

氏名	クオン ヒヨン キュ 權 賢 圭
授与学位	博士（工学）
学位授与年月日	平成 11 年 3 月 25 日
学位授与の根拠法規	学位法則第 4 条第 1 項
研究科、専攻の名称	東北大学大学院工学研究科（博士課程）機械電子工学専攻
学位論文題目	SFM の高機能化と高精度化に関する研究
指導教官	東北大学教授 清野 慧
論文審査委員	主査 東北大学教授 清野 慧 東北大学教授 庄司 克雄 東北大学教授 加藤 康司 東北大学助教授 厨川 常元

## 論文内容要旨

### 第1章 緒論

走査型フォース顕微鏡 (Scanning Force Microscope : SFM) とは、鋭く尖らせたプローブで表面上を走査しながらプローブと試料間に働く局所的な力を検出し、それを媒体として試料表面を観察したり物理的な諸性質を計測する顕微鏡の総称で、トンネル電流を検出して試料表面形状を観察したり、電子状態を測定する走査型トンネル顕微鏡 (Scanning Tunneling Microscope : STM) と総合して走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope : SPM) と称えるのが一般的である。このようなSFMは、駆動素子（圧電素子）の線形誤差によって形状測定結果には歪みが生じてしまう問題がある。そこで本研究では、それを高精度に補正することによって、SFMの高精度化を試みる。そのために、変位センサや角度センサの校正で開発されたその場自律校正法を発展させ、SFMの形状測定データだけを利用し、線形誤差を補正する方法を提案し、実験によってその有効性を確認する。また、本研究の第二の目的として、ナノメータスケールの加工とそのインプロセス計測するための新しいSFMシステムの開発を行う。そのシステムは、走査型フォース顕微鏡のプローブの原理を用いており、同一のレバーの先端に、計測と加工それぞれで必要な範囲の力を加えるための新しい構造を工夫し、計測加工一体型SFM装置を実現させる。具体的には、加工時には新たに設けた力発生部でレバーの先端に大きい荷重を印加するようになっており、加工終了後は、力発生部の荷重を解除し、レバーだけの微小力でSFMの原理で加工面を走査し、表面形状を測定する。また、一般に機械加工を行う場合は、加工時の加工面の欠陥発生などは避けられない問題である。そこで、加工面（主に切り込み加工）の欠陥などのその場観察ができる装置を提案・試作し、SFMの多機能化、高機能化を目指す。

### 第2章 液中作動型 AFM の高精度化

AFM の垂直方向の駆動用素子として、一般に圧電素子が用いられている。圧電素子には、電圧を印加すると伸縮するという特性があり、その変位はサブナノメートルの分解能で制御可能である。しかし、この

圧電素子の印加電圧に対する発生変位には線形誤差が存在する。従来のAFMでは、この線形誤差を無視して、電圧-変位特性が線形であるとして形状測定を行うもののが多かった。そのため、得られた形状測定結果には歪みが生じ、それによる測定誤差が10%以上になることもある。圧電素子を極めて小さな領域で用いるときには、この歪みはあまり問題にはならない。しかし、3次元的に大きな試料の形状測定において高い形状精度を要求するようになると、この歪みは無視できない重要な問題となる。現在、このような線形誤差の影響を補正する方法、あるいはそのような影響の現われないAFMシステムの構築が求められている。この問題に対処するために、幾何学量センサの校正で開発されたその場自律校正法の原理を応用して、測定データそのものを使うという新しい方法を提案する。このその場自律校正法の特長は、外部の基準や追加装置を用いることなく、AFMの圧電素子を装置に取り付けた状態で校正曲線を得ることができるということである。まず、シミュレーション結果から、その場自律校正法は圧電素子の線形誤差による形状の高さ方向の歪みをサブナノメートルオーダの精度で補正できることを確認した。形状測定実験においては、原理の全く異なる外部モニター法とその場自律校正法は、Z方向走査用圧電素子の線形誤差による200nm以上の形状の歪みを約±25nmの再現性で補正でき、いずれの方法も液中作動型AFMの高精度化に有効であることを示した。

### 第3章 その場自律校正法の適用による市販SFMの高精度化

多用される市販SFMの高精度化を目指して、開発したその場自律校正法を市販のSFMへ適用するための具体的な方法について検討した。その結果、SFMの試料台を簡単に改造するだけで実現できることを明らかにした。また、その場自律校正法のデータ処理法についても検討し、より簡単に実現できる逆関数法の可能性を示した。この方法を用いて、市販SFM(AFM)を対象に実際に校正実験を行い、自律校正法の有効性を確認した。校正形状としては、傾斜を持つ断面と球型断面に対して行った。最大形状高さの5%程度である形状歪みを使用した市販のSFMの安定性の限界で決まる5nm程度まで校正できた。なお、圧電素子のオフセット電圧の変化による平均感度の変化と、偶然誤差とが逆関数法による形状補正に与える影響をシミュレーションで調べた。その結果、AFMの縦分解能に相当する0.1nmの偶然誤差を与えた時、真形状に対して、0.2nmの誤差が生じることをわかった。また、オフセット電圧の違いによる平均感度の変化とそれによる校正結果の誤差は形状高さの約0.2%であることも明らかになった。

### 第4章 計測加工一体型SFM装置の開発

SFMの高機能化の研究の第1歩として、SPMの測定原理に、超微細加工機能を付加した計測加工一体型評価SFM装置を設計・試作した。同一のレバー先端に、測定と加工それぞれで必要な範囲の力を加えるための新しい構造を工夫したマイクロ加工プローブを実現する。このプローブでは、加工時には新たに設けた力発生部でレバーの先端に大きい荷重を印加する。加工終了後は、力発生部の荷重を解除し、レバーだけの微小力でSFMの原理で加工面を走査して測定する。力走査型顕微鏡をベースにしたこの計測加工一体型評価装置は走査部、角度検出部及び力発生部から構成される。先端にダイヤモンドチップ(先端形状：円

形, 半径: 15μm) を付けたレバーで試料表面を走査し, 走査中のレバーの姿勢変化を角度検出部で検出する。角度検出部の出力を制御信号として圧電アクチュエータ PZT でレバーを制御し, マイクロ加工及びインプロセス形状測定を行う。力発生部は大きい荷重が必要な際に用いる。本研究では, このマイクロ加工プローブを設計・試作し, その加工器と測定器としてのプローブの基本特性を調べた。また, そのプローブを用いて押し込み加工と切り込み加工実験を行い, PZT の変位量の制御により, 押し込みと切り込みの深さがそれぞれ約 20nm, 100nm 程度まで制御できることを実験結果から確認した。なお, 加工結果の形状を同じプローブで評価した。市販の AFM での評価結果との比較から, 測定機としての有効性も確認した。

## 第5章 加工面微細欠陥のその場観察機能を有する SFM システムの開発

本章では, 硬せい材料の変形, 破壊機構研究のツールとしての SFM の機能を高めるために, 曲げ応力下で欠陥の実時間測定, すなわちその場測定を行えるシステムを構築した。本章で用いた装置は, 試作した計測加工一体型 SFM 装置 (4 章の実験装置) と SFM ユニット (精工電子製 SPA300) である。計測加工一体型 SFM 装置を用いて微小切り込み実験を行い, その部分を曲げ応力を加えた状態で, SFM を使って観察を行った。その結果, 試料面に曲げ荷重を印加することによって, 加工時に発生し, 無負荷時には観察できない潜在欠陥を多数見出した。また, 材料の外部からの微小繰り返し荷重による切り込み加工部の潜在欠陥の発生状況を調べるために, 改良試料台による加工面の繰り返し曲げ実験を行った。試料に与える微小繰り返し荷重により, 加工周辺の欠陥 (転位) が観察された。微小繰り返し荷重 (10mN) の回数が  $0.6 \times 10^7$  回でわずかに欠陥の生じるのが観察され,  $1.8 \times 10^7$  回の場合, 700nm 程度の幅まで進行することが確認された。

## 第6章 ナノインプロセス計測加工のための多目的 SFM の開発

ナノインプロセス測定加工に対応するための SFM の高機能化を試み, 第2章の液中作動型 AFM をベースにしたナノインプロセス計測加工 SFM システムを設計・試作し, その基本特性を調べた。また, そのシステムを用いて, 大気中と液中の環境下で押し込みと切り込み加工実験を行い, その加工面形状を同一プローブによる測定すなわちインプロセス計測とオンマシン計測方法によって評価した。これらの結果から, 加圧レバー部の PZT の変位量の制御により, 本システムの安定性で決まる 10nmまでの押し込み量と切り込みの深さ量が制御できることと, インプロセス計測とオンマシン計測との差が約 10nm 以下であることを確認し, ナノにおけるインプロセス測定の有効性を明らかにした。また, 試作した SFM システムを用いて切り込み加工を行い, その切り込み加工部周辺の欠陥発生の様子を曲げ装置と同一プローブを使って観察した。その結果, 加工時発生した微細欠陥が荷重 (10mN) の繰り返し ( $1.8 \times 10^7$  回) によって深さ 100nm まで成長するのをその場で観察でき, 本システムの有効性を明らかにした。

## 第7章 結論

本研究により得られた主な研究成果および結論を総括する。

## 論文審査の結果の要旨

走査型力プローブ顕微鏡（SFM）は、観察機能だけでなく、微細な機械力を制御して加工を行うことができ、加工のメカニズムの解明にも有効な道具として期待されている。しかし、従来の構造では硬脆材などに対しては加工力が不足し、また、材料内部に発生した亀裂が観察できないなどの問題があり、その能力を十分発揮できないでいる。

本論文は、マイクロ機械加工と精密形状測定が大気中または液中で同時にでき、加工表面に潜在する欠陥を、試料面に加える微小力で顕在化させることのできるSFMを試作し、その基本性能に関する研究成果をまとめたもので、全編7章より成る。

第1章は緒論で、研究の背景と目的を述べている。

第2章では、自作の液中作動型AFMを取り上げ、その力制御用圧電素子の線形誤差を取り除く二重アクチュエータ構造を提案し、シミュレーションと実験によりその有効性を実証している。

第3章では、市販の走査型プローブ顕微鏡（SPM）の形状計測結果に含まれる圧電素子変位の数%以上に達することもある線形誤差を、繰り返しの形状測定データから分離検出する、その場校正法を提案し、その有効性を実証している。これは、市販のSPMの形状測定機としての高精度化に有益な提案である。

第4章では、セラミックスなどの硬脆材の加工試験にSFMを利用するため、そのマイクロレバーの負荷能力を高める構造を設計試作し、必要な大きさの加工力の発生を可能にし、単粒押し込み、単粒切削試験を実施し、さらにその結果の微小力によるその場測定ができる事を確認した。これは、SFMの機能を発展させた重要な成果である。

第5章では、市販のSPMの試料ステージを改良し、試料に静的曲げ変形、繰り返し曲げ荷重を加えることを可能にした。これによって、マイクロ加工痕の周辺に潜在する欠陥のその場観察と、繰り返し加重によるその潜在欠陥の成長の様子の測定を可能にした。これはマイクロ加工の機構を解明する上で有益な機能をSFMにもたらした。

第6章では、SFMのマイクロレバーに負荷増強部を追加し、また試料に繰り返し曲げ荷重を負荷する機構を追加し、マイクロ加工とそれに伴う加工欠陥発生状態のその場観察を可能にした。これを用いた大気中と液中の加工の比較から、液中の加工表面の粗さが小さいことなどを見出した。これによって、SFMのマイクロ加工の研究ツールとしての機能の重要な発展をもたらした。

第7章は結論である。

以上要するに本論文は、SFMプローブに自律校正機能を付与して高精度化するとともに、大気中および液中の硬脆材におけるマイクロ加工の実施、加工痕近傍での潜在欠陥の存在の確認、および繰り返し荷重による欠陥成長の精密評価等を可能にするなど、SFMの高機能化を達成したもので、精密工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。