

解説

走査型プローブ顕微鏡の標準化と校正用標準に関する 最近の研究動向

黒澤 富蔵*

産業技術総合研究所 計測標準研究部門

〒305-8563 茨城県つくば市梅園1-1-1, つくば中央第3

*tomizo.kurosawa@aist.go.jp

(2004年10月15日受理; 2004年11月11日掲載決定)

走査型プローブ顕微鏡(SPM)の中で寸法・形状計測に適する原子間力顕微鏡(AFM)について焦点を絞り, 計測ツールとしてのAFMの抱える二つの問題を考察する。米国国立標準技術研究所(NIST), ドイツ物理工学研究所(PTB), スイス連邦計量・認定局(METAS), 計量標準総合センター(NMIJ)を含む世界の主な標準研究所のAFMの研究動向を紹介する。特にNMIJで開発されたAFMの性能について説明する。国際比較の役割と重要性は測定の同等性の確認と校正証明書相互有効と密接に関連することを述べる。新たにISO TC201/SC9 (SPM)が発足するに際し, 日本の戦略としてSPMの校正法と校正用標準について論ずる。

Recent Trend of Standardization of Scanning Probe Microscope and Standards for Calibration

Tomizo Kurosawa*

National Metrology Institute of Japan (NMIJ), National Institute of Advanced Industrial
Science and Technology (AIST)

AIST Tsukuba Central 3, 1-1-1 Umezono, Tsukuba, Ibaraki, 305-8563 Japan

*tomizo.kurosawa@aist.go.jp

(Received: October 15, 2004; Accepted: November 11, 2004)

In this article, we focus atomic force microscope (AFM) suitable for dimensional nanometrology in scanning probe microscope (SPM). Especially we consider two problems of the non-linearity of PZT actuator and evaluation of tip for the use as a metrological tool. Activities of research and development of metrological AFM in main National Metrology Institutes such as NIST, PTB, METAS and NMIJ are introduced. In particular, performance of AFM developed by NMIJ is described in detail. Importance and role of international comparison are closely relevant to both metrological equivalence and mutual validity of certificate. Japanese strategy in new sub-committee ISO TC201/SC9 (SPM), namely standard for the calibration of SPM is discussed.

1. はじめに

IBMのBinnigとRohrerらがレンズのない全く新しいタイプの走査型トンネル顕微鏡(STM; Scanning Tunneling Microscope)を発明し、1982年にAuやCaIrSn₄表面の原子の凹凸像の観察に成功した[1]。翌年、彼らがSi(111)表面の7×7再配列構造のSTM像を発表[2]した時の驚きは、表面科学研究者にとどまらなかった。それまでの表面科学で用いられていた手法、すなわちX線、電子線による回折、イオンビームの散乱による逆格子空間での研究と大きく異なり、STMは実空間で表面像を観察できるので、表面の原子構造の決定などに利用できる強力なツールとして発達してきた。STMは横分解能0.1 nm、縦分解能10 pm程度と空間分解能が高いという利点を持っているが、トンネル電流を検出することから測定対象が導電性に限られていた。ところが、1986年にBinnigらが原子間力顕微鏡(AFM; Atomic Force Microscope)を開発し[3]、絶縁体表面の構造を高分解能で観察できることを実証して以来、検出する物理量の違いで、走査プローブ顕微鏡(SPM; Scanning Probe Microscope)ファミリーが徐々に誕生した。SPMは測定原理が簡単で、真空中で測定しなければ装置も比較的安価に組み上げることができる。また、測定環境は多様で、真空中はもちろん、大気中、液体中、さらに極低温や高温でも測定できる。測定対象は層状結晶、半導体、超伝導体をはじめとして電気化学やバイオ関連の試料まで多岐に渡っている。STMが発明されてからまもなく4半世紀を迎えるにあたって、観測ツールから計測ツールや加工ツールに変わりつつある。

他方、SPMの分野で使われている用語の曖昧さや不統一さ、SPMのx, y, z軸の校正方法と標準試料、カンチレバー・チップの形状評価法、データフォーマットの互換性など、標準化のニーズが高まってきた。

本稿ではSPMの中で、特に寸法・形状測定に利用されているAFMに焦点を絞り、ナノ領域の標準確立を目指した研究動向、試料を用いた国際比較の意義と重要性、新たに発足したISO TC201/SC9 (SPM)の標準化の活動と校正用標準について述べる。

2. AFMを用いた寸法・形状測定

AFMは極微小物体の三次元座標を求めることから、表面構造の寸法・形状測定に適していると言える[4]。Fig.1に測定対象を表す模式図を示す。(a)は二つの同様な形体の点から点までの距離測定である。

形体が同じである限り、二点におけるプローブからの出力値が二点間のプローブの変位に対応する。プローブの形状等が直接測定結果に影響を与えない。回折格子のピッチ測定や段差測定がこれに相当する。(b)は線幅測定に対応するもので、最も厄介な測定量である。プローブと測定対象形状との畳み込み積分(convolution)の結果として見かけの線幅が計測される。そこで、既知の形状キャラクタライザを用いて、プローブ形状をreconstruction法によって求め[5]、最終的にAFM像の再構成を行って真の形状の線幅を求めることになる。(c)は物体の相対する2点間距離測定により体積などを求めることに相当する。厳密な意味では物体の面間距離の測定である。(d)は表面性状やナノラフネスの測定に相当する。ナノラフネスの測定の場合、プローブ先端の曲率半径が測定されていなければ、正確な粗さの評価ができない。(e)の薄膜の微小硬さ測定の場合、微小荷重での押し込みになるので、それだけ圧痕も小さく、光学顕微鏡では圧痕を観察できない。したがってAFMで圧痕の押し込み深さを測定し、最終的に接触投影面積を計算する。ナノインデントアとして様々な機械的特性評価に応用できる。インデントアの圧子の形状評価にAFMを使用する。(f)は電氣的・磁氣的特性を評価するSTMや磁気力顕微鏡(MFM)である。

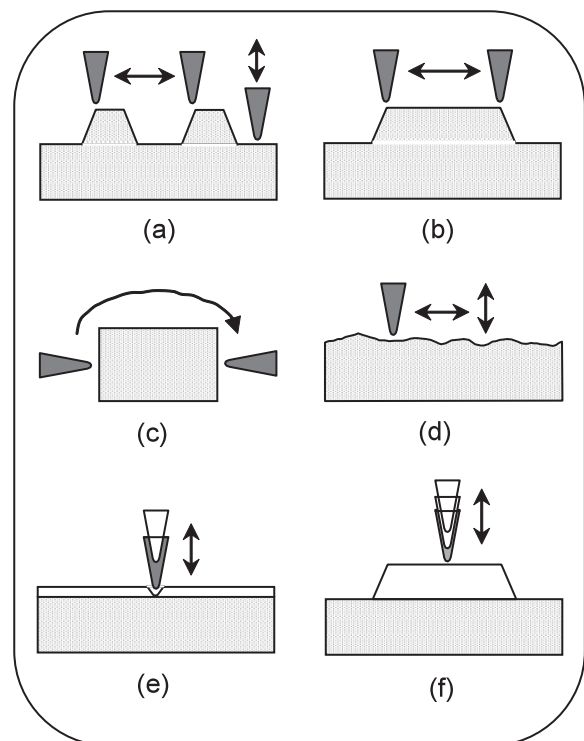


Fig.1 Objects measured using AFM or STM.

3. 計測ツールとしてのAFMの課題

SPMの基本原理は、 x,y,z の各軸が互いに直交した駆動機構と z 軸に先端の鋭いプローブを持ち、試料表面との相互作用によって得られる信号をもとに三次元画像に変換することである。したがって、計測ツールとしてのAFMには二つの課題を有する。一つは、 xyz 走査軸の直交性と直進性の崩れや駆動装置としてのPZTアクチュエータの非線形性、ヒステリシス、クリープ、などが正確な情報を得る障害となっていること[6]、もう一つはチップ形状の評価をどうするかという問題である。

三次元座標系の不完全性に関する極端な例をFig.2に示す。Fig.2(a)はPZTの非線形性により、AFM像が歪んでいる。それに対して(b)は実時間でレーザ干渉計によって得られた試料位置情報をもとに正確な目盛を実現しているために歪のない像が得られている。市販のAFMでは予めPZTの非線形を測定し、ソフトウェア上で補正しているのがほとんどである。PZTの経年変化などのために、初期値としてインストールされた補正係数がいつまで有効であるか明らかでない。そこで、定期的に標準試料を用いてPZTの補正係数をチェックする必要がある。

チップ形状の評価は非常に難しい。その理由はFig.3に示すようにチップ形状の多様さによる。(a)はシリコンの異方性エッチングで製作した典型的なピラミッド状のチップである。円錐角が 100° 程度であり、不感帯領域が大きい。(b)はシリコンの等方性エッチングで製作した円錐状チップで、円錐角は 35° 程度である。(c)は超先鋭化チップで、円錐角は 20° と小さい。(d)は傾斜型先鋭化チップである。(e)はハンマー型チップ（底が平らで裾が広がっているものをフレードチップあるいはブーツ型チップともいう）はトレンチ構造や側壁の形状、粗さを測定するために開発されたもので、二方向を同時に制御しなければならない。(f)は電気泳動法によりカーボンナノチューブを精製し、一本一本を横一列に配列したカートリッジを製作する。ピラミッド状のチップの先端とカートリッジ上のカーボンナノチューブの間に電圧を印加することによりクーロン引力で接触させ、電子ビーム蒸着による炭素膜で固定した方法で製作したものである[8]。カーボンナノチューブの直径は5-20 nmで、弾性があるので横方向のしなりに注意しなければならない。

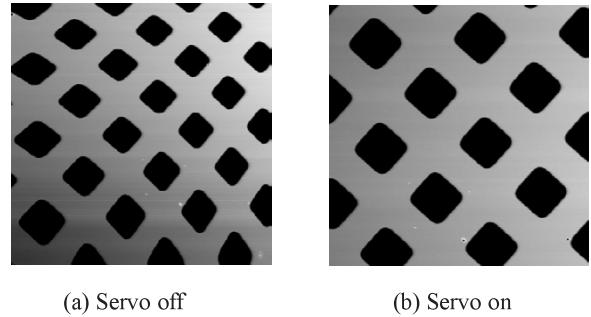


Fig.2 AFM images of 2D grating. Picture (a) is distorted by non-linearity of PZT and (b) is corrected by interference signal [7].

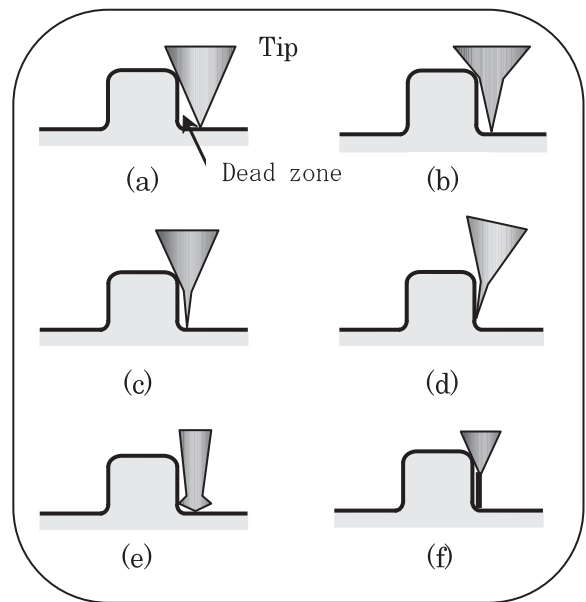


Fig. 3 Various tip geometry

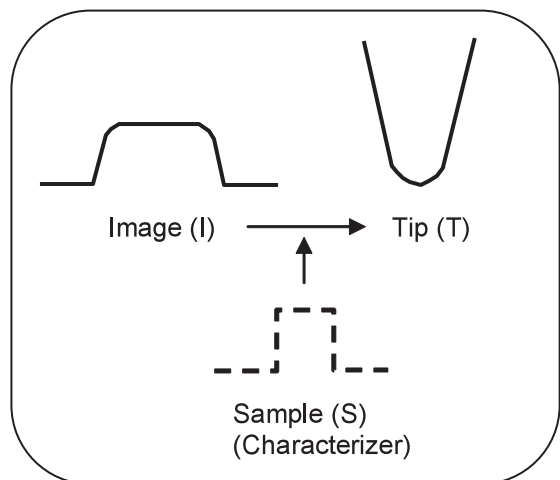


Fig.4 Blind reconstruction method

チップ形状の評価はいくつかある。例えば、走査型電子顕微鏡(SEM)でチップを直接観察し、形状やチップ半径を評価する。チップ形状をパラボリック形状と仮定して、reconstruction法で評価する。また、Fig.4に示すようにAFM像(I)と幅が非常に狭い矩形のキャラクタライザ(S)を用いてblind reconstruction法でチップ形状(T)を計算する手法が研究されている[9]。

4. 世界の主な標準研究所のAFMの研究動向

4.1 米国国立標準技術研究所(NIST)

校正用AFM(C-AFM)では、xy二軸にヘテロダインレーザ干渉計を搭載、干渉計の信号を用いて面内試料位置を閉ループで制御している。z軸の変位を静電容量センサで検出している。レーザ波長と静電容量センサは長さ標準であるよう素安定化He-Neレーザと間接的にトレーサビリティを確保している[10]。

50 × 50 nm²のエリアを1 nmの測定精度を目標に分子レベル測定機(M³-STM)を開発している[11]。STMとマイケルソン干渉計を20°C、超高真空中で動作するものである。装置のコアとなる直径350 mmの球殻部は機械及び寸法の安定性、真空対応、熱伝導性が良いことから無酸素銅を使用している。1 mmの変位測定に対する拡張不確かさは50 nmである[12]。

また、原子レベルの標準の開発を目的に、周波数追従レーザ干渉計搭載超高真空STMを開発している[13]。

4.2 ドイツ物理工学研究所(PTB)

市販のカールツアイズ製VERITEKTをベースに三軸に静電容量センサ付PZTアクチュエータを備え、その信号を用いてフィードバックコントロールをしている[14]。同時にレーザ干渉計を搭載しているので、測定の前後に静電容量センサを自動校正し、制御用ソフトウェアの補正テーブルを修正する。また、光てこ検出方式ではなく、光自動焦点センサを用いている。測定範囲は70 μm (x) × 15 μm (y/z)である。分解能はそれぞれ1.25 nm (x), 0.25 nm (y/z)である。

英国物理学研究所(NPL)と共同研究でX線干渉計とSTMを組み合わせた装置(STM+X-ray)を開発している[15]。X線干渉計で1目盛192 pmの物差しを実現するので、高精度光干渉計で発生する非線形を避けることができる利点を有する。実際に100 nm

ピッチの二次元回折格子を測定し99.52 ± 0.46 nmの値を得た[15]。nmからmmまでの広範囲な変位測定を目的とした実証研究を行っている[16]。

4.3 スイス連邦計量・認定局(METAS)

自作の一体切り欠き構造の二重平行ばねステージ(x軸の走査範囲380 μm)にDI社のメトロロジーAFMヘッドを組み込み、x軸変位をNPL製レーザ干渉計で計測するシステムになっている[17]。静電容量センサでPZTを制御している。走査範囲が広いために、一次元回折格子の測定の場合、データ数が多い分だけ統計的に精度が上がる。

4.4 計量標準総合センタ(NMIJ)

三軸に超高精度干渉計を搭載し、実時間で走査距離を補正しながら測定できるAFM装置の原理をFig.5に示す。実際の装置はステージ部、干渉計部、プローブ部、制御部、環境測定部の五つで構成されている。ヒンジばね機構を有するx-yステージの上にz軸用にピエゾアクチュエータを載せ、これに直交性を確保した三面鏡を三軸干渉計の移動鏡かつ試料ホルダーとして設置した。各軸のレーザ干渉計ユニットは4パスの多重光路ホモダインレーザ干渉計で、光学的増倍係数4、さらに電氣的増倍係数2048から最終的な理論分解能は約0.04 nmとなる[7],[18]。x-y軸方向の走査範囲は17.5 μm、z軸方向は2.5 μmである。Fig.6にプローブユニットを外した状態のAFM#1装置の写真を示す。移動鏡兼試料ホルダーに試料をセットする。カンチレバー・プローブの先端を試料表面付近に接近させ、x-y面内でステージを走査する。カンチレバー・プローブの先端の変位を光てこ方式で検出し、試料とカンチレバーの先端距離が一定になるようにz軸を制御する。x,y,z軸に搭載した干渉計で移動鏡の位置を測定する。その場合、x-yステージは干渉信号を使ってサーボコントロールされる。

AFM#1は段差測定に対しては走査範囲が狭いという理由で、新たにAFM#2を開発した。Fig.7に示すように、走査範囲を100 μm (x/y) × 12 μm (z)に拡張、ベースプレートを熱膨張係数の小さいスーパーインバーを使用、対称配置の差動型干渉計に変更した構造となっている。AFM#2はよう素安定化He-Neレーザにオフセットロックしたレーザ光を干渉光源に使用しているので、直接長さ標準にトレーサブルである。AFM#2を用いて50 nmピッチの試料まで測定できることを確認した[19](Fig.8参

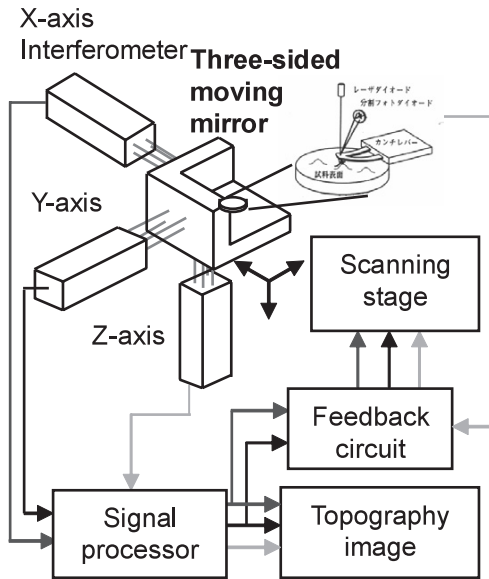


Fig.5 Schematic diagram of metrological AFM with a three-axis laser interferometer.

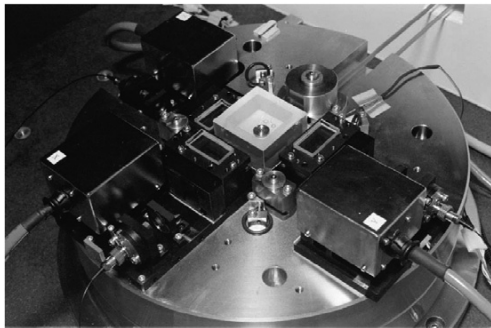


Fig.6 Photograph of metrological AFM#1.

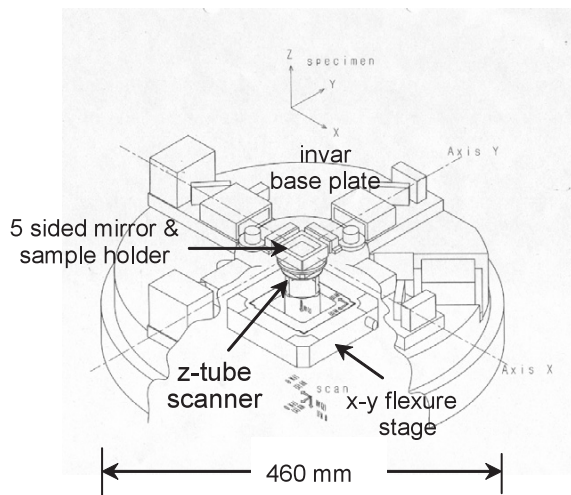


Fig.7 Structure of new AFM#2 with a differential type laser interferometer.

照).

さらに、長さ標準に直接トレーサブルな AFM#3 校正装置を開発し、25 nm 面内方向ナノスケールに値付けをし、標準物質としてユーザに供給できることを目指した研究開発を実施中である[20],[21].

4.5 その他の研究所

イギリス物理学研究所(NPL)では、弾性変形を利用した走査範囲 100 μm の x-y ステージに z 軸チューブスキャナ (走査範囲 : 5 μm) をマウントした構造で、市販の AFM ヘッドを用いている[22]. NPL で独自に開発したサブナノメートルの精度を有する三面鏡の差動式レーザ干渉計を搭載している. 二次元回折格子のピッチと x-y 直角度の測定では、1 $\mu\text{m} \pm 1 \text{ nm}$ と $90^\circ 00' \pm 5'$ の値を得ている.

中国計量科学院(NIM)では PTB の協力を得て VERITEKT3 にレーザ干渉計を搭載したものを開発し、段差の国際比較に参加した. 最近、韓国標準科学研究所(KRISS)では x-y ステージにザイゴ社製のヘテロダイナミックレーザ干渉計を搭載し、位置制御に二個の静電容量センサを用いた AFM を開発している.

世界の主な国立標準研究所(NMIs)で開発してきた計測用の AFM あるいは STM を用いて、一次元回折格子のピッチ値と測定の拡張不確かさを整理したものを Fig.8 に示す. 破線で示している公称値 290 nm と 700 nm ピッチは国際比較 NANO4 の結果である [23].

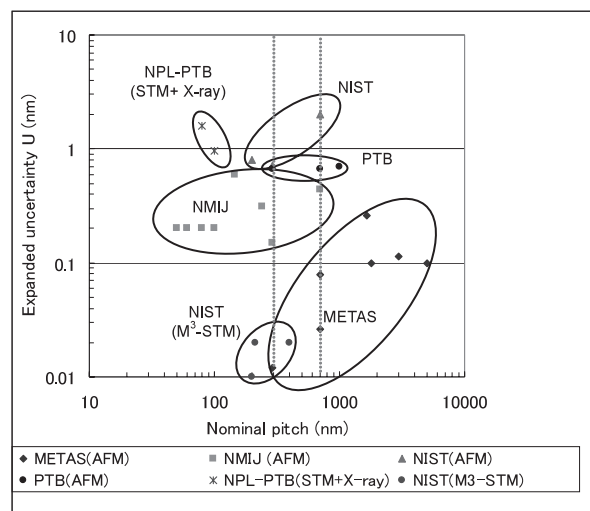


Fig.8 Expanded uncertainties for various nominal pitches measured using AFM or STM developed by main National Metrology Institutes.

長ストロークのステージを有する METAS の結果が際立っている。NMIJ は報告されている中では最小ピッチを測定できることを示しているが、測定の不確かさを低減できないでいる。この原因は正確な目盛を実現するレーザ干渉計の非線形誤差(周期誤差)を 0.1 nm 以下に低減できないため、これが研究課題である。測定の不確かさが小さいことは測定能力があることを示しているが、正確な測定値を得ることと必ずしも等価ではない。それを確認するためには同一試料による国際比較が不可欠である。

5. 国際比較の意義と重要性

経済が急速にグローバル化し、通商の技術的な問題を包括的に多国間で解決するために、Fig.9 に示すような「計量標準の国際相互承認」のスキームが提案された。各国の計量標準機関が発行する校正証明書を相互に認め合うというものである。その前提として、国際比較を実施し、測定の同等性の確認と同時に校正のための品質マニュアルを整備し、海外からの専門家による peer review を受けて適合することが求められるようになった。この校正測定能力を国際度量衡局(BIPM)のデータベースに登録することになる[24]。これによって障壁のない自由な貿易が実現する。

半導体技術、バイオ技術など先端技術を支えるナノ計測分野での予備国際比較を国際度量衡委員会 長さ諮問委員会の企画で実施している[25]。Table 1 に項目、幹事機関と実施時期、用いる標準試料、参加機関数を示す。NANO3 は全長 280 mm の標準尺の持ち回り測定で、既に終了しているが、標準試料のサイズが大きいのでナノ計測にそぐわないとい

う理由で、次回からナノメトロロジーから外すことに決まった。現在までに NANO4 (一次元回折格子) と NANO2 (段差) が終了している[26]。国際比較は不確かさを小さくすることを競うものでなく、測定の同等性を確認することである。同等性の指標として下記の式で表される E_n が用いられる。先ず全てのデータを用いて重みつき平均値を計算し、これを参照値 x_{ref} とする。次に合成不確かさ $u_c(x_{ref})$ と有効自由度 $\nu_{eff}(x_{ref})$ を求める。最後に参照値の拡張不確かさ $U_{95}(x_{ref})$ を求める[24]。

$$E_n(x_i) = \left| \frac{x_i - x_{ref}}{\sqrt{U_{95}^2(x_i) + U_{95}^2(x_{ref})}} \right|$$

全ての参加機関のデータに対して $E_n > 1$ の場合のデータは除外される。 $E_n < 1$ になるまでこの操作が繰り返される。上の式から分るように、 $E_n < 1$ するには不確かさを大きくとればよいが、校正測定能力が低いことになる。

一例として、五種類の段差標準 (7, 20, 70, 300, 800 nm) の国際比較について述べる[27]。300 nm の段差測定の結果を Fig.10 に示す。NMIJ は長さ標準にトレーサブルな顕微干渉計(IM)と Fig.6 に示した AFM#1 で測定した。参照値に近く、不確かさの小さい結果が得られた。ところで、一次元回折格子のピッチ測定で素晴らしい測定結果 (Fig.8 参照) を示した METAS のデータが見当たらない。4.3 節で説明したように z 軸の変位測定に静電容量センサを使用している。最初の Draft A で結果が公表されたときの段差標準 300 nm と 800 nm の場合、参照値に対してそれぞれ -6.3 nm と -19 nm であった。レーザ干

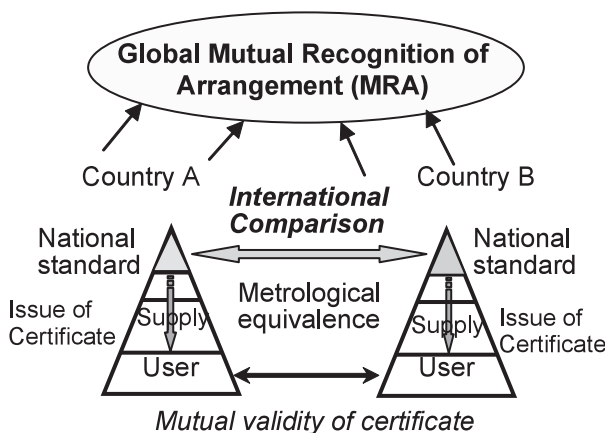


Fig.9 Scheme of global mutual recognition of arrangement in the field of measurement standards.

Table 1 Schedule of preliminary comparison on nanometrology .

Standards	Pilot laboratory	Measurands	Participants
NANO1 (Linewidth)	NIST USA) (unsettled)	Line width: 0.9-10.8 nm	9
NANO2 (Step height)	PTB (Germany) (2000.9-2002.7)	Step height: 7, 20, 70, 300, 800 nm	14
NANO4 (1D grating)	METAS (Swiss) (1999.2-2000.6)	Pitch: 700, 300 nm	10
NANO5 (2D grating)	DFM (Denmark) (2005.1-)	x, y pitch: 1000x1000 nm, 300x300 nm x-y orthogonality	9

渉計による静電容量センサの校正が正確にできなかったという理由で、二つの段差標準についてのデータを取り下げた。測定に使用した機器を上位の装置でいかに正確に校正するかを教えてくれた例である。なお、国際比較ではデータの取り下げは全ての参加機関の同意を得なければならないルールとなっている。

一般に基幹国際比較に参加した標準研究所は、地域（例えばアジア太平洋計量計画(APMP)）や国内標準の測定の同等性をリンクするための持ち回り測定を実施する義務がある。そこで、NMIJは長さ標準にトレーサブルなレーザを光源とする三軸干渉計搭載 AFM#1, 日本品質保証機構(JQA)は光回折計, 日立サイエンスシステム社(HSS)は CD-SEM の異なる測定法による持ち回り測定を実施した [28]. 用いた試料はHSSの標準マイクロスケール(HJ-1200)で、電子顕微鏡の倍率校正用ピッチ 240 nm 一次元回折格子である。結果を Fig.11 に示す。参照値に NMIJ の値を用いる。全ての測定が $E_n < 1$ で測定の同等性が確認された。

6. SPM の標準化の動き

ISO TC201(Surface Chemical Analysis;表面化学分析)に新たに SC9 (走査型プローブ顕微鏡) の分科委員会が発足することになった。Fig.12 に示すように、議長とセクレタリは韓国で、Dr.Hae Seong Lee, と Dr. Jae Heyg Shin である。P メンバは日本を含め 7 カ国, O メンバは 6 カ国である。TC201 が韓国済州島で 10 月 7 日～9 日まで開催された。

最終日に第 1 回 SC9 分科委員会が開かれた。それに先立ち韓国は SC9 にかける意気込みがすごかった。8 月 23 日に韓国技術標準院主催で「ナノ分析技術の国際標準化動向と原子間力顕微鏡の役割」というセミナーを開催した。韓国内の著名な専門家 7 名が講演した。日本からは筆者が招待され、「NMIJ におけるナノ寸法計測のための長さ標準にトレーサブルな AFM の開発」について講演した。

日本では 4 月に国内の表面化学分析技術標準化委員会の中に SPM WG をつくって、活動を開始した。SPM WG は企業から 7 名, 研究機関から 3 名, 事務局 2 名で構成する。これまで 3 回の委員会を開き、半導体分野, マスク分野の専門家を招き、SPM の規格化へのニーズを調査した。また、委員会の中でどういう項目を規格化すべきかアンケートをとり、順位付けを行った。上位 8 位までは以下の通りである。

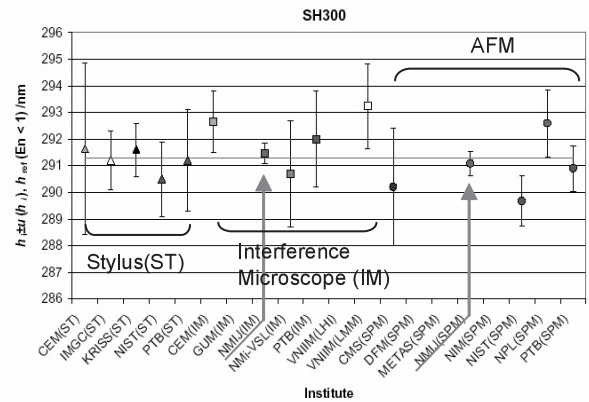


Fig.10 Comparison on NANO2 (step height) using stylus (ST), interference microscope (IM) and AFM.

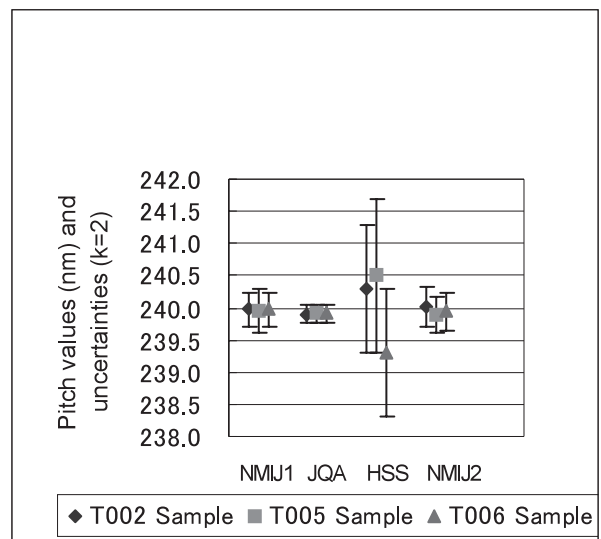


Fig.11 240-nm pitch intercomparison between optical diffractometer, scanning electron microscope and atomic force microscope. NMIJ; National Metrology Institute of Japan, JQA; Japan Quality Assurance Organization, HSS; Hitachi Science Systems, Ltd.

ISO TC201/SC9 (SPM)

Chairman: Dr. Hae Seong Lee (Korea)
Secretariat: Dr. Jae Heyg Shin (Korea)

P - member	O - member
China, Hungary, Japan , Korea, Russia Federation, USA, United Kingdom (7 countries)	Australia, Austria, Finland, France, Germany, Singapore (6 countries)

Fig.12 Members of ISO TC201/SC9 (Scanning Probe microscope).

1. SPM に用いられる専門用語の定義.
2. SPM における分解能の定義.
3. SPM における分解能の計測方法の標準化.
4. SPM の各手法の定義.
5. SPM の定義 “SPM の意味の定義”.
6. SPM の z 軸の校正方法の標準化.
7. SPM の x-y 軸の校正方法の標準化.
8. SPM における交換用データフォーマットの標準化.

この結果から専門用語や定義に関連する項目が上位を占めた。用語に関しては SC1 で統一を行っているので、エキスパートを出すと同時に、必要な用語(Term)と頭字語(Acronym)を整理して提出することとした。SC9 に対応するために議論を重ねた結果、データフォーマットの互換性については SC3 で行うことを提案する。SC9 にワーキンググループ「WG1: Methodology for calibration and reference materials for SPM」を提案し、その中で最初に行う作業項目として "AFM における x-y 軸の校正方法" とした。日本から WG1, 韓国からは WG2 (用語), WG3 (AFM 用実験パラメータ決定のための指針), WG4 (SPM 用カンチレバーの仕様), WG5 (SPM の装置仕様), WG6 (近接場走査光学顕微鏡の実験パラメータ決定のための指針) の 5 つの WG の提案が予定されていた。

10 月 9 日午前に行われた SC9 (SPM) の予備会議には、日本 4 名、韓国 4 名、米国 2 名、ロシア 2 名、中国 2 名、英国 1 名が参加した。最初に、各国の活動状況報告、続いて英国の Dr.M.P.Seah が Veeco 社のデータをもとに SPM ユーザの分布と規格化のニーズについて説明した。次に日本と韓国からの提案説明に対する議論を行った。結論としては、WG からではなく全てのメンバーから知恵を集約するという非公式な Study Group (SG) からスタートすることになり、5 つの SG とプロジェクトリーダーの候補を決めた。午後の本会議では、以下の通りバランスのとれた最終決議となった。

- (1) 2005 年までの期間、SC9 の議長に Dr.Hae Seong Lee (韓国) が任命された。
- (2) SC9 の適用範囲を「表面化学分析のための走査型プローブ顕微鏡分野の標準化」と修正したものが承認された。
- (3) SG1(業務計画):プロジェクトリーダーの Dr.Hae Seong Lee(韓国)は Dr.Donald R.Baer(米国) や専門家の助力を得ること。
- (4) SG2 (SPM の校正方法と標準試料:プロジェクト

リーダーは Dr.Tomizo Kurosawa(日本)。

- (5) SC3(AFM の使用法と温度、湿度、走査速度などの影響の解釈に関する指針):プロジェクトリーダーは 11 月末までに米国から選出される。
- (6) SG4 (NSOM/SNOM の使用法とそのデータ解釈に関する指針):プロジェクトリーダーは Dr.Jeongyoung Kim(韓国)。
- (7) SG5 (SPM 用プローブの説明について):11 月末までに英国から選出される。
- (8) SC1 (用語)に Dr.Masatoshi Yasutake(日本)が SPM のエキスパートとして加わる。
- (9) SC3 (データ管理と取扱い):WG(データフォーマット, コンビナーが Dr.M. P. Seah)に新しい検討グループを作り, そのプロジェクトリーダーとして Dr.Daisuke Fujita (日本) が指名された。
- (10) 次回の ISO TC201 は 2005 年 9 月 22 日から 24 日の期間にハンガリーのブタペストで開催されることが決まった。

7. 校正のための標準試料

AFM が計測ツールに移行したからといって、4 章で説明したように、全ての AFM にレーザ干渉計を搭載したシステムを構築することは、高価で、複雑なシステム、信頼性などの点で得策とは言えない。ユーザにとって Fig.13 に示すように、長さ標準にトレーサブルな校正装置で校正された標準試料を用いて、SPM を校正することが簡便で理想的な方法である。

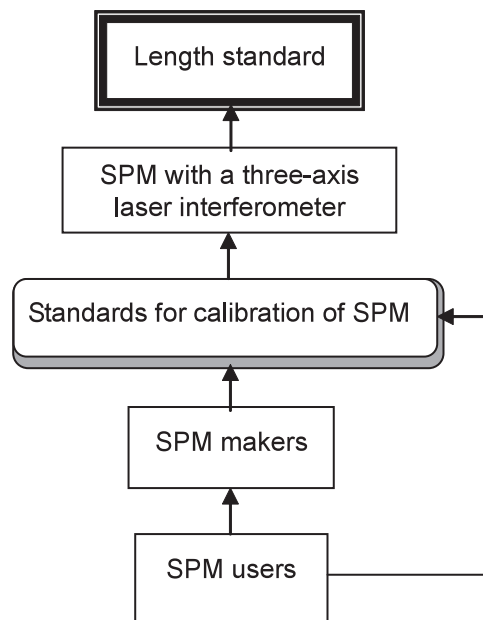


Fig. 13 Traceability scheme of standards for calibration of SPM

校正用標準試料として、一部市販されているものもあるが、ここでは校正にはどのような標準試料が必要であるかについて簡単に紹介する。

- (1) 平面標準：Cr 膜で覆われたガラス基板で、チューブスキャナの円弧運動によるおわん形歪みの補正用である。これは顕微干涉計で校正されることが多く、Peak to valley (p-v) 値として 5 nm 以下が望ましい。
- (2) 縦倍率 (z 軸) 校正用段差標準：Si 基板の SiO₂ をエッチングにより適当な厚さに仕上げ、最終的に Cr で被膜する。z 軸の校正には数 nm から数 μm の間に数個の標準試料を用いて線形性を確認する必要がある。三軸にレーザ干涉計搭載 AFM や顕微干涉計で行われる。特に、Si の原子ステップ 0.3 nm の段差標準は日本独自で確立したもので [29]、2002 年 7 月に社団法人電子情報技術産業協会規格 JEITA EM-3505 と制定された。
- (3) x-y 面内校正用標準：これには一次元回折格子と二次元回折格子が含まれる。現状では 100 nm から 10 μm の範囲のピッチをカバーしている。作製方法としてピッチ 300 nm までは光リソグラフィである。それより小さく 50 nm ぐらいまでは電子ビームリソグラフィで製作する。少量製造と高価であるため普及しにくい。最近ナノインプリント技術の進展により [30]、原版を電子ビームリソグラフィで製作し、それを元にスタンプのごとく、安価で多量の標準試料を製造できる可能性がでてきた。さらに小さい 30 nm ピッチ以下で Fig.14 に示すような超格子構造が有望である。なお、200 nm ピッチまでは Littrow 光回折計でも校正できるが、深紫外レーザを用いた 100 nm ピッチの校正に関しては現在研究中である。それ以下では三軸にレーザ干涉計を搭載した AFM で校正を行う。
- (4) チップ評価標準試料：チップの形状や曲率半径を評価するための最適な標準試料は存在しない。キャラクタライザとして、例えば Fig.15 に示すような先端の鋭い剣山形状や直径の揃っている金微粒子、直径が数 nm 程度のカーボンナノチューブなどが考えられる。
- (5) SPM の分解能を検証する標準試料：Si(111) 表面の 7 × 7 再配列構造の像を観測できれば原子レベルの分解能を有する証左となる。真空中での STM では観測ができるが、大気中では Si 表面を清浄し、水素終端すると AFM でも観測可能である [31]。

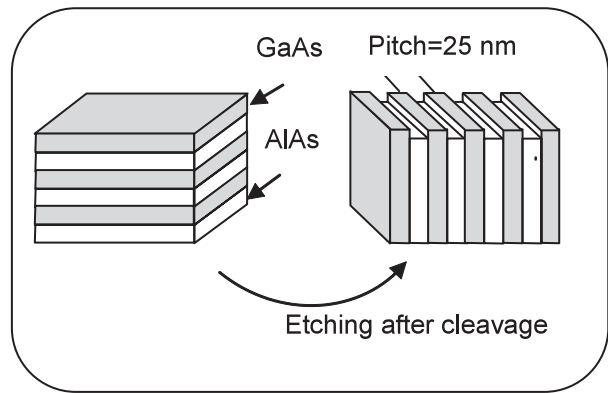


Fig. 14 Superlattice structure

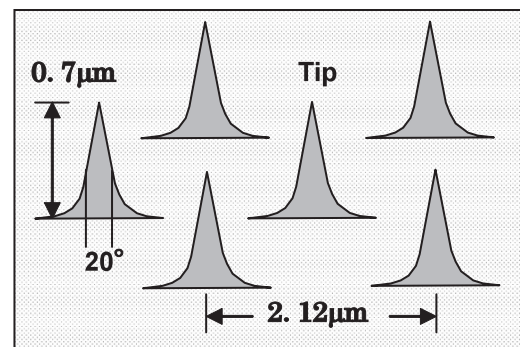


Fig. 15 Very sharp-edged tip like Kenzan

標準試料を利用するユーザにとっては、品質保証の観点から校正した個所に番号を明記すると同時に、試料個所を見つけやすいマークを付与することが便利である。さらに、AFM 像の評価と補正パラメータの抽出に適したソフトウェアプログラムを含むことが必要である。

8. おわりに

SPM は表面化学分析にとって不可欠な観測・計測ツールで、定量的な情報をもたらす水準までに成熟したと言える。実際には、ナノメートル領域での幾何寸法・形状計測のトレーサビリティを確立するために、国立標準研究機関が特別に設計したレーザ干涉計搭載型 AFM の開発に挑戦してきた経緯がある。しかし、AFM ユーザにこれを要求するのは経済的・計測学の点から合理的でない。最適な標準試料を用いてユーザ自身が定期的に校正することが望ましく、それによって高精度で再現性の優れた測定を実現し、表面化学分析分野に新しい知見をもたらす可能性がある。そのための規格作

りは重要な作業であり、技術に裏づけされたものとして位置づけられる。

ISO TC201/SC9(SPM)では、SPM WGの国内委員会で議論した日本の戦略とそのための準備が良かったために、日本の提案通り、「SPMの校正方法及び標準物質」がSG2として認められた。最も多く利用されているAFMのx-y軸の校正法とそれに用いる標準試料について、日本学術振興会ナノプローブテクノロジー第167委員会（委員長：森田清三大阪大学教授）と連携して検討を開始することになった。

本稿では長さ標準にトレーサブルなAFMを用いた校正技術および標準試料の現状、さらにSPMに関する国際標準化の動向と校正のための標準試料の現状を述べた。校正の重要性を理解していただければ幸いである。

謝辞

国際標準化に関してはSPM WG委員各位、特にISO TC201/SC9(SPM)に出席した表面化学分析技術国際標準化委員会委員長一村信吾氏、SPM WG幹事藤田大介氏、安武正敏氏の協力に感謝いたします。また、NMIJのAFM開発と測定を積極的果敢に挑戦してきた権太聡氏と三隅伊知子氏に感謝いたします。

参考文献

- [1] G.Binnig, H.Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel, Phys. Rev. Lett. **49**, 57(1982).
- [2] G.Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel, Phys. Rev. Lett. **50**, 120(1983).
- [3] G.Binnig, C.F. Quate and Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. **56**, 930(1986).
- [4] J.E. Griffith and D.A.Grigg, J. Appl. Phys. **74**, R83(1993).
- [5] J.S. Villarrubia, Surface Science, **321**, 287(1994).
- [6] 権太聡, 黒澤富蔵, 計測と制御, **38**, 758(1999).
- [7] S.Gonda, T.Doi, T.Kurosawa, Y.Tanimura, N.Hisada, T.Yamagishi, H.Fujimoto, H.Yukawa, Applied Surface Science, 144-145, 505(1999).
- [8] 中山喜萬, 表面科学, **21**, 540(2000).
- [9] J.S. Villarrubia, Proc. SPIE, **3332**, 10 (1998).
- [10] J.Schneir, T.H.McWaid, Jalexander and B.P.Wilfley, J. Vac. Sci. Technol. **B12**, 3561(1994).
- [11] E.C.Teague, J. Vac. Sci. Technol. **B7**, 1898(1989).
- [12] J.Kramar, E.Amatucci, D.Gilsinn, J.Fu, W.Penzes, F.Scire, E.C.Teague and J.Villarrubia, Proc. SPIE, **3677**, 1017(1999).
- [13] R.M.Silver, H.Zou, S.Gonda, B.Damazo, J.Jun, C.Jensen, L.Howard, Opt. Eng. **43**, 79(2004).
- [14] M.Bienias, S.Gao, K.Hasche, R.Seemann, K.Thiele, Appl. Phys. **A66**, S837(1998).
- [15] A.Yacoot, U.Kuetgens, L.Koenders and T.Weimann, Meas. Sci. Technol. **12**, 1660(2001).
- [16] A.Yacoot, and L.Koenders, Meas. Sci. Technol. **14**, N59(2004).
- [17] F.Meli and R.Thalmann, Meas. Sci. Technol. **9**, 1087(1998).
- [18] S.Gonda, T.Doi, T.Kurosawa, Y.Tanimura, N.Hisada, T.Yamagishi, H.Fujimoto, H.Yukawa, Rev. Sci. Instrum. **70**, 3362(1999).
- [19] I.Misumi, S.Gonda, Q.Huang, T.Keem, T.Kurosawa, S.Aya, H.Sumitani, K.Takamasu, First International Symposium on Standard Materials and Metrology for Nanotechnology, March 15-16, 2004, Tokyo Big Sight, Ariake, Tokyo, Japan.
- [20] S.Gonda, I.Misumi, Q.Huang, T.Keem and T.Kurosawa, First International Symposium on Standard Materials and Metrology for Nanotechnology, March 15-16, 2004, Tokyo Big Sight, Ariake, Tokyo, Japan.
- [21] 黒澤富蔵, 砥粒加工学会誌, **48**, 237(2004).
- [22] J.Haycock and K.Jackson, Proc. 2nd euspen, International Conference, Turin, Italy, May 27-31, 392(2001).
- [23] F.Meli, Proc. 2nd euspen, International Conference, Turin, Italy, May 27-31, 358(2001).
- [24] <http://kcdb.bipm.fr/BIPM-KCDB/AppendixC>
- [25] 黒澤富蔵, 精密工学会, **68**, 338(2002).
- [26] 三隅伊知子, O plus E, **26**, 64(2004).
- [27] L.Koenders, R.Bergmans, J.Garnaes, J.Haycocks, N.Korolev, T.Kurosawa, F.Meli, B.C.Park, G.S.Peng, G.B.Picotto, E.Prieto, S.Gao, B.Smereczynska, T.Vorburger and G.Wilkening, Metrologia, 40(Technical Supplement)04001(2003).
- [28] I.Misumi, S.Gonda, T.Kurosawa, Y.Tanimura, N.Ochiai, J.Kitta, F.Kubota, M.Yamada, Y.Fujiwara, Y.Nakayama, K.Takamasu, Meas. Sci. Technol. **14**, 2065(2003).
- [29] M.Suzuki, S.Aoyama, T.Futatsuki, A.J.Kelly, T.Osada, A.Nakano, Y.Sakakibara, Y.Suzuki, H.Takami, T.Takenobu, M.Yasutake, J. Vac. Sci. Technol. **A14**, 1228(1996).
- [30] M.D.Austin, H.Ge, Wei Wu, M.Li, Z.Yu, D.Wasserman, S.A.Lyon and S.Y.Chou, Appl. Phys. Lett. **84**, 5299(2004).
- [31] S.Gonda, M.Tanaka, T.Kurosawa and I.Kojima, Jpn. J. Appl. Phys. **37**, L1418(1998).