シリコンモールドを用いたダイヤモンドアレイ工具の開発と応用(第2報)*

—任意切れ刃を持った加工用カンチレバーの作製—

川堰宣隆** 深瀬達也*** 高野 登† 森田 昇† 山田 茂† 大山達雄††
神田一隆††† 高野茂人† 小幡 勤†† 芦田 極†††

Development and Its Applications of Diamond Array Tool Using Silicon Mold (2nd Report)
— Fabrication of Machining Cantilever with Arbitrary Tip Shape —

Noritaka KAWASEGI, Tatsuya FUKASE, Noboru TAKANO, Noboru MORITA, Shigeru YAMADA,
Tatsuo OYAMA, Kazutaka KANDA, Shigeto TAKANO, Tsutomu OBATA and Kiwamu ASHIDA

This study is intended to develop a machining cantilever for use of nanofabrication method called tribo-nanolithography (TNL). In the TNL method, diamond tip with an arbitrary tip radius is necessary to fabricate precise nanostructure. To control the shape of cutting edge, anisotropic and subsequent isotropic wet etching method is applied in a fabrication process of silicon mold. The tip radius increases with an increase in time of isotropic wet etching, and diamond tip with arbitrary tip radius can be fabricated. Nanomachining experiment using friction force microscopy (FFM) is conducted to evaluate developed cantilever as a nanomachining tool for the TNL. As a consequence, silicon surface can be machined without removal, and this indicates possible use for the TNL. SEM observation reveals that there are a number of particles on the cutting edge that lead a negative influence on the machined area, and they could be improved by increasing machining distance, owing to the wear and/or drop of the particles. Finally, nanostructure with a line width of 120nm could be fabricated by the TNL using developed cantilever, and this indicates that the developed cantilever is effective nanomachining tool for the TNL.

Key words: diamond array tool, tribo-nanolithography, cantilever for machining, isotropic wet etching, friction force microscope, single crystal silicon

1. 緒 言

走査型トンネル顕微鏡 (STM)¹⁾や原子間力顕微鏡 (AFM)²⁾を始めとした走査型プローブ顕微鏡 (SPM) が開発されて以来、これらを利用した様々な微細加工が試みられている^{1)~15)}。SPMを微細加工に用いる利点は、装置自身が元来原子オーダーの表面形状観察を目的として開発されたため、ナノメートルスケールの運動機構を持っていることと、測定に用いる探針を工具として使用できることにある。1990年にEiglerら³⁾が示した原子のマニピュレーションは、SPMが単に表面観察技術だけでなく、原子レベルでの微細加工用工具として利用できることを証明した。現在、これらのSPMの特長を生かして、様々な方法による微細加工が提案されている^{4)~6)}。

一方、SPMにより微細加工を行うことで、加工部の化学的性質が大きく変化する。この現象を利用して、SPMによるパターンニングとウェットエッチングを併用した微細構造形成に関する研究が広く行われている。これらの手法では電気化学的反応により形

成した酸化膜⁶⁾や試料にパターンニングした分子⁸⁾などをエッチングマスクとして利用して微細構造を形成する。これによって、数十～数百 nm 単位の微細構造をマスクプロセスなしで形成できることから、MEMS, NEMS などに必要とされる微細構造形成に対して有効な手段であると考えられる。

このような観点から、筆者らは SPM の一種である摩擦力顕微鏡 (FFM)⁹⁾機構を利用したナノスケール機械加工、すなわちトライボナノリソグラフィー (TNL: Tribo-Nanolithography) について研究を行っている^{10)~14)}。TNLでは、高剛性の加工用カンチレバー⁵⁾を利用して機械加工を行うことで、単結晶シリコン表面にアモルファス相を形成する¹³⁾。これをエッチングマスクとして化学エッチングを行うことで、微細構造を形成する。さらに加工条件によりこれらの作用を変化させることで、3次元微細構造の形成も可能である¹¹⁾。一方、本加工では工具切れ刃としてダイヤモンド砥粒を使用している⁵⁾。このため工具形状が一様ではなく、加工の再現性の点で問題があった。

既報¹⁶⁾では、単結晶シリコンの異方性エッチングと多結晶ダイヤモンドの CVD 技術を併用し、任意の切れ刃形状と配列を精密に規定できるダイヤモンド工具 (以下、ダイヤモンドアレイ工具) を作製した。また本工具単粒を切れ刃として利用することで、図1に示す加工用 AFM カンチレバーを開発した¹⁵⁾。これを用いて加工実験を行った結果、優れた加工性能、耐摩耗性を持つことがわかった。本報では、この加工用カンチレバーを TNL 用の加工工具へと適用するため、単結晶シリコンの等方性エッ

* 原稿受付 平成 18 年 1 月 11 日

** 正 会 員 富山大学大学院理工学研究科 (富山市五福 3190)

*** 学生会員 富山大学大学院理工学研究科 (富山市五福 3190)

† 正 会 員 富山大学工学部 (富山市五福 3190)

†† 富山大学工学部 (富山市五福 3190)

††† 正 会 員 (株)不二越 (富山市不二越本町 1-1-1)

† (株)不二越 (富山市不二越本町 1-1-1)

†† 富山県工業技術センター (高岡市二上町 150)

††† 正 会 員 産業技術総合研究所 (つくば市並木 1-2-1)

Fig.1 Machining cantilever having a single diamond cutting edge

Fig. 2 Estimation of tip radius for the TNL calculated using the Hertz theory of contact

チングを応用したダイヤモンド切れ刃の作製方法について検討した。さらにこれを用いて単結晶シリコンに対して加工実験を行い、TNL用加工工具としての性能評価について検討を行った。

2. 切れ刃先端半径の見積もり

TNL では試料表面を摩擦させることで、内部にアモルファス相を形成する。高精細な微細構造を形成するためには、試料を除去しない状態で加工することが必要である¹²⁾。このため切込み量を微小な状態で、試料に対して大きな垂直荷重を付与できる工具、すなわち大きな先端半径を持った切れ刃が必要となる。まず TNL に必要な切れ刃形状を把握するため、ヘルツの接触理論による先端半径の見積もりを行った。ヘルツの接触理論は弾性接触を基にした式であり、塑性変形をともなう場合には実際の現象とは完全には一致しない。しかし、ここでは有限要素法などによる厳密な計算結果よりも、先端半径を概算することが重要で

あると考え、この手法を用いた見積もりを行った。

ヘルツの接触理論において、球と平面が接触する場合を考える。試料の変形量を δ (m)、球と平面のヤング率をそれぞれ E_1 、 E_2 (GPa)、荷重を P (N)、先端半径を r (m)とすると、次式の関係が成り立つ。

$$\delta = 0.77 \sqrt[3]{\frac{P^2}{E^2 r}} \quad (1)$$

ここで、 $1/E = 1/E_1 + 1/E_2$ である。本加工では、切れ刃および試料の材質として、それぞれダイヤモンド、シリコンを使用する。このためヤング率は、 E_1 : 580GPa、 E_2 : 190GPa とした^{17) 18)}。

これまでの結果より、垂直荷重が約 300~500μN の時に、試料の変形量は数 nm 程度になると考える^{11) 13)}。この結果を用いて、先端半径の見積もりを行った。図 2 は、試料の変形量が 2~10nm の時の垂直荷重と切れ刃先端半径の関係である。これより垂直荷重 300~500μN の範囲で必要な先端半径は、最低でも数μm~数十μm であることがわかる。本研究では、この範囲内で先端半径を変化させることを目的として実験を行った。

3. ダイヤモンド切れ刃の作製方法

プローブの形状を任意に規定する方法としては、集束イオンビーム(FIB)を利用した方法が広く利用されている^{19) 20)}。FIBでは、スパッタ現象を利用することで高精度の加工を行うことができる反面、ダイヤモンドの加工に対しては長時間を要するため、生産性の観点で問題がある。また、ダイヤモンドと鉄の化学反応を利用した研磨法²¹⁾では、研磨時の切れ刃の固定が難しく、先端半径を任意に規定することが困難である。そこで本研究では、切れ刃の作製方法として単結晶シリコンの異方性エッチングと等方性エッチングを併用した手法を提案する。等方性エッチングでは、数μm 単位の除去加工を高速で行うことができることから、数μm~数十μm 単位で形状を変化させる場合に有効な手段であると考えられる。また本作製法では、複数の切れ刃を一括で作製できることから、生産性の観点からも優れている。図 3 は、切れ刃作製方法の概略図である。以下に、その手順を示す。

- 単結晶シリコン表面に、シリコン熱酸化膜を成膜する。
- フォトリソグラフィーにより、モールドとなるシリコンウエハ上に円形状のマスクパターンを作製する。
- 異方性エッチングを行い、{111}面で構成された四角錐状の凹みを形成する。
- この試料に対して等方性エッチングを行い、先端部に丸み

Fig. 3 Fabrication process of silicon mold using a combination of anisotropic and isotropic wet etching: (a) Growth of thermal silicon dioxide on a {100}-oriented silicon, (b) Patterning of silicon dioxide using photolithography, (c) Anisotropic wet chemical etching of silicon using KOH, (d) Isotropic wet etching of silicon mold, (e) Removal of oxide pattern by etching in BHF, (f) Deposition of polycrystalline diamond using HF-CVD, (g) Mechanical polishing of diamond layer, (h) Removal of silicon mold and bonding of diamond tip on silicon lever

Table 1 Anisotropic etching conditions

Etchant	35mass% KOH
Etch time (min)	80
Solution temperature (K)	353

Table 2 Isotropic etching conditions

Etchant	HF : HNO ₃ : H ₂ O = 1 : 6 : 6
Etch time (s)	0 ~ 60
Solution temperature (K)	296
Ultrasonic wave	Addition

をつける。

- (e) バッファードフッ酸 (BHF) により、シリコン表面の酸化膜を除去する。
- (f) HF-CVD 法により、多結晶ダイヤモンド膜を成膜する。
- (g) ダイヤモンド膜裏面を、機械研磨する。
- (h) エッチングによりシリコンモールドを除去し、ダイヤモンド切れ刃をシリコンレバーに接着をする。

等方性エッチングは、結晶方位に依存せず全方位に等速で進行するため、エッチング前の先端半径を 0 と仮定すると、原理上はエッチング量＝先端半径となる。すなわちエッチング処理時間によって、先端半径を増加させることができる。またダイヤモンド切れ刃の大きさは、異方性エッチング時のモールドの大きさと等方性エッチングによるエッチング量の和となる。本加工用カンチレバーでは、切れ刃底面をシリコンレバーの幅以下に収めるため、一辺を約 100 μm 以下の大きさにする必要がある。このため、数 μm ～数十 μm 程度の範囲で先端半径を変化させる場合に有効である。さらに等方性エッチングのみを利用することで、先端半径がさらに大きな切れ刃の作製も可能である。なお、切れ刃のシリコンレバー上への位置決めにはマニピュレータを使用し、エポキシ樹脂系接着剤を用いて固定した。

4. ダイヤモンド切れ刃の作製

以上の方法を用いて、ダイヤモンド切れ刃の作製を行った。異方性のエッチャントには、KOH 水溶液²²⁾を使用した。等方性のエッチャントには HF:HNO₃:H₂O²³⁾を使用した。このエッチャントを使用した場合、エッチングレート、表面あらさはエッチャントの濃度に強く依存する。本研究では、エッチング量の制御を容易にするため、エッチングレートが比較的小さく、表面あらさが良好な HF:HNO₃:H₂O = 1:6:6 を用いた。表 1 と表 2 は、それぞれ異方性および等方性エッチング条件である。

図 4 は、異方性エッチング後に、等方性エッチング処理時間を変化させて作製したシリコンモールドの SEM 観察像である。異方性エッチング時のモールドの大きさは 80 $\times$ 80 μm^2 とした。異方性エッチングのみの場合、{111}面で構成された四角錐状の凹みが形成された。この試料に対して等方性エッチングを行うと、エッチング時間の増加にともない底面幅は増加し、稜線部は丸みを帯びていくことがわかる。また四角錐の底辺部に対し、先端部のエッチング量は小さくなった。これはマスク形状によってエッチャントの攪拌が十分に行われず、エッチングレートに差が生じたためと考える。

図 5(a)は、異方性エッチングのみを利用して作製したダイヤモンド切れ刃の SEM 観察像である。切れ刃形状を観察するため、図 3(g)の機械研磨のプロセスは行っていない。これよりシリコンモールドの形状が転写され、四角錐状の切れ刃が形成されて

Fig.4 SEM image of silicon mold fabricated using anisotropic etching for 80min, followed by isotropic etching: Isotropic etch time of (a) 0s, (b) 20s, and (c) 60s

Fig.5 SEM image of diamond tip fabricated using anisotropic wet etching followed by isotropic wet etching: (a) Isotropic etch time of (a) 0s, and (b) 60s

いることがわかる。またその先端は極めて鋭く、先端半径は 100nm 以下であった。同図(b)は、異方性エッチング後に等方性エッチングを 60 秒行い作製したダイヤモンド切れ刃の SEM 観察像である。異方性エッチングのみにより作製した切れ刃と比較して、全体的に丸みを帯びていることがわかる。また切れ刃先端半径は増加し、その値は約 1.7 μm であった。すなわちシリコンモールドの作製時に等方性エッチングを利用することで、切れ刃の先端半径を変化させることが可能なことがわかる。

5. 摩擦力顕微鏡機構を用いた加工実験

等方性エッチングを併用して作製した切れ刃を用いて、加工用カンチレバーを作製した。これを FFM 機構に取り付けて加工実験を行い、加工形状の比較を行った。加工用カンチレバーの切れ刃には、図 5 で示した異方性エッチングのみにより作製したものと、異方性エッチング後に等方性エッチングを 60 秒行い作

Fig.6 AFM topography image of machined area prepared using diamond tip cantilever fabricated using anisotropic wet etching (a), and anisotropic etching followed by isotropic etching for 60s (b)

Fig.7 SEM image of top of diamond tip fabricated using anisotropic wet etching for 80min, followed by isotropic wet etching for 60s

製したものを使用した。

図 6(a)は、前者の切れ刃を用いて垂直荷重 $331\mu\text{N}$ で単線加工を行った試料の AFM 観察像である。加工部では除去加工が行われ、幅 283nm 、深さ 115nm の加工痕が形成された。同図(b)は、後者の切れ刃を用いて垂直荷重 $340\mu\text{N}$ で単線加工を行った試料の AFM 観察像である。垂直荷重はほぼ同様であるにもかかわらず、加工形態は大きく変化した。これより加工部で除去加工は行われず、微小な隆起が生じることがわかる。この現象は、ダイヤモンド切れ刃と試料の摩擦によって生じるシリコンのアモルファス化に起因する¹³⁾。また加工痕の幅は、 250nm であった。一方、加工部の形状は一樣ではなく、複数の隆起が重畳し合うことで形成されていることがわかる。この要因を明らかにするため、切れ刃先端の SEM 観察を行った。図 7 は、図 5(b)で示した切れ刃先端の SEM 観察像である。切れ刃先端では多結晶ダイヤモンドの結晶粒界が観察される。その粒径は、約 $2\mu\text{m}$ である。この結晶粒界は、平面的な領域では観察されず、切れ刃先端の曲率半径の大きな領域で多く観察される。一方、試料との接触領域は約 300nm 以下と微小であるため、結晶粒界が試料と接触しない限り、加工には影響を及ぼさないと考える。また拡大像より、切れ刃先端部には直径 $50\sim 150\text{nm}$ 程度の微小な粒子が観察された。この大きさは加工痕に観察された隆起の間隔と類似しており、この粒子の存在が加工に強く影響を及ぼしていると考えられる。

そこで切れ刃先端の平滑化を図ることを目的として、加工距離を変化させた実験を行った。加工距離を増加させることによって、切れ刃先端の摩擦により微小な凹凸が消滅し、平坦化が計れると考える。実験では、図 6(b)で使用したカンチレバーを用いて加工距離を増加させて単線加工を行い、加工距離に対する加工痕の幅およびその形状の変化について検討した。

図 8 は、加工距離に対する加工痕幅の変化である。加工開始直後の加工痕幅は、約 250nm であった。加工距離が 148mm になると、その値は急激に小さくなり、加工距離 185mm 以降は

Fig.8 Width change of machined area plotted as a function of machining distance

Fig.9 (a) AFM topography image of machined area at a machining distance of 369mm, (b) AFM topography image of the same area after etching in 46mass% HF for 20min

Fig.10 SEM image of top of diamond tip after machining a silicon at a machining distance of 369mm: (a) Top of diamond tip, and (b) enlarged image from A. B and C denote non-contact and contact area in machining process, respectively

約 120nm となった。図 9(a)は、加工距離 369mm の時の加工部の AFM 観察像である。図 6(b)と比較して加工痕の幅は小さくなり、隆起は1箇所が生じるようになった。同図(b)は、この試料を 46mass% のフッ酸で 20 分間エッチング処理した後の AFM 観察像である。加工後の試料をフッ酸でエッチング処理することで、加工部に形成されたアモルファス相のみを選択的に除去することができる¹⁴⁾。これより加工部には、深さ 3nm 、幅 135nm の凹みが形成されていることが確認できる。一方、その周辺部は平滑であり、加工による影響がこの領域でのみ生じていることを示唆している。

図 10 は、加工後のダイヤモンド切れ刃先端の SEM 観察像である。加工時に試料と接触していた領域(図中 C 部)は、非接触部(図中 B 部)と比較して平滑となり、微小な粒子は見られない。加工初期の場合、切れ刃先端の微小な隆起に起因して、加工部には複数の加工痕が形成される。加工が進行すると、微小な粒子の摩擦、脱落によって切れ刃表面は平滑となり、試料との

接触領域が均一になると考える。以上の結果より、切れ刃を作製後数百 μm 程度加工することで、先端が平滑なダイヤモンド切れ刃を得られることがわかった。

6. トライボナノリソグラフィーへの応用

作製したダイヤモンド切れ刃を TNL へ応用し、微細構造の形成を試みた。図 11 は、垂直荷重 $340\mu\text{N}$ 、加工速度 $120\mu\text{m/s}$ で加工後、5mass% の KOH 水溶液で 3 分間エッチング処理を行い作製した微細構造の AFM 観察像である。加工部にマスキング作用が発現し、非加工部が選択的エッチングされることで、グレーティング状の微細構造の作製が可能であった。またそのライン幅は 120nm であり、作製したダイヤモンド切れ刃を TNL 用の加工用工具として利用することで、高精細な微細構造の形成が可能であった。

7. 結 言

本研究では、ダイヤモンドアレイ工具を応用した、TNL 用の加工工具の作製方法について検討した。切れ刃形状の設定方法として、単結晶シリコンの異方性エッチングと等方性エッチングを併用した手法を提案した。作製後の切れ刃形状を改善するため、加工距離に対する切れ刃形状の変化を明らかにした。これを TNL へと応用し、微細構造の形成を試みた。本研究で得られた結果を、以下に示す。

- (1) ダイヤモンドアレイ工具の作製方法を応用して、シリコンモールド作製時に等方性エッチングを利用することで、任意の先端半径を持ったダイヤモンド切れ刃を作製できる。
- (2) 等方性エッチング処理時間の増加にともない、切れ刃の先端半径は大きくなる。
- (3) 探針の先端には、粒径 $50\sim 150\text{nm}$ 程度の微小な粒子が存在し、加工に強い影響を及ぼす。単結晶シリコンに加工を行うことで切れ刃先端は平滑となり、本実験条件下では加工距離 185mm 以上で平滑なダイヤモンド切れ刃の作製が可能であった。
- (4) 本加工用工具を TNL へと応用することで、線幅 120nm の高精細な微細構造形成が可能であった。

今後は切れ刃形状の高精細化について、さらに検討を行っていく。また本工具を用いた、TNL による微細構造形成法について研究を行っていく。

本研究の一部は、経済産業省平成 16, 17 年度地域新生コンソーシアム研究開発事業、科学研究費補助金基盤研究 B および科学研究費補助金特別研究員奨励費を受けて行われたことを記してお礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel: Surface studies by scanning tunneling microscopy, *Phys. Rev. Lett.*, **49** (1982) 57.
- 2) G. Binnig, C. F. Quate and Ch. Gerber: Atomic force microscope, *Phys. Rev. Lett.*, **56** (1986) 930.
- 3) D. M. Eigler and E. K. Schweizer: Positioning single atoms with a scanning tunneling microscope, *Nature*, **344** (1990) 524.
- 4) R. D. Piner, J. Zhu, F. Xu, S. Hong and C. A. Mirkin: "Dip-pen" nanolithography, *Science*, **283** (1999) 661.
- 5) K. Ashida, N. Morita and Y. Yoshida: Study on nanomachining process using mechanism of a friction force microscope, *JSME Int. J., Ser. C*, **44** (2001) 244.
- 6) J. A. Dagata, J. Schneir, H. H. Harary, C. J. Evans, C. J. Postek and J. Bennett: Modification of hydrogen-passivated silicon by a scanning tunneling microscope operating in air, *Appl. Phys. Lett.*, **56**, 20 (1990) 2001.

Fig.11 (a) AFM topography image of grating pattern structure. Silicon surface is prepared by TNL at a normal load of $340\mu\text{N}$ using the developed cantilever, followed by wet etching in 5mass% KOH for 3min, (b) Schema of nano-fabrication method using TNL and wet etching

- 7) F. S.-S. Chien, W.-F. Hsieh, S. Gwo, A. E. Vladar and J. A. Dagata: Silicon nanostructures fabricated by scanning probe oxidation and tetra-methyl ammonium hydroxide etching, *J. Appl. Phys.*, **91** (2002) 10044.
- 8) D. A. Weinberger, S. Hong, C. A. Mirkin, B. W. Wessels and T. B. Higgins: Combinatorial generation and analysis of nanometer- and micrometer-scale silicon features via "dip-pen" nanolithography and wet chemical etching, *Adv. Mater.*, **12** (2000) 1600.
- 9) G. Meyer and N. M. Amer: Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope, *Appl. Phys. Lett.*, **57** (1990) 2089.
- 10) 陳利益, 森田昇, 芦田極: 摩擦顕微鏡機構による極微細加工とアルカリエッチングを併用した単結晶シリコンへのマスクレスパターン形成, 精密工学会誌, **66**, 11 (2000) 1807.
- 11) 川堰宣隆, 森田昇, 山田茂, 高野登, 大山達雄, 芦田極: ナノスケール機械加工と化学エッチングを併用した 3 次元極微細構造形成 (第 1 報, 摩擦顕微鏡機構を利用した 3 次元微細構造形成の可能性), 日本機械学会論文集 (C 編), **70**, 696 (2004) 2533.
- 12) 川堰宣隆, 森田昇, 山田茂, 高野登, 大山達雄, 芦田極: トライボナノリソグラフィーと化学エッチングを併用した単結晶シリコンのマイクロファブリケーション (微細構造の高精細化に関する検討), 砥粒加工工学会誌, **48**, 8 (2004) 456.
- 13) 川堰宣隆, 森田昇, 山田茂, 高野登, 大山達雄, 芦田極, J. W. Park: ナノスケール機械加工と化学エッチングを併用した 3 次元極微細構造形成 (第 4 報, マスキング作用のメカニズム), 日本機械学会論文集 (C 編), **71**, 706 (2005) 2035.
- 14) 川堰宣隆, 森田昇, 山田茂, 高野登, 大山達雄, 芦田極: ナノスケール機械加工と化学エッチングを併用した 3 次元極微細構造形成 (第 5 報, マスク層の加工条件依存性), 日本機械学会論文集 (C 編), **71**, 706 (2005) 2041.
- 15) N. Kawasegi, N. Takano, D. Oka, N. Morita, S. Yamada, T. Oyama, K. Kanda, S. Takano, T. Obata and K. Ashida: Nano-machining of silicon surface using atomic force microscope with diamond tip, *ASME J. Manuf. Sci. Eng.*, in press.
- 16) 高野登, 森田昇, 林弘樹, 川堰宣隆, 山田茂, 大山達雄, 神田一隆, 高野茂人, 小幡勤: シリコンモールドを用いたダイヤモンドアレイ工具の開発と応用 (第 1 報), (シリコンモールドによるダイヤモンドアレイ工具の作製), 精密工学会誌, **70**, 11 (2004) 1402.
- 17) H. B. ノビコフ編: ダイヤモンドの物性, オーム社 (1993).
- 18) K. E. Petersen: Silicon as a mechanical material, *Proc. IEEE*, **70** (1982) 420.
- 19) M. J. Vasile, D. Grigg, J. E. Griffith, E. Fitzgerald, and P. E. Russell: Scanning probe tip geometry optimized for metrology by focused ion beam ion milling, *J. Vac. Sci. Technol.* **B9** (1991) 3569.
- 20) J. H. Bae, T. Ono, and E. Esashi: Scanning probe with an integrated diamond heater element for nanolithography, *Appl. Phys. Lett.*, **82** (2003) 814.
- 21) 楊政峰, 吉川昌範: 熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨 (最適研磨条件の選定), 精密工学会誌, **57**, 1 (1991) 184.
- 22) H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger and H. Baumgärtel: Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solution - Orientation dependence and behavior of passivation layers, *J. Electrochem. Soc.*, **137** (1990) 3612.
- 23) B. Schwartz and H. Robbins: Chemical etching of silicon-IV. Etching technology, *J. Electrochem. Soc.*, **123** (1976) 1903.