原子間力顕微鏡を用いた微小スケール温度場の計測*

中別府 修^{*1}, 土方 邦夫^{*1}, Madhavi CHANDRACHOOD^{*2}
Jie LAI^{*2}, Arun MAJUMDAR^{*2}Microscale Temperature Measurement
Using an Atomic Force MicroscopeOsamu NAKABEPPU, Kunio HIJIKATA, Madhavi CHANDRACHOOD,
Jie LAI and Arun MAJUMDAR

A new technique, which uses the Atomic Force Microscope (AFM) coupled with a micro thermocouple cantilever, for measurement of microscale temperature profile has been developed. Topological and thermal images of any solid sample can be obtained simultaneously by this technique. Using a handmade thin wire thermocouple and a thin film thermocouple deposited on a commercially available Si_3N_4 cantilever, some working small electric devices were measured in both air and vacuum. Since heat conduction through the air between the sample and the probe was dominant in air, clear but distorted thermal images were obtained. In vacuum, heat transfer through the contact point between them was so small that a signal to noise ration was low and the conventional signal amplifying technique was not helpful. The Lock in technique was employed to detect such small signals and finally, a true temperature image of sample surface was acquired. Also, the thermal environment surrounding the cantilever in the AFM is discussed in this paper.

Key Words: Microscale Temperature Measurement, AFM, Simultaneous Topological and Thermal Imaging, Vacuum Expeniment, Lock In Technique, Micro-Thermocouple

1. 緒 言

高集積化の進むLSI内の電子デバイス、機械の従来のスケールを大幅にダウンさせたマイクロマシンなど、微細化は今後の工学の一つの方向であり、これに伴う、微小スケールの温度分布や熱物性値の測定が、今後、重要な課題となってくる。

現在、微細温度分布を示す典型的なものはLSI中のトランジスタ、ダイオード、抵抗などの電子デバイスである。微小な単一電子デバイスは大きさが $0.25\mu\text{m}$ を下まわり、発熱の様子、周囲との熱伝達を実験的に調べることは、現在不可能であり、数値計算によるシミュレーションを頼るほかない。

高分解能の温度計測技術は、従来均一として扱われていた金属、半導体の結晶粒界内の熱伝導率や境界の熱抵抗、複合材料の各素材ごとの熱伝導率、接合部の伝熱特性を解明する手段となり、LSI中の熱応力の問題やエレクトロマイグレーションといった高温微細構造物に重要な現象の解明、ナノスケールストラクチャの設計に重要な役割を果たすと考えられる。

従来、微小スケールの温度計測には、光学的手法が用いられており、その一つに顕微赤外線温度計がある。この装置は、市販品において $30\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ の空間分解能を有し、この分解能は装置がレンズを使用するファーフールドセンシングに属するため、回折効果により分解能が赤外線の波長程度に制限されることに由来する。室温(300K)では黒体ふく射の最大強度波長は約 $10\mu\text{m}$ であり、今後この方法でさらに細かな温度分布を測定することは困難である。

もう一つの光学的計測に、顕微ラマン分光法がある。Weberら⁽¹⁾はラマン散乱光の波長が温度依存性を示すことを利用、レーザーを試料面上に集光しSi-MOSFETの作動時の温度を計測している。この方法では、計測の面内分解能はレーザースポット径で決まり約 $0.5\mu\text{m}$ を実現している。この場合も、レーザーをレンズで集光するため、分解能は使用する光の波長で決まり、これ以上の分解能の実現は困難である。また、複数の物質からなる試料では、ラマン散乱光の波長特性を適当に補正する必要が発生し、複雑な試料には適用が難しい面がある。

これら光学的計測の取り組みに対して、走査型プローブ顕微鏡(SPM)を応用した熱計測の試みも始められている。走査型トンネル顕微鏡(STM)、原子間力走査型顕微鏡(AFM)などのSPMは、針状プローブの

* 1994年5月18日 第31回日本伝熱シンポジウムにおいて講演、原稿受付1995年3月30日。

^{*1} 正員、東京工業大学工学部(〒152 東京都目黒区大岡山2-12-1)。

^{*2} カリフォルニア大学サンタバーバラ校(Santa Barbara, CA 93106, USA)。

能はプローブ先端と試料の相互作用が起こるnm以下先端と試料の近接相互作用を利用するため、その分解のオーダーであり、円熟したフィードバック技術とピエゾ圧電素子により容易にnm, Å領域の解像力を発揮し、物理、工学、生物学等の応用範囲を広げている。Williamsら⁽²⁾は微小熱電対をプローブとし、試料とプローブの伝熱量を一定に保ちながら試料上を走査することで表面形状を計測する方法を提案し、Pilkkiら⁽³⁾はAFMのプローブに白金極細線を使用し、これを通電加熱し試料走査時の抵抗変化から、試料の熱伝導率イメージを得ている。直接温度計測を狙ったものとして、Majumdarら⁽⁴⁾は、AFMに接合部分25μmの微小細線熱電対を組み合わせ、作動中の電子デバイスの表面形状画像(トポ画像)と温度画像を同時に計測してみた。

しかし、通常のAFMのプローブと試料の接触点径が10nm以下であることを考えると、接点を通しての熱伝導だけでは細線型熱電対の熱容量が大きすぎ、走査しながらの温度計測は不可能と思われる。空气中で計測を行ったために、試料とセンサ間の伝熱量が増え試料の温度がばやけた形で測定されていると考えられる。AFMを利用し熱電対等を直接測定対象に接触または近接して微小スケールの温度分布を計測するには、プローブの熱容量を十分小さくすること、また、高い空間分解能で温度分布を測るためには空気の影響を排除する必要があると考えられる。

以上の点から、本論文では、Majumdarら⁽⁴⁾の研究を進展させ、同様の細線型、および熱容量の小さな薄膜型熱電対を製作し、その特性、AFM内の伝熱環境を明らかにし、大気中、および真空中で微小スケールのトポ画像と温度画像の同時測定を試みた結果を報告する。

2. 実験装置および計測法

2.1 AFM AFMは、試料の導電性によらず固体

図1 AFM原理図

試料の表面像を原子スケールで得ることができる走査型顕微鏡の一つである。図1に原理図を示すが、AFMは先端に鋭い針(Stylus Tip)を有する0.1N/m程度の低バネ定数の片持ち梁(Cantilever)、試料をx, y, z方向に移動させるピエゾスキャナ、Cantileverの変位を検出するためのレーザーとフォトディテクタ、針と試料間に働く力を一定に保つフィードバック制御と試料表面の高さデータの収集、画像化を行うコンピュータから構成されている。AFMで重要な針と試料間に働く力はファンデルワールス力であり、針を試料に近づけて接触させる場合、初め針先と試料の間には引力が観測され、接触後にそれが斥力へと変わる。この原子間力によりCantileverはたわみ、その変位量を反射レーザーの移動から測り、原子間力を検出している。AFMによる計測では、針と試料が離れた状態で引力を検出する方法と、両者が接触した状態で斥力を検出する方法があるが、本研究では針が試料に触れているコンタクトモードで試料の形状および温度の計測を行った。計測時に働いている力は数十〜0.1nNであり、プローブと試料の接触面積は10nm²以下である。

我々の使用したAFMはDigital Instrument社の汎用機Nano-Scope IIIであり、この装置には予備入力ポートが付属しているため、熱電対信号を直接AFMの制御コンピュータに取り込み、トポ画像と温度画像を同時に観察できる。また、この装置はソフトウェアによりリアルタイムでフィルタ操作、データの補正等を行えるが、温度計測においては計測中は生データを保存し、計測終了後必要に応じて各種の画像処理を行った。

2.2 温度計測プローブ 図2に製作した2種類の微小な熱電対Cantileverを示す。ワイヤ型は、2本の金属細線(アルメル・クロメルまたはニッケル・白金の組み合わせを使用)の先端を電気化学エッチングにより尖らせ、スポット溶接で直径約25μmの接点を形成し、金属(アルミニウムまたはステンレス)箔を反

図2 AFM用微細熱電対プローブ

射板としてエポキシ接着剤で固定したものである。薄膜型は、2本の脚が基盤より伸び先端で合わさる三角形をした市販の Si_3N_4 Cantileverの片方の脚に金を、残りの脚に白金を蒸着し、Cantilever先端の針のある側に約 $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ の面積の熱電対接点を作ったものである。各部の寸法は図2中に示しておく。

熱電対は手作業で製作されるため熱起電力は標準の値と異なることがある。細線型の場合は個別に熱起電力の校正を行い、薄膜型の場合は同一操作で一度に製作した中の一つについて校正を行った。一例では、金・白金薄膜熱電対の熱起電力は $8.6\mu\text{V/K}$ であった。

また、熱電対と試料の電気的接触を避けるために、全ての試料には約 $0.5\mu\text{m}$ の Si_3N_4 絶縁層を蒸着し計測に使用した。

2・3 計測系 温度測定には、試料を直流加熱し熱電対出力を直流アンプを通し計測する通常の方法と、試料を交流加熱し、その周波数にLock-inし、加熱周波数成分の温度データを計測する方法を使用した(図3)。抵抗に交流を印加しジュール加熱を行うと、抵抗の温度は平均温度上昇成分と時間的に振動している変動温度成分を持つ。前者の方法では測定系の周波数応答が十分ならば、この抵抗の温度変化全てを計測することになる。後者の場合、計測される温度は変動温度成分のみであるが、この方法はノイズに強い特性を持っている。

3. 大気中での測定結果

図4はGaAs製のMESFET (Metal Semiconductor Field Effect Transistor) のトポ画像(a)と温度画像(b)であり、計測は細線型熱電対およびDCアンプを使用し空気中で行われた。温度信号を十分なS/N比で得るために、走査速度は 0.2Hz (1往復に5秒)とし、全画像を計

測するのに要した時間は約43分であった。トポ画像中のDrain, Source, 2つのGate電極のエッジは丸く写っているが、実際には直角に近い形をしているため、ワイヤ熱電対の先端曲率半径が大きく空間分解能が余り良くないことを示している。MESFETではDrainからSourceへ流れる電子流をGate電圧で制御するが、温度画像には動作中にGate付近の温度がDrain, Source部に比べ高くなっていることが示されている。しかし、Gate付近に見られる細部の温度の凹凸は、高さの凹凸に一致しており、実際の温度分布を表わしているとみられるよりは、熱電対プローブと試料表面との接触状態の変化による熱伝達率の変化が示す見かけの温度分布であると考えられる。

図5はMOSFET (Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor) のトポ画像(a)、および温度画像(b)である。薄膜熱電対とLock-inアンプを使用し、走査速度 0.1Hz 、大気中で計測した。計測時、Drain, Source間には周波数 112Hz 、振幅 4.26V のsin波を印加し、Gate, Source間には 4.5V の直流電圧を

図4.(a) MESFETの高さイメージ

図4.(b) MESFETの温度イメージ

図3 測定系

印加した。Lock-in周波数は電圧周波数の2倍(加熱周波数)を使用し、Lock-inアンプの時定数には30msを使用した。トポ画像は薄膜熱電対Cantileverが市販のCantileverに劣らぬ空間分解能を有していることを表している。温度画像からはGate電極の接点付近で主に発熱していることが観察できる。MOSFETが正常に作動していれば、図4のごとくDrain, Source間に高温領域が観測されるはずであるが、実は、このMOSFETは実験中にバイアス電圧をかけ過ぎDrain, Source, Gateがショートしており本来のFETとしてではなく一種の抵抗として働いている。このことは、微細温度場の計測がデバイスの作動状態の解明だけでなく、故障の発生や原因究明に有効であることを示すと考えられる。

しかし、詳細に見ると、温度画像が発熱点を中心とした同心円状ではなく図中下側へ流れているように見え、これは、プローブが図中上側から試料を走査していて、針が熱電対接点の中心にないこと、熱電対接点が針を通しての熱伝導と空気を通しての伝熱で暖められているためと考えられる。実際の試料表面の温度分布と測定画像の間には約 $20\mu\text{m}$ のずれと歪みがあると考えられ、真の表面温度分布は計測されていない。

図4では温度画像の歪みが現れず、図5で現れる理由は、プローブの形状にあると推察される。細線型熱電対プローブは試料との接点となる先端部が熱電対接点の中央付近にあり(熱電対接点中央にプローブ先端を意図的に作ることは難しく、測定に用いたものは偶然そうなったと考えられる)、さらに細線が試料にはば垂直に接触するため空気を通しての熱伝達の影響も

対称に現れる。一方、薄膜型熱電対プローブは先端の針の高さが $5\mu\text{m}$ であり、Cantileverが試料に近接しているため、試料凹凸の情報は針先からのみ得るのに対し温度の情報はCantilever全面で試料からの空気を通して伝えられているのである。

また、計測された温度振幅の2乗平均値は最大値で 0.25°C であるが、後述するプローブの周波数応答を考慮すると実際の表面の温度振幅の値は測定値の3倍の 0.75°C 程度であると予想される。

温度イメージの歪みが強く現れ、サブミクロンスケールの空間分解能の温度測定は大気中では不可能なことが分かり、我々は、空気の影響を取り去るべく、AFMを真空容器へ入れ、 10^{-4} Torr以下の真空中で計測を試みた。また、実際の表面温度を測定するためには、プローブと試料の熱伝達を正しく評価する必要がある、次章で、製作した熱電対プローブの応答性と計測時の熱的環境について考察する。

4. 熱電対プローブの周波数応答 およびプローブ周囲の熱的環境

本研究で使用した温度測定方法は、本質的には、先端の鋭い接点の小さな熱電対を測定対象に接触させその温度を測定するものであり、熱電対プローブの熱容量とプローブ・試料間の伝熱抵抗がプローブの応答速度を決めている。図6に細線型と薄膜型熱電対プローブの周波数応答の測定結果を示す。測定は大気圧下および 10^{-4} Torrの真空中で行ったが、細線型は真空中で

図5(a) MOSFETの高さイメージ

図5(a) MOSFETの温度イメージ

図6 プローブの周波数特性

は感度が低すぎ、信頼できる測定値は得られなかった。測定は次の様に行った。まず、 $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ の大きさのITO (Indium-Tin-Oxide)膜上に熱電対を接触させ、ITOに角周波数 1ω の交流を印加する。ITOには直流成分と角周波数 2ω の振動成分の発熱が起こり、熱電対出力もこれに応じた直流分と 2ω の変動分を含む。そして、この 2ω の信号成分をLock-inアンプを用いて測定する(T_{meas})。試料が純粋な電気抵抗であり、抵抗の温度依存性を知れば、角周波数 1ω の交流を印加された抵抗に起こる 2ω の温度変化は、抵抗両端に現れる 3ω の電圧成分から測定される(3 ω 法^(5,6))。この3 ω 法でITOの 2ω の変動温度(T_{sample})を測定した。図の横軸は発熱周波数、縦軸は熱電対測定温度を3 ω 法で測定したITO温度で除した値である。

各曲線の変化をみると、ワイヤ熱電対は熱容量が大きく応答速度が遅く、薄膜熱電対は応答が速く大気中では数百Hzまでの測定が可能であることが分かる。しかし、真空中では20Hz以上で応答性は非常に悪くなっている。さらに、100Hz以上の高周波側での回復は測定信号が微弱なためにノイズの影響がでたものと考えられる。

また、値の絶対値をみると、低周波数側でも温度の比が大気中で0.3、真空中で0.02程度であり、これは、熱電対接点に有限の大きさを持っているため、接点内に温度の分布が存在すること、熱がCantileverを伝わって基板側に逃げてしまうことによると考えられる。

次に、AFMに薄膜型熱電対Cantileverを取り付け温度測定を行う場合の熱的な環境を考察する。

図7 プローブ周囲の熱環境

図7に、薄膜型熱電対プローブと周囲との熱伝達の状況を熱電対接点と試料の温度差、熱コンダクタンスの観点から示す。

大気中で実験を行う場合、試料・熱電対間の伝熱には、空気を通しての熱伝導、接点を通しての固体熱伝導、ふく射の三通りが考えられる。試料が均一な温度を持ち、伝熱面積はCantileverの試料に対向する全面として、空気の熱伝導率から概算値として $2 \times 10^{-5} \text{ W/K}$ 、プローブと試料の接触面積が $\pi \text{ nm}^2$ であるとしてCantilever先端にある角錐状の針の幾何形状、 Si_3N_4 の熱伝導率を用いて、点接触を通しての熱コンダクタンスは $3 \times 10^{-8} \text{ W/K}$ 、形態係数を1、プローブ温度は室温(300K)と仮定し、ふく射による熱コンダクタンスは、温度の関数であるが、 10^{-9} W/K のオーダーとなる。

温度差100K以下では明らかに空気を通しての伝熱が支配的で、温度画像がずれる原因もここにある。これを回避するため、 10^{-4} Torr 程度の真空中を考えると残存気体による熱コンダクタンスは $3 \times 10^{-10} \text{ W/K}$ と十分に小さく無視し得る値になり、熱電対は点接触を通しての熱を感知することになる。

しかし、熱電対接点と基板間のCantileverを通しての熱移動に対する熱コンダクタンスはCantileverの長さ、断面積、 Si_3N_4 の熱伝導率を用い一次元を仮定して計算すると、 $3 \times 10^{-6} \text{ W/K}$ となる。これは、点接触のものに比べ約2桁大きく、熱電対の示す温度が基板の温度に非常に近く、試料温度に対する感度が悪いことを示し、図6で示される低周波側での応答が1とかけ離れていることの原因となっている。

図8 Si基板上的金属抵抗, (a) トポ画像, (b) 空气中で計測された温度画像, (c) 真空中で計測された温度画像

さらに、我々の使用したAFMでは、プローブと試料の間に働く力を一定に保つため、常にCantileverは最低でも0.6mWのレーザーの照射を受ける。このレーザーの一部はCantileverを透過し試料表面で反射し再びCantileverを照らすため、温度計測に対して、レーザーによる加熱が外乱として加わる。図7中には0.6mWと反射光線の概算強度を示すが、これらの数%の影響が点接触を通しての熱伝導と同程度の大きさとなる。

このように試料の温度測定に対して、非常に不利な環境で計測を遂行するためには、総合的な熱電対感度の悪さを補い、レーザーの影響を打ち消す必要がある。このため、我々は、試料をある周波数で加熱し、熱電対信号の中のその周波数成分の信号だけを取り出すLock-in計測法を使用し、最終的に図8に示す温度分布画像を得るに至った。

5. 真空中での計測

図8は、シリコン基板上に金属細線を蛇行させ長方形に配した抵抗の測定結果である。(a)図、(b)図は空气中で測定したトポ画像と温度画像、(c)図は真空(10^{-5}Torr 台)中で計測した温度画像である。両者とも100Hzの交流を抵抗に印加し、Lock-in アンプを用いて発熱周波数である200Hzの変動温度を測定した。この周波数を用いたのは、低周波ほどプローブの応答性が良いこと、試料をプローブが走査している間に、Lock-in アンプがノイズを除去し処理を終えて、高き

と温度データが同時に計測されるためには高周波数ほど都合がよいこと、の2つの制限から実験的に決定した。走査速度はAFM装置最低の0.1Hzである。また、(b)、(c)図にはAFMシステムに添付のローパスフィルタを使用し、高周波のノイズを画像処理で取り去ってある。

図8中右からCantileverが試料を走査しているため、空气中の計測(b)では温度の高い領域が左側にずれて歪んでいる。これに対して、真空中(c)での計測では、この歪みは解消され抵抗の位置に温度の高い領域が見られ実際の表面温度分布が画像化できている。直流アンプを用いて温度の直流成分を計測をした場合には、空气中では(b)図と同様の画像が得られ、真空中では試料表面で反射したレーザーにプローブが加熱されていることを思わせる、ばやけた、しかし、再現性のある温度画像が得られた。このことから、図7に示された環境下では、温度画像を得るのにLock-in法が有効であることが分かる。

しかし、画像としては温度分布は得られたが、測定値の絶対値をみると、 3ω 法で測定した抵抗全体の変動温度に比べ、熱電対の示した温度振幅は空气中で約1/100、真空中では約1/4500であった。試料・プローブ間の点接触を通しての熱伝達が微弱なため、真空中の計測ではS/N比が悪く、ローパスフィルタを通した後でさえ、ノイズの多い画像となっている。原因としては、外部からの電磁氣的ノイズの他に、プローブと試料の接触状態の変化が考えられ、真空中ではこれが最も顕著であると実験を通して感じた。

真空中の計測における全体としての、接触状態の変化やノイズの程度も含めた、温度計測分解能は、試料に10°C程度の温度差があれば、画像上で温度の高低が判断できることから、現状では、この計測法が10°C程度の温度分解能を有するに留まっていると言える。

6. 結 言

AFM, 微細熱電対プローブ, Lock-in アンプを組み合わせ、作動中の電子デバイスの温度分布計測を試みた。試料表面に直接プローブを接触させ微弱な熱エネルギーを計測する本手法には、空気の影響が非常に大きく、真の温度分布画像を得るには 10^{-4} Torr以上の真空中での計測が必要である。

真空中で計測された温度の絶対値は試料温度の約1/4500と極めて小さく、温度画像を撮るにはLock-in法が必要であった。また、試料表面温度の絶対値を精度よく測定するには、プローブ・試料の接触面積を増加する、熱電対をさらに微小化する等のS/N比の向上が必要である。

プローブ・試料の接点の直径は10 nm 以下であり、接点からの温度情報を計測している限り、本計測法は温度イメージに対しても接点のスケールの空間分解能を持つと考えられるが、現状では、真空中で温度分解能が10°C程度と非常に悪いため、鮮明な温度イメージは計測されなかった。

Lock-in法を用いず定常温度の分布を計測を行うには、ノイズ対策、レーザーレスのAFMシステムの構築など測定環境の改善、さらなるセンサーの微細化が必要である。

最後に、本研究の一部は米国NSFの研究奨励費(CTS-9215818, CTS-9212344, Young Investigator Award)の援助を受け、カリホルニア大学サンタバーバラ校に行ったものであることを記し謝意を表す。

文 献

- (1) R. Ostermeir, K. Brunner, G. Abstreiter and W. Weber, IEEE Trans. Electron Devices, **ED-39**, 858 (1992).
- (2) C. C. Williams and H. K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. **49**, 1587 (1986).
- (3) R. J. Pylkki, P. J. Moyer and P. E. West, Jpn. J. Appl. Phys.:Part 1. **33**, 3785 (1994).
- (4) A. Majumdar, J.P. Carrejo and J. Lai, Appl. Phys. Lett. **62**, 2501 (1993).
- (5) N. O. Birge, Physical Review B. **34**, 1631 (1986).
- (6) D. G. Cahill, Rev. Sci. Instrum. **61**, 802 (1990).