解説

ナノメータへの扉を開く技術—吉田ナノ機構プロジェクトの研究—

Approaches to Nanometer Technology —A Review of the Yoshida Nano-Mechanism Project—

吉田庄一郎・飯塚 清

Shoichiro YOSHIDA

Kiyoshi Iizuka

吉田庄一郎

- 1932年8月生まれ
- 東京大学工学部卒業、(株)ニコン専務取締役、1985年より吉田ナノ機構プロジェクト総括責任者併任
- 新技術事業団 吉田ナノ機構プロジェクト (〒100 東京都千代田区丸の内2-5-2 三菱ビル1階)

飯塚 清

- 1942年4月生まれ
- 千葉大学工学部卒業、(株)ニコンにて精密光学機器の開発、1985年より吉田ナノ機構プロジェクト
- 新技術事業団 吉田ナノ機構プロジェクト (〒100 東京都千代田区丸の内2-5-2 三菱ビル1階)

1. はじめに

21世紀を迎えようとしている現在の高度情報化社会において、情報という抽象的な対象を具体的に扱うための膨大な規模のデータ処理媒体を必要としている。そのためのハードウェアへの要求の典型的な現れが記憶素子・メモリの集積度の年々の向上である。1Mビットのメモリが量産されている現在、既に64Mビットの研究試作が発表されている。この進歩は製造技術の弛まざる改良に支えられている。マイクロ技術がサブミクロン技術へ、サブミクロン技術がハーフミクロン技術へ、更に研究的にはサブハーフミクロン技術といわれる0.2~0.3 μm のパターン幅を実現させるための技術が実現されようとしている。この傾向が今後とも続くとなると21世紀初頭には0.1 μm の技術、言い換えるとナノメータ技術が必要となる。パターン幅100nmを実現するためには10nmオーダの精度を持った要素技術が必要となり、10nmの要素技術を完成させるためには

1nmオーダの分解能を実現する技術が必要となる。

ここで1nmを考えてみる。1nmは寸法から考えると、原子・分子の世界と隣合わせの領域であり、多くの物質が連続体でなく、不連続な特性を示し始める領域である。このような領域の技術を実現とするためには従来の技術を改良するだけでは実現が難しいことが推測される。従来の技術を分子・原子のレベルから改めて見直し、原子・分子のふるまいを考慮に入れた新しい考え方を取入れ、また、原子・分子のふるまいに基づく新規な方法を考え出さねばならない。このような考え方を基本とし、計測、制御、加工の基本技術を研究することを目的として1985年の吉田ナノ機構プロジェクトが発足した。

2. ナノ機構研究

2.1 走査トンネル顕微鏡 (STM : Scanning Tunneling Microscope) に関する研究

STMはBinnigらにより初めて製作されて以来原子像を三次元のイメージとして観察できることから急速に発展してきており、表面物理の分野では欠くことのできない研究手段となってきた。STMは試料表面と探針 (tip) との間に流れるトンネル電流を利用する顕微鏡であるが、トンネル電流は距離の変化に対する電流量の変化が、原子1個分に対して、2桁から3桁も変化するため原子オーダの分解能を得ることができる。STMはまた、最近の走査技術等の改良により数 μm の範囲をナノメータの垂直感度で走査・形状検出ができるようになり、加工面の表面粗さの測

定等ナノメータオーダでの微細形状測定も可能となった。このため STM 自体の研究と STM を使った研究は我々のプロジェクトにとって大変重要である。

初めに加工表面や生物試料の観察を目的として、走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) と STM との複合装置 (SEM-STIM) を開発した⁽¹⁾。STM の機構を SEM の試料室内の試料ステージ上に搭載する方式としたため、この装置は SEM の倍率から STM の倍率まで広い倍率範囲を切り換えることができるようになり、特に、試料と STM の針 (tip) を同時に観察できるため、STM で観察したい部分を約 0.5 μm 以内に設定できるようになった。STM の像はスイッチ切り替えにより、SEM の二つの CRT ディスプレー上に、三次元および Top View の像を同時に表示することができる。この STM を使用し加工の基本的解析として、グラファイト表面がイオンによるスパッタリング効果によりどう削られて行くのかおよび電子線蒸着法によりカーボンがグラファイト上に付着して行く過程の観察を行った。図 1 にイオンビームスパッタエッチングの測定結果を示す。表面粗さの評価から約 6 分後に 1 nm の値で表面粗さが飽和することがわかった⁽²⁾。

STM は生物の構造を分子レベルで解明するための装置としても有用になりつつある。生物試料、特に厚い試料は導電性がないため表面を導電性の物質でコートする必要がある。そのコート材

の選択のために上述のカーボン蒸着膜の評価を行ったが、SEM よりは十分高い分解能のイメージが得られるものの、生物の構成分子のイメージが得られるほど均一な膜ではないことがこの結果から判明した。事実カーボンコーティングをしたフラジェラ (一種のバクテリアのべん毛) の観察像からも SEM 像より高い分解能は得られたが分子を観ることはできなかった。生物でも DNA のようなごく薄い試料は STM 像が得られている。これはトンネル電流が試料を通過し、基板に流れる際に試料の状態によりトンネル電流が変化することにより得られた像とされているが、まだ原理は解明されていない。このように生物試料のトンネル現象は解明されていない部分が多く、またそれだけに試料の事前処理によって新しい可能性が開けることになる。当プロジェクトでも試料処理の方法を研究した結果、グリセリンの希薄溶液を添加後凍結乾燥することによりフラジェラの分子構造を識別することに成功した。図 2 に得られたイメージを示す。X 線回折法等により解析された構造を直接 STM 像として確認できた意義は大きい。

STM を工業的な計測に応用することも考えられつつある。高分解能、特に水平方向の分解能がこれまでの触針、光を応用した計測に比較し、格段に優れているため高分解能の表面粗さ計としての応用が先行しつつある。この場合空气中で測定

図 1 STM によるスパッタ加工面の観察
(試料 Kish-Graphite, 59 nm $\times$ 29 nm)

図 2 フラジェラの STM 像
(太さ約 25 nm, 分子径 5 nm)

することによる仕事関数のばらつきの増大に対する考慮、広範囲をひずみなく走査する機構、形状的には平坦でも仕事関数の異なる物質が混在する表面を計測する場合の補正、針 (tip) の形状からくるトンネル電流の変化等検討しなければならない要素は多い。

当プロジェクトでは STM の走査に用いる電歪素子 [PZT: Pb (TinZrn)] の制御に新たに考案したコンデンサ挿入法を用いることにより、PZT のヒステリシスおよびクリープを軽減し広範囲をひずみなく考査し、スイッチ切り換えだけで原子オーダの分解能を得られる方式を発見した⁽³⁾。図 3 に実験結果を示す。また、針の形状の問題は工業的応用を考えた場合、原子単位よりはるかに大きな凹凸のある表面を計測せねばならないため特に大きな問題となるため、針 (tip) の先端の形状 ($0.01\ \mu\text{m}$ R 程度) と表面の凹凸との位置関係でトンネル電流の流れる点が変化し STM 像に変化を与えたことに関し、実験および

(a) $r=1$ (コンデンサなし)

(b) $r=0.15$ (10 nF コンデンサ挿入)

図 3 コンデンサ挿入法による PZT ヒステリシスの減少

(上: コンデンサなし, 下: コンデンサあり)

コンピュータシミュレーションにより検討を進めた結果、表面の凹凸の分布の程度により表面粗さの値が実際より過大に評価されたり、小さく評価されてしまうことを明らかにした。

2.2 X線顕微鏡法の研究 光学顕微鏡の分解能は使用する光の波長により制限される。分解能を向上させるためには波長を短くすればよく、 $1\text{ nm}\sim 4\text{ nm}$ の軟 X 線の領域の光は生物体を構成する分子によって選択的に吸収されるため高い像のコントラストが得られる。そのため生物用の X 線顕微鏡としての利用が研究されている。しかし X 線像を結像させるための素子は波長が短くなるにつれて加工が難しくなり、また使用する材料も吸収等の X 線との相互作用を基本的な部分から調査し、決定しなければならない。Walter 形反射鏡および回折を利用したゾーンプレートが集光素子として用いられているが、当プロジェクトではゾーンプレートについてより効率の高い集光特性が得られる位相形ゾーンプレートを、新しい考案を加え改良する研究を進めていた。その結果、位相形ゾーンプレートにより従来のフレネル形ゾーンプレートの 1.6 倍の集光効率を得ることができた。

2.3 ナノメータ位置制御システムの研究

長ストロークの位置決め技術は従来ナノメータ技術には遠いものと考えられていたが、当プロジェクトでは新しく開発した AC 同期形リニアモータとボールローラガイドを用いて 1 nm 以上の制御性を有するナノメータ位置制御システムの開発に成功した。図 4 に 1 nm のステップ応答を示すが、この図から反軸時にもバックラッシュのない

図 4 ステージの 1 nm ステップレスポンス

1 nm 以上の制御性を有することがわかる。この特性は力分解能の優れたリニアモータとボールローラガイド以外に接点を持たない構造とで実現されたが、主要な点はボールローラガイドのナノメータ領域における特異な特性にあることが明らかになった⁽⁴⁾。図5に示すようにボールローラガイドの特性はナノメータ領域を含め三つの特性領域に区分でき、この特性がナノメータ位置決めに有効に生かされていることが解明された。一般的には粗動と微動の2系統を用いることにより研究されている精密位置制御であるが、視点をかえることによりそれまで隠されていた特性を発見した意義は高い。

2・4 ナノメータ測長システムの研究 He-Ne レーザ干渉計による測長システムは精密測長システムとして多く用いられており、ナノメータオーダの分解能を持つものも実現されている。しかしレーザ干渉計は高分解能になればなるほど周囲の環境条件、特に空気の流れの影響を受けやすくなり、測定値に誤差を生じる。当研究では2つの波長のレーザ光を用いて空気の流れの影響をリアルタイムで除去できる方式を考案し、実証した⁽⁵⁾。この方式は、空気の流れの影響は空気

の密度の変化により空気の屈折率が変化することによるためであるが、紫外域では可視域と空気の屈折率が異なることに着目、二つの波長での屈折率の影響との違いを計測し、補正する。この原理は空気分子レーザ光（電磁波）との相互作用の特異点（吸収端）を利用したものである。図6に波長による空気の屈折率の変化を示す。

488 nm の Ar レーザ光とこの光を非線形光学素子による SHG (Second Harmonic Generator, 材質 BBO: $\beta\text{-BaB}_2\text{O}_4$) で変換した 244 nm のレーザ光を全く同一の干渉計光路を通し、検出器の直前でそれぞれの波長に分離・検出し、リア

図6 波長に対する屈折率の変化
(点線はゆらぎによる変動)

図5 ボールローラガイドの変位領域による特性
(力対変位特性。領域1ではばね特性を示す)

ルタイム処理により補正された計測値を得る。図7に2波長干渉計の光路図を示す。補正された値 D は $D = D_1 - (D_1 - D_2)A$ で与えられる。ここで D_1 , D_2 はそれぞれの波長による測定値, A は二つの波長に対する空気屈折率により決まる値である。図8に実験データを示す。

2・5 X線多層膜の加工法の研究 X線は物質を透過し、また吸収されてしまうため表面で反射する量はごくわずかしかなない。そのためX線を反射させるために、わずかな反射光を多数合成して有効な量を反射させるX線多層膜が研究されている。しかし、X線は波長がナノメートルオーダーであるため多層膜の一層の厚さも数ナノメートルとなり、更に各層の界面の粗さおよび層の均一性はサブナノメートルの精度を数100層にわたり保たねばならない。これは原子のオーダーでの加工であり、使用する材料の選択およびそれに適した加工法の改良が必要となる。

多層膜は高密度な材料と低密度な材料の組合せで層を構成する。一般的にW/C等の組合せがよく知られている。また、特定の波長域に対しては物質の吸収端近くで反射率が增大することが計算によって得られており、Ni/V等の組合せが有効であることがわかった。そのため当研究ではW/C系、Ni/V系の両者について多層膜の生成法について研究を進めた⁽⁶⁾⁽⁷⁾。

加工法は比較的大面積を高速で、ち密な膜を生成できるマグネトロン高周波スパッタディポジション法を用い、装置のパラメータの変更および装置に改良を加えながら性能の向上をはかった。そ

の結果、W/C多層膜ではピッチ3nm, 100層の多層膜で最高10.6%の反射率(波長54Å, 入射角64°), Ni/V多層膜ではピッチ4.8nm, 32層の多層膜で36%(波長24.3Å, 入射角14.5°)を得ることができた。また製作された膜の性質を解析した結果、密度がバルクの60~70%にしか達していないことが判明したが、この値はスパッタ法での値の限界とみられ、更に高い反射率を得るためには全く別の方法によらなければならないであろうということも明らかになった。

図8 250 nmの往復動作をしているステージ位置計測のゆらぎ除去(上:測定値 下:補助後の値)

図7 2波長干渉計光路図

(a) 加工前

(b) 加工後

図 9 Ar イオンビームによる加工
〔試料 Si 基板上の W 膜 (500 nm×500 nm)〕

また、光 CVD (Photo Chemical Vapor Deposition) 法による加工も同時に進めている。光 CVD 法は比較的新しく開発された技術であり、密度の制御性が高く、純度の高い均一な膜を生成することができる。ArF エキシマレーザによる光 CVD 法により W/C 8 層からなる多層膜を作成し波長 1.5Å の小角反射で 40% の反射率を得た。今後はたい積の方向性が広い点を生かし円筒内面に多層膜を生成する技術の研究を行う。また光 CVD 法は光を当てた部分のみを反応させることができるため直接微細なパターンをたい積させることができ、この方面でも新しい可能性を持っている。

2・6 粒子ビームによる超平滑面の加工研究

イオン・原子等の粒子ビームにより細線の加工や表面のエッチングを行う技術は知られている。しかし、これらの高エネルギービームでの加工は表面を粗らしてしまう。このため当研究では 100 eV 以下の低エネルギーの粒子を斜めに試料に当

て原子オーダーの超平滑面を生成する方法を研究した。この超平滑面は X 線多層膜による反射鏡の基板となるものであり、粒子ビームによる真空中での加工は後工程の多層膜の付加を考えると有効な技術となる。研究は低エネルギーの Ar イオンによる加工を初めに実施した。その結果、50 eV のイオンビームにより W 膜の表面粗さを図 9 に示すように大幅に改善することに成功した。

3. 研究の成果と今後の展望

当プロジェクトの研究で得られた成果はいずれも基本的事項であり、直接具体的な装置、製品に結びつくものではないが、逆に基本的であるため今後広い分野で応用されるものと思える。この分野は精密技術を要する半導体製造等に関する産業分野のみでなく、生命科学のような科学分野でも研究を発展させるための道具として有効に生かされるものと思う。

文 献

- (1) Ichinokawa, T., Miyazaki, Y. and Koga, Y., Scanning Tunneling Microscope Combined with Scanning Electron Microscope, *Ultramicroscopy*, **23** (1987), 115 North-Holland-Amsterdam.
- (2) Koga, Y., Miyazaki, Y. and Nakagiri, N., STM Study of the Effects of Etching on the Surface of Kish-Graphite, *Japanese Journal of Applied Physics Letter*, **27-6** (1988), L976.
- (3) Kaizuka, H. and Siu, B., A Simple way to Reduce Hysteresis and Creep When Using Piezoelectric Actuators, *Japanese Journal of Applied Physics Letter*, **27-5** (1988), L 773.
- (4) Futami, S., Furutani, A. and Yoshida, S., Nanometer Positioning and its Micro-Dynamics, *Nanotechnology*, **1** (1990), 31.
- (5) Ishida, A., Two-Wavelength Displacement-Measuring Interferometer Using Second-Harmonic Light to Eliminate Air-Turbulence-Induced Errors, *Japanese Journal of Applied Physics Letter*, **28-3** (1989), L473.
- (6) Nagata, H. and Seki, S., Effect of Ar Pressure on the Sputter Deposition of Tungsten-Carbon Multilayers, *Japanese Journal of Applied Physics*, **29-3** (1990), 569.
- (7) Nagata, H., Nickel-Vanadium and Nickel-Titanium Multilayers for X-ray Optics, *Japanese Journal of Applied Physics*, **29-6** (1990), 1215.

(原稿受付 1990 年 8 月 31 日)