**１２．原子間力顕微鏡(**Atomic Force Micro Scope**)による薄膜表面観察**

１．はじめに

薄膜を電子デバイスなどの物理機能性材料として用いる場合、必ず素子となる薄膜に対して、例えば電極などの**同種・異種接合界面**を形成しなければならない。しかしながら、そのような接合を形成する上で、界面電子状態・界面反応などを制御することが重要となってくる。その中でも表面形態は最も基本となる制御要素であり、これらの形態が物理的な界面形成に大きく影響を及ぼす。

本実験では、**原子層レベル**での凹凸を評価することが可能な**原子間力顕微鏡**を用いた表面観察の原理の習得と材料の表面形態の違いと特性のとの相関関係を考察することを目的とする。

２．解 説

２－１．原子間力顕微鏡（AFM）の原理

原子間力顕微鏡は、試料表面を先端の鋭いカンチレバーを用いてなぞる、もしくは試料表面と一定の間隔を保ってトレースし、その時のカンチレバーの上下方向への変位を計測することで試料表面形状の評価を行う。その変位の計測方法は、カンチレバー先端にあてたレーザー光の反射光をフォトダイオードにより読み取る「**光てこ検出型**」やカンチレバー中に搭載された抵抗体センサーを用い、カンチレバーの歪みを抵抗変化として読み取る「**変位自己検出型**」などがある。本実験では、後者の方法を用いる。また、測定方法としては図１に示すような二種類の方法がある。

1. コンタクトモード

試料表面に探針を密着させて、試料表面と探針の赤緑が一定となるようにカンチレバーのたわみを制御するモード

1. ダンピングモード

一定振幅で周期的に振動する探針を試料表面に近づけ、その振幅の減衰量が一定となるようにカンチレバーと試料表面の距離を制御するモード

図１コンタクトモードとダンピングモードの概略図

本実験では、コンタクトモードと比較して表面形態を敏感に走査できるダンピングモードを用いる。

図２に本実験で使用する装置全体の機能構成を示す。装置は、カンチレバーを制御する測定ヘッド部とそれを制御するコントローラー部からなる。

1. プリアンプ－増幅回路。入力信号に対して大きな出力エネルギーを得ることが出来る。
2. カンチレバー－材質：Si、先端半径２０nm、バネ係数４０ N/m、共振周波数250~300 kHz
3. 比較器－コンパレータ。二つの入力された電流もしくは電圧を比較し、その大きさの大小により出力が切り替わる素子
4. 積分器－入力されたある時間素子を通過した電圧もしくは電流の積分値を算出する回路。この場合、試料の凹凸値に対応する。
5. スキャナ－ｘ、ｙ、ｚに走査（スキャニング）と呼ばれる動作を行い情報をビット単位で読み取ることが出来る。

図２　装置機能構成の概略図

簡単な、測定の流れは以下のようになる。

1. 測定機器カンチレバーの変位をセンサー部において抵抗変化として検出する。
2. 得られた電気信号１を、プリアンプによって増幅する。
3. 増幅された電気信号１と制御パネルよりの電気信号２（電圧）の差を積分器により積分する。
4. LCDに画像として表示する。

今回の実験では**ゾルゲル法**と**スパッタリング法**（実験２１参照）の二種類の異なる方法で作製されたBaTiO3薄膜の表面形態をAFMを用いて観察し、その表面形態が物質の電気特性を評価する上でどのような形となって現れてくるかを考察する。

３．実　験

３－１．実験概要

原子間力顕微鏡（Nanopics NPX100M001）の操作に立会い, あらかじめ金属マスクを使用して製膜した電極を有するBaTiO3薄膜の表面形態を観察する。 観察した薄膜の**表面形態**及び**平均粗さ(RMS)**、**平均粒径**、**膜厚、電極面積**がわかる画像データを得る。レポートには得られた画像データのプリントを添付して, それに基づく考察を行う。

２－２．実験作業

～AFM観察～

１．実際にAFMで観察する薄膜試料の概観をよく観察し、図示しておく。測定した大まかな場所を図上でわかるように記録しておく。また、測定した電極場所も記録しておく。電極形成に用いた金属マスクの半径は、0.2 ±0.01 mmである。

２．時間の都合上, 試料への電極作製まではスタッフ(TAもしくは担当職員)が行っておく。 あらかじめ用意された試料を二種類見せてもらう。

観察, 各種データの計測の修了まで, オペレータの指示に従う。

～電気特性評価～

3．試料を電流－電圧測定計測架台へ設置する。（図３）

4．下部電極へ電極ピンを落とす。

4．計測プローバを慎重に電極面積を測定した上部電極へ落とす。（X、Y、Z軸を微調整する。）このとき電極プローバを押し付けすぎないように注意する・（電極プローブ先端径：20 m）

4．電圧計の測定レンジをAUTOにし、定電流電源を0.1Vに設定し測定する。

5. 定電流源の電圧値を正電圧側に異なる任意の10点を選び、測定を行う。

6．二種類の試料において同様の測定を行う。

4．データの整理

図3．電気特性評価用電流プローブ装置概略図

１）各試料の表面形態を図示し、表面粗さ、膜厚、平均粒径を算出する。

２）各試料に対して電流－電圧の値を以下のように表を作成する。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 電圧（V） |  |  |
| 電流（A） |  |  |

３）電極面積を200mとし２）の測定値から電流密度を算出し、電圧－電流密度（片対数表示）の関係を表すグラフを作製する。

５．課題

・得られた電圧－電流密度曲線から表面形態とその挙動との相関についてまとめる。

・二つの試料間の電気特性に違いがあるか考察し、その原因について考察しなさい。

・AFM測定は非常に微細な表面形状を評価できる優れた装置ではあるが、デメリットも存在する。実際に実験した結果から、計測者として考えうる問題点を挙げ、その問題解決のためにどのような方法があるか述べよ。

６．参考文献

１）小沢俊昭　編　「実用電子回路ハンドブック（２）」CQ出版株式会社