

## 段差標準片創製技術

初 澤 裕

### Fabrication of Micro Step Height Reference

Takeshi HATSUZAWA

Micro step height reference is very important for calibration of SPMs and surface profilers. The references are fabricated by advanced machine tooling and microfabrication techniques in step dimensions from mm to nm. Also, micro-terraces on the single crystal surface can be used as step references in sub nm range. A microfabricated silicon step reference is developed by anisotropic etching, in which multi steps can be fabricated in one etching process. It can be applied for the step reference from mm to nm.

**Key words:** step reference, calibration, microfabrication, anisotropic etching, silicon

#### 1. 段差片の必要性

走査型プローブ顕微鏡 (SPM) や表面粗さ計などの表面観察・測定装置では、正確なスケールを搭載している場合を除き、測定値の信頼性確保のため座標系の校正が必須である。これら測定機の水平走査範囲はマイクロメートルからミリメートルオーダーと大きいが、垂直分解能はサブオングストロームからナノメートルレベルときわめて小さいため、高さ方向の校正の重要性は大きい。高分解能のレーザー干渉計などを測定機に搭載すれば、長さ標準にトレーサブルな測定値を得られるが、標準研究・供給機関を除き、一般ユーザー向きではない。そこで、段差標準片を用いて、値が校正された高さ情報をユーザー側の測定機に移すことにより、トレーサビリティーを確保するのが一般的である。本稿では、このような段差標準片について、その製作方法を概観する。

#### 2. 各種加工による段差片

段差片の製作方法を大別すると、1) 精密機械加工による方法、2) 微細加工を用いる方法、の2通りが挙げられる。前者は回折格子などを作製するためのルーリングエンジンなどが代表的なものであり、後者は半導体作製技術であるエッティングや成膜技術の応用である。

回折格子は、基板上に周期的に連続三角山形状が形成されており、簡易な段差片として応用可能である。これは、

ダイヤモンドカッターを用いたルーリングエンジンにより金属製マスターを作製し、ガラス基板上のエポキシ樹脂により型取りして、金またはアルミ膜を蒸着したが多い。ピッチが  $0.83 \mu\text{m}$  から  $33 \mu\text{m}$ 、高さが  $0.12 \mu\text{m}$  から  $1.3 \mu\text{m}$  程度のものが安価に市販されている。ただし、回折格子では三角山のピッチが山の高さよりも重要であるので、山高さの一様性が今ひとつというところが難点である。筆者らが用いた回折格子の例では、山高さ  $0.54 \mu\text{m}$  のもので、 $\pm 5\%$  程度のばらつきがみられた。

従来型機械加工そのものの性能は、ナノメートル加工を行って十分なレベルに達している。例えば、図1に示すファナック社の複合加工機 ROBOnanoUi では、各軸の位置決め分解能  $1 \text{ nm}$ 、角度分解能  $1/10$  万度を達成しており、ナノメートルレベルの段差標準を加工する実力を有している。

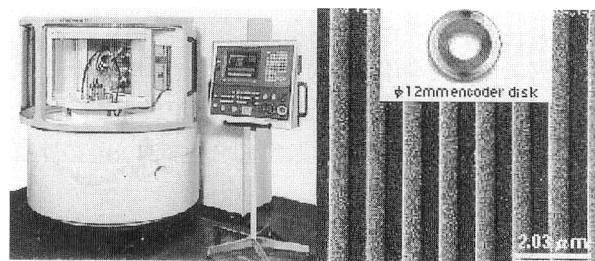


図1 ファナック社複合加工機 ROBOnanoUi と回折格子の加工例 (ファナック社ホームページより)。

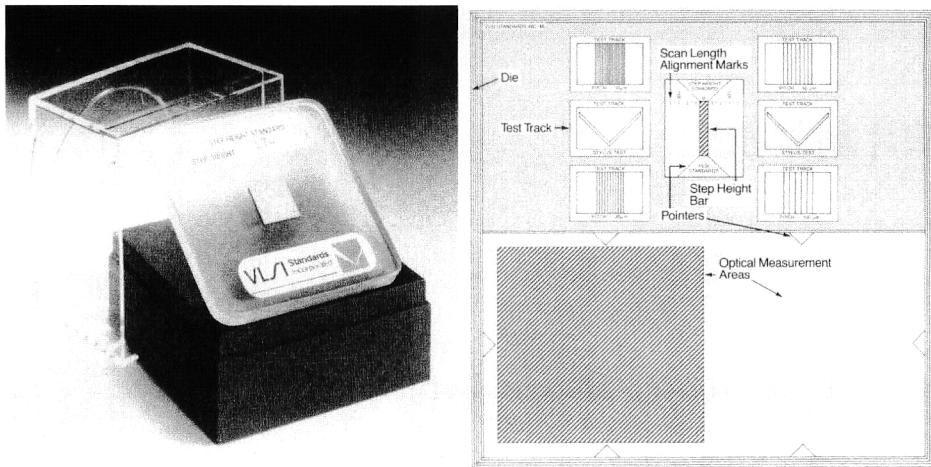


図2 VLSI スタンダード社製の段差片とパターン（同社カタログより）。

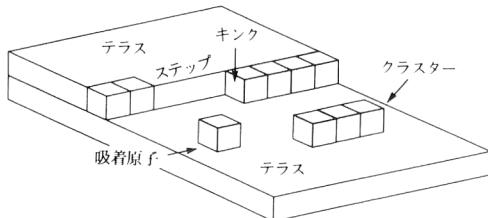


図3 結晶表面のテラス構造<sup>5)</sup>。

る<sup>1)</sup>。ただし、工具形状の転写という基本原理からは逃れないので、ここで使用するダイヤモンドバイトの刃先形状精度が段差片の品質を決定する。

微細加工を用いた段差創製方法としては、1) 薄膜のエッチング、2) シリコン単結晶の異方性エッチング、3) MBE(分子線エピタキシー)による原子単相膜の形成、などが挙げられる。

薄膜のエッチングによる方法は、現在、段差片を作製する手法として最も一般的であり、シリコン酸化膜を用いた方法が主流である。ここでは、数cm角の広い面積で、膜厚偏差の少ない一様な成膜を行うことがキーポイントとなる。これを適宜パターンニングし、段差部を設けている。膜厚は、エリプソメーターなどの光学的手法によっても測定可能である。半導体工業用として、シリコン基板上に形成されたシリコン酸化膜による段差片が市販されており(図2)，18~940 nm程度の段差片、1.8~24 μmの厚膜段差片などが供給されている。

サブナノメートル領域では、段差片の幾何形状は原子の寸法を用いる方法に依存するようになる。分子線エピタキシーは、超高真空中で分子源を加熱、飛行させ、基板上に1層ずつ堆積させる技術である。この際、電子線回折装置により成膜状態をモニターしていると、層ができるごとに

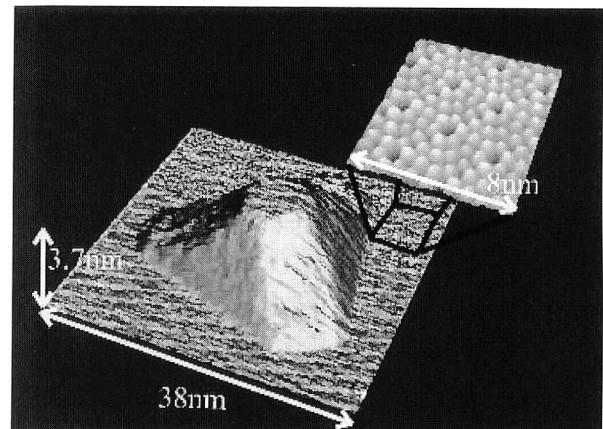


図4 シリコン(111)面7×7構造上にSTMで形成したピラミッド(名古屋大学一宮研ホームページより)。

回折電子強度が変化するので、原子層の計数が可能となる。そこで、所定の層数だけ原子層を堆積し、エッチングまたはリフトオフによりパターンを形成して段差を作製すれば、原子層の整数倍(数nm以内)の段差を構成することが可能である。

### 3. 結晶の表面構造による段差

原子レベルの段差としては、単結晶表面の原子テラス構造を応用することが考えられる。これは、図3のように結晶表面の原子の階段構造<sup>2)</sup>に基づくもので、単原子のステップ高さが得られる。例えば、シリコン単結晶では、格子定数0.543 nmより(111)面のステップ高さは0.314 nm、(001)面では0.136 nmとなり<sup>3)</sup>、このステップを測定用段差として応用可能である。

また、超高真空中で400~500°Cの高温にしたシリコンの(111)基板にSTM探針を近づけると、局所的な結晶成長が起り、図4のように数nmのピラミッド状突起が形成される<sup>4)</sup>。ただし、数分から数時間で自己崩壊を起こしても

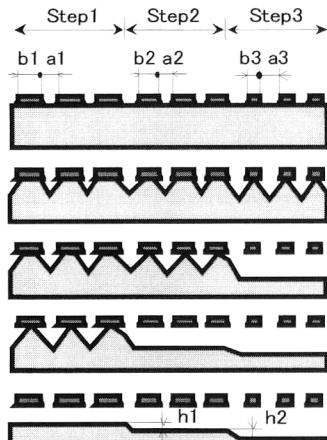


図5 マスク幅の変調による多段段差形成エッティング。

との平面になってしまふところが難点である。

いずれにせよ、結晶表面の構造は超高真空の清浄空間があつてはじめて正確な幾何形状が保たれるため、通常の大気環境で標準片として応用するためには何らかの構造固定法が必要である。

原子サイズ以下の段差は、「もの」としての実現は困難である。熱膨張や圧電現象などを用いて「変位」を直接プローブに与える手法が考えられるが、駆動系、検出系とともに量子レベルの雑音の影響を受けるため、信号処理には十分な注意が必要である。

#### 4. シリコン単結晶による段差試料

筆者らのグループは、ナノメートルからサブミリメートルの広い寸法範囲で1回のエッティングで多段の段差が得られる、シリコンの異方性エッティングについて検討してきた<sup>5)</sup>。図5のように、エッティングパターンをすだれ状に形成し、そのピッチや開口比を変えるとエッティング深さが異なる現象を利用する。図6はこの方法により得られた3段の段差片であり、マルチステップが1度のエッティングにより実現されている。パターンの微細化やエッティングの最適化により、より小さい寸法領域の段差も作製可能である。

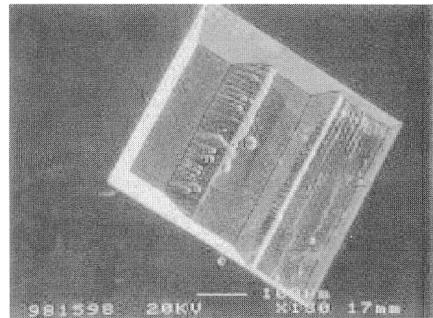


図6 一括異方性エッティングによる多段差試料片。

本稿で示したように、段差片の創製技術としては、原子レベルの寸法まで製作可能な状況である。段差の寸法校正については、干渉計を備えたメトロロジカル SPM などが開発されている<sup>6)</sup>。原子ステップを用いたものでは、格子定数が長さの基準となるので、この値自身の信頼性が問われる。いずれにしても、ナノメートル以上の工業分野での段差と、サブナノメートル以下の表面科学分野での段差では、取り扱い、目的などが大きく異なることに注意を要する。

#### 文 献

- 1) 竹内芳美：“マイクロ切削加工”，精密工学会誌，68 (2002) 167-170.
- 2) 石井菊次郎：物質構造の基礎（共立出版，1998）p. 141.
- 3) 萩野敏郎, 日比野浩樹, 本間芳和：“シリコン表面原子ステップ配列制御”，応用物理，66 (1997) 1289-1297.
- 4) 一宮彪彦, 林 和彦：“シリコン表面に形成されたナノ構造の安定性と崩壊”，応用物理，69 (2000) 1330-1334.
- 5) 初澤 毅, 井上尚紀, 早瀬仁則, 小口寿明：“シリコン単結晶の異方性エッティングを用いた微小段差基準片”，計測自動制御学会論文集，36 (2000) 645-649.
- 6) 三隅伊知子, 権太 聰：“各国標準研究所の測長走査型プローブ顕微鏡”，精密工学会誌，68 (2002) 345-348.

(2002年9月18日受理)