_{quartz} E_{quartz}}{\rho_{si} E_{si}}} = 0.848 \quad (2.10)$$

ただし

ρ_{quartz} : 水晶の質量密度

E_{quartz} : 水晶の縦弾性係数

ρ_{si} : シリコンの質量密度

E_{si} : シリコンの縦弾性係数

式(2.10)より、水晶を材料とした場合における最小検出力は、シリコンを材料とした場合と比べて低い値を示し、AFM の分解能を考えた場合においてシリコンに対する水晶の優位性を確認できる。

Q値

Q 値は、共振系が蓄積している振動エネルギーと、単位時間当たりに外界と出入りするエネルギーの比を表す。式(2.7)より、 F_{min} は \sqrt{Q} に対し反比例するため、Q 値を上げることにより AFM の分解能を向上することができる。Q 値による AFM 分解能の向上を検討するため、プローブの寸法を同一とし、シリコンおよび水晶を材料とする場合における Q 値に対する最小検出力 F_{min} を求めた。

図 2-9 に横軸を Q 値, 縦軸を F_{min} とする両対数グラフを示す。なお, 条件として以下の値は一定とする。

l : 片持ち梁の長さ	100 μm
h : 片持ち梁の厚さ	10 μm
b : 片持ち梁の幅	10 μm
n : 定数	6
T : 絶対温度	300 K
B : 検出系のバンド幅	10 Hz
A : 振幅	10 nm
d : 探針先端と試料との距離	0.5 nm

シリコンを材料とした AFM プローブの大気中における Q 値は, 一般に 10^2 程度である。これは, プローブを加振する際, 減衰による振動エネルギーの損失を生じるためである。これに対し, 音叉型水晶振動子の Q 値は一般に $10^3 \sim 10^4$ 程度であり, シリコン AFM プローブと比べ, 1 桁から 2 桁高い値を示す。音叉型水晶振動子が高い Q 値を示すのは, (1) 水晶の圧電性により構造体を直接加振することで効率よく加振できること, および(2)構造に対称性を持ち, 逆相モードで加振することで固定部での振動エネルギー損失が低減されることに起因する。なお, 音叉型水晶振動子の Q 値に関する検討は 2.4 および 2.5 節で行うものとする。

シリコンプローブおよび音叉型水晶振動子について, それぞれの Q 値の帯域における F_{min} を比較する場合, 音叉型水晶振動子を用いる場合の F_{min} はシリコンを用いる場合と比べて一桁以上低い値となり, AFM 計測時における高分解能を実現できる。

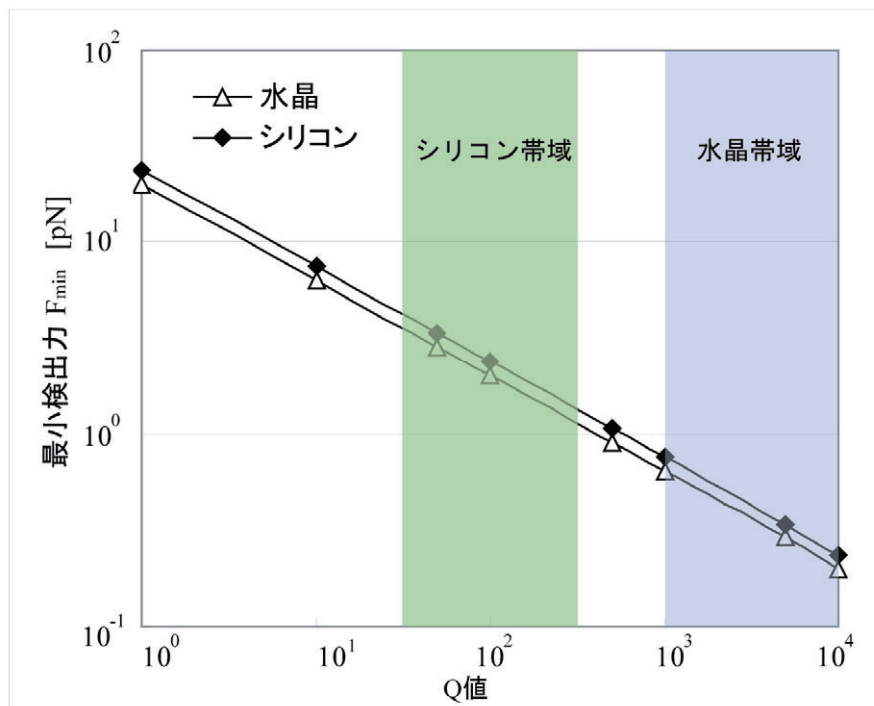


図 2-9 最小検出力と Q 値との関係

2.4 プローブ構造が振動特性に及ぼす効果の検討

音叉型水晶振動子について、構造および振動モードとQ値との関係性を、従来のシリコン片持ち梁型プローブと比較することにより検討する。

2.4.1 片持ち梁構造

一般に用いられている片持ち梁構造を持つ AFM プローブについて、概観図を図 2-10(a)に示す。プローブを有効質量 m 、ばね定数 k の板バネと仮定し、加振時の振動モデルについて考える。プローブとその固定部との間のばね定数を k' 、減衰係数を c とした場合、系全体は図 2-10(b) に示す 1 自由度振動モデルで表すことができる。プローブを加振する際、プローブと固定部との間に減衰が生じることにより、振動エネルギーの損失、すなわち Q 値が低下する。この振動モデルにおいて、系の固有振動数 f_0 は式(2.11) で表される。

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{kk'}{m(k+k')}} \quad (2.11)$$

式(2.11)において、 $k \ll k'$ 、すなわち片持ち梁が完全に固定されていると仮定した時、共振周波数は式(2.12)となる。

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (2.12)$$

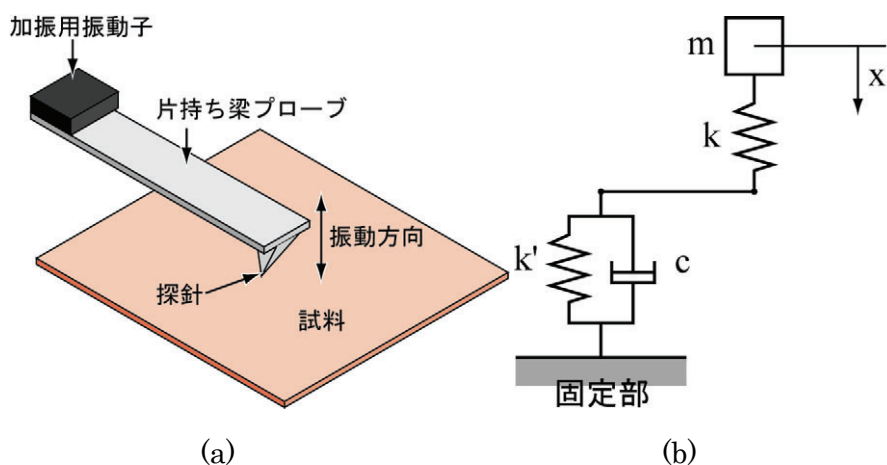


図 2-10 片持ち梁構造を持つプローブ (a)概観図, (b)振動モデル

2.4.2 音叉型構造

音叉型構造を持つプローブについて、概観を図2-11(a)に示す。ここで、理想的な音叉構造体について、図に示す中心軸に対し対称性を持ち、それぞれの片持ち梁を質量 m 、バネ定数 k の板ばねとする2自由度系の振動モデルとして扱うことが出来る。よって、片持ち梁構造体を持つプローブの時と同様に、固定部との間のバネ定数を k' 、減衰係数

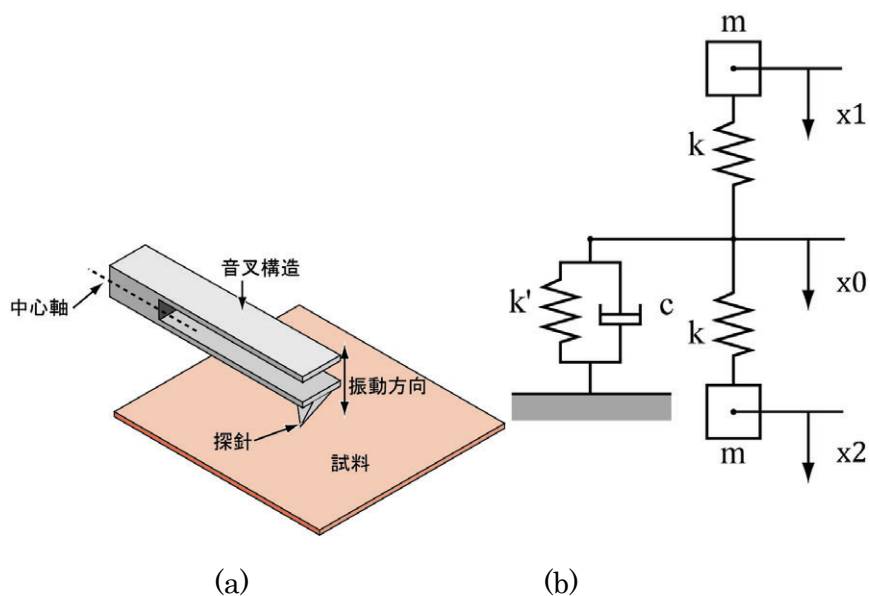


図 2-11 音叉型構造を持つプローブ (a)概観図, (b)振動モデル

を c とし,系全体として図2-13(b)に示す振動モデルで表すことができる。

振動モデルにおいて,系の固有振動数 f_1, f_2 ($f_1 < f_2$) は式(2.13)および(2.14) で与えられる。

$$f_1 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{kk'}{m(2k+k')}} \quad (2.13)$$

$$f_2 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (2.14)$$

振動モードについて,振動数が f_1 の場合,それぞれの片持ち梁は図2-12 (a)に示すように同相に振動する(同相モード:片持ち梁の変位 $x_1=x_2$)。この場合,音叉構造体の固定部において,片持ち梁の振動による変位(x_0)が生じ,この結果,振動の減衰によりQ値が低下する。

これに対し,周波数が f_2 の場合,それぞれの片持ち梁は図2-12(b)に示すように逆相に振動する(逆相モード:片持ち梁の変位 $x_1=-x_2$)。この場合,それぞれの片持ち梁の振動は根元部分において打ち消しあうため,固定部分において振動が生じず(x_0 は常に零となる),減衰によるエネルギー損失が生じない。よって,系全体として見た場合,Q値の減少を抑えることが可能となる。

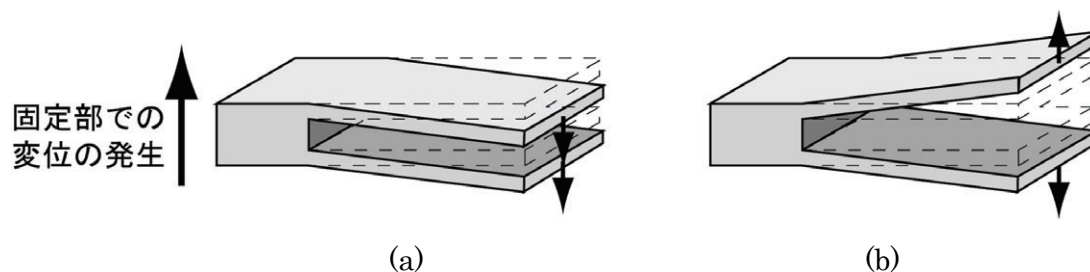


図 2-12 音叉型構造体の振動モード (a)同相モード, (b)逆相モード

以上の検討より、プローブが(1) 音叉型構造を持ち、(2) それぞれの片持ち梁を逆相で振動させることにより、 Q 値の向上が可能である。

2.5 プローブの加振方法に関する検討

2.5.1 音叉型構造体の加振方法

音叉型構造を持つプローブについて、 Q 値を高く維持するためにはそれぞれの片持ち梁を逆相で振動させる（音叉型構造体を逆相モードで加振する）必要がある。本節では条件を満たすための音叉型構造体の加振方法について検討する。

(1)外部加振機構を用いた加振方法

まず、従来のAFM計測で用いられている方法と同様に、音叉型構造体の固定部分に加振機構として圧電振動子を配置し、外部から加振する方法について考える(図2-13(a))。この場合、音叉型構造体の振動モデルを考えたとき、それぞれの片持ち梁に加わる強制外力の向きは常に同じ方向となり、音叉型構造体は同相モードで励振されやすくなるため、適切ではないと考える(図2-13(b))。

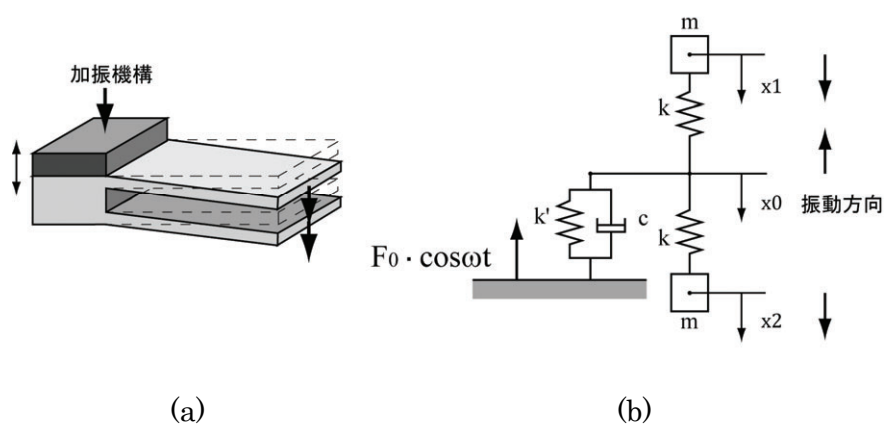


図 2-13 外部加振機構を用いた加振方法 (a)概略図, (b)振動モデル

(2)片持ち梁に直接外力を加える方法

次に、片持ち梁に対し、図 2-14 (a)および図 2-15(a)に示す様に直接外力を与え、音叉型構造体を加振する場合について、(a) 一方のみの片持ち梁に対して外力を直接加える場合、および(b) 両方の片持ち梁に対して直接外力を加える場合のそれぞれについて検討する。

(a) 一方のみの片持ち梁に対して外力を直接加える場合

片持ち梁を一方のみ加振する場合について、概観を図 2-14(a)に、振動モデルを図 2-14(b)にそれぞれ示す。この時、外力の周波数が式(2.14)で与えられた f_2 （逆相モードの共振周波数）であれば、それぞれの片持ち梁は逆相に振動し、条件を満たす。しかし、同相モード、および逆相モードの共振周波数 f_1, f_2 は一般に近い値を示すため、音叉型構造体を選択的に逆相モードで加振することは容易ではないと考える。

(b) それぞれの片持ち梁に対して直接外力を加える場合

それぞれの片持ち梁に対して直接外力を加える場合について、概観を図 2-15(a)に、振動モデルを図 2-15(b)にそれぞれ示す。この場合、図 2-15(b)に示すように、それぞれ

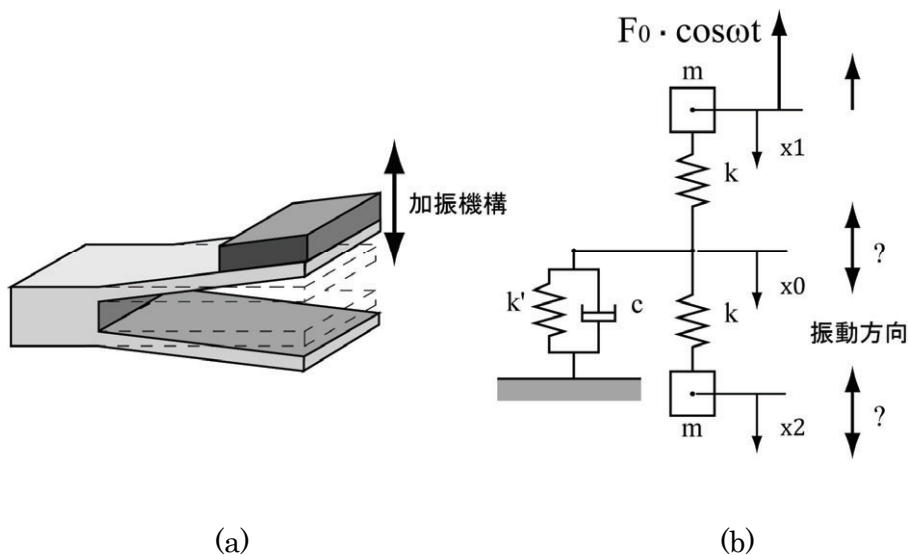


図 2-14 一方のみの片持ち梁に対して外力を直接加える場合
(a)概略図, (b)振動モデル

の片持ち梁に同じ大きさの外力を逆方向に加えることにより、音叉型構造体は逆相モードで加振することが可能となる。また、前述の(a)と比較した場合、外力の方向より、同相モードは原理的に現れない。

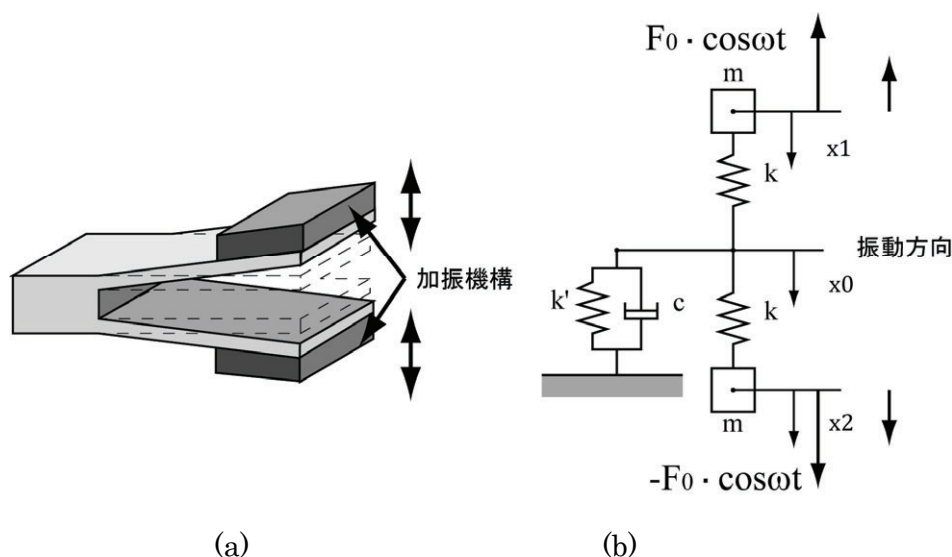


図 2-15 それぞれの片持ち梁に対して直接外力を加える場合
(a)概略図, (b)振動モデル

以上の検討より、音叉型構造体を持つプローブについて、それぞれの片持ち梁に対して直接力を加えることにより、逆相モードで加振できることが示された。しかし、片持ち梁に対して圧電素子などの加振機構を取り付ける場合、音叉型構造体の対称性および共振特性を維持するのは容易ではない。これに対し、圧電性を持つ水晶を材料とする場合、片持ち梁の表面に電極を形成し、電圧を印加することで、音叉構造体の対称性や共振特性に影響を与えることなく片持ち梁を加振できる。なお、水晶の圧電性を用いた音叉型構造体の加振方法の詳細は次項で述べる。

2.5.2 水晶振動子の加振

上述の検討より、音叉型構造体をQ値の高い逆相モードで振動させるためには、片持ち梁自身を直接加振することが望ましい。本項では、水晶振動子の圧電性について述べ、圧電効果を用いた音叉型構造体の加振方法について示す。

水晶の圧電性

水晶は圧電性を有しており、圧縮力や引張力を加えることにより分極が生じ（正圧電効果）、また、外部から電界を印加することにより、その強さに比例した歪みを生じる（逆圧電効果）。水晶は結晶学において三方晶系に属し、単位格子はz軸、およびz面上に 120° ごとに位置している3本のx軸によって表される(図2-16)。また、結晶軸について、JIS規格により、x軸の方向は圧縮力を加えた時に正の電荷を生じる方向を正として定義されている。なお、水晶の歪みの方向は、外部から印加される電界の向きに対応しており、電界の向きが反転するとそれに応じて歪みの方向も反転するため、水晶に交流電圧を印加することにより振動を発生させることができる。

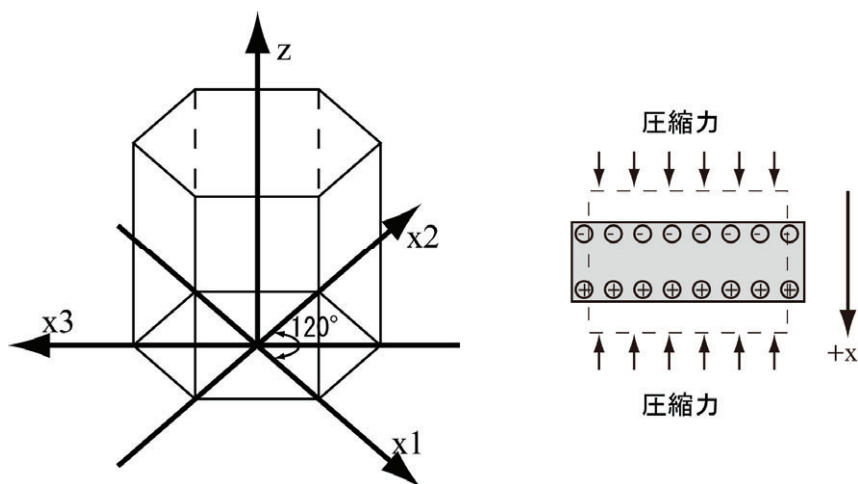


図 2-16 水晶の結晶格子の定義

以上を考慮し、水晶振動子を加振するための電極の配置と振動の方向について示す。

(1)x 軸方向への加振

片持ち梁を x 軸方向に加振するための電極配置を図 2-17(a)に示す。電極は片持ち梁の全ての周囲に配置されており、図 2-17(b)に示す様に電界（交流電圧）を印加することにより、片持ち梁を加振することができる。

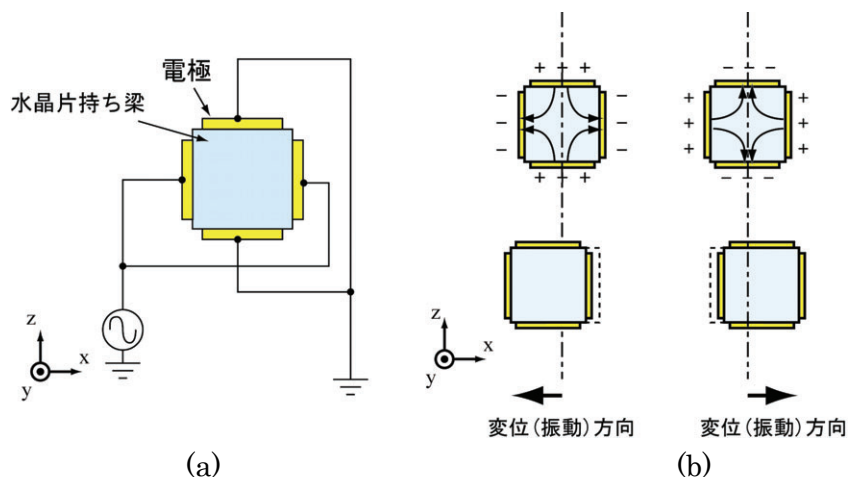


図 2-17 x 軸方向への加振 (a)電極の配置, (b)印加電圧と変位（振動）との関係性

(2)z 軸方向への加振

片持ち梁を z 軸方向に加振するための電極配置を図 2-18(a)に示す。図中において、電極は片持ち梁の側面上に分割された状態で配置されており、図 2-18(b)に示す様に電界（交流電圧）を印加することにより、片持ち梁を加振することができる。

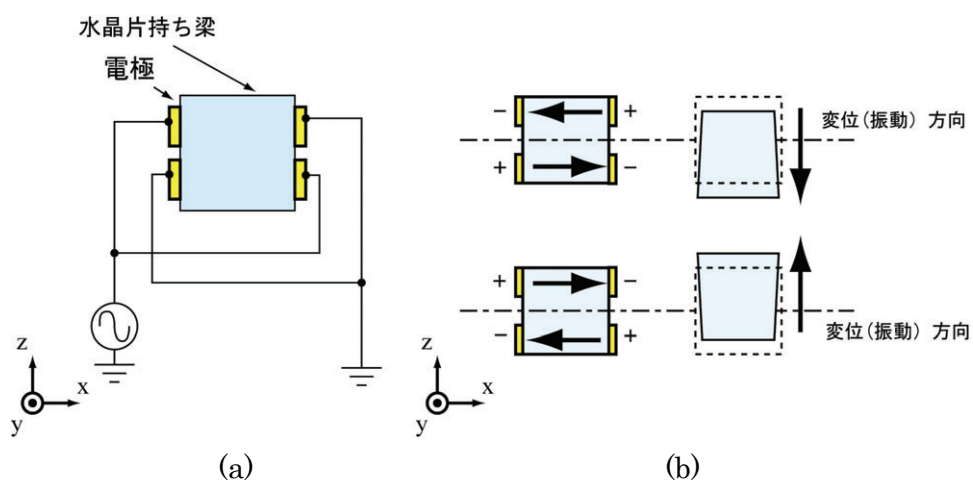


図 2-18 z 軸方向への加振 (a)電極の配置, (b)印加電圧と変位（振動）との関係性

ここで、音叉型構造を持つ水晶振動子の加振について考える。 x 軸および z 軸方向への加振のいずれの条件においても、音叉型水晶振動子は 2 つの片持ち梁に対する印加電圧の条件(電界の方向および電圧値)を等しくすることにより、同相モードで振動する(図 2-19(a)および図 2-20(a))。また、いずれか一方の片持ち梁に対する印加電圧の位相を π ずらすことにより、2 本の片持ち梁はそれぞれ逆方向に変位し、音叉型水晶振動子は逆相モードで振動する(図 2-19(b)および図 2-20(b))。

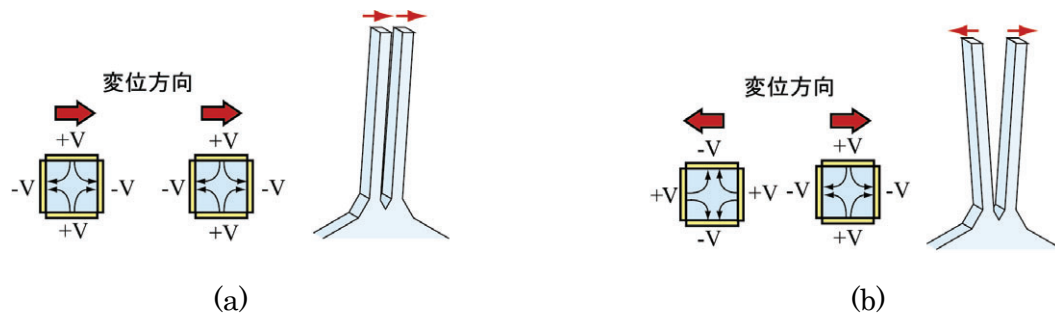


図 2-19 音叉型水晶振動子の x 軸方向への加振 (a)同相モード, (b)逆相モード

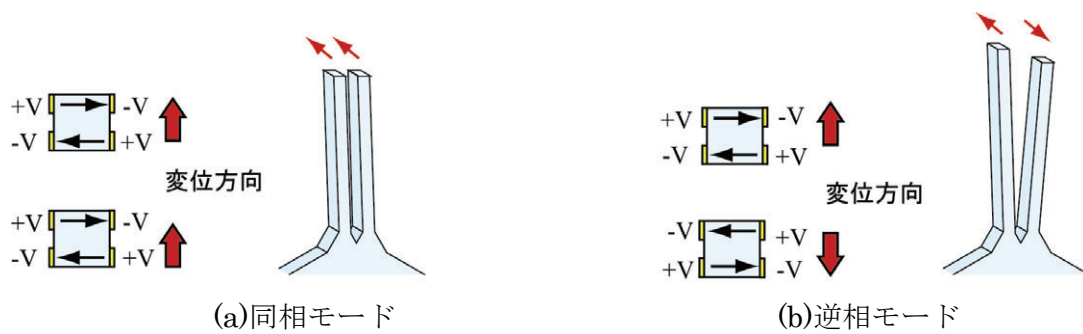


図 2-20 音叉型水晶振動子の z 軸方向への加振 (a)同相モード, (b)逆相モード

2.6 まとめ

従来のシリコンを材料とするプローブは、非接触モードにおけるAFM計測分解能を向上するためにばね定数を低く設計していたが、これは同時に計測時において試料とプローブの接触が生じやすくなるという問題点があった。よって、本章では非接触モードAFMの検出感度について理論式より検討を行い、プローブの形状、および加振方法に関する指針を示した。

本研究では、AFMの計測分解能を向上し、かつ、試料とプローブとの接触を回避するため、プローブのQ値を向上する方法を検討し、水晶を材料とした音叉型構造を持つAFMプローブを提案した。音叉型水晶振動子は、その構造特性より逆相モードで加振することで振動エネルギー損失を減少させ、片持ち梁構造体よりも高いQ値を示す。この結果、プローブのばね定数を高く維持しつつ分解能の向上が図られ、計測材料へのより幅広い適合性が期待できる。なお、音叉型水晶振動子は、水晶の圧電性を用い、電圧を印加することにより逆相モードで加振される。

また、音叉型水晶振動子をAFMプローブとして用いる場合、水晶の圧電性より、従来のAFM装置に必要であった外部加振機構、検出機能を必要としない計測系を実現でき、AFM装置を簡素化できる。

第3章 音叉型水晶 AFM プローブの作製

3.1 音叉型水晶振動子の作製

本研究では、フォトリソグラフィ技術、および水晶の結晶異方性を用いたウェットエッチングプロセスにより、AFM プローブとなる音叉型水晶振動子を作製した。本章では、水晶の結晶異方性ウェットエッチングの特徴を示し、探針と音叉型構造体とが一体化された音叉型水晶振動子の作製方法を検討する。また、探針の微細化、および先鋭性の向上を目的とした FIB(Focused ion beam:集束イオンビーム)装置による加工法について述べる。

本研究で作製した音叉型水晶振動子の概略を図 3-1 に示す。本振動子は(1)固定部、(2)片持ち梁および(3)探針で構成されており、それぞれの詳細は以下の通りである。

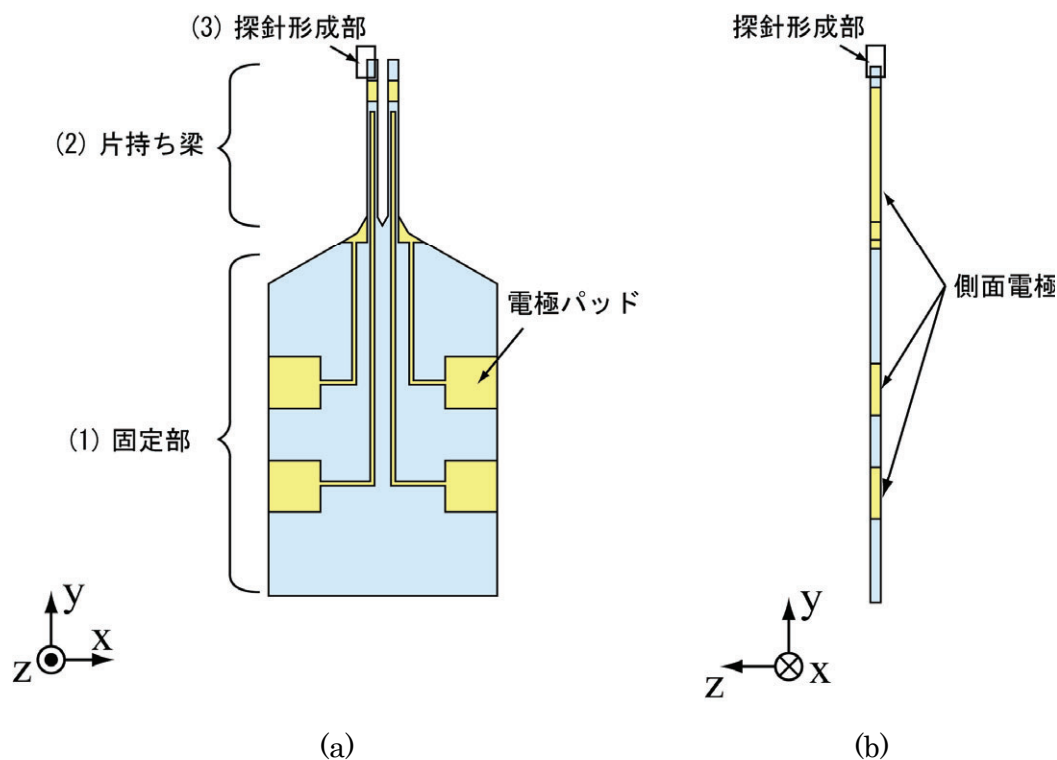


図 3-1 音叉型水晶振動子 (a)正面図, (b)側面図

(1)固定部

固定部の表裏面には、振動子の加振/振動検出用の電極パッドが形成されている。本研究では、手作業による配線を容易にするため、電極パッドのサイズは $800 \times 800 \mu\text{m}$ とし、それぞれの間隔は $200 \mu\text{m}$ 以上とした。なお、側面には、表裏面の電極パッドを結線するための電極が形成されている (図 3-1(b))。

(2)片持ち梁

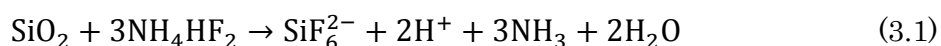
2つの片持ち梁の周囲には電極があり、固定部の電極パッドに配線されている。音叉型水晶振動子の加振時に、2つの片持ち梁の形状が異なる場合、前章で検討した通り固定部で振動が生じ、結果として Q 値の低下を招くため、形状の均一性が重要となる。また、片持ち梁の側面部に蒸着法による電極を形成するため、2つの片持ち梁の間は一定以上の間隔が必要である。本研究では、電極形成において十分な寸法として、2つの片持ち梁の間隔を $100 \mu\text{m}$ とした。

(3)探針

動的 AFM の計測原理より、探針は片持ち梁の振動方向と同じ軸上に位置する必要がある。探針の形状は AFM の分解能に大きく影響し、試料表面の微小な凹凸に追従するためにはアスペクト比が高く、先鋭性が高いことが望ましい。しかしその一方で、アスペクト比が高い探針は、負荷が加わった場合に破壊が生じやすいため、ある程度の剛性が必要である。また、探針の形成による水晶振動子の振動特性への影響を考慮する必要がある。

3.1.1 水晶のウエットエッチングプロセス

本研究では、水晶の結晶異方性を用いたウエットエッチングプロセスにより、水晶音叉型振動子の作製を行った。結晶異方性によるウエットエッチングは、一般にエッチャントと呼ばれる加工液を用い、エッチャントに対して耐性を持つマスクの形状、および各結晶方位に対するエッチレート（加工速度）の違いを組み合わせることにより、構造体を作製する加工方法である。水晶のウエットエッチングプロセスでは、エッチャントには重フッ化アンモニウム(NH_4HF_2)飽和水溶液が、マスクには Au/Cr 薄膜が主に用いられており、加工時における化学反応式は式(3.1)で表される。



ウエットエッチングプロセスの特徴として、(a)ウエハレベルで複数の構造体を一括加工することができるため、生産性に優れていること、(b)数十～数百 μm におよぶ、マイクロマシニングプロセスにおいて比較的大きい寸法で加工できることなどが挙げられる。また、反応性ガスを用いるドライエッチングプロセスと比べた場合、設備投資が安価であり、生産コストの低減が可能であるといった利点を有している。

その一方で、ウエットエッチングプロセスでは特定の結晶面を利用して構造体を作製するため、任意の形状を持つ構造体の作製には結晶方位を考慮し、かつ、マスクの形状を適切に設計することが必要となる。また、ウエットエッチングプロセスは、エッチャントにさらされている構造体が凹または凸形状であるかにより、加工の進行を支配する面が変化する点にも留意が必要になる。具体的には、凹形状である場合、エッチング後の形状は周囲に対してエッチレートの低い面により決定される(図 3-2(a))。また、凸形状である場合においては凹形状とは反対に、周囲に対してエッチレートの高い面が支配的となる(図 3-2(b))。

更に、マスクを設計する際には、アンダーカットと呼ばれる現象を考慮しなければならない。これは、加工時にマスクと水晶ウエハとの境界部分においてエッチングが進行する現象である。このため、実際の加工形状は図 3-2(a)に示す様に、マスクに対して内

側に位置することとなり，マスク設計時にはこの減少分を補正する必要がある(図3-2(a))。

以上の点を考慮し，3.1.3項では音叉型水晶振動子の作製プロセスについて，3.2節ではウェットエッチングプロセスによる振動子と探針の一体加工についての詳細をそれぞれ述べる。

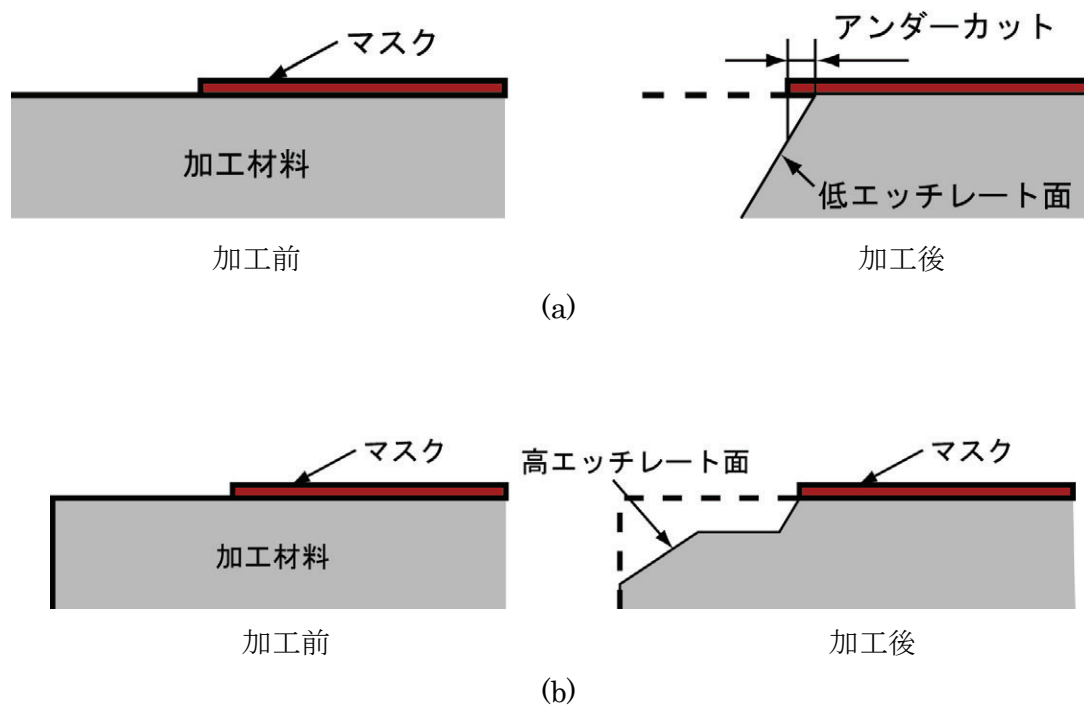


図3-2 結晶異方性ウェットエッチング (a)凹形状構造体，(b)凸形状構造体

3.1.2 音叉型構造体の作製

本研究では、音叉型水晶振動子の作製に、厚さ $100\ \mu\text{m}$ の z 面水晶ウエハを使用した。この理由は(1)ウェットエッチングプロセスによる加工において、 $\pm z$ 方向に対するエッチングレートが他の結晶方向にと比べて高い値を示すため、短い時間で加工できること、(2) z 面に直交する結晶面のエッチレートは、他の結晶面と比べて1桁から2桁低く、上述(3.1.1節)のウェットエッチングプロセスの加工特性上、音叉型振動子の側面を垂直に加工しやすいためである。

本研究におけるウェットエッチングを用いた音叉型構造体の加工プロセスを図3-4(図3-3のA-A'およびB-B'断面図)に示す。プロセスの詳細は以下の通りである。

(1) 金属薄膜の形成

水晶ウエハの $\pm z$ 面に、Au/Cr膜をスパッタリングにより形成する(厚さ: Cr 30 nm, Au 160 nm)。これらの金属膜はエッチング時のマスクとしてのみでなく、(6),(7)の工程で再度加工することにより、水晶振動子の加振/振動検出用電極としても用いられる。

(2) フォトレジストの形成

露光マスクを用い、ウエハ表裏面のAu薄膜上に音叉型構造体の外形に対応したフォトレジスト(感光材樹脂材料)を露光、現像により形成する。

(3) 金属薄膜の部分的除去

フォトレジストにより保護されていない部分のAu/Cr膜を、エッチングにより除去する。

(4) 電極形成用フォトレジストパターンの形成

露光マスクを用い、加振/検出電極の形状となるフォトレジストパターンを露光、現像により形成する。

(5) 水晶エッチング

重フッ化アンモニウム飽和水溶液をエッチャントとして用い、水晶をエッチングする。この際、エッチングが進行することで水晶ウエハが貫通する。

(6) 加振/検出電極の形成

フォトリソで保護されていない部分の Au/Cr 膜を除去することにより、加振/検出用の電極を形成する。

(7) フォトリソの除去

電極形成後、フォトリソの除去を行う。

(8) 側面上の電極形成

音叉型構造体の片持ち梁部において、シャドーマスクを用いることにより、斜め方向から側面へ Au/Cr 膜の蒸着を行う。また、固定部の側面に対しても同様に蒸着を行うことにより、表裏に配置した電極パッドの導通を得る。

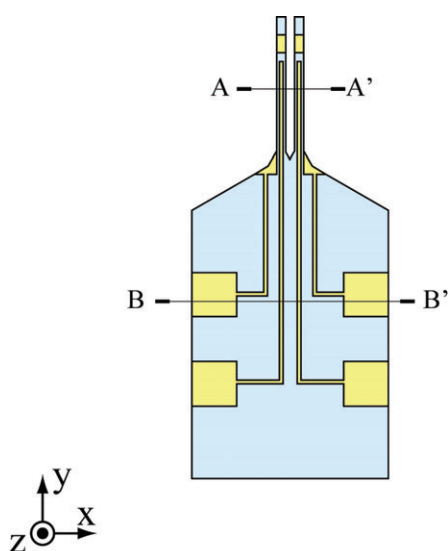


図 3-3 音叉型水晶振動子の概略図

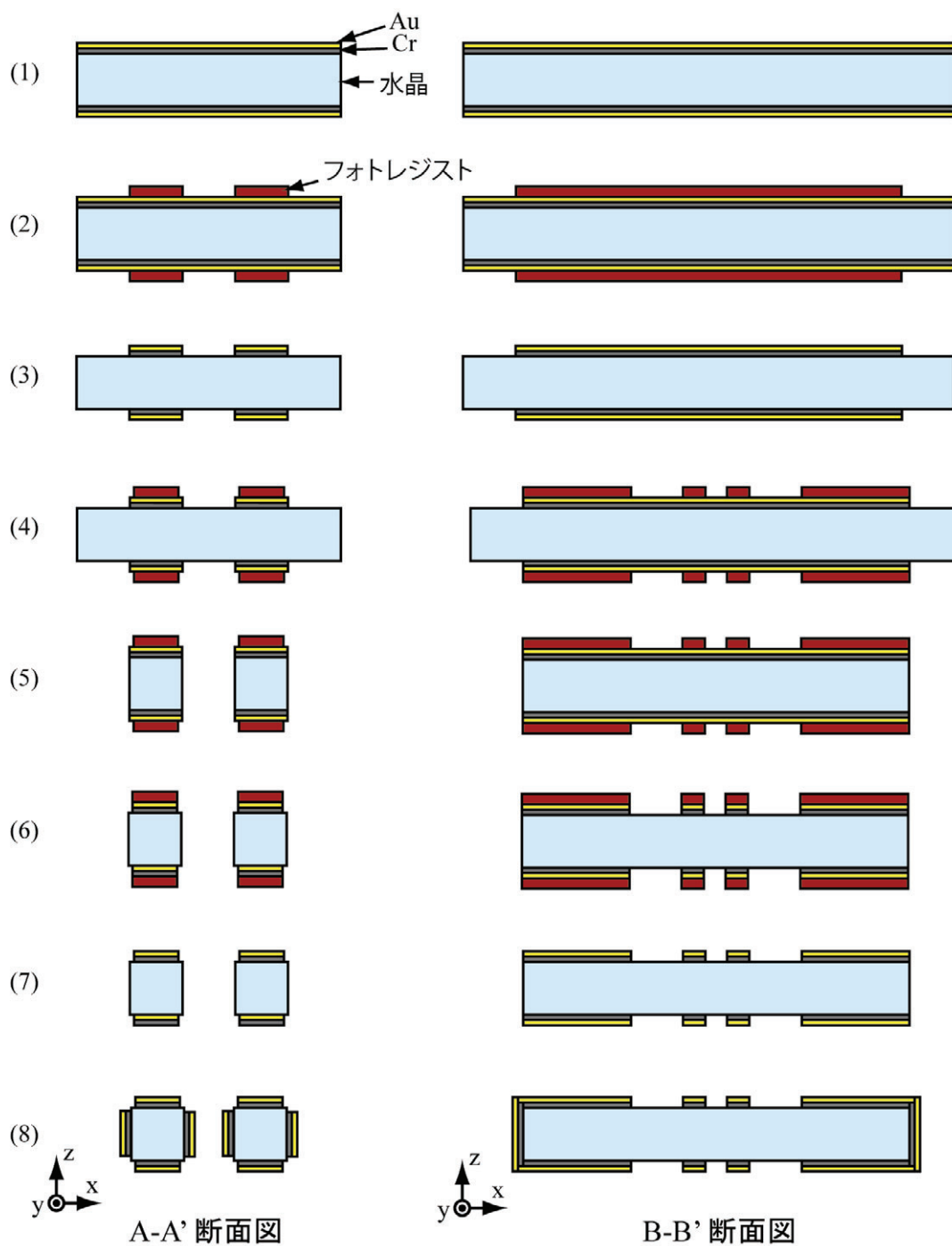


図 3-4 音叉型水晶振動子の加工プロセス

ここで、ウエットエッチングの過程における片持ち梁構造体の形状変化について考える。図3-5に、ウエットエッチングプロセスにおける片持ち梁部（図3-4 A-A'断面）の断面形状変化の概略図を示す。エッチングによる形状変化の過程は以下の通りである。

- (a)マスクの開口部において、水晶ウエハは $\pm z$ 軸方向に対してエッチングされる。
- (b)エッチングが進行することにより、ウエハは z 軸方向に対して貫通する。このとき、片持ち梁の側面部には凸型構造体が形成される。
- (c)さらにエッチングが進行することにより、凸型構造体は減少し、片持ち梁の側面が平滑に近づく。

音叉型水晶振動子の構造特性を向上するには、片持ち梁の断面形状が左右対称であり、かつ、2つの片持ち梁の形状が同じであることが望ましい。このため、側面に生じる凸構造体を除去する必要がある。また、マスクの設計には、上述の通りアンダーカットによる減少量を考慮する必要がある。本研究では、以下の手順によりウエットエッチングの条件の決定、およびマスクの設計を行った。

(1)ウエットエッチング加工時間の決定

本研究では、ウエットエッチングによる加工の過程で側面部分に生じる凸型構造体の幅（図3-5(c)）が、片持ち梁の幅に対して5%以下であれば音叉構造の対称性への影響が十分に小さくなると考え、加工に必要な時間を決定した。

(2)マスクアンダーカットによる減少量の測定

(1)により決定した加工時間後の形状より、マスクに対するアンダーカット量の測定を行った。なお、水晶の結晶構造上、 $+x$ 面と $-x$ 面は結晶学的には等価な面ではないため、アンダーカット量は異なる値を示す。

(3)補正寸法を加えたマスクの設計

(2)により求めたアンダーカット量を含めたマスクの設計を行った。

エッチングによる加工プロセスにおいて、z軸方向に対してウエハが貫通する前は加工液にさらされる基板面は凹形状であるため、加工形状はエッチレートの低い結晶面により構成される。この場合には形状を構成する面の数は比較的少ないため、マスクと加工後の形状との関係は比較的容易に予測できる。一方、ウエハの貫通後において側面に生じる凸形状の残差は、周囲の結晶面に対して相対的にエッチレートの速い面により構成され、加工の工程で逐次変化するために、加工形状を予測することが困難である。

よって、本研究ではマスクの設計にあたり、名古屋大学とみずほ情報総研が共同開発したエッチングシミュレータソフトである”FabMeister-ES(旧製品名MICROCAD)”[40]を用いて、マスクと加工後の形状との関係について検討した。

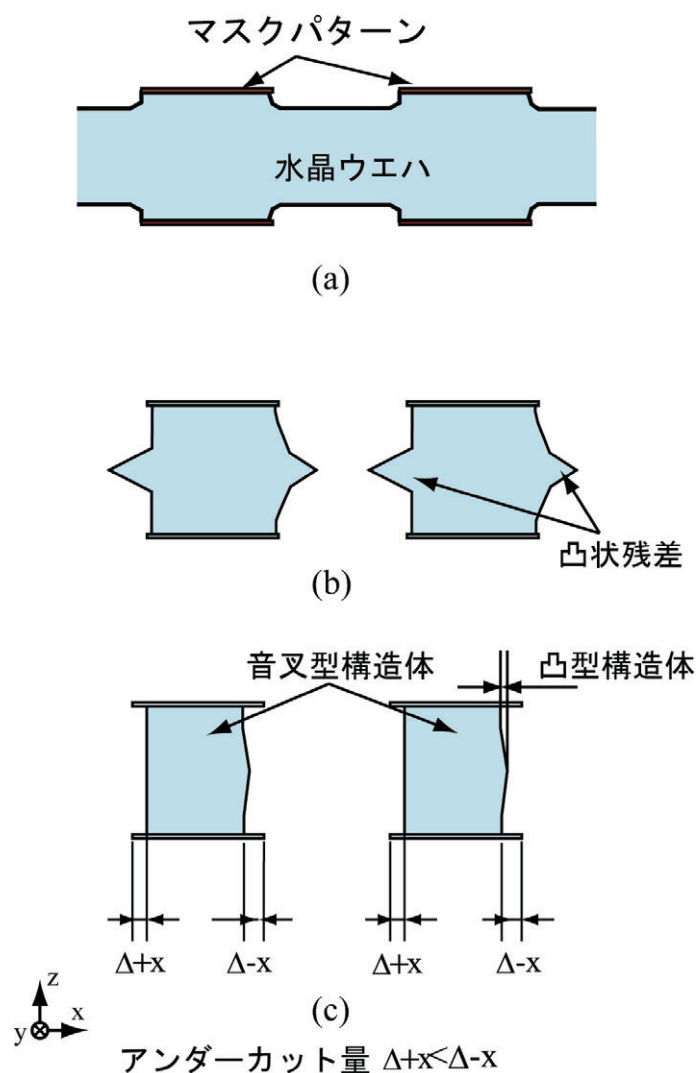


図 3-5 ウエットエッチングプロセスにおける片持ち梁部の形状変化

FabMeister-ES は、水晶の半球型試験片（図 3-6）をエッチングすることにより得られた全ての結晶方位に対するエッチレートをデータベースとして有しており、マスクおよびエッチングの条件（温度、時間、ウエハ）を決定することで、加工形状の予測が可能である。水晶の各結晶方位に対するエッチングレート分布を z 平面上に投影し、等高線表示したものを図 3-7 に示す。この図より、水晶の結晶構造に起因する z 軸に対する 3 回軸対称性が確認できる。本研究では、FabMeister-ES を用いることにより、実験的にエッチングを行い、マスクと構造体との関係を検討する場合と比べ、マスクの設計および構造体の作製にかかる時間やコストを削減した。

FabMeister-ES を用いたシミュレートの一例として、水晶の z 面ウエハの両面にマスクを形成し、エッチングを行った時の計算結果を図 3-8 に、同様の条件でエッチング

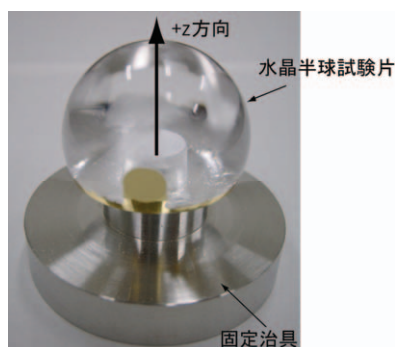


図 3-6 水晶の半球型試験片

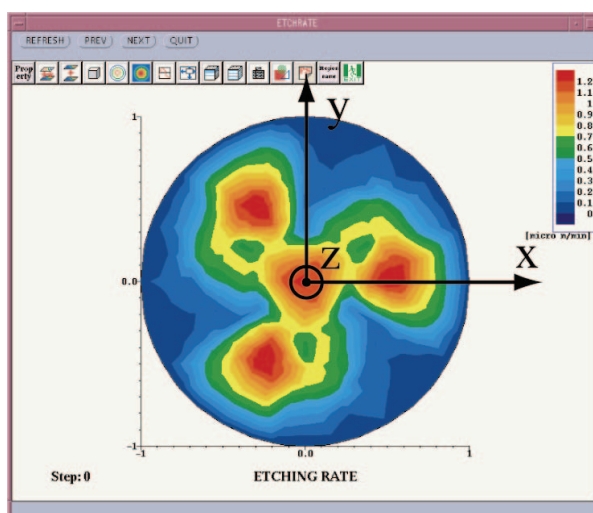


図 3-7 水晶のエッチレート分布図

を行ったウェハの断面写真を図 3-9 にそれぞれ示す。これらの比較より、シミュレータによる形状予測が十分に行われていることが確認できる。

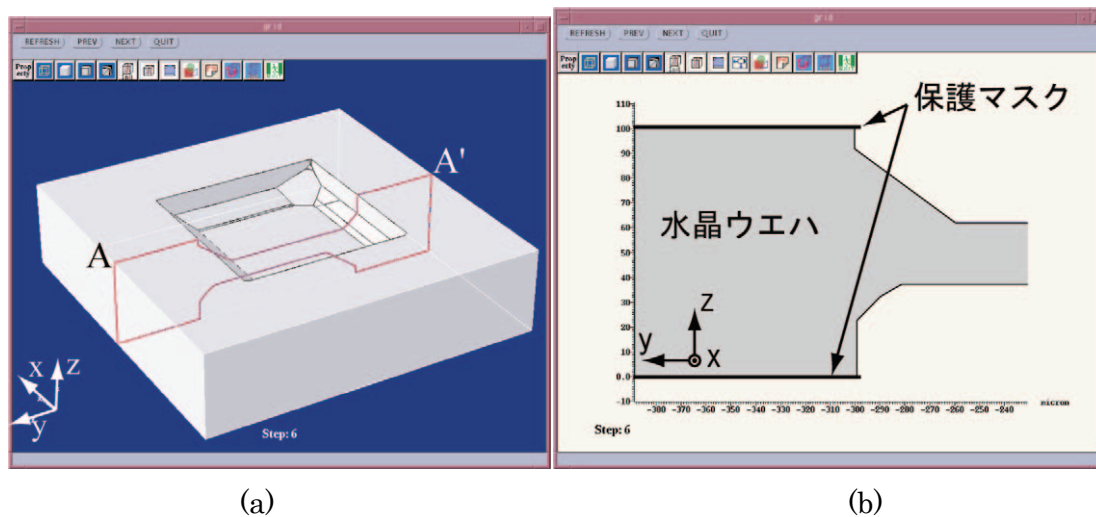


図 3-8 FabMeister-ES によるエッチングシミュレーション(a)俯瞰図, (b)A-A'断面図

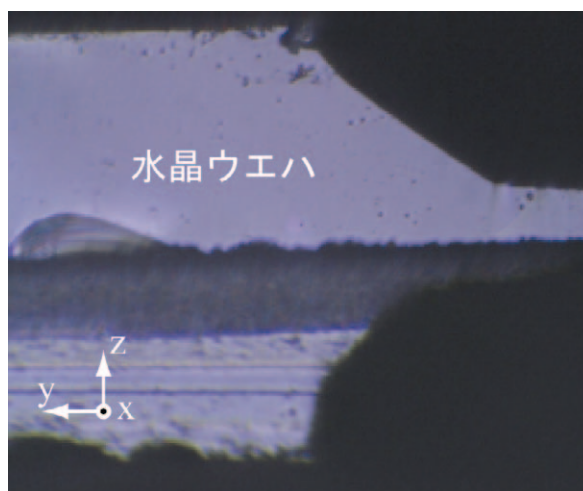


図 3-9 ウェットエッチングにより加工された水晶ウェハ(断面写真)

ウェットエッチングプロセスにおける片持ち梁の形状変化の過程を, FabMeister-ES を用いてシミュレーションした結果を図 3-10 に示す。シミュレーションの過程において, エッチング開始後 40 min.の時点でウエハが貫通し(図 3-10(b)), 更にエッチングが進行することで側面部分の凸型構造が減少していくことを確認した。また, 210 min.(図 3-10(c))において, 側面部分の凸形状の幅が目標値である片持ち梁の幅に対する 5%(本研究では片持ち梁の幅 100 μm より, 目標値は 5 μm)の値を下回っていることを確認した。

以上の手順より, 本研究ではウェットエッチングによる加工時間を 210 min.と定め

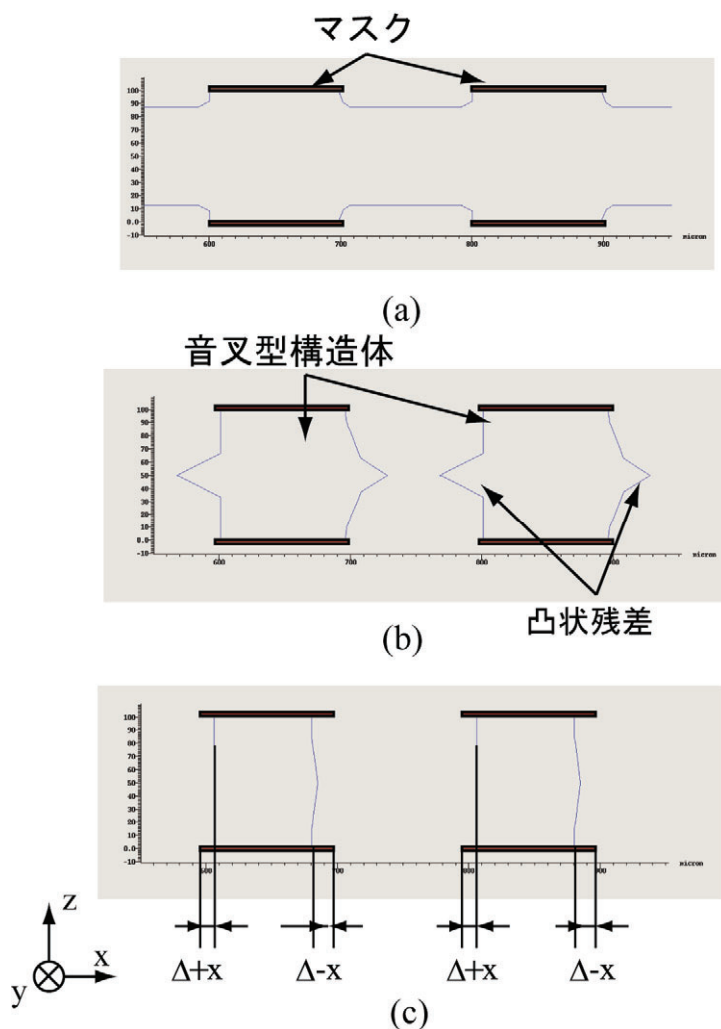


図 3-10 FabMeister-ES によるシミュレーション結果
エッチングによる加工時間(a)10 min., (b) 40 min., (c) 210 min.

た。エッチングプロセスの終了時における $\pm x$ 面に対するアンダーカット量 $\pm\Delta x$ はそれぞれ $+\Delta x=6.11$, $-\Delta x=19.78 \mu\text{m}$ である。このアンダーカット量に対して補正を行い設計したマスクパターンを図 3-11 に示す。

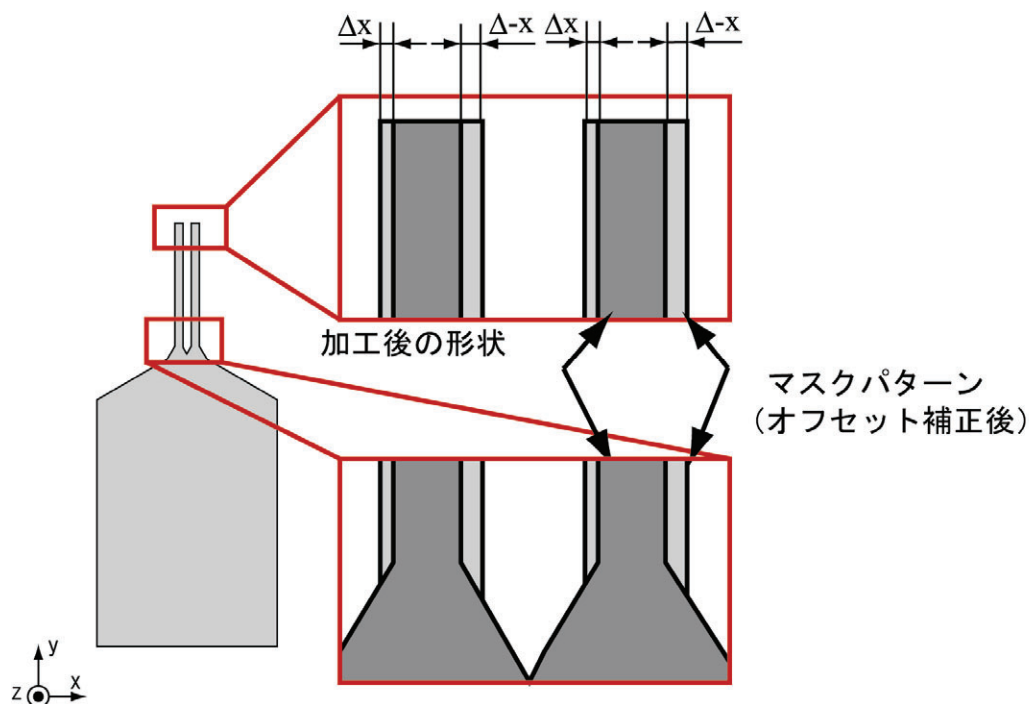


図 3-11 補正後のマスクパターン 概略図

補正後のマスクを用いて作製した水晶音叉型振動子を図 3-12 に示す。作製した片持ち梁の寸法を計測した結果、幅 b は $98\sim 99 \mu\text{m}$ であり、設計値である $100 \mu\text{m}$ に対し精度良く加工されていることを確認した。また、 $+x$ 面に形成された凸形状の幅は $3\sim 4 \mu\text{m}$ であり、目標値である $5 \mu\text{m}$ を下回った。以上より、本研究で作製した音叉型構造体は、十分な対称性を有していることが明らかになった。なお、片持ち梁の先端左上部(図 3-12 (b))は、上述のアンダーカット現象により角部がエッチングされているが、2つの片持ち梁とも同様に加工されているため、音叉構造の対称性に対する影響は低いと考える。

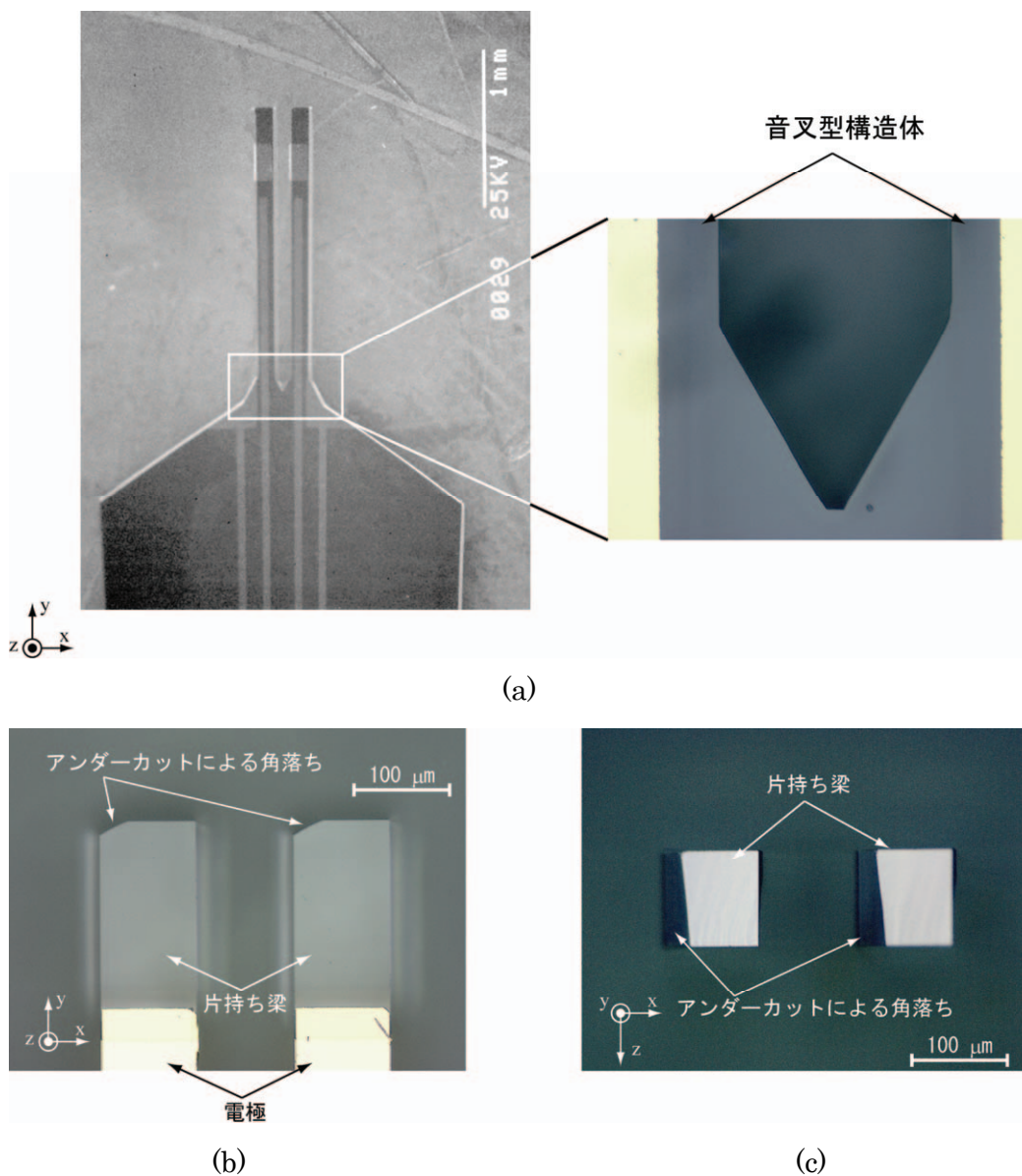


図 3-12 作製した音叉型水晶振動子

(a)全体像(SEM 像)および片持ち梁の根元部分(光学顕微鏡), (b)片持ち梁先端部,
(c)片持ち針の+y 面形状

3.2 探針の形成

音叉型水晶振動子を AFM プローブとして用いるには、探針の一体形成加工プロセスが重要となる。プローブの探針はアスペクト比および先鋭性が高いこと、また、加工による音叉型水晶振動子の振動特性への影響が低いことが望ましい。本研究では、(1)ウエットエッチングプロセス(2)FIB (fabricated ion beam system)装置を用いた 2 種類のプロセスによる探針形成加工を行った。それぞれの加工プロセスの特徴を下記に示す。

(1)ウエットエッチングプロセス

利点

- ・探針と音叉型構造体との一括加工が可能であり、かつ、プロセスの特性上、生産性に優れている。
- ・探針を付着させるための接着材などを必要とせず、音叉構造体の振動特性を維持できる。

問題点

- a. 作製される構造体の形状は水晶の結晶構造より決まるため、探針の形状、および位置を任意に決めることは容易ではない。
- b. 加工プロセスは時間によって制御されており、形状のばらつきが起きやすい。特に探針の様に凸型構造体の形状は、エッチングレートの高い結晶方位面により決定され、1分未満の短時間でも形状が変化する。

これらの問題点について、a.についてはエッチングシュミレータである FabMeister-ES を用いて探針形成用のマスクを設計することにより、探針の作製および形状の制御を試みた。また、b.については、水晶の各結晶方位に対するエッチレートはエッチャントの温度に対してほぼ比例して増加することが報告されており[40]、探針の外形が形成されたのちに、エッチャントの温度を下げることで、エッチレートを低くすることで形状の制御が容易になると考えられる。

(2)FIB 加工プロセス

利点

- ・任意の位置に対してナノオーダーの極微小構造体が作製可能であり，音叉型水晶振動子の振動特性への影響が小さい。
- ・堆積加工と除去加工とを組み合わせることにより，高い先鋭性を持つ探針の作製が可能である。

問題点

- ・音叉型水晶振動子を作製したのちの追加工が必要となり，また，単一加工のため，ウエットエッチングプロセスと比べて生産性が低い。

それぞれの加工方法について，詳細を以下に述べる。

3.2.1 エッチングによる振動子と探針の一体加工

3.1.2 で述べた様に，ウエットエッチングプロセスにおいて，マスクと加工形状との関係を予測することは容易ではなく，特に探針などのナノオーダーの極微細構造体の作製は非常に困難である。よって，音叉型構造体の作製時と同様に，探針形成用マスクの設計には FabMeister-ES を用いた。

本研究では，探針と音叉型水晶振動子との一体化を図るため，図 3-13 に示す音叉型水晶振動子の片側先端部分に L 字型の探針作製用補償マスクパターンを施した。補償マスクパターンは，x 軸方向に対し平行なブリッジ部，およびその支持部によって構成されている。表裏面のブリッジ部の幅 (y 軸方向に対する幅) は異なり，表面は裏面に対し，狭く設計した(図 3-13(b),(c))。

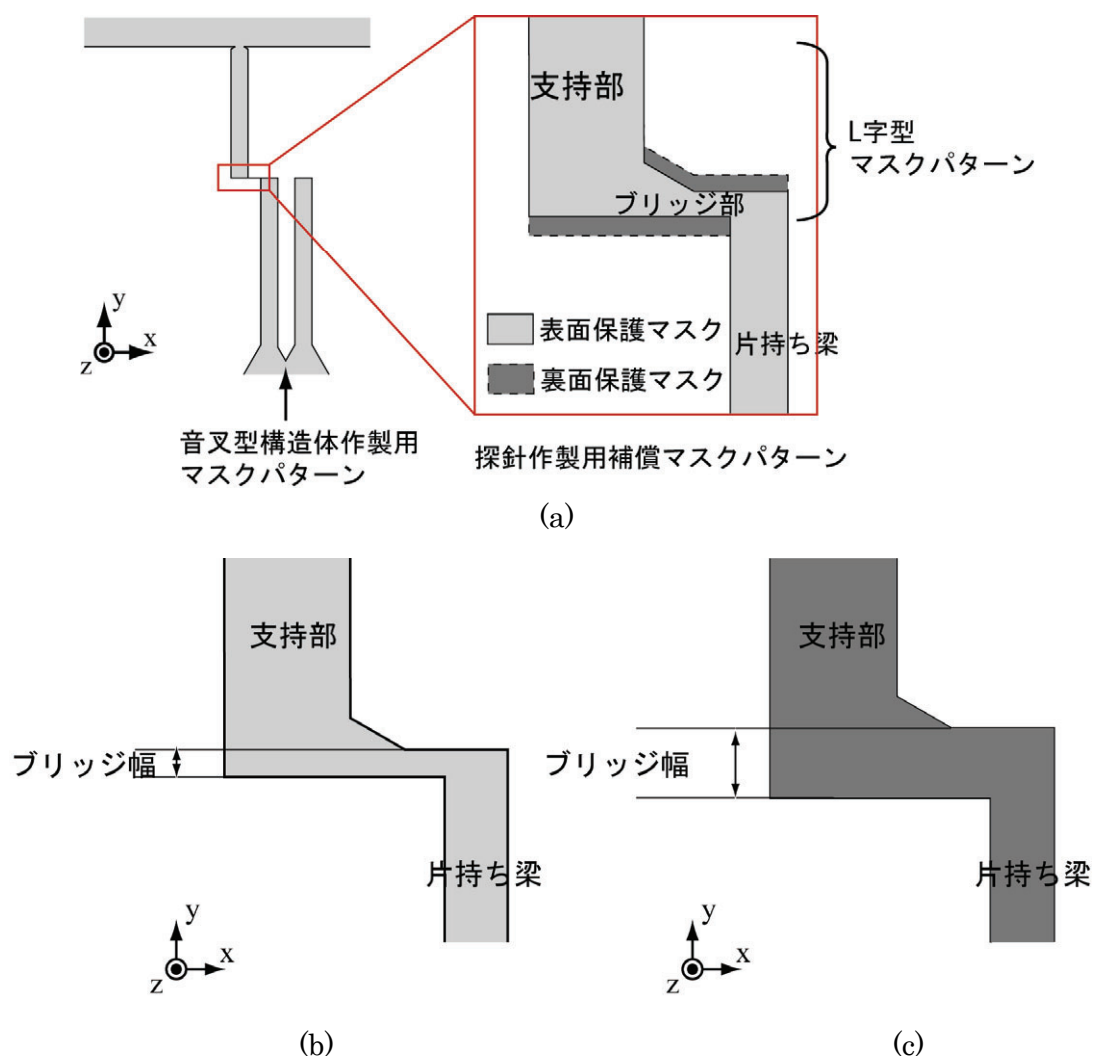


図 3-13 探針形成用補償マスクパターン(a)構成図, (b)表面マスク形状, (c)裏面マスク形状

探針の形成過程は以下の通りである(図 3-14)。

- (1)エッチング型 L 字型補償パターンの角部において、周囲の結晶面に対してエッチングレートの極小値を持つ面が成長し、凸型の構造体が形成される。また、ブリッジ部においては $\pm y$ 面が極小面にあたるため、垂直な壁面（以下、ブリッジと記す）が成長する。
- (2)エッチングが進行し、マスクアンダーカットによりブリッジが $\pm y$ 方向に対して貫通

する。

(3)ブリッジの貫通により，(1)で形成された凸型構造体が $-z$ 軸方向へエッチングされることにより，音叉型構造体の先端部分に探針が形成される。

本作製方法では，ウエットエッチングにより探針と音叉型構造体を同時に加工するため，エッチング時間は音叉型構造体の加工時間(210 min)と同じである。最終的に探針となる凸型構造体は，ブリッジの貫通後にエッチングレートの極大面により加工が進行

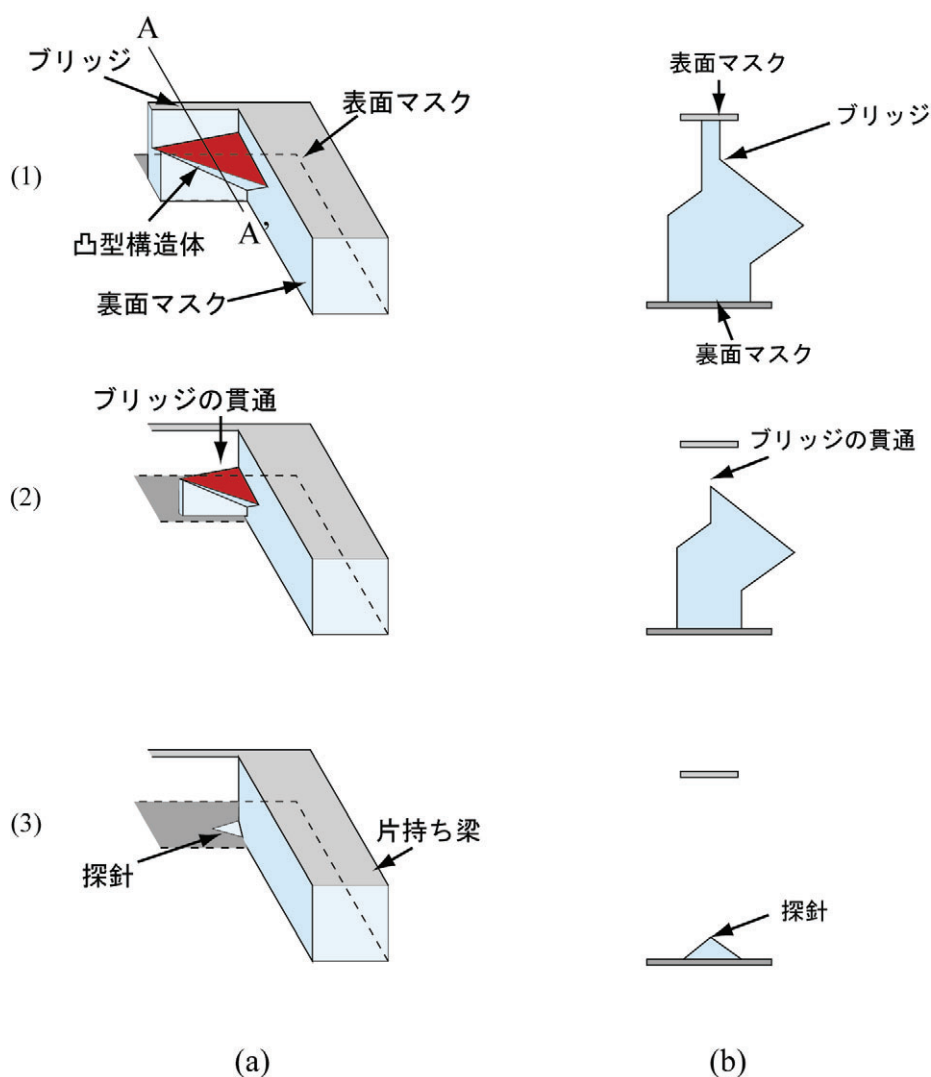


図 3-14 ウエットエッチングプロセスによる探針の形成

(a)俯瞰図，(b)A-A'断面図

するため、短時間で消失してしまう。このため、 $\pm y$ 面に対するアンダーカット量をもとに表面マスクのブリッジ幅を設計し、貫通までの時間を制御することにより探針形成時間を調整した。

FabMeister-ES による探針の形成加工プロセスのエッチングシミュレート結果を図 3-15 に示す。加工の過程において、エッチング開始後 120 min. でブリッジの貫通が生じ、加工時間である 210 min 後において、先端部分に探針が形成されることを確認した。この結果を元に、探針形成用補償マスクパターンの設計を行った。

本研究で作製した、探針を有する音叉型水晶振動子を図 3-16 に示す。作製した探針の高さは約 6 μm であり、FabMeister-ES によるシミュレート結果と類似した形状が作成できた。また、エッチング加工時において、120 min. 後において、シミュレーションと同様にブリッジの貫通を確認した。

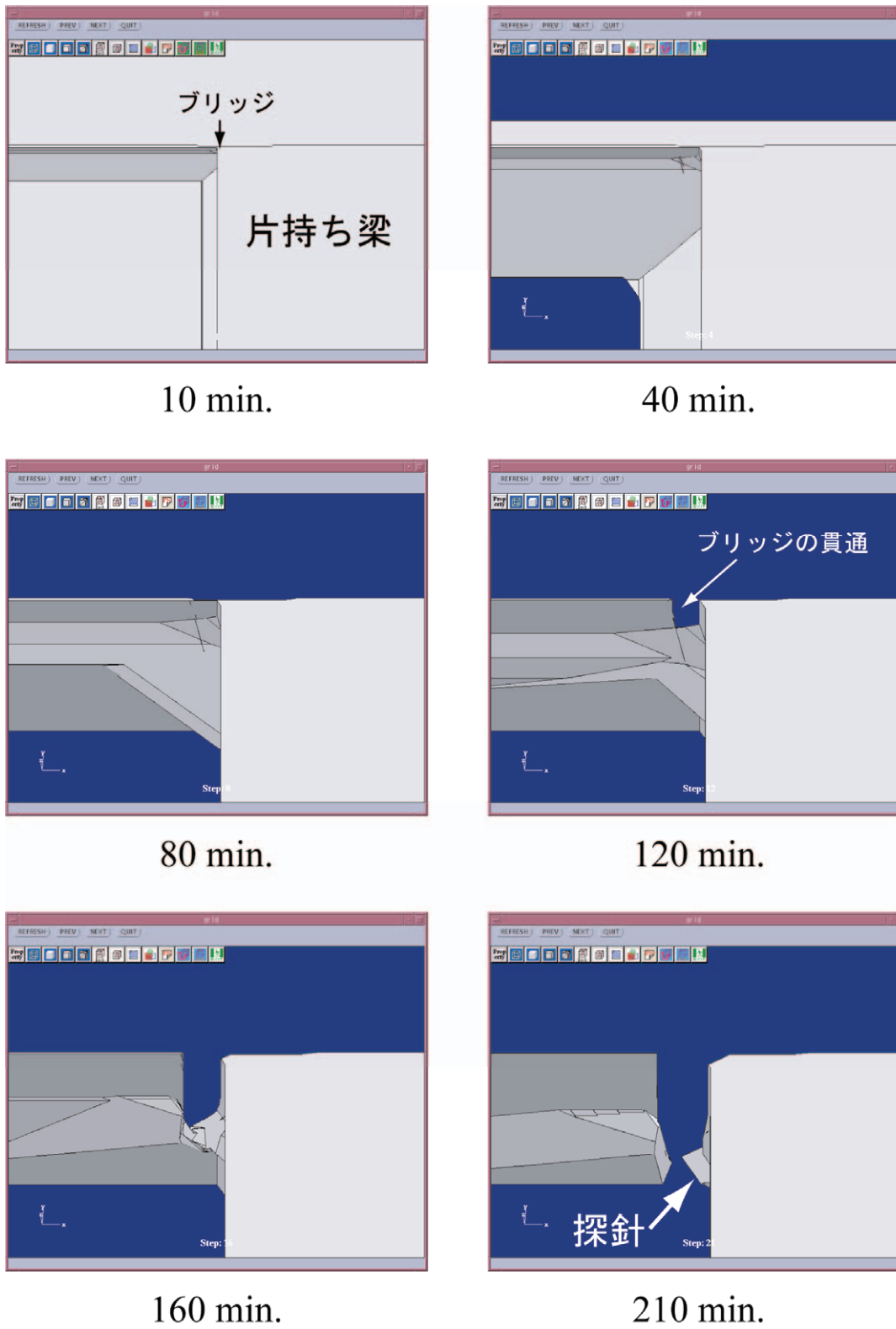


図 3-15 FabMeister-ES を用いた探針形成プロセスのシミュレーション結果

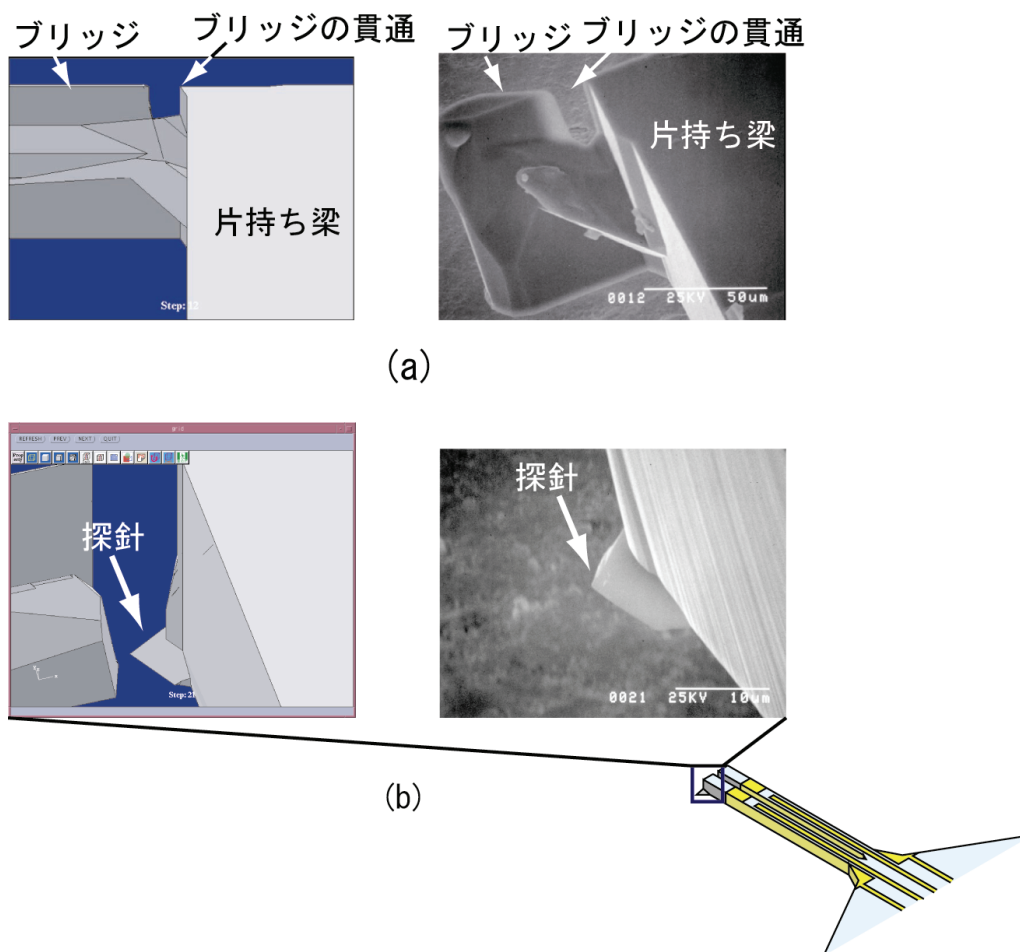


図 3-16 シミュレーション結果と加工結果との比較
 左: シミュレーション結果 右: SEM 像 (a)120 min., (b) 210 min.

次に、AFM 計測における解像度の向上を図るため、高アスペクト比を持つ探針の作製について検討した。ウェットエッチングによる加工では、形状は結晶構造により幾何学的に決定されるため、探針形成用補償マスクパターンをの形状を変更することで探針の形状を制御できる。本研究では、図 3-17(b)に示す様に探針作製用補償マスクパターンを再設計した。変更後の補償マスクパターンは図 3-17(a)と比べ、裏面ブリッジ幅を狭く設計した。この変更に伴い、探針の y 軸方向幅が狭くなり、アスペクト比の向上が可能となる。

変更後の補償マスクパターンを用いて作製した探針を図 3-17(b)に示す。裏面補償マスクパターンのブリッジ幅に対応して、探針の y 軸方向幅が細くなっており、アスペクト比の高い探針が形成できることを確認した。

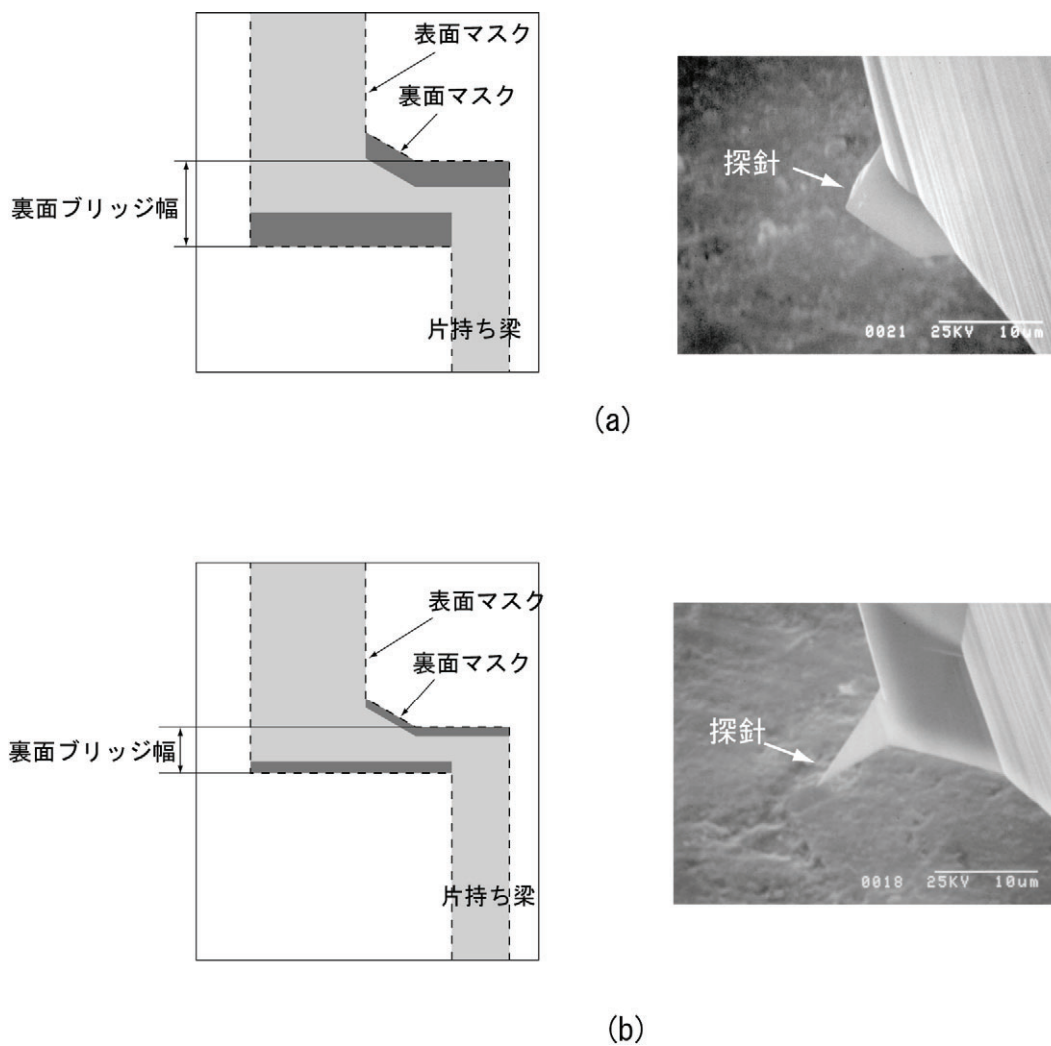


図 3-17 探針形成用マスクパターンの設計による探針形状の変化
(a)マスクの変更前, (b)変更後

3.2.2 FIB 装置による探針の先鋭化

本節では、FIB (focused ion beam:集束イオンビーム, SII ナノテクノロジー株式会社製 SMI2000)装置を用いた探針形成について説明する。FIB は(1)除去加工モード(2)堆積加工モードの 2 種類の加工モードがあり、それぞれについて簡単に説明する(図 3-18)[41]。

(1) 除去加工モード(図 3-18 (a))

ガリウムイオンを電界により加速し (加速電圧 +5 kV~+30k V), 加工の対象となる試料表面に照射する。この際, 試料を構成する原子をはじき出すこと (スパッタリング現象) により, 除去加工を行う。

(2) 堆積加工モード(図 3-18 (b))

除去加工モードと同様にガリウムイオンを照射し, 同時に化合物ガスを試料表面に噴出する。このとき, イオンビームの照射により試料表面から発生した二次電子が,

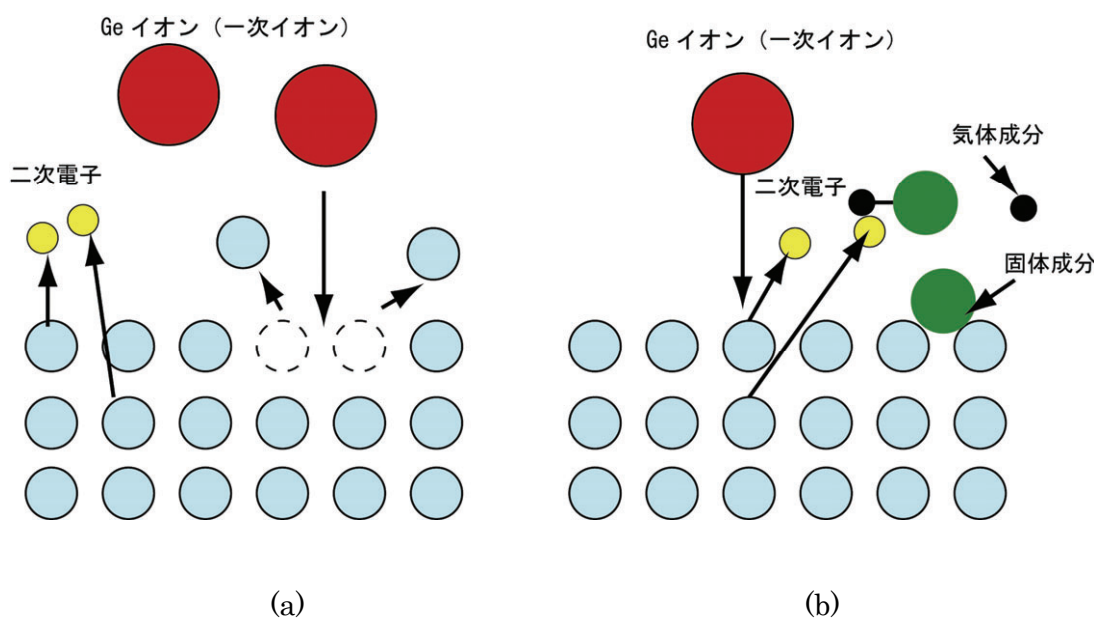


図 3-18 FIB 加工の概略図 (a)除去加工モード, (b)堆積加工モード

化合物ガスを気体成分と固体成分とに分離する。この固体成分が試料表面に堆積することにより、構造体が形成される。

本研究では、(a)水晶の除去加工、および(b)堆積、除去加工の複合による探針の形成を行った。それぞれの詳細は以下の通りである。

(a)除去加工

ウェットエッチングにより作製した音叉型構造体の先端部に対し、イオンビームの照射による除去加工を行った(図 3-19)。本作製法で形成された探針は、ウェットエッチングにより作製した場合と比べて、先鋭性の向上が図られている。その反面、加工量が多いため、音叉型振動子の振動特性への影響が大きいという問題点も有している。

また、水晶は絶縁性材料であるため、加工時において試料表面の電荷が帯電し、これにより、入射されるイオンビームの照射位置がずれるため加工量が不均一になる。これは、水晶振動子の表面に配置された電極を接地することにより改善することが可能である。

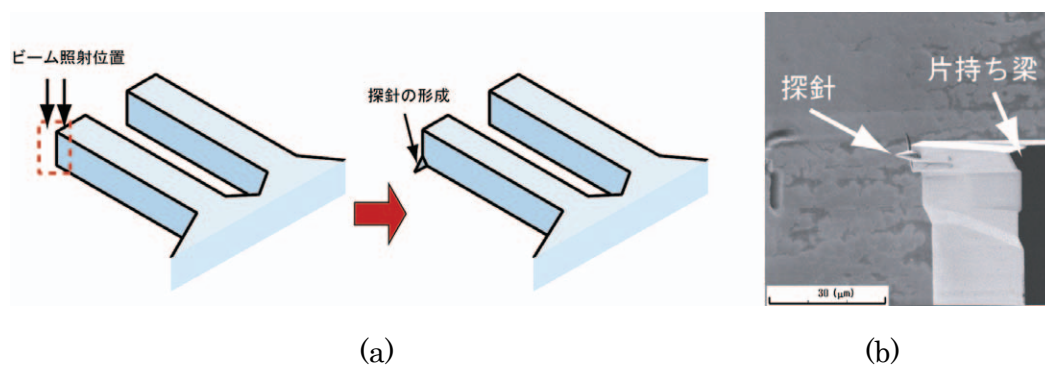


図 3-19 FIB 除去加工による探針の形成 (a)加工の模式図, (b)形成した探針画像

(b)堆積加工+除去加工

本加工法では、まず、音叉型構造体の先端部分に探針の外形となるタンゲステンを堆積した。次に、探針の先鋭化を図るため、縦方向、および横方向からイオンビームを照射することにより除去加工を行った。作製した探針の FE-SEM(field emission-scanning electron microscope: 電界放射型走査電子顕微鏡)による画像を図 3-20 に示す。探針の直径は約 500 nm,高さは約 5 μm ,先端の曲率半径は約 50 nm である。本加工法で作製された探針は先鋭性およびアスペクト比が高いため、AFM 観察時において高分解能をもたらす。また、加工量が非常に微小であり、音叉型振動子に対する振動特性への影響は非常に低いと考えられる。なお、本加工法での探針形成による振動特性への影響についての検討は次章に示す。

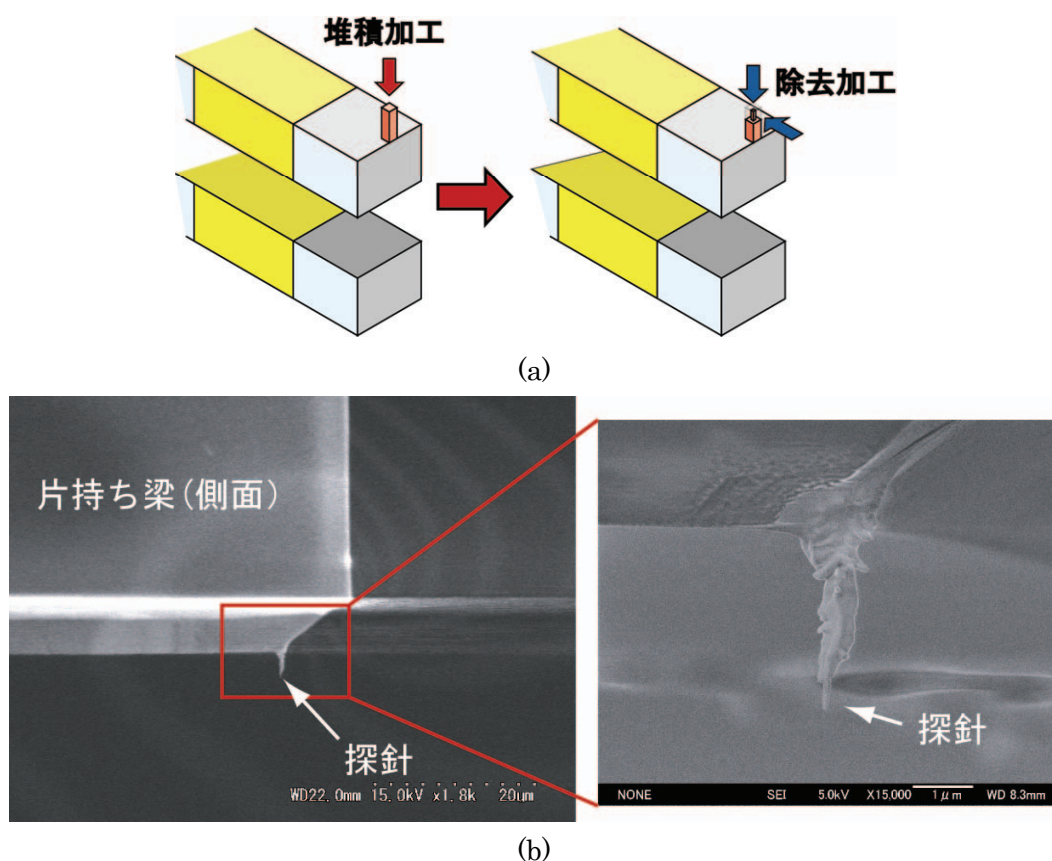


図 3-20 FIB による堆積，除去の複合加工による探針の形成
(a)加工の模式図，(b)形成した探針画像(FE-SEM により撮像)

3.3 まとめ

本章では、AFMプローブとなる音叉型水晶振動子の作製、および探針の加工について述べた。

- (1) ウエットエッチングプロセスにより、水晶の音叉型構造体を作製した。エッチングプロセスで使用するマスクはエッチングシミュレータソフト”FabMeister-ES”を用い、アンダーカットに対する補正量を含めて設計した。本研究で作製した音叉型構造体の寸法を計測し、十分な対称性を有していることを確認した。
- (2) ウエットエッチングプロセスを用い、音叉型構造体と探針とが一体化されたAFMプローブを作製した。本研究では、探針形成用の補償マスクパターンを施すことにより、従来の水晶のウエットエッチングプロセスでは作製することが困難であった極微細構造体の探針が作製可能であることを明らかにした。また、補償マスクパターンを再設計することにより、探針の形状制御が可能となり、より高いアスペクト比を持つ探針の形成が作製できることを示した。
- (3) FIBを用いた探針形成を行った。FIBの除去加工モード、および堆積加工モードを組み合わせることにより、高い先鋭性を持つ微細な探針の作製を行った。

第4章 音叉型水晶振動子の基本特性評価

本研究で作製した音叉型水晶振動子をAFMプローブとして用いるための基本特性評価として、水晶の圧電性による自己加振、および振動の電気信号検出(自己検出機能)を行った。なお、本実験では、AFMの計測条件を想定し、全て大気下において実験した。

4.1 自己加振機能の評価

まず、水晶振動子の自己加振機能の評価として、交流電圧を印加することで音叉型水晶振動子を加振し、振動特性の周波数応答を計測した。本試験で用いた測定装置の概略を図4-1に示す。本実験では、接着剤により水晶振動子を絶縁性材料のアルミナ基板に固定した。固定部の電極パッドに交流電圧を印加することで振動子を加振し、光学検出系を用いて計測した。計測の詳細は以下の通りである。

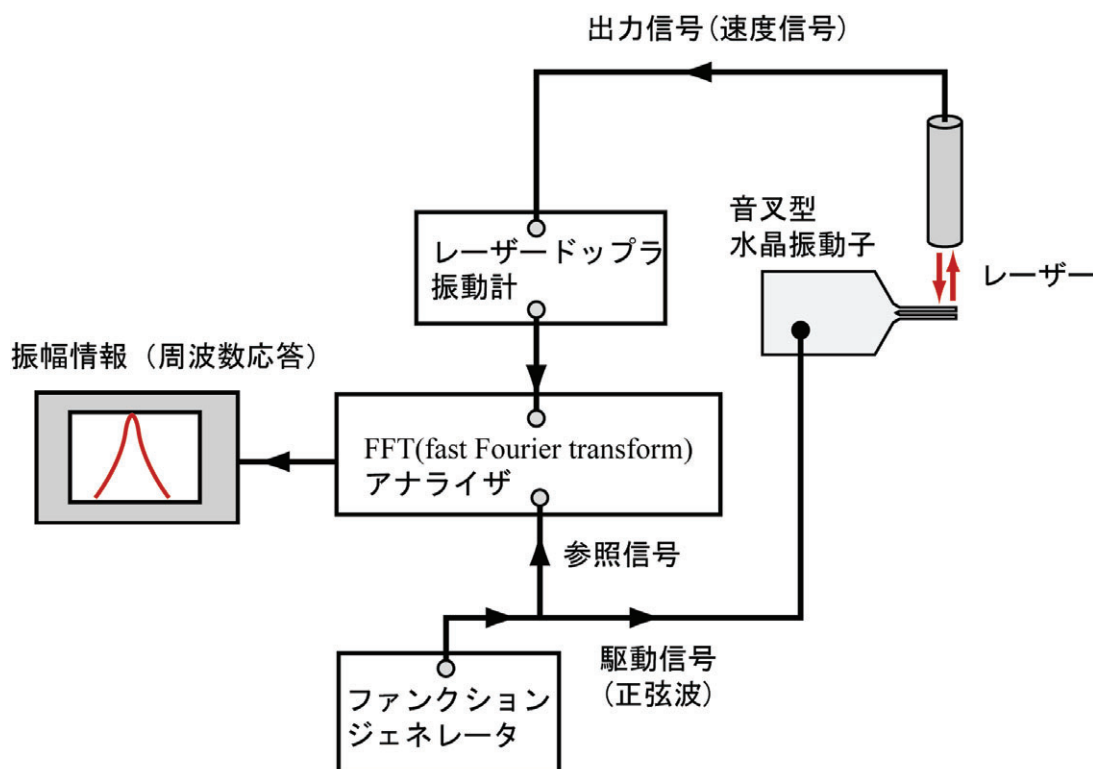


図 4-1 水晶振動子の振動特性評価

- (1) ファンクションジェネレータを用い、決められた帯域幅で周波数を変化させながら駆動用信号（正弦波）を水晶振動子に印加する。
- (2) レーザードップラ振動計を用いた光学検出系により、片持ち梁部の機械振動の速度を検出する。
- (3) 駆動用信号を参照信号とし、検出した速度信号と同期させることにより、駆動用信号と異なる周波数成分を除去する。

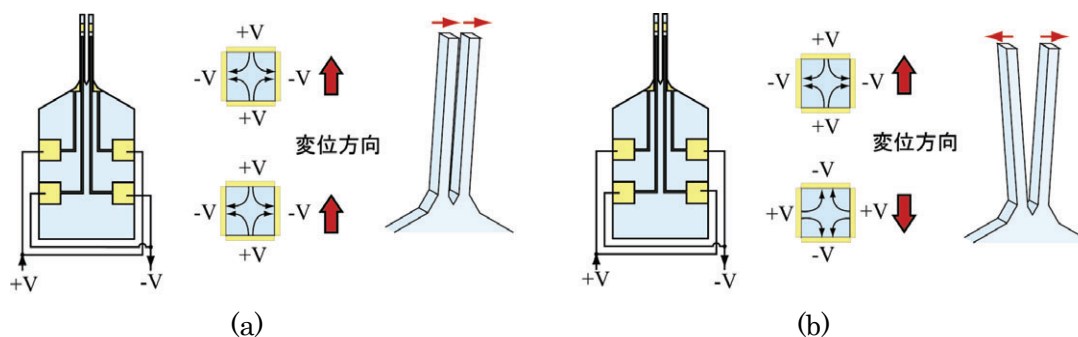


図 4-2 音叉型水晶振動子の印加電圧と振動モードの関係

(a)同相モード, (b)逆相モード

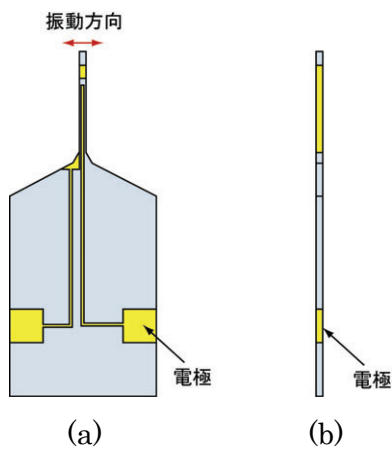


図 4-3 単一片持ち梁型水晶振動子 (a)正面図, (b)側面図

- (4) 検出した速度信号を FFT(fast Fourier transform)アナライザにより積分し、変位(振動振幅)に変換する。

音叉型水晶振動子は 2.5 節で述べた通り、印加電圧の条件を変えることで同相および逆相モードで選択的に加振できる(図 4-2)。このとき、逆相モードにおいては、振動子の固定部分での振動エネルギーの消費が減少でき、 Q 値の向上が期待できる。本研究では、音叉型水晶振動子を各振動モードで加振し、振動の周波数応答特性の比較を行った。また、本研究では音叉の構造の対称性および振動モードによる効果を比較するため、一般の AFM プローブと同じ単一片持ち梁構造を持つ水晶振動子を作製し(図 4-3)、音叉型水晶振動子と同様の方法で振動特性を計測した。なお、単一片持ち梁型水晶振動子の片持ち梁の寸法は、音叉型水晶振動子と同じ値で設計した(片持ち梁の長さ $l=1500\ \mu\text{m}$, 幅 $b=100\ \mu\text{m}$, 厚さ $h=100\ \mu\text{m}$)。

音叉型水晶振動子を同相および逆相モードで加振した場合における振動振幅-周波数応答曲線を図 4-4(a)に、単一片持ち梁型水晶振動子の振動振幅-周波数応答曲線を図 4-4(b)にそれぞれ示す。また、それぞれの条件における共振周波数および Q 値を表 4-1 に示す。 Q 値は式(4.1)により求めた。

$$Q = \frac{f_0}{f_2 - f_1} \quad (4.1)$$

ただし

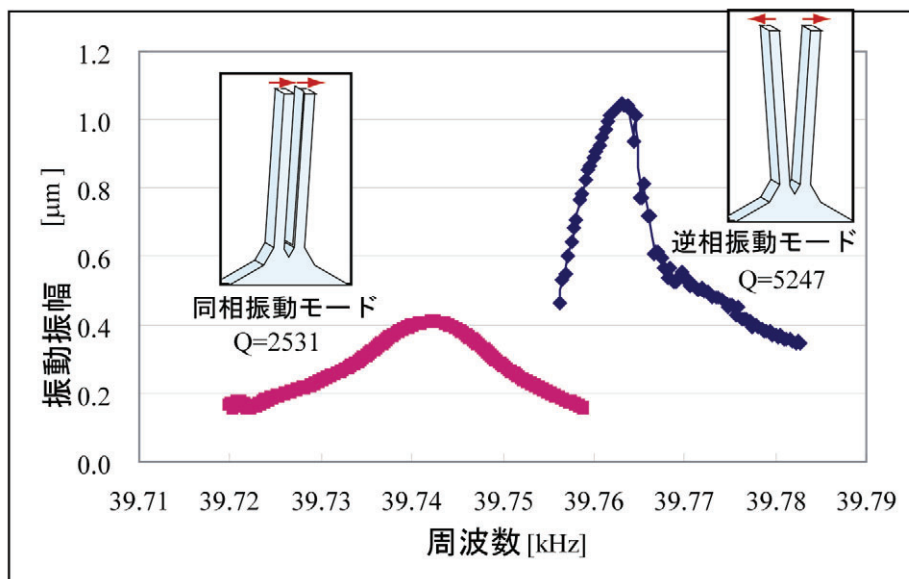
f_0 : 片持ち梁の共振周波数

f_1, f_2 : 振動振幅が共振周波数における振幅 A_0 に対して $\sqrt{2}$ となる周波数 ($f_1 < f_2$)

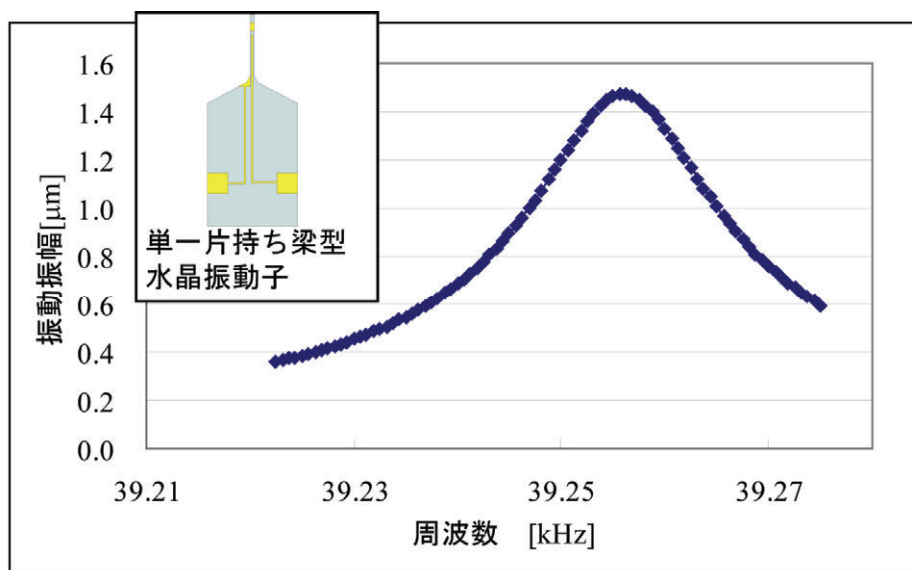
計測結果より(表 4.1), 音叉型水晶振動子を逆相モードで加振する場合の Q 値は、同相モード時に比べておよそ 2 倍の値を示した。また、単一片持ち梁を持つ水晶振動子の Q 値は同相モードと同程度の値であった。 Q 値を決定する要因としては、周囲環境によ

る振動減衰, および振動子の固定部分における振動エネルギーの損失が挙げられるが, 本実験は大気下において計測が行われており, 全ての条件に対して一様に空気による振動減衰が生じているため, 振動子の固定部における振動エネルギーの損失が Q 値を決定する主な要因であると言える。以上より, 音叉型水晶振動子を逆相モードにおいて加振した場合, 振動子の固定部での振動エネルギー消費の低減が明らかになった。

また, 本研究で作製した音叉型水晶振動子を, 大気下において逆相モードで加振した場合の Q 値($=5 \times 10^3$)は, 一般のシリコン製片持ち梁プローブの Q 値($\approx 10^2$)と比較し, 一桁高い値であることから, 音叉型水晶振動子を用いた AFM プローブは, 計測時において高い分解能が期待できる。



(a)



(b)

図 4-4 水晶振動子の周波数応答性

(a)音叉型水晶振動子(同相および逆相振動モード), (b)単一片持ち梁型水晶振動子

表 4-1 各条件における計測結果

振動子の形状	振動モード	共振周波数 [kHz]	Q値
音叉型	同相	39.74	2531
	逆相	39.76	5247
単一片持ち梁型	-	39.26	2326

4.2 自己加振・検出機能の評価

次に、自己検出機能の評価試験として、振動（変位）の電気信号検出を行った。本試験で用いた実験装置の概略を図4-5に示す。検出の手順は以下の通りである。

- (1) 4.1節（図4.1）と同様に、ファンクションジェネレータを用い、決められた帯域幅で周波数を変化させながら駆動用電気信号（正弦波）を水晶振動子に印加した。
- (2) 水晶の圧電性により、音叉型水晶振動子から振動（変位置量）に応じた電気信号が出力される。
- (3) 駆動用交流電圧を参照信号とし、ロックインアンプを用いて検出信号と同期させることにより、駆動用信号と異なる周波数成分を除去し、出力電圧および位相変化情報を得た。

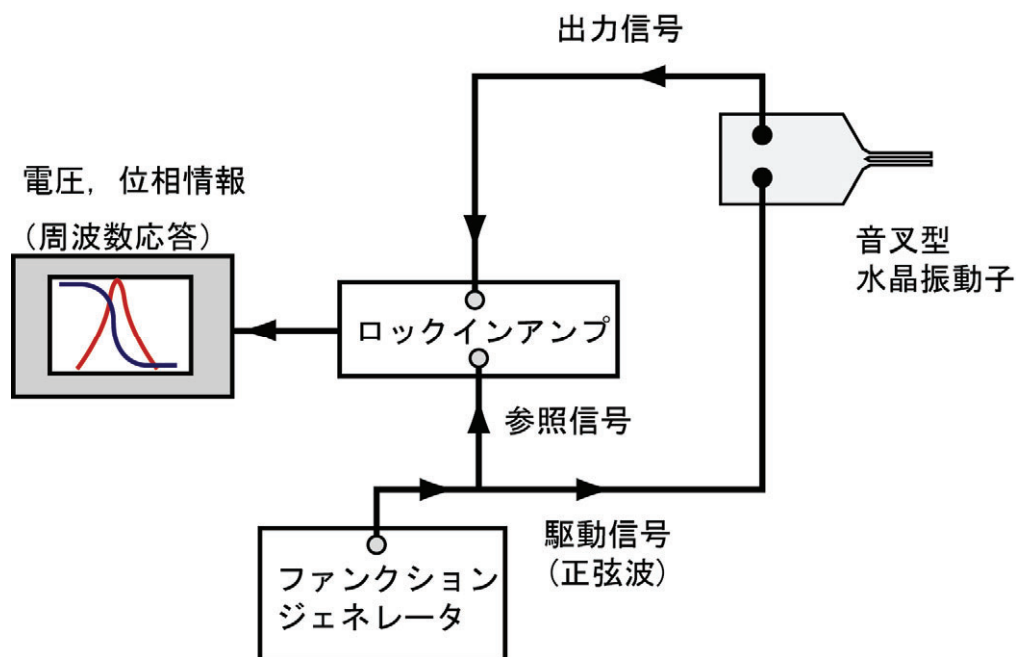


図4-5 音叉型水晶振動子の自己検出機能の評価

ここで、音叉型水晶振動子の加振および振動信号検出を行うための配線について考える。作製した音叉型水晶振動子は、図 4-6 に示す様にいずれか一方の片持ち梁に対して電圧を印加することで加振し、もう一方の片持ち梁の電極から振動信号を検出できる。しかし、加振方法について、片側の片持ち梁により音叉型水晶振動子を加振する場合、2.5 節での検討より同相および逆相モードのそれぞれにおいて共振現象が生じる可能性があり、 Q 値の高い逆相モードで安定して加振することは困難である。

そのため、電極の一部を再加工することにより、音叉型水晶振動子を逆相モードで選択的に加振し、同時に振動信号の検出する方法を検討した。具体的には、FIB 装置を用いて振動子固定部の側面電極の一部を除去することで、音叉型水晶振動子の上部片持ち梁(図 4-6(a))の周囲に配置された電極を電氣的に分割、絶縁した。これにより、上部片持ち梁上の左側電極を音叉型水晶振動子の加振に、右側電極を振動信号の検出に用いることが可能となった。

振動モードの選択は、電極加工後の音叉型水晶振動子に対して、上部片持ち梁の左側電極と下部片持ち梁への加振用信号の位相を π ずらすことにより、同相および逆相モードのそれぞれで加振することが可能となった(図 4-7(c))。

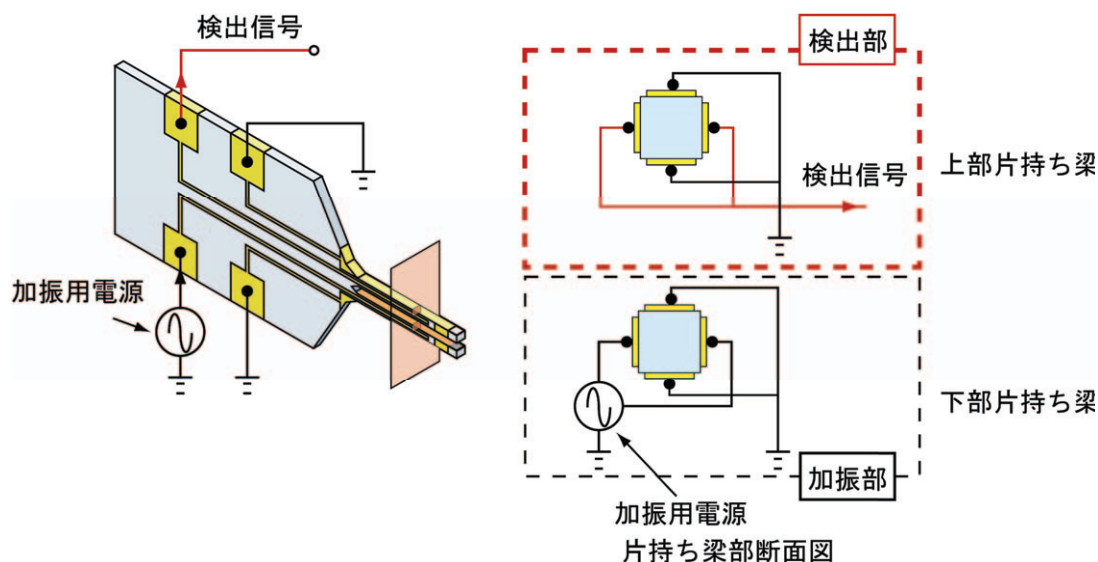


図 4-6 加振および検出用の配線

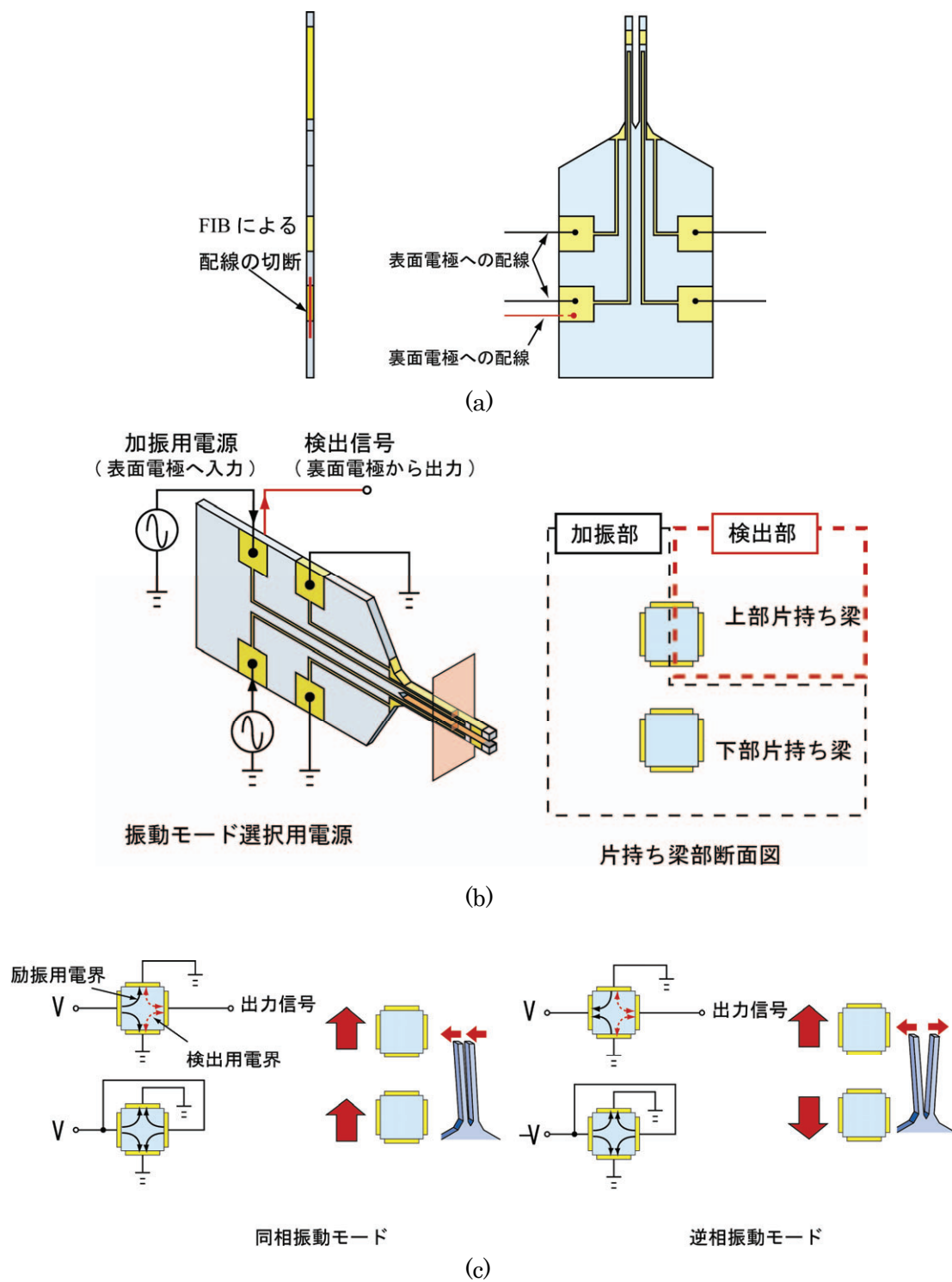
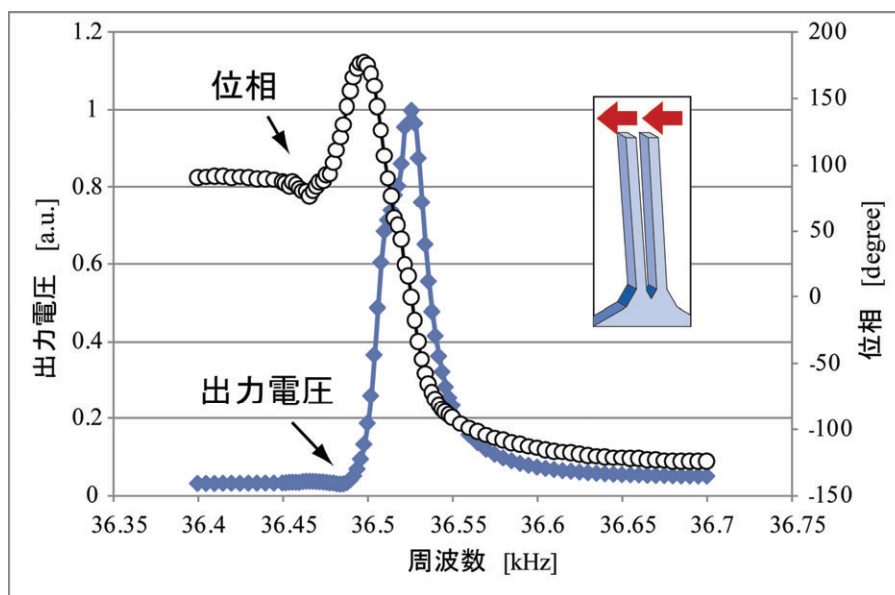


図 4-7 自己検出評価試験の概略

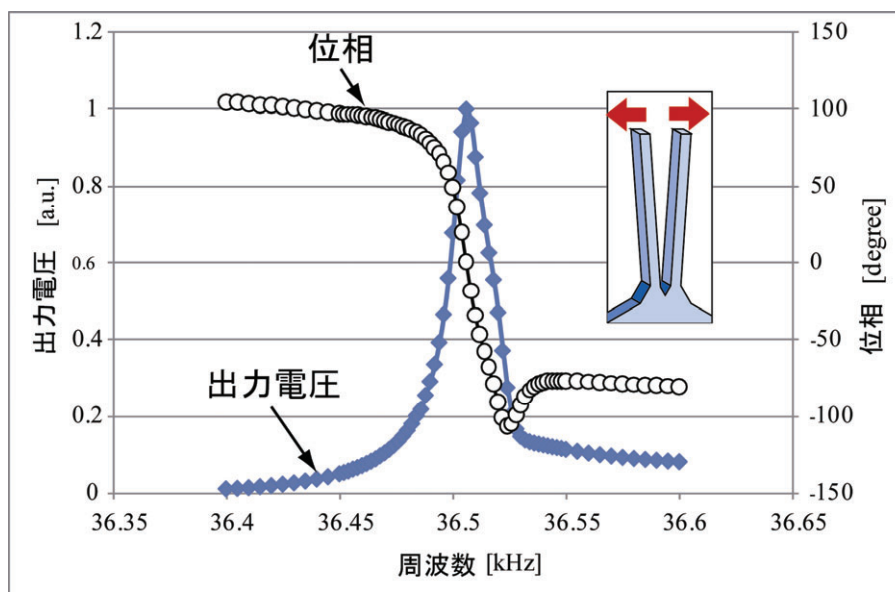
(a)電極加工後の音叉型水晶振動子, (b)加振および検出, (c)励振用電圧の条件と振動モードとの関係

音叉型水晶振動子を同相および逆相モードで加振した場合における、検出信号（出力電圧，位相）の周波数応答性を図 4-8 に示す。また，それぞれの振動モードにおける共振周波数および Q 値を表 4-2 に示す。共振周波数の計測結果から，音叉型水晶振動子は印加電圧の条件により，各振動モードで選択的に加振されていることを確認した。また，逆相モード時における Q 値は同相モード時に比べて高い値を示したことから，音叉型水晶振動子の固定部において，振動エネルギーの消費が低減されていることが確認された。

以上より，本研究では電極の再加工を行うことで，音叉型水晶振動子を Q 値の高い逆相モードで選択的に加振でき，かつ，自己検出機能により振動を電氣的に検出できることが明らかになった。



(a)



(b)

図 4-8 自己検出機能を用いた音叉型水晶振動子の周波数応答計測
励振用電圧の印加条件：(a)同相モード (b)逆相モード

表 4-2 各条件における計測結果

振動モード	共振周波数 [kHz]	Q-factor
同相モード	36.53	1660
逆相モード	36.51	2808

探針形成による振動特性への影響

本研究では、3.2.2項で述べたように、FIB装置を用いて音叉型水晶振動子に探針形成を行ったが、加工により2つの片持ち梁の質量バランスが崩れ、その結果、振動特性への影響が考えられる。よって、加工の前後における音叉型水晶振動子の周波数応答計測を行うことで、探針形成による振動子への影響を評価した。計測は、図4.5と同様の計測系を用い、音叉型水晶振動子を逆相モードで加振し、自己検出機能を用いて計測を行った。また、計測には異なる3つの音叉型水晶振動子を用いた。

計測結果を図4-8に示す。探針形成加工の前後において、共振周波数およびQ値の変化量はそれぞれ $-1\sim+7$ Hz, 約 $\pm 2\times 10^2$ であった。プローブ2は加工後でQ値の向上が見られたが、計測誤差の範囲内であり、影響はないと考える。また、加工後においても音叉型水晶振動子のQ値は $2.5\sim 2.8\times 10^3$ を示し、従来のSi製AFMプローブと比べて1桁高い値を示していることから、FIB装置による探針形成は音叉型水晶振動子の振動特性への影響が低く、共振周波数およびQ値を維持したままAFMプローブとして使用可能であることが明らかになった。

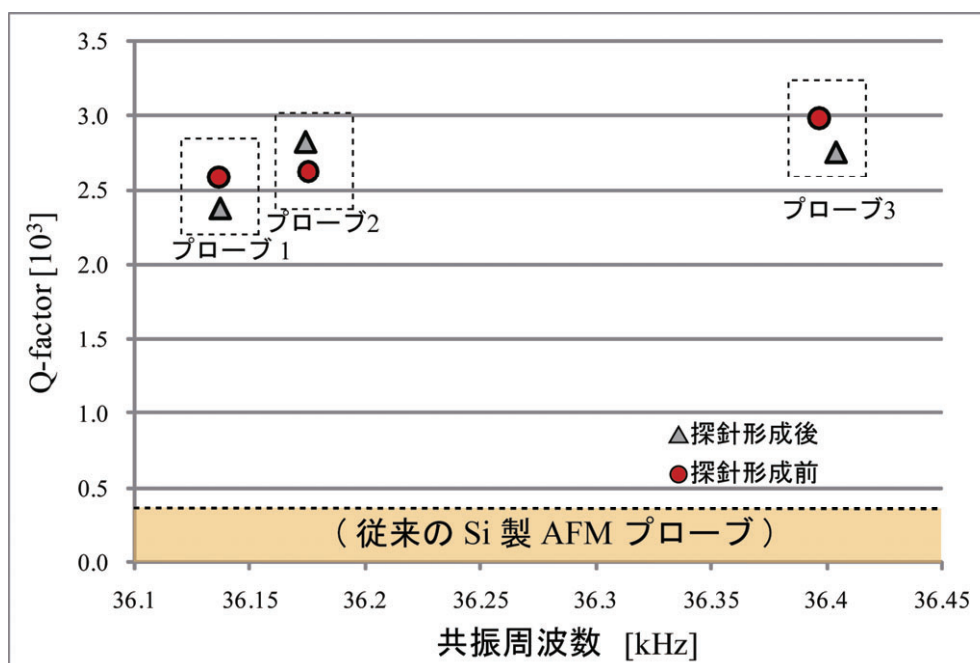


図4-8 FIB装置を用いた探針形成による音叉型水晶振動子の振動特性への影響

4.3 まとめ

本章では、音叉型水晶振動子を AFM プローブとして用いる際の加振および検出機能の基本特性評価として、光学検出系を用いた振動の周波数応答性の計測、および水晶の圧電性による振動の電気信号検出(自己検出)を大気下において行った。

音叉型水晶振動子を同相および逆相モードで加振した際の Q 値は、それぞれ $1.6\sim 2.5 \times 10^3$, および $2.5\sim 5.2 \times 10^3$ を示した。逆相モードにおける Q 値は、同相モードと比較して相対的に高い値を示したことから、音叉型水晶振動子の固定部における振動エネルギー損失が低減されていることを確認した。また、電極を再加工することにより、同相および逆相モードで選択的に加振し、かつ自己検出機能による計測が可能であることを明らかにした。

FIB 装置を用いた探針形成による振動特性への影響を検討するため、加工前後の振動特性を計測した。この結果、探針形成による音叉型水晶振動子の共振周波数および Q 値の変化量は、それぞれ $-1\sim +7$ Hz, 約 $\pm 2 \times 10^2$ であり、探針形成後においても音叉型水晶振動子の Q 値 ($2.5\sim 2.8 \times 10^3$) は従来の Si 製 AFM プローブと比較し、1桁高い値を示した。

以上の結果より、本研究で作製した音叉型水晶振動子は、AFM プローブとして用いる場合において、自己加振および自己検出機能による AFM 計測が可能であり、高い Q 値に起因する高分解能が期待できることが示された。

第5章 音叉型水晶振動子をプローブとした AFM 計測

本研究で作製した音叉型水晶振動子をプローブ（以下、音叉型水晶プローブと記す）としてAFM装置（Veeco社製 Nanoscope IV）に組み込み、試料の計測を行った。AFM計測時において、音叉型水晶プローブは絶縁性を持つアルミナを材料とするT字型治具に接着剤により固定した。固定部の電極パッドには、導電性接着剤である銀ペーストを用いてエナメル線(Φ75 μm)を配線し、音叉型水晶プローブの加振および振動検出用回路と結線した。

5.1 自己加振機能による計測

まず、作製した音叉型水晶プローブの加振機能のみを用い、原子間力による振動変化の検出には光学検出系を用いて試料を計測した。音叉型水晶プローブは、図 5-2 に示す様に下部側の片持ち梁が試料と接触し、上部側の片持ち梁の振動挙動の変化を光学検出系で計測することにより、試料表面の観察を行った。

なお、本研究では音叉型水晶プローブの性能評価として、タッピングモードによるAFM計測を行った。試料に対し適合性の高い非接触モードにより計測するためには、フィードバックシステムによりプローブの高さを 10^{-1}nm のオーダーで一定かつ正確に制御する必要がある。このため、本研究で作製した音叉型水晶プローブについては、今

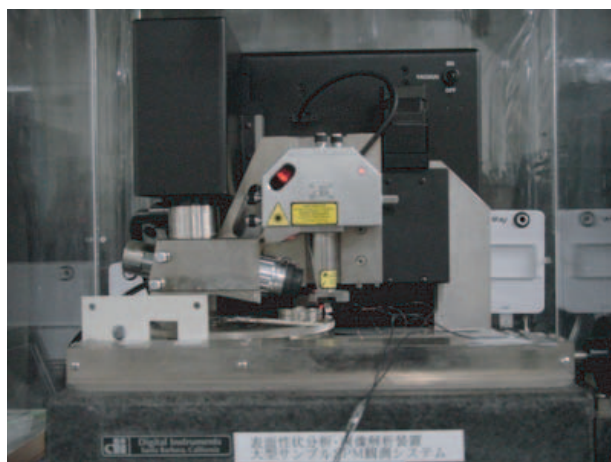


図 5-1 AFM 装置概観図

後、振動挙動の変化の詳細を明らかにし、プローブの位置制御をできるフィードバックシステムを新たに開発する必要がある。

計測の詳細を以下に示す。

(1)音叉型水晶プローブの加振

ファンクションジェネレータを用い、音叉型水晶プローブに交流電圧(正弦波, 5~10 V_{pp})を図 5-2 に示した様に印加し、逆相モードで加振した。加振用信号の周波数 f' は、音叉型水晶プローブの共振周波数($f_0=35\sim40$ kHz)よりも 5~10%低い値とした。これは、設定値 f' と共振周波数 f_0 付近を比較した場合、 f' の方が周波数応答曲線の傾きが大きく、原子間力による振幅の変化量 ΔA が大きいいため、結果として検出力の分解能が高くなるためである。

(2)プローブと試料との接触

加振した音叉型水晶プローブをプローブ走査用圧電スキャナにより、z 軸方向(試料平面に対して垂直方向)に接近させた。この時、下部側の片持ち梁が試料に周期的に

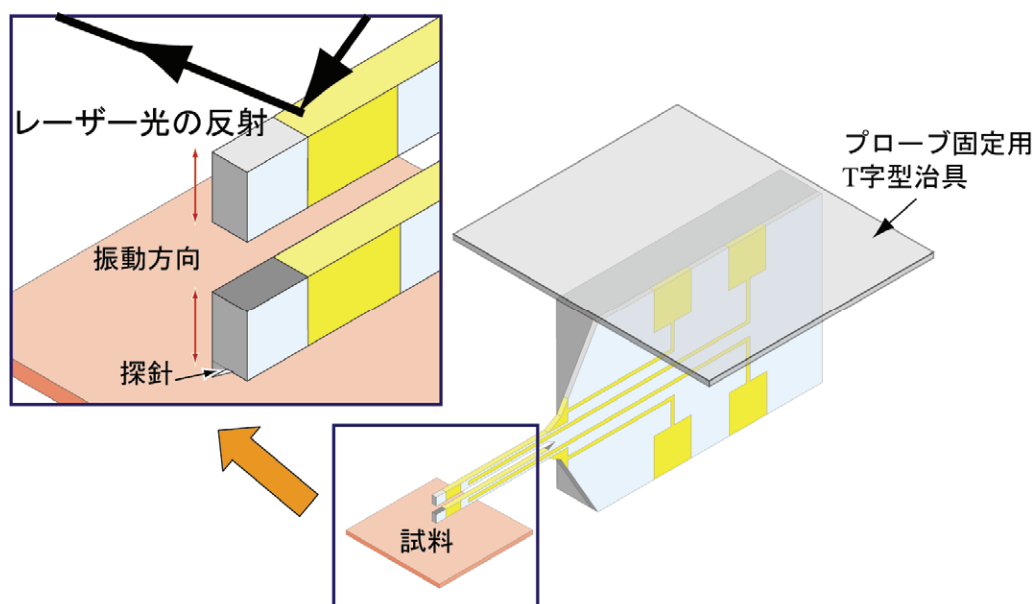


図 5-2 AFM 計測時における音叉型水晶プローブの配置

接触し、上部および下部側の片持ち梁の振幅が減少する。この変化後の振幅を計測初期値 A_0 として定義した。なお、振幅の値は AFM 装置内の光学検出系で計測した。

(3) プローブの平面方向走査

プローブと試料が周期的に接触している状態で、走査用圧電スキャナによりプローブを x - y 平面（試料平面上）に走査した。この時、試料表面の凹凸に対して振幅が A' へと変化する。

(4) 試料表面の画像化

AFM 装置内のフィードバック回路を用い、プローブを z 軸方向に移動させ変化後の振幅 A' を計測初期値 A_0 に戻した。この際の移動量が試料表面の高さ情報を示す。

本研究では、まずウエットエッチングプロセスにより作製した探針を有する音叉型水晶プローブ(3.2.1 項)で計測を試みた。しかし、AFM 装置内の光学検出系において計測に必要な反射光量を十分に得ることが困難であり、計測には至らなかった。これは、図 5-3(a)に示す様に、入射光の反射面となる $+x$ 面（探針形成部と反対に位置する結晶面）上に、ウエットエッチング加工後に凸状構造体が残ることで反射光が拡散し、検出用フォトダイオードに入射されないことが原因である。これは、エッチングプロセスに用いるマスクを再設計し、加工時間を長くすることで凸形状を減少させる方法、また、後述の水晶音叉型プローブの自己検出機能を用い、光学検出装置を必要としない計測系を作製することにより解決できる。

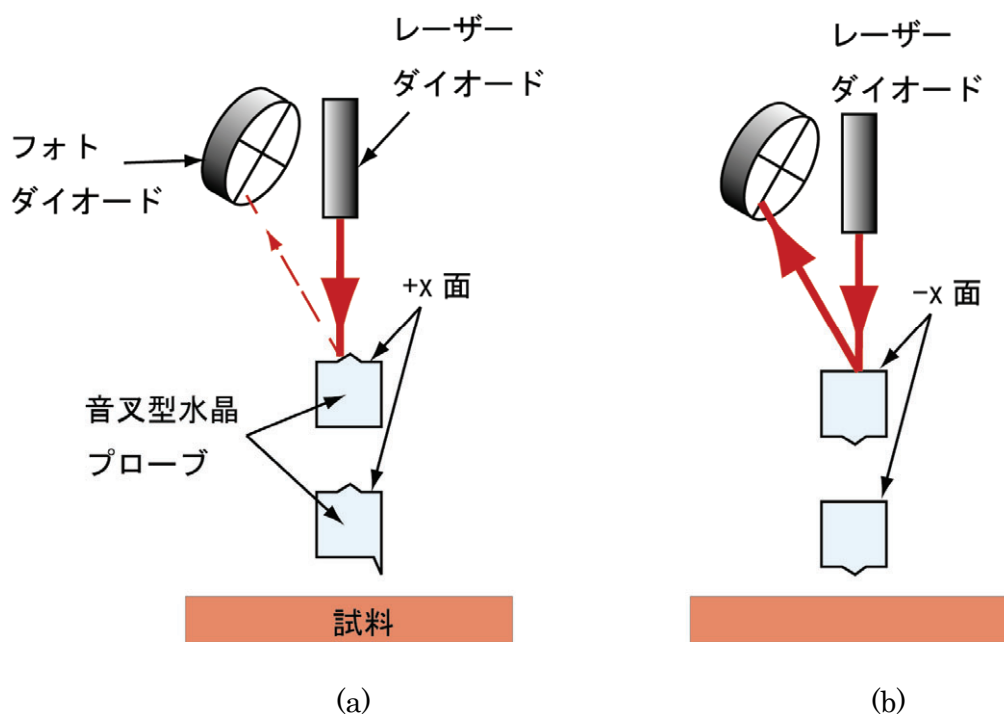


図 5-3 光学検出系による計測 (a)+x 面, (b)-x 面

以上のことから、本研究ではウェットエッチングプロセスによる加工後に比較的平滑な面が現われる-x 面を反射面とし(図 5-3(b)), FIB 装置を用いて堆積・除去の複合加工により作製した探針(3.2.2 項)を有する音叉型水晶プローブで以降の AFM 計測を行った。

(a) 単一段差を持つ試料の AFM 計測

表面に単一の段差を持つ試料を AFM 計測した結果を図 5-4 に示す。計測試料の材料はシリコンであり、表面にはドライエッチングプロセスにより高低差 100 nm(設計値)の段差を持つ。また、プローブの平面走査範囲は $4.0 \times 4.0 \mu\text{m}$ とした。計測結果より、プローブが段差に対して正確に追従していること確認した。

(b) 複数の溝を持つ試料の計測

次に、溝を持つ試料の AFM 計測を行った(図 5-5)。計測試料はシリコンを材料とし、FIB 装置を用いて除去加工を行うことにより作製した。溝の開口部の幅は約 $3 \mu\text{m}$ 、深

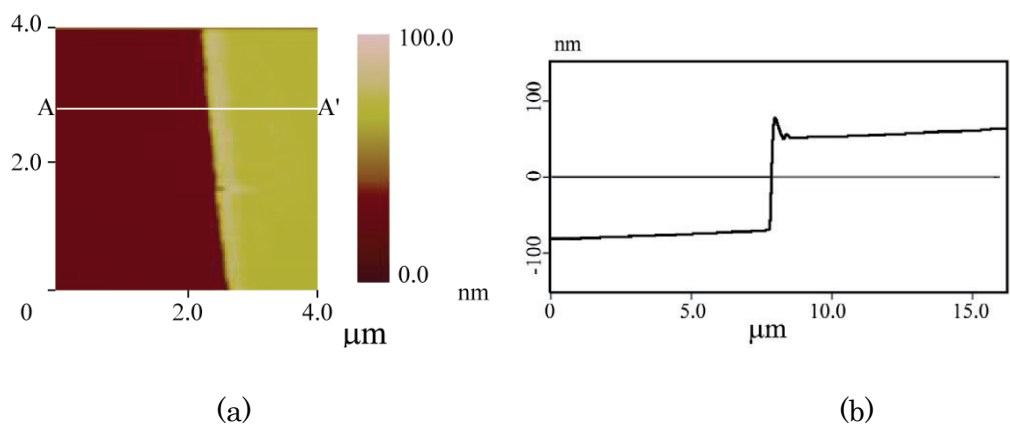


図 5-4 単一段差を持つ試料の AFM 計測 (a)AFM 画像, (b)A-A'断面図

さは約 70 nm である。計測結果より、作製した探針は微細な溝に対しても追従可能であることを確認した。

なお、本研究では、タッピングモードによる AFM 計測を複数回行ったが、主に探針や試料の損傷により生じる観察像の変化はほとんど見られなかったことから、FIB により作製した探針は、タッピングモード計測時において十分な耐摩耗性を有していると言える。

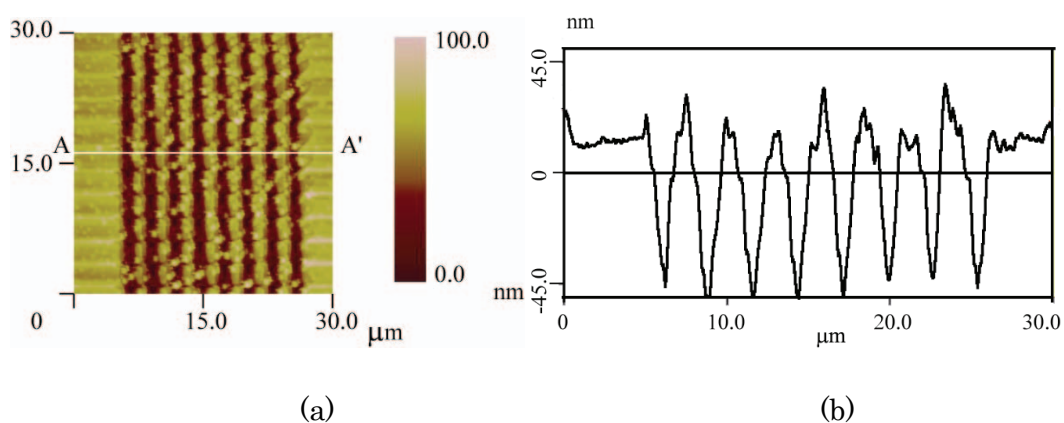


図 5-5 複数の深溝を持つ試料の AFM 計測 (a)AFM 画像, (b)A-A'断面図

5.2 自己加振・検出機能による計測

次に、音叉型水晶プローブの自励および自己検出機能を用いて AFM 計測を行った。計測装置の構成を図 5-6 に示す。計測手順の詳細は以下の通りである。

(1)音叉型水晶プローブの加振

ファンクションジェネレータにより、音叉型水晶プローブを逆相モードで加振した（印加電圧の条件の詳細は 4.2.1 項を参照）。入力信号の周波数は 5.1 節と同様に、音叉型水晶プローブの共振周波数(35~40 kHz)よりも 5~10%低い値とした。

(2)圧電性を用いた振動信号の検出

音叉型水晶プローブの上部片持ち梁より、片持ち梁の振動に伴う出力信号を検出した。この時、プローブの加振信号を参照信号とし、ロックインアンプを用いて検出された信号と同期検波し、他の周波数成分（雑音）を除去した。

(3)検出信号の初期値の設定

プローブと試料とが接近する前の自由振幅の状態を、検出信号の初期値として定めた。具体的には、ロックインアンプに入力された電圧値および位相情報に対し、オフセットを加えることにより、それぞれの値を零（初期値）に補正した。

(4)プローブと試料との接触

加振下した音叉型水晶プローブを、プローブ走査用圧電スキャナにより z 軸方向に接近させた。この時、下部側の片持ち梁が試料に周期的に接触することにより、上部および下部側の片持ち梁の振幅が減少する。本実験では、減少後の振幅を計測初期値 A_0 として定義した。また、この値はフィードバック回路によりプローブを z 軸方向に対する制御に用いた。

(5) プローブの平面走査

プローブと試料とが周期的に接触している状態で、走査用圧電スキャナによりプローブを x - y 平面（試料平面上）に走査する。この時、試料表面の凹凸に対して振幅が A へと変化する。

(6) 試料表面の画像化（高さ情報）

AFM 装置内のフィードバック回路を用い、プローブを z 軸方向に移動させ変化後の振幅 A を計測初期値 A_0 に戻す。この際の移動量が試料表面の高さ情報を示す。なお、本研究ではフィードバック回路用の信号には、AFM 装置内の光学検出系により計測した振幅の変化量を用いた。

(7) プローブの自己検出機能による画像化(振幅, 位相情報)

試料の凹凸に対して、プローブの自己検出機能による検出信号の振幅、および位相値は増減する。この時、前述(3)で設定した初期値との差から、試料の表面形状を画像化した。

音叉型水晶プローブを用い、光学検出系により計測された AFM 画像(高さ情報, 上述(6)参照)を図 5-7(b)に、プローブの自己検出機能を用いて計測された AFM 画像(位相差情報, 上述(6)参照)を図 5-7(c)にそれぞれ示す。計測試料には単一の段差（高低差 約 100 nm）を持つシリコンを材料とした。計測結果より、音叉型水晶プローブの自己加振・検出機能を用いた計測において、100 nm の段差、および高さ 10~100 nm の付着物(計測像 右側部)の観察が可能であることが分かった。

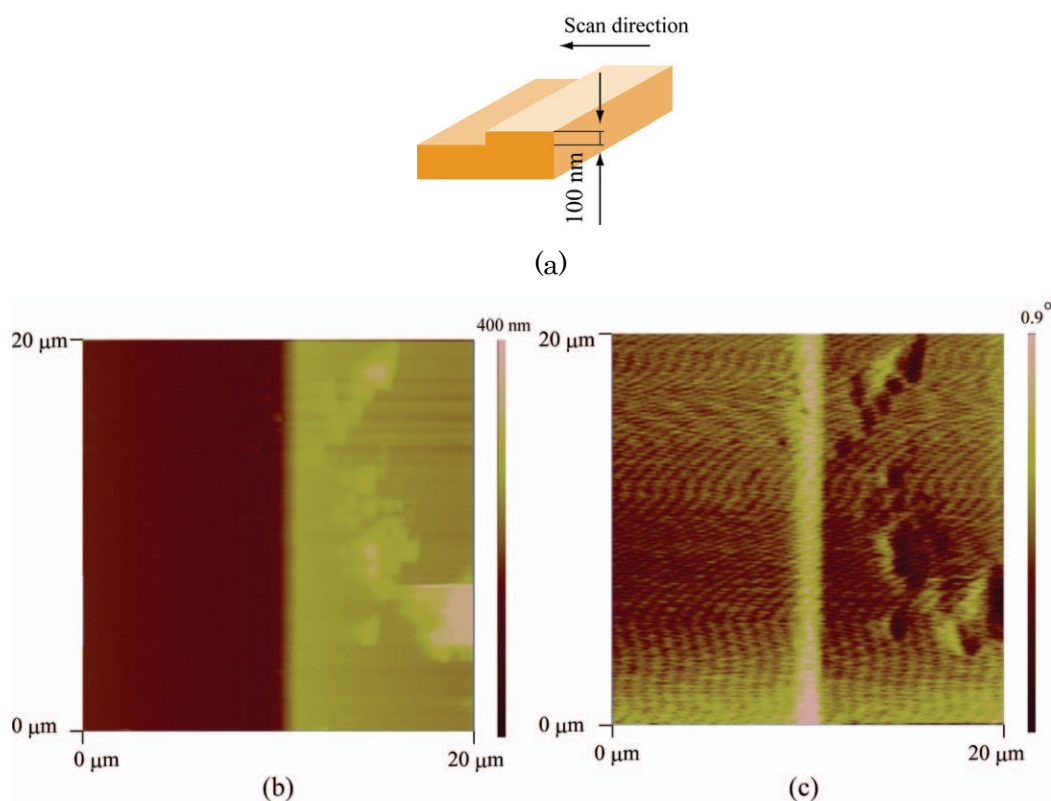
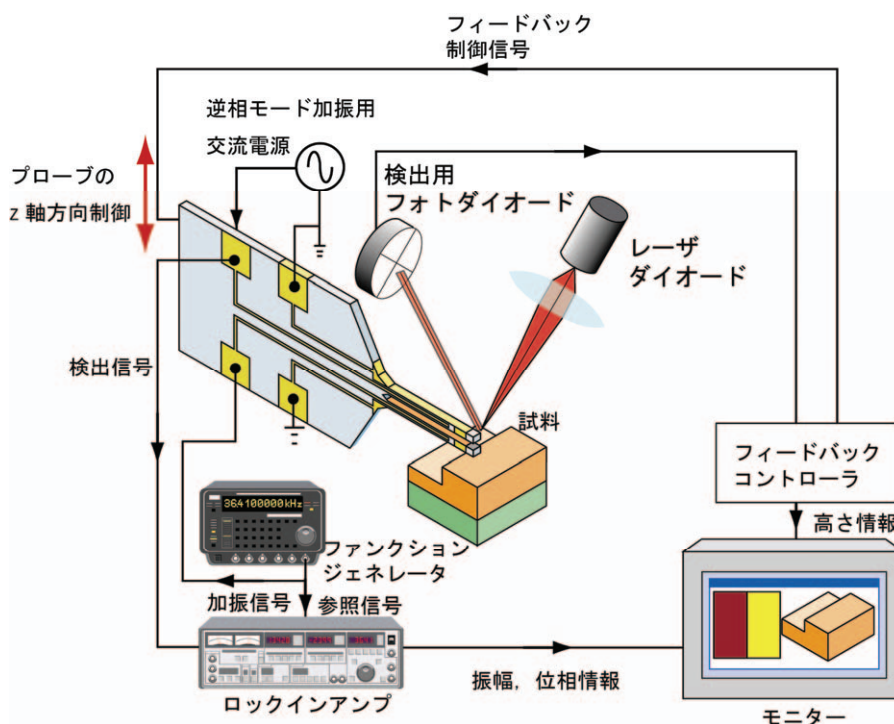


図 5-7 AFM 計測結果

(a)計測試料, (b)光学検出系による AFM 画像, (c)自己検出機能による AFM 画像

なお、本研究の AFM 計測では、試料ステージの z 方向の位置制御は光学検出系により計測した信号を用いて行われた。これは、水晶音叉プローブの自己検出機能により計測した信号は、配線に対する電氣的ノイズによる影響が大きく、位置制御用フィードバック信号として用いる場合、プローブの正確な位置制御が困難であったためである。今後は、ノイズを除去するとともに、検出した信号と試料の表面構造(プローブへの作用力)との関係性を明らかにし、フィードバックシステムを確立することで、光学検出系を用いない AFM 計測を試みる。

5.3 まとめ

本章では、水晶の圧電性を用い、音叉型水晶プローブの自己加振・検出機能を用いたタッピングモードAFM計測を行った。音叉型水晶プローブは、交流電圧を印加することにより逆相モードで加振され、試料との接触により生じる振動挙動の変化を電気信号に変換することにより、高さ10~100 nmの試料が観察可能であることを確認した。

本研究では、タッピングモードによる AFM 計測を行った。今後は、測定試料に対しより高い適応性を持つ非接触モードでの計測を試みる。また、AFM 装置の更なる小型化を目指すため、光学検出系を持たない計測系の確立を目指す。以上の問題点を解決するための課題は以下の通りである。

(a)試料ステージ制御用のフィードバックシステムの確立

音叉型水晶プローブから圧電性により検出された信号情報を元に、試料ステージ制御用のフィードバックシステムを作製することで、光学検出系を用いない計測系を確立し、AFM 装置の更なる小型化、簡素化を目指す。

(b)検出情報の解析

上記のフィードバックシステムを確立するため、検出された信号と試料の表面構造(プローブへの作用力)との関係性を明らかにする。また、非接触モードにおける AFM 計測を試みる。

第6章 結論

本研究では、AFMの分解能および試料との適合性の向上、装置の簡素化を目的として、自己加振および振動検出機能を有する水晶音叉型AFMプローブを開発した。音叉型水晶振動子は、水晶の結晶異方性を用いたウェットエッチングプロセスにより作製し、振動特性の評価試験、およびAFM計測を行った。以下に、本研究で得られた成果を述べる。

・音叉型水晶プローブの作製方法の確立

本研究では音叉型水晶振動子をAFMプローブとして用いるため、(1)ウェットエッチングプロセスによる探針と音叉型構造体との一体化、および(2)FIB装置による高アスペクト比、先鋭性を有した探針の形成を行った。それぞれの詳細は以下の通りである。

(1)ウェットエッチングプロセスによる加工法

ウェットエッチングプロセスにおいて、保護マスクに探針形成用の補償マスクパターンを施すことで、音叉型構造体と探針との一体化を行った。補償マスクパターンはエッチングシミュレータを用いて検討し設計した。探針の形状は補償マスクパターンの設計により制御でき、より高いアスペクト比を持つ探針の形成が作製できることを示した。

本加工法では、ウェットエッチングプロセスの特性上、探針を有した水晶振動子を同時に複数作製することで、プローブの作製時間および費用の低減を可能とした。また、本研究ではエッチングシミュレータを使用することで、従来の水晶のウェットエッチングプロセスでは作製が困難であった、複雑な構造を持つデバイスを効率良く設計できることを示唆した。

(2)FIB装置による加工法

FIB装置の除去加工モード、および堆積加工モードを組み合わせることにより、AFM

プローブの探針に求められる高いアスペクト比および先鋭性を持つ探針が作製できることを示した。また、本加工法は nm サイズの任意の形状を持つ探針形成が可能であり、極微細な加工のため振動挙動への影響を低減できる。よって、音叉型水晶振動子を AFM プローブとして用いる場合において、その特徴である高い Q 値を維持した状態で計測が可能となった。

・音叉型水晶振動子の自己加振および検出機能の評価

作製した音叉型水晶振動子について、水晶の圧電性を用いた自己加振および検出機能の評価を大気下で行った。自己加振機能について、電圧の印加条件により、音叉型水晶振動子が同相および逆相モードで選択的に加振できることを確認し、また、周波数応答性を計測することで逆相モードにおける Q 値の向上(固定部における振動エネルギーの損失の低下)を確認した。また、上述の FIB 装置を用いた探針形成について、自己検出機能による周波数応答性の計測を行い、探針形成後においても従来のシリコン製 AFM プローブと比較し、1桁高い値($2.5\sim 2.8\times 10^3$)を示した。

以上の結果より、本研究で作製した音叉型水晶振動子は、AFM プローブとして用いる場合において、自励および自己検出機能による AFM 計測が可能であり、高い Q 値により分解能の向上が期待できることが示された。

・音叉型水晶プローブの自己加振および検出機能による AFM 計測

音叉型水晶プローブを AFM 装置に実装し、水晶の圧電性によりプローブの自己加振・検出機能を用いたタッピングモード AFM 計測を行った。音叉型水晶プローブは、交流電圧を印加することにより逆相モードで加振し、試料との接触により生じる振動挙動の変化を電気信号に変換、検出することで、高さ 10~100 nm の試料が観察可能であることを確認した。本研究で作製した音叉型水晶プローブを用いることにより、従来の AFM 装置で必要としたプローブの加振および振動検出機構を必要としない計測系を確立した。

今後の課題は以下の通りである。

(a)プローブ位置制御用のフィードバックシステムの確立

音叉型水晶プローブの自己検出機能により検出した情報を元に、プローブの z 位置制御用のフィードバックシステムを作製することで光学検出系を用いない計測系を確立し、AFM 装置の更なる小型化を目指す。また、本研究では、ウエットエッチングで作製した探針-振動子一体型音叉型プローブは光学検出系に適応せず、AFM 計測に至らなかったが、光学検出系を持たない AFM 装置を開発することにより、結果としてウエットエッチングの加工特性を活用した生産性の優れたプローブの使用が可能となる。

(b)検出情報の解析

上記のフィードバックシステムを確立するため、検出された信号と試料の表面構造(プローブへの作用力)との関係性を明らかにする。

以上の課題を解決することにより、将来的には音叉型水晶プローブを用い、非接触モードによる AFM 計測を試みる。本研究で作製した音叉型水晶プローブは、高い Q 値およびばね定数により、非接触モードにおいてプローブと試料との吸着を起こすことなく、高分解能による観察が期待できる。これは、生体試料など、液体を必要とする軟性材料、脆性材料の計測に対して特に有効である。

本研究で提示した音叉型水晶プローブは、ウエットエッチングプロセスの加工特性より生産性に優れており、生産コストの低減化が可能であるため、実用化が期待できる。また、従来の AFM 装置では困難であった生体材料などの観察を可能とし、構造特性の更なる知見を得ることにより、新たな複合材料の開発に際し有効であると考えられる。

謝辞

本研究の遂行に際し、名古屋大学大学院工学研究科 マイクロ・ナノシステム工学専攻 佐藤 一雄 教授より賜りました懇切丁寧な御指導に深く感謝し、ここに厚く御礼を申し上げます。

名古屋大学大学院工学研究科 機械理工学専攻 巨 陽 教授、ならびに 名古屋大学大学院工学研究科 結晶材料工学専攻 財満 鎮明 教授には、適切な御助言や有益な議論の場を提供して戴きました。ここに厚く御礼を申し上げます。

名古屋大学大学院工学研究科 マイクロ・ナノシステム工学専攻 式田 光宏 准教授、ならびに 名古屋大学大学院工学研究科 安藤 妙子 講師には、実験の指針や結果の考察など、非常に多岐に渡り適切な御指導、御協力を賜りましたことを、深く感謝致します。

名古屋大学大学院工学研究科 福澤 健二 教授には、本研究の指針を示していただき、また、AFMに関する数々の貴重な御助言を賜りましたことを深く感謝致します。

エプソントヨコム株式会社（旧社名 東洋通信機株式会社）の開発技術統括部 開発部 佐藤 健二氏、開発技術統括部 設計部 小野 淳氏、ならびに開発技術統括部 開発部 村上 資郎 氏には、水晶振動子の設計および作製における御協力のみならず、水晶デバイス全般について、具体的かつ貴重な御助言を多数賜りました。ここに、厚く御礼を申し上げます。

みずほ情報総研株式会社（旧社名 富士情報総合研究所）の サイエンスソリューション部 シニアマネージャー(現在 (財)マイクロマシンセンター BEANS 研究所 出向中) 入江 康郎氏、サイエンスソリューション部 浅海 和雄氏には、FabMeister-ES (旧製品名 MICROCAD)を用いたシミュレーションの計算について、的確な御助言を賜りました。ここに深く感謝致します。

音叉型水晶プローブを用いた AFM 計測は，村松 拓郎 氏（名古屋大学大学院工学研究科 博士課程前期課程卒）の尽力により行われたものであり，ここに深く感謝致します。

中尾 茂樹 博士（現デンソー），長谷川 義大 博士（現キヤノン），譚 智勇 博士ならびに佐々木 光 博士（現デンソー）は，私が博士号の取得を目指す上での身近な目標であり，研究室での生活を通じて互いに切磋琢磨して研究に励んだことは，何物にも代え難い経験になりました。ここに深く感謝致します。

名古屋大学大学院工学研究科 マイクロ・ナノシステム工学専攻 佐藤研究室の皆様には，日常の議論から私事に至るまで，長きに渡り多大な御協力を頂いたことに感謝致します。

なお，本研究の一部は，日本学術振興会 科学研究費補助金 ((A)(2)No. 14205016)，ならびに 21 世紀 COE プログラム「情報化社会を担うマイクロナノメカトロニクス」の支援を受け遂行されました。

最後に，私の意志を大いに尊重し，長い学生生活において終始支えとなってくれた家族，そして，新たな家族としてこれからの生活を共にする婚約者に深く感謝致します。

2009 年 1 月

肥田 博隆

参考文献

- [1] K. E. Petersen, "Silicon as a mechanical material", Proc. of IEEE 70-5, pp. 420-457, (1982).
- [2] K. Sato, M. Shikida, Y. Matsushima, T. Yamamoto, K. Asaumi, and et al., "Characterization of orientation dependent etching properties of single-crystal silicon: Effect of KOH concentration", Sensors & Actuators A, 64, pp. 87-93, (1998).
- [3] K. Sato, M. Shikida, T. Yamashiro, K. Asaumi, Y. Iriye, and M. Yamamoto, "Anisotropic etching rates of single-crystal silicon for TMAH water solution as a function of crystallographic orientation", Sensors & Actuators A, 73, 1-2, pp. 131-137, (1999).
- [4] M. Shikida, K. Sato, K. Tokoro, and D. Uchikawa, "Differences in anisotropic etching properties of KOH and TMAH", Sensors & Actuators A, 80, 2, pp. 179-188, (2000).
- [5] M. Shikida, M. Ando, Y. Ishihara, T. Ando, K. Sato, and K. Asaumi, "Non-photolithographic pattern transfer for fabricating pen-shaped microneedle structures", Journal of Micromechanics and Microengineering, 14, pp. 1462-1467, (2004).
- [6] M. Shikida, M. Odagaki, N. Todoroki, M. Ando, Y. Ishihara, T. Ando, and K. Sato, "Non-Photolithographic pattern transfer for fabricating arrayed 3-D microstructures by chemical anisotropic etching", Sensors & Actuators A, 116, pp. 264-271, (2004).
- [7] 植田 敏嗣, 幸坂 扶佐夫, 飯野 俊雄, 山崎 大輔, "水晶のエッチング形状の予測とそのデバイス設計への応用", 計測自動制御学会論文集, 23, 12, pp. 1233-1238, (1987).
- [8] W. H. Kong Jr. "Piezoelectric sorption detector", Analytical Chemistry, 36, pp. 1735-1739, (1964).

- [9] 瀬尾真浩, 石川雄一, 本田 卓, ” QCM と SAW による微小腐食計測” , 防食技術, 39, pp. 697-708, (1990).
- [10] T. Ueda, F. Kohsaka and E. Ogita, “Precision force transducers using mechanical resonators”, Measurement, 3-2, pp. 89-94, (1985).
- [11] T. Ueda, F. Kohsaka D. Yamazaki and T. Iino, “Quartz crystal micromechanical devices”, Digest of Technical Papers, Transducer '85, pp. 113-116, (1985).
- [12] T. Ueda, F. Kohsaka, T. Ino and D. Yamazaki, “Temperature sensor using quartz tuning fork resonator”, Proc. of the 40th Annual Symposium on Frequency Control, pp. 224-229, (1986).
- [13] K. Yamanaka et al., “Precise velocity measurement of surface acoustic waves on a bearing ball”, Applied Physics Letters, 79, 19, p. 2797, (2000).
- [14] J. H. Staudte, “Subminiature quartz tuning fork resonator”, Proc. of the 27th Annual Symposium on Frequency Control, pp. 50-54, (1973).
- [15] 株式会社 多摩デバイス URL
<http://www.tamadevice.co.jp/index.html>
- [16] エプソントヨコム株式会社 URL
<http://www.epsontoyocom.co.jp/index.html>
- [17] G. Binning, C. F. Quate, Ch. Gerber, “Atomic force microscope”, Physical Review Letters, 56, pp. 930-933, (1986).
- [18] T. R. Albrecht, S. Akamine, T. E. Caver, and C. F. Quate, “Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope”, Journal of Vacuum Science & Technology. A, 8, pp. 3386-3395, (1990).
- [19] H. K. Wickramasinghe, “Scanned probe microscopes”, Scientific America, 260, pp. 98-195, (1989).
- [20] OLYMPUS 株式会社製 動的モード AFM プローブ
<http://probe.olympus-global.com/en/en/specsiliconE.html>
- [21] T. R. Albrecht and C. F. Quate, "Atomic resolution imaging of a

- nonconductor by atomic force microscopy", *Journal of Applied Physics*, 62, pp. 2599-2602, (1987).
- [22] T. R. Albrecht and C. F. Quate, "Atomic resolution with the atomic force microscope on conductors and nonconductors", *Journal of Vacuum Science & Technology. A*, 6, pp. 271-274, (1988).
- [23] 「走査型プローブ顕微鏡のロードマップ」, 日本学術振興ナノプローブテクノロジー第 167 委員会 編, (2000).
- [24] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel, "Tunneling through a controllable vacuum gap", *Applied Physics Letters*, 40, pp. 178-180, (1982).
- [25] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel, "7×7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space", *Physical Review Letters*, 50, pp. 120-123, (1983).
- [26] T.R. Albrecht, P. Grutter, D. Horne, D. Ruger, "Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity", *Journal of Applied Physics*, 69, 2, pp. 668-673, (1991).
- [27] T. Fujii and S. Watanabe, "Feedback positioning cantilever using lead zirconate titanate thin film for force microscopy observation of micropattern", *Applied Physics. Letters*, 68, pp. 467-469, (1996).
- [28] H. Edwards, L. Taylor, W. Duncan, A.J. Melmed, "Fast, high-resolution atomic force microscopy using a quartz tuning fork as actuator and sensor", *Journal of Applied Physics*, 82, 3, pp. 980-984, (1997).
- [29] S. Rozhok and V. Chandrasekharm, "Application of commercially available cantilevers in tuning fork Scanning Probe Microscopy (SPM) studies", *Solid State Communication*, 121, 12, pp. 683-686, (1997).
- [30] K. Karrai, D. Robert, R. D. Grober, "Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes", *Applied Physics Letters*, 66, 14, pp.1842-1844, (1995).
- [31] P. Gunther, U. Ch. Fischer, K. Dransfeld, "Scanning near-field acoustic

- microscopy”, *Applied Physics B*, 48, pp.89-92, (1989).
- [32] F.J. Giessibl, “Atomic resolution on Si (1 1 1)-(7×7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork”, *Applied Physics Letters*, 76, 11, pp. 1470-1472, (2000).
- [33] M. Heyde, M. Sterrer, H.-P. Rust, H.-J. Freund, “Atomic resolution on MgO (0 0 1) by atomic force microscopy using double quartz tuning fork sensor at low temperature and ultrahigh vacuum”, *Applied Physics Letters*, 87, 083104, (2005).
- [34] S. Watanabe, T. Fujiu, and T. Fujii, ”Effect of poling on piezoelectric properties of lead zirconate titanate thin films formed by sputtering”, *Applied Physics Letters*, 66, 12, (1995).
- [35] C. Lee, T. Itoh and T. Suga, "Micromachined piezoelectric force sensors based on PZT thin films", *IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, 43, pp. 553-559, (1996).
- [36] P. K. Hansma, J. P. Cleveland, M. Radmacher, D. A. Walters, P. E. Hillner, M. Benzanilla, M. Fritz, D. Vie, H. G. Hansma, C. B. Prater, J Massie, L. Fukunaga, J. Gurley, and V. Elings, “Tapping mode atomic force microscopy in liquid”, *Applied Physics Letter*, 64, pp. 1738-1740, (1994).
- [37] Y. Martin, C.C. Williams and H.K. Wickramasinghe, “Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale”, *Journal of Applied Physics*, 61, 10, pp.4723-4729, (1987).
- [38] A. L. Weisenhorn and P. K. Hansma, “Forces in atomic force microscopy in air and water”, *Applied Physics Letter*, 54, 26, (1989).
- [39] A. L. Weisenhorn, P. Maivald, H. -J. Butt, P. K. Hansma, “Measuring adhesion, attraction and repulsion between surface in liquids with an atomic-force microscope”, *Physical Review B*, 45, 10, (1992)
- [40] D. Cheng, Ka. Sato, M. Shikida, A. Ono, Ke. Sato, K. Asaumi, and Y. Iriye, “Characterization of anisotropic etching properties of quartz applied to 3-D

- etching simulation”, Proceedings of the 20th Sensor Symposium, pp. 379–389, (2003).
- [41] SII ナノテクノロジー社製 集束イオンビーム SMI2300
http://www.siint.com/products/fib/ion_beam_microscope.html
- [42] 日本表面学会 編, 「表面分析技術選書 ナノテクノロジーのための走査プローブ顕微鏡」, (2002).
- [43] 森田清三, 「はじめてのナノプローブ技術」, (2001).
- [44] 西川治, 「走査型プローブ顕微鏡 STM から SPM へ」, (1998).
- [45] 森田清三, 「走査型プローブ顕微鏡 基礎と未来予測」, (2000).
- [46] 小柴典居, 植田佳典, 「発振・変復調回路の考え方」, (1991).
- [47] 稲葉保, 「発振回路の設計と応用」, (1993).
- [48] 稲葉保, 「発振回路の完全マスター」, (1988).
- [49] 永田穰, 大橋伸一, 村田良三, 「実用基礎電子回路」, (1988).
- [50] 内野研二, 「圧電/電歪アクチュエータ: 基礎から応用まで」 (1986).
- [51] 塩寄忠, 「圧電材料とその応用」, (2002).
- [52] 内野研二, 「演習圧電アクチュエータ: 基礎から超音波モータまで」, (1991).
- [53] S. Morita, Y. Sugimoto, N. Oyabu, R. Nishi, Ó. Custance, Y. Sugawara, and M. Abe, “Atom-selective imaging and mechanical atom manipulation using the non-contact atomic force microscope”, *Journal of Electron Microscopy*, 53, 2, pp. 163–168, (2004).
- [54] Y. Zhu, H. Zeng, J. Xie, L. Ba, X. Gao, and Z. Lu, “Atomic force microscopy studies on DNA structural changes induced by vincristine sulfate and aspirin”, *Microscopy and Microanalysis*, 10, pp. 286–290, (2004).
- [55] T. Uchihashi, Y. Sugawara, T. Tsukamoto, M. Ohta, and S. Morita, “Role of a covalent bonding interaction in noncontact-mode atomic-force microscopy on Si(111)7×7”, *Physical Review B*, 56, 15, pp. 9834–9840, (1997).

付録

本論文に関連した公表論文

学術雑誌

1. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, S. Murakami, Ke. Sato, K. Asaumi, Y. Iriye, and Ka. Sato, “Fabrication of a Quartz Tuning-Fork Probe with a Sharp Tip for AFM Systems”, *Sensors & Actuators: A. Physical*, Vol. 148, (2008), pp.311-318.
2. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, S. Murakami, Ke. Sato, K. Asaumi, Y. Iriye, and Ka. Sato, “Development of self vibration/detection AFM probe using quartz tuning-fork”, *Transactions on Electrical and Electronic Engineering* (印刷中)

国際学会における発表

1. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, A. Ono, Ke. Sato, K. Asaumi, Y. Iriye, D. Cheng, and Ka. Sato, “Proposal of new type of micro-machined quartz tuning fork AFM probe”, 18th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS 2005), Miami, USA, Jan., (2005), pp.323-326.
2. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, A. Ono, Ke. Sato, K. Asaumi, Y. Iriye, D. Cheng, and Ka. Sato, “Fabrication and characterization of AFM probe with crystal-quartz tuning fork structure”, *Proceedings of the 2005 International Symposium on Micro-Nano Mechatronics and Human Science (MHS 2005)*, Nagoya, Japan, Oct.-Nov., (2005), pp.97-101.
3. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, A. Ono, Ke. Sato, K. Asaumi, Y. Iriye, D. Cheng, and Ka. Sato, “Quartz tuning-fork type AFM probe operated in anti-phase vibration mode”, *Proceedings of the 2006 International Symposium on Micro-Nano Mechatronics and Human Science (MHS2006)*, Nagoya, Japan, Nov., (2006), pp.560-564.
4. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, A. Ono, Ke. Sato, K. Asaumi, Y. Iriye, T. Muramatsu, Y. Horikawa, and Ka. Sato, “Development of self-vibration and

-detection AFM probe by using quartz tuning fork”, Technical digest of The 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuator and Microsystems (Transducers '07 & Eurosensors XXI), Lyon, France, Jun., (2007), pp.1533-1536.

国内学会における発表

1. 肥田博隆, 式田光宏, 福澤健二, 佐藤健二, 小野淳, 浅海和雄, 入江康郎, 程迪, 佐藤一雄, ”音叉型水晶振動子を用いた非接触型AFMプローブの設計および製作, 電気学会研究会資料, センサ・マイクロマシン準部門総合研究会, 京都大学, MSS-05-27, 6月, (2005), pp.35-39.
2. H. Hida, M. Shikida, K. Fukuzawa, A. Ono, Ke. Sato, K. Asami, Y. Iriye, D. Cheng, and Kazuo Sato, “Improvement in Q-factor of Atomic Force Microscopy Probe using Crystal-quartz Tuning Fork”, Tech. Dig. the 22nd Sensor Symposium, Japan, Oct., (2005), pp.61-64.
3. 肥田博隆, 式田光宏, 福澤健二, 佐藤健二, 小野淳, 浅海和雄, 入江康郎, 程迪, 佐藤一雄, ”自励・自己検出機能を有する水晶音叉型AFMプローブの開発”, 電気学会研究会資料, センサ・マイクロマシン部門総合研究会, 筑波大学, MSS-07-6, 7月, (2007), pp.25-28.

その他

国際学会における発表

1. H. Hida, M. Shikida, M. Okochi, H. Honda, and K. Sato, “GAS-LIQUID SEPARATED RESONATOR FOR BIO-CHEMICAL APPLICATION”, IEEE MEMS 2009 Conference, Sorrento, Italy, Jan., (2009), pp.912-915
2. K. Shimizu, H. Sasaki, H. Hida, H. Fujita, K. Obinata, M. Shikida, and E. Nagamori, “A BioMEMS Device with Microcantilever for the Measurement of Active Tension by Cultured Skeletal Muscle Cells”, 34th International Conference on Micro and Nano Engineering 2008, Athens, Greece, Sep., (2008), p.514.

-
3. K. Shimizu, H. Sasaki, H. Hida, H. Fujita, K. Obinata, M. Shikida, and E. Nagamori, “Integration of skeletal muscle cell onto Si-MEMS and its generative force measurement”, IEEE MEMS 2009 Conference, Sorrento, Italy, Jan., (2009), pp.403-406.

国内学会における発表

1. 清水一憲, 佐々木光, 肥田博隆, 藤田英明, 大日方圭, 式田光宏, 長森英二, “マイクロレバー型発生力評価デバイスを用いた培養骨格筋細胞の収縮力測定法の開発”, 第60回日本生物工学会大会, 東北学院大学, 8月, (2008), p.65.
2. 清水一憲, 佐々木光, 肥田博隆, 藤田英明, 式田光宏, 長森英二, “マイクロレバー型MEMSを用いた培養骨格筋細胞の収縮力測定法の開発”, 日本機械学会 第21回バイオエンジニアリング講演会, 札幌, 1月, (2009), pp.101-102.

受賞

1. Best Poster Award, Proc. 2006 International Symposium on Micro-Nano Mechatronics and Human Science (MHS '06), Nagoya, Japan, Nov., pp.560-564.

