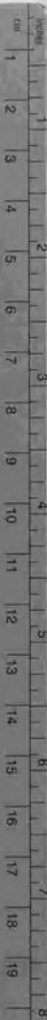


手と書

マイクロおよびナノ端子ブローグ線による  
局所表面電場分布の研究

平成18年

月 日 一 期



Kodak Color Control Patches

Blue Cyan Green Yellow Red Magenta White 3/Color Black



Kodak Gray Scale

A 1 2 3 4 5 6 M 8 9 10 11 12 13 14 15 B 17 18 19

C Y M

© Kodak 2007 TM Kodak

学位論文

マイクロおよびナノ4端子プローブ法による  
局所表面電気伝導の研究

平成11年 12月博士（理学）申請

東京大学大学院理学系研究科

物理学専攻

白木 一郎

「マイクロおよびナノ4端子プローブ法による局所表面電気伝導の研究」

第1章：序章	3
1-1：本研究の背景	3
1-1-1：表面電気伝導	4
1-1-2：表面原子配列	7
1-2：本研究の目的	10
第2章：SEM-SREM-RHEEDおよびSTMによるSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の観察	14
2-1：実験装置および試料準備	14
2-1-1：実験装置	14
2-1-2：試料準備	16
2-2：Si(111)-(Ag, Au)表面の超構造	17
2-2-1：室温から200℃における表面超構造の変化	17
2-2-2：200℃から400℃における表面超構造の変化	18
2-2-3：400℃から450℃における表面超構造の変化	18
2-3：SREMによる観察から得られる知見	19
2-4：室温におけるSEMによる観察	19
2-4-1：Au被覆率0.02ML：ドメインの形成開始	19
2-4-2：Au被覆率0.06ML：微結晶の形成	20
2-4-3：Au被覆率0.10から0.33ML	21
2-4-4：Au被覆率0.33ML以上	21
2-5：250℃におけるSEMによる観察	21
2-5-1：ドメイン形成前の3次元アイランドの形成	21
2-5-2： $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 超構造ドメインのエレクトロマイグレーション	22
2-5-3：室温との類似点及び相違点	23
2-6：430℃におけるSEMによる観察	
～3次元アイランドの融解及びエレクトロマイグレーション～	23
2-7：室温でのSTMによる観察	27
2-7-1：室温蒸着により形成したSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造	27
2-7-2：室温でAuを0.33ML蒸着後、400℃付近で数十秒間の アニールからの急冷	28
2-8：議論	29
2-9：まとめ	31
第3章：マイクロ4端子プローブ法による表面電気伝導測定	34
3-1：実験概要	34
3-1-1：マイクロ4端子板	34
3-1-2：～10 $\mu$ m幅のテラスの作成	36



3-1-3: 測定系	37
3-2: マイクロ4端子の形状因子の計算	40
3-2-1: 2次元無限シートの場合	41
3-2-2: 3次元半無限固体の場合	43
3-2-3: 2次元無限シート近似と3次元半無限固体近似の精度	44
3-3: Si(111)-7×7清浄表面の表面電気抵抗の測定	45
3-3-1: テラス内及びステップバンチを跨いだ時の表面電気抵抗	45
3-3-2: プローブを走査した時の表面電気抵抗マッピング	46
3-3-3: ステップバンチでの表面電気伝導度についての考察	47
3-4: Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の表面電気抵抗の測定	49
3-4-1: テラス内及びステップバンチを跨いだ時の表面電気抵抗	49
3-4-2: プローブを走査した時の表面電気抵抗マッピング	50
3-4-3: ステップバンチでの表面電気伝導度についての考察	50
3-5: Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の表面電気抵抗の測定	51
3-6: 議論 ~表面電気伝導に対するステップの影響について~	51
3-7: 従来のマクロな4端子法との比較とまとめ	53
第4章: ナノ4端子プローブ法のための独立駆動型4探針STMの開発	56
4-1: 開発目的	56
4-2: 装置概要	56
4-3: 設計および機構	57
4-3-1: 真空容器(チャンバー)及び排気系	57
4-3-2: 4探針STMの機構及び4探針STMステージの構成	59
4-3-3: STMの探針と試料のトランスファー機構	63
4-4: 測定系	64
4-4-1: PhotoMOSリレーを用いたSTM/4端子法用特殊プリアンプの設計・製作	64
4-4-2: チューブピエゾドライバーの設計・製作	65
4-5: まとめと展望	66
第5章: 結論	69
謝辞	71

## 第1章: 序章

### 1-1: 本研究の背景

物性物理学の興味だけでなく、これからのナノ・デバイス開発への寄与という観点からみると、表面超構造と表面電気伝導の相関についての研究は非常に重要な意義を有する。そのために、これまで、半導体表面上の金属吸着系に関する表面超構造に依存した表面電気伝導の研究がなされてきた。実際に、1原子層にも満たない金属吸着において表面電気伝導度は著しく変動する。今までの研究によると[文献1-1]、Si(111)-7×7清浄表面に対して、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag (Ag:1原子層(ML))表面では $1.1\times 10^{-4}\Omega^{-1}/\square$ 、Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au) (Au:0.14ML, Ag:1ML)表面では、 $3.1\times 10^{-4}\Omega^{-1}/\square$ の表面電気伝導の増加が報告されている。この値から、表面への金属吸着により引き起こされるバンドベンディングによる表面空間電荷層の増分を差し引くと、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag については $6\times 10^{-5}\Omega^{-1}/\square$ である。Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)についてはバンドベンディングは小さいことから、表面空間電荷層の電気伝導度の寄与はほとんどない。対象としている表面は原子1層にも満たない超薄膜であるために、この増分の根元には表面超構造の形成が深く関与していると考えられている。つまり、表面超構造に固有な表面電子バンドによる電気伝導が存在すると考えられている。

### 1-1-1 表面電気伝導

本研究で取り上げるSi(111)-(Ag, Au)系の表面超構造は、全て、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag上にAuを吸着させていく際に見られる表面超構造である。 Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面は、この系の出発点であるSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面、さらにSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の出発点であるSi(111)-7 $\times$ 7清浄表面のいずれと比較しても高い表面電気伝導度をもつことが、従来の研究から明らかになっている[文献1-2, 3]。これは、角度分解紫外線光電子分光および、プローブ間隔が10nm程度の4端子法による表面電気伝導の研究[文献1-2]によって、表面超構造に固有な表面電子バンドが重要な役割を果たしていることが示唆され、3章で述べるマイクロ4端子法による表面電気伝導の測定の本研究から明らかになった。その理由を説明するために、まずこの系の出発点であるSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の表面電気伝導から説明をはじめめる。

Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面と同じく、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面は、Agを吸着する前のSi(111)-7 $\times$ 7清浄表面と比べて非常に高い表面電気伝導度を示すことが従来の研究[文献1-2]によって示唆され、本研究の3章で述べるマイクロ4端子法による表面電気伝導の測定から明らかになった。表面の電気伝導が上昇する原因としては、表面近傍で電子を輸送する2つのチャンネル、すなわち表面状態を介するチャンネルと表面空間電荷層を介するチャンネルの電気伝導度が高くなるためと考えられている。その様子を示す図をFig. 1-1に示す。

まず、表面状態について議論する。Si(111)-7 $\times$ 7清浄表面では、表面でのダングリングボンドの占有状態を表す分散の非常に小さい $S_1$ バンド(Fig. 1-2)がフェルミ準位近傍に現れる。分散が小さいことは、隣り合ったダングリングボンド状態での電子の波動関数の重なりが小さいことを示唆する。

よって、電子はダングリングボンドに局在化し、Si(111)-7 $\times$ 7清浄表面では表面状態チャンネルの電気伝導度は小さいと推測される。実際に、Y. Hasegawaら[文献1-4]とS. Heikeら[文献1-5]によるSTMを用いた表面状態チャンネルの電気伝導の研究からそのことが明らかとなっている。一方、Si(111)-7 $\times$ 7清浄表面にAg原子が吸着して $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面超構造をつくると、フェルミ準位をよぎる $S_1$ (Fig. 1-3)バンドが生じる。このバンドは非常に大きな分散をもち、フェルミ準位をよぎっているため、一部は電子で満たされている。また、バンドの形状が放物線状であるため、このバンドに入る電子は自由電子のように振舞うことができる。このため、この $S_1$ バンドを介して電子が輸送されるようになり、表面電気伝導度が高くなる。この効果による表面電気伝導度の増分は、S. Hasegawaらの研究[文献1-2]によると、 $6\times 10^{-5}\Omega^{-1}/\square$ である。

次に表面空間電荷層チャンネルでの電子輸送であるが、まずSi(111)-7 $\times$ 7清浄表面の時は空乏化していた表面空間電荷層が、Ag吸着により表面での静電ポテンシャルが変化し、バンドが上方に大きく曲げられる。Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の場合は、KonoらのX線光電子分光によるSi 2p内殻準位シフトの測定結果[文献1-6]から、表面状態にピンニングされたフェルミ準位は価電子帯の上端から0.13~0.15eVの位置にある。このため、空乏化していた表面空間電荷層ではホール蓄積層が形成され、電気伝導度が高くなる。この効果による表面電気伝導度の増分は、S. Hasegawaらの研究[文献1-2]によると、 $5\times 10^{-5}\Omega^{-1}/\square$ である。以上をまとめると、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面での表面電気伝導度の上昇は、Ag原子の吸着により表面状態が変化することで、1:表面状態チャンネルの電気伝導度が上昇するとともに、2:表面空間電荷層チャンネルの電気伝導度も上昇することに起因したものである。

次に、Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面についての説明を行う。従来の研



究[文献1-2]によると、この系におけるバンドベンディングはSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Agの時と比較すると小さく、フェルミ準位は価電子帯上端から0.3eVのところにあることがわかっている。そのため、表面空間電荷層はホール蓄積層を形成するに至らず空乏層のままなので、表面空間電荷層チャネルの電気伝導度の増加は殆どない。それにもかかわらず、表面電気伝導度は、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の表面電気伝導度よりも高くなる。すなわち、この系においては、表面電気伝導度の上昇は表面状態チャネルのみの電気伝導度の上昇により引き起こされるものであり、その増分はSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Agと比べて非常に大きい事がわかる。このように、表面状態のみに依存した大きな表面電気伝導を有することが、本研究の大きな動機になっている。従来の研究[文献1-2]から、この表面では大きな分散をもちフェルミ準位をよぎるバンドが2つ存在することが分かっている(Fig. 1-4)。1つはSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面でみられた $S_1$ バンドと似た $S_1^*$ バンドである。もう1つは $S_1^*$ バンドである。この $S_1^*$ バンドの分散はSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面での $S_1$ バンドよりも大きい。フェルミ波数はバンドがフェルミ準位と交わる部分で与えられるが、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の $S_1$ バンドからは $0.1\text{\AA}^{-1}$ 、Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の $S_1^*$ バンドからは $0.2\text{\AA}^{-1}$ が得られる。これはすなわち、フェルミディスク(表面は2次元系なのでフェルミ球ではない)が近似的に円形であると考え、フェルミディスクの半径が2倍になったことを意味する。[文献1-1](p102~)によると、表面状態チャネルの電気伝導度 $\sigma$ はフェルミディスクの円周長を $S_F$ とすると次の式で表される。

$$\sigma = \frac{e^2 \ell}{2\pi h} S_F \cdots \cdots (1)$$

ここで、 $e$ は素電荷量、 $h$ はプランク定数、 $\ell$ は電子の平均自由行程である。こ

れをフェルミ波数 $k_F$ を用いて表すと、

$$\sigma = \frac{e^2 \langle \tau \rangle}{2\pi m^*} \times k_F^2 \cdots \cdots (2)$$

となる。 $m^*$ は電子の有効質量、 $\langle \tau \rangle$ は平均衝突時間である。すなわち、 $m^*$ や $\langle \tau \rangle$ にも依存するものの、大まかにはフェルミ波数 $k_F$ の2乗に比例することが分かる。[文献1-2]から、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面での表面状態チャネルの電気伝導度は $6.0 \times 10^{-5} \Omega^{-1}/\square$ であることから、Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面での表面状態チャネル電気伝導度は4倍程度の $2.4 \times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ 程度であることが予測される。Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面についても測定が行われており[文献1-2, 3]、表面状態チャネルの電気伝導度は $3.1 \times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ であると報告している。この値は、Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面での表面状態チャネルおよび表面空間電荷層チャネルの電気伝導度の和 $1.1 \times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ よりも高く、実際にSi(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面での表面状態チャネルの電気伝導度が非常に高いことを示している。

### 1-1-2: 表面原子配列

Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面が表面状態に依存した高い表面電気伝導度を持ち、これは分散が大きく、かつ、フェルミ波数の大きい金属的な $S_1^*$ バンドの形成に起因することを述べてきたが、なぜこのバンドは形成されるのであろうか。このことを議論するには、この系の表面超構造の原子配列についての知見が必要である。そこで、本研究では、まず初めにこの表面超構造の初期形成過程について議論する。この系の原子配列に関しては、いままでもいくつかの報告がある。室温でのAu吸着過程では、電子回折やSTMによる観察としてIchimiya[文献1-7]らやNogami[文献1-8]らによる報告が挙

げられる。Ichimiyaらは、電子回折の実験から、Auが0.10原子層(ML)の吸着によって、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造が現れ、0.14MLで $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造に起因する回折パターンのスポットの強度がもっとも強くなり、0.33MLにおいて $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造は消失し、別種の $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ 表面超構造に変化すると報告している。また、STMにより $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の観察も行っており、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のドメインは室温において準安定で、その形状を絶えず変化させていると報告している。一方、Nogamiらも同様の観察を行っているが、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の形成・消滅のAuの被覆率がIchimiyaらの報告した値と異なっており、STM像の特徴も異なっている。そのため、それぞれ異なった $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のモデルを提唱している。Fig. 1-5(a), (b)は、それぞれ(a) Ichimiyaらが提唱したモデル及び(b)Nogamiらが提唱したモデルである。Ichimiyaらは、Siのトライマーの中心にAu原子が吸着したモデルを、NogamiらはAg原子のトライマーの中心にAu原子が吸着したモデルを提唱している。しかしながら、これらの問題には未だ決着がなされていない。

現在のところ、Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造についての数値計算の報告はないが、同じ表面超構造周期をもつSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Ag)の電子状態計算の報告はある。Aizawaらは、Nogamiらのモデル(Fig. 1-5(b))での吸着Au原子をAg原子に置き換えた構造モデルを元に、第一原理計算により、Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Ag)表面超構造についてのバンドの生成や表面での電荷移動の評価を行った[文献1-9]。彼らの計算結果から得られた2次元バンド分散図(Fig. 1-6)から、 $S_1'$ バンドおよび $S_1^*$ バンドが確認できる。 $S_1'$ バンドは吸着原子により新たに生成したバンドであり、 $S_1^*$ バンドは元の $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面超構造のバンド( $S_1$ バンド)に由来するバンドである。

大きな分散をもつ $S_1^*$ バンドについて議論する前に、元となる $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面超構造の $S_1$ バンドについて述べる。 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面超構造の $S_1$ バンドは、

Agトライマーの中心に高い密度を持つAg-Ag間の結合状態のバンド(Ag5p軌道に由来)である[文献1-9]。また、Agトライマー中心間の最近接距離は $[\bar{1}01]$ 方向で3.84Åであり、この方向(及び3回転対称により等価な2つの方向)に電子がAgトライマー間を伝導すると考えられている[文献1-3]。すなわち、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ 表面超構造において $S_1$ バンドに由来する電気伝導は、このAgトライマー間の電子の伝導に由来する。

Nogamiらの提唱する $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 構造モデルのように、Agトライマーの中心に原子が吸着して、吸着原子がドナーとして作用する時、 $S_1$ バンドに入る電子数も増加し、 $S_1^*$ バンドへと変化する。 $S_1^*$ バンドはさらに大きなフェルミ波数をもち、伝導に寄与する電子数が増加する。そのために表面状態に由来する表面電気伝導度は $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ 表面超構造よりも $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の方が高くなる。Aizawaらの報告によると、Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Ag)表面超構造の場合は、吸着したAg原子から下地のAgトライマーへ0.12e<sup>-</sup>だけの電荷移動があり、Ag吸着原子はドナーとして働く。

表面状態に由来する電気伝導を理解する際に、数値計算による検証は有用である。しかし、前述したように、数値計算の際に必要なSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造の構造モデルについて決着がなされていない現状では、NogamiらやIchimiyaらの構造モデルの妥当性を検証したり、構造モデルを考える上での情報を得ることは非常に重要である。本研究では、走査電子顕微鏡(SEM)、走査型反射電子顕微鏡(SREM)、反射高速電子回折(RHEED)および走査型トンネル顕微鏡(STM)による観察結果をもとに、Ichimiyaら、およびNogamiらの報告を考慮しながら、Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造の形成過程について議論する。

Si(111)-(Ag, Au)の相図に関しては、Gavriljukらの報告[文献1-10]がある。しかしながら、彼らの作成した相図は、室温でAgとAuを共吸着させ、



450℃のアニールを経て再び室温に戻したときに現れる表面超構造についてのものである。200℃においては、Yuhara[文献1-11]らによる報告がある。彼らは、電子回折の実験から、室温と同様に $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造は現れるものの、その消失後には $2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$ 表面超構造が現れると報告している。しかしながら、Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面での温度とAuの吸着量に関する全体的な相図についての報告は見受けられない。そこで、本研究では、RHEEDを用い、室温から450℃までの様々な温度におけるAu吸着に伴う超構造の表面変化を系統的に観察し、首尾一貫した相図を作成した。

## 1-2: 本研究の目的

上で述べたSi(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面及び $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面についての従来の研究をふまえ、本研究は、下記の目的で行った。

### (1) Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面系での構造形成過程の系統的な観察

前述のように、Ag・Au共吸着系は高い表面電気伝導度を示し、特徴的な表面電子バンドを持つなど、物理的に興味深い現象が明らかになっているが、構造形成過程については、断片的にしか研究されていず、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の原子配列も未だ確定していない。そこで、本研究では、この表面系の構造形成過程を、STMによる原子スケールからSEM-SREMによるメソスコピックスケールまでに及ぶ広い範囲で、温度及び吸着量を系統的に変えて、包括的に観察する。

### (2) 局所表面電気伝導の測定

固体表面から電子が注入されたとき、Fig. 1-7で示されるような3つのチャネルを介して電子が輸送されると考えられる。すなわち、1: 表面状態を介して電子を輸送するチャネル、2: 表面空間電荷層を介して電子を輸送する

チャネル、3: バルクを介して電子を輸送するチャネルである。これらのチャネルの表面からの有効な深さを概算すると、一般的には、1は表面から1nm程度、2は100nmから1 $\mu$ m程度、3はプローブのおかれた試料の厚さ(mm程度)となる。そのため、4端子法においてプローブ間隔がプローブのおかれた試料の厚みと同程度である場合(Fig. 1-7(b))、電圧降下を生じさせるための電流(以降、フォース電流と記す)により注入された電子は、1および2のチャネルにも流れ込むものの、バルクへも多く流れ込むことは十分考えられる。そのため、相対的に、表面状態や表面空間電荷層に起因した表面電気抵抗の検出感度が落ちてしまう。前節で述べた従来の表面電気伝導の研究は、プローブ間隔が数mm~10mm程度の巨視的な4端子法による測定であった。そのため、今述べた問題点を必然的に含んでおり、表面構造の違いによる電気伝導の変化は捉えることができたものの、マクロな測定系では、金属吸着の前後における表面電気抵抗の変化は数パーセント程度でしかなかった。ここでプローブ間隔を小さくしていくと、Fig. 1-7(a)に示すように、測定電流のうち表面電子バンド及び表面空間電荷層を流れる電流の割合が巨視的4端子法(Fig. 1-7(b))に比べて高くなり、相対的に表面電気伝導度が上がると考えられる。そこで、本研究では、プローブ間隔が数 $\mu$ mのマикро4端子プローブによる測定を行う。

表面電気抵抗の測定対象をマイクロメートルオーダーまで小さくして、マイクロメートルオーダーもしくは更に高精度に測定対象を選択できると、もうひとつの大きな利点が生じてくる。実際の表面上には表面原子ステップやドメイン境界などの欠陥が存在するが、そのような欠陥を取捨選択することにより、欠陥による伝導キャリアの散乱の影響をとり除く、もしくは積極的にそれらの影響を評価できるようになる。このために、必然的に欠陥を多く含む従来のマクロな測定系での測定結果よりも、より詳細な表面電気抵抗測



定ができると期待される。

実際には電子顕微鏡で試料表面及びマイクロ4端子プローブの位置を確認しながら高精度な位置決めを行い、ねらった領域の表面電気伝導度を測定する。また、ミクロンオーダーでステップフリーな領域を表面上に作ることが可能なので[文献1-12]、そのような領域にマイクロ4端子プローブを接触させて測定することにより、表面欠陥の影響を取り除くことや意図的に表面欠陥であるステップバンチ(単原子高さのステップが数十本程度密集した領域)の影響を取り込むことが可能になると期待して、本研究を始めた。

## 文献

- [1-1] S. Hasegawa, X. Tong, S. Takeda, N. Sato, T. Nagao,  
Prog. in Surf. Sci. 60, 89 (1999)
- [1-2] S. Hasegawa, C.-S. Jiang, Y. Nakajima, T. Nagao,  
Surf. Rev. Lett. Vol. 5, 803 (1998)
- [1-3] C.-S. Jiang, X. Tong, S. Hasegawa, S. Ino, Surf. Sci. 376, 69 (1997)
- [1-4] Y. Hasegawa, In-Whan Lyo, Phaedon Avouris, Surf. Sci. 357-358,  
32 (1996)
- [1-5] S. Heike, S. Watanebe, Y. Wada, T. Hashizume, Phys. Rev. Lett. 81,  
890 (1998)
- [1-6] S. Kono, K. Higashiyama, T. Kinoshita, T. Miyahara, H. Kato, H. Osawa,  
Y. Enta, F. Maeda, Y. Yaegashi, Phys. Rev. Lett. 58, 1555 (1987)
- [1-7] A. Ichimiya, H. Nomura, Y. Horio, Surf. Rev. Lett. Vol. 1, 1 (1994)
- [1-8] J. Nogami, K. J. Wan, X. F. Lin, Surf. Sci. 306, 81 (1994)
- [1-9] H. Aizawa, M. Tsukada, Phys. Rev. B. 59, 10923 (1999)
- [1-10] Y. L. Gavriljuk, V. G. Lifshits, N. Enebish, Surf. Sci. 297,  
345 (1993)
- [1-11] J. Yuhara, M. Inoue, K. Morita, J. Vac. Sci. Technol. A11,  
2714 (1993)
- [1-12] T. Ogino, H. Hibino, Y. Homma, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 34, L668 (1995)

## 第2章：SEM-SREM-RHEEDおよびSTMによる Si (111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au) 表面の観察

### 2-1：実験装置および試料準備

#### 2-1-1：実験装置

本実験で用いた超高真空 (UHV) SEM-SREM-RHEED複合装置について説明する。本装置は、市販の走査型電子顕微鏡 (日立、S-4200) の電子ビーム照射系を用い、それに特製のUHV-試料室を取り付けている。模式図をFig. 2-1に示す。電子銃は (冷陰極) 電界放出タイプのもの (Cold Field Emission Gun) を使用している。加速電圧は30kV、引き出し電圧は4~6.5kVであり、このときの全エミッション電流は、10  $\mu$ Aである。通常のSEM観察は、この条件で行った。また、この電子銃のTipには加熱の機構が備わっており、熱電界放出タイプとしても使用できる。そのときの全エミッション電流の最大値は100  $\mu$ A程度である。主にRHEEDおよび後に述べるSREMの観察の時にのみこの条件を用いた。これは、エミッションが増大すると、1：電子銃の安定性が低下するため、および2：電子線のプローブ径の広がりにより分解能が低下するためである。試料は、XYZ方向及びTilt回転とAzimuth回転が可能なステージ上に固定されている。このため、電子線の入射角度を自由に変えることができる。RHEED観察のときは、入射角を試料表面平行方向から5°程度に設定する。図にあるように、試料から見て電子銃と反対側に蛍光スクリーンが取り付けられている。ここに試料表面から回折反射されてきた電子が到達してスクリーンを光らせ、RHEEDパターンを形成し、表面超構造を確認することができる。また、この



SEMの制御系は、電子線の走査信号に同期した外部入力端子を持っている。RHEEDパターンから任意のスポットを選択して、その強度を光ファイバーを介して光電子増倍管で測定した信号を電子線の走査信号に同期して2次元マッピングすることにより、表面超構造ドメインに対応した像(暗視野像)が得られる。これが、すなわちSREMである。

蒸発源にはアルミナバスケットを採用している。このバスケットの中に蒸着する物質(Ag, Au)を入れて、アルミナバスケット内部にあるフィラメントを通电加熱することで蒸発を行う。本装置には蒸発源のためのポート(ICF152)が3つ備わっており、蒸着の開始・終了を行うためのシャッターがそれぞれについている。

本装置の到達真空度は $2 \sim 4 \times 10^{-10}$  Torrである。メンテナンスなどのために真空容器内部を大気にさらした場合は、ロータリーポンプとターボ分子ポンプにより排気を行いながら100℃にて8時間程度のベークを施し、その後イオンポンプに切り替えて上記の超高真空中に到達している。

次に、超高真空STM装置について説明する。装置の模式図をFig. 2-2に示す。本装置は(株)ユニソク社製のUSM-802をベースにしており、室温から800℃までの観察が可能である。このSTMステージ上で、STM観察、RHEED観察、金属の蒸着を行うことができる。この装置では探針を円筒型のピエゾ素子で駆動する方式をとっているが、探針ホルダーを接地部分から絶縁させるための碍子やピエゾ素子がむき出しの状態であったので、RHEEDの電子線により帯電してしまい電子線を曲げてしまうことがあった。そこで、絶縁物が電子線から見えなくなるように接地したCu板あるいはTa板で覆い、帯電を防いでいる。排気系の仕様は先ほど述べたSEM-SREM-RHEED複合装置と基本的に同じである。最高到達真空度は、 $5 \times 10^{-11}$  Torrである。STMの探針には、0.3mm径の多結晶Wワイヤーを2.5NのKOH溶液中で電解研磨したものをを用いた。この探針は、使用前

に、直径0.2mmのTaフィラメントに探針の先端付近を接触させ、Ta-W間に電流を流すことにより、真空中で1500℃まで加熱し清浄化を行った。

## 2-1-2: 試料準備

本実験では、15mm×3mm×0.4mm(t)のSiウェハー([111]面、n-type、抵抗率 $50 \sim 100 \Omega \cdot \text{cm}$ )を試料として用いた。この試料をエタノールにて超音波洗浄した後、超高真空中に導入した。通电加熱により、600℃にて十分な脱ガス処理をした後、1300℃程度で数十秒から1分間程のフラッシングを行い、Si(111)-7×7清浄表面を得た。フラッシュ時の真空度の最悪値は $2.0 \times 10^{-9}$  Torr (1秒程度)である。

本実験では、全て、Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag (1ML)表面からの様々な変化を追っている。Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面は、500~550℃程度に保たれたSi(111)-7×7清浄表面にAgを0.05~0.1ML/minの蒸着レートで蒸着して作成した。蒸着レートの見積もりはRHEED観察にて行い、1MLのAgの吸着によりSi(111)-7×7清浄表面超構造の7倍のスポットが消滅するまでの時間から決定した。また、Si(111)-7×7清浄表面にAgが吸着して $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面超構造ドメインを形成すると、SEM像では下地の7×7清浄表面に対して明るい領域が形成されることから、SEM像で下地の7×7清浄表面を示す暗い領域が消失することからも併せて見積もった。Auの蒸着レートも同様にRHEEDを用いて決定した。決定条件は、650℃に保持されたSi(111)-7×7清浄表面にAuを蒸着していき、7×7清浄表面超構造スポットの消失を0.45ML、5×2-Au表面超構造スポットの消失を0.76MLとした[文献2-1]。Auの蒸着レートは0.01~0.05ML/minである。Si基板の温度の測定は、パイロメーター、及び2色温度計を併用して行った。

## 2-2: Si (111)-(Ag, Au) 表面の超構造

Fig. 2-3にRHEED観察から得られた相図を示す。この相図について、以下の各温度領域ごとにRHEEDパターンを示しながら説明を行う。

### 2-2-1: 室温から200°Cにおける表面超構造の変化

Fig. 2-4(a)は、Au吸着前のSi (111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面超構造のRHEEDパターンである。この表面上を室温~200°Cの温度範囲に保ってAuを蒸着すると、Auの被覆率0.10MLから $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造スポットが確認され、0.14MLでスポットの強度が最も強くなり(Fig. 2-4(b))、0.33MLで $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 超構造スポットは消失し、 $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ 表面超構造スポットのみとなった(Fig. 2-4(c))。

ただし、初期の $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面での $[\frac{1}{3}, \frac{1}{3}]$ 分数次スポット及び $[\frac{1}{3}, \frac{1}{3}]$ 分数次

スポットの強度は、 $[\frac{2}{3}, \frac{2}{3}]$ 分数次スポットおよび $[\frac{2}{3}, \frac{2}{3}]$ 分数次スポットより

も弱かったが、 $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造消失後の $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ 表面超構造ではこの強度の違いが逆転している。そのため、同じ $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ 周期ではあるが、異なった原子配置を持つものと考えられる。その後、この $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ 表面超構造スポットの強度はAu吸着が進むにつれて弱くなり、やがて消失する

(Fig. 2-4(d))。この表面超構造の変化とAu被覆率との関係は、Ichimiyaらの室温観察の報告に一致しており、200°Cまでは同じであることがRHEED観察からわかった。

### 2-2-2: 200°Cから400°Cにおける表面超構造の変化

この温度範囲に $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面を保って、その上にAuを蒸着した時のRHEEDパターンの変化をFig. 2-5(a)~(f)に示す。この温度領域でも、室温で様子と同じように、初期の $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面超構造の後に $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造(Fig. 2-5(b))が形成される。しかし、200°C以上では、 $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造が形成されはじめる被覆率が温度によって変化する事がわかった。このことについては、後の節で述べる。 $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造にさらにAuを蒸着していくと、 $2\sqrt{3}\times 2\sqrt{3}$ 表面超構造(Fig. 2-5(d))が続いて現れるという点で、Yuharaらの報告と一致している。ただし、 $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造が完全に消失する前から $2\sqrt{3}\times 2\sqrt{3}$ 表面超構造が確認でき、共存するAu被覆率の範囲があることがわかった(Fig. 2-5(c))。また、 $2\sqrt{3}\times 2\sqrt{3}$ を経た後は、 $6\times 6$ 表面超構造(Fig. 2-5(e), (f))が形成されることも今回新しくわかった。

### 2-2-3: 400°Cから450°Cにおける表面超構造の変化

RHEEDパターンの写真をFig. 2-6(a)~(f)に示す。400°C以上では、表面超構造の変化はさらに異なった様相を呈する。まず、 $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ 表面超構造(Fig. 2-6(b))を形成するが、その後再び $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ 表面超構造(Fig. 2-6(c))を形成する(ただし、はじめの $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Agとは異なる)。その後、準安定なきわめて複雑な表面超構造(Fig. 2-6(d))を形成して、最終的には $6\times 6$ 表面超構造(Fig. 2-6(e), (f))へと変化する。この準安定な表面超構造は、蒸着を止めて、温度を保持した場合、 $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ 表面超構造(Fig. 2-6(c))へと戻ることが分かった。ただし、室温に急冷した場合は、この準安定な表面超構造は凍結され、室温でも観察される。



## 2-3: SREMによる観察から得られる知見

RHEEDスクリーン上での任意のスポットを選択してその表面超構造に対応したSREM像、すなわち暗視野像が得られることを2-1-1で述べた。SEMによる観察結果を示す前に、SREM像の観察例をあげて、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造ドメインのSEM像での見え方について説明しておく。Fig. 2-7(a)~(c)は250℃でのSEM及びSREMの観察結果である。(a)がSEM像であり、(b)、(c)が $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造に対応したSREM像である。 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のドメインには、Si(111)の基本格子に対して $\pm 10.89^\circ$ の面内方位を持った2種類のドメインが存在する。(b)が $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造に対応した1つのスポット、すなわち2種類のドメインのうちの一方のドメインの暗視野像である。(c)は、その隣のもう1つのスポットも含んだときであり、これが $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造ドメイン全体を反映した暗視野像となる。(a)と(c)の像を比較すると、像の白黒が反転していることが分かる。すなわち、RHEEDで $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造スポットが確認できるときは、SEM像内では暗い領域として観察されることが分かる。つまり、SEM像で暗い領域が $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)構造で、明るい領域が $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag構造である。これは、他の温度領域においても同様である。

## 2-4: 室温におけるSEMによる観察

### 2-4-1: Au被覆率0.02ML: ドメインの形成開始

Fig. 2-8 (a), (b)は最初の $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面であり、(a)がステップバンチング上側、(b)が下側の像である。(a)の右側、及び(b)の左側には、幅が数十nm程度の狭いテラスが束になったステップバンチがあり、それ以外の平らな領域は、ステップ密度のきわめて低いテラスである。室温にてSi(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag(1ML)表面にAuを蒸着していくと、Au被覆率0.02ML付近において、

最初の変化がSEMにより観察される。Fig. 2-9(a)、(b)はAu:0.02MLの時のSEM像である。このSEM像から、明るい $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面の中に、暗いドメインが形成されていることがわかる。また、このドメインは、ステップの上側もしくは下側に沿うような成長様式ではなく、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面の中にランダムに形成されはじめる。この時点ではRHEEDパターンには変化はない。

### 2-4-2: Au被覆率0.06ML: 微結晶の形成

Auの被覆率が0.06MLから0.08ML付近になると、SEMの観察により、10~100nm程度の3次元的な微結晶の形成が確認できた。そのときのSEM像をFig. 2-10(a), (b)に示す。この微結晶は、被覆率が高くなっていても大きさはあまり変化せず、その密度が高くなることがわかった。Guntherらは、走査型光電子顕微鏡(SPEM)を用いてSi(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面にAuを0.7ML蒸着したときのAg 3d、及びAu 4fのコアレベルスペクトルの強度を測定し、表面にAg-richな微結晶が存在すると報告している[文献2-2]。Guntherらが0.7MLより低い被覆率でのデータを示さなかったのは、おそらく微結晶の密度がある程度高くないと強度測定が困難であったからではないかと思われる。実際には、この微結晶は0.06MLから0.08MLという、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造が形成されるよりも前から出現していることがFig. 2-10から分かる。また、Au蒸着にもかかわらず、この微結晶はAg-richであることから、Auの初期吸着の時点で既にAgとAuの置換が起り、その結果Siとの結合を失ったAg原子が表面を拡散し、凝集してこのような微結晶を形成したと結論付けられる。また、Fig. 2-9のSEM像での暗いドメインは大きくなっているのが分かる。

#### 2-4-3 : Au被覆率0.10から0.33ML

Auの被覆率が0.14MLの時のSEM像をFig. 2-11(a), (b)に示す。ドメイン境界にまだ明るい線状の領域が残っているものの、ほぼ全面が暗いドメインに変化しているのが分かる。2-3で述べたように、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造スポットがRHEEDで確認されるAuの被覆率であるときは、SEM像内の黒いドメインは $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造ドメインに対応する。すなわち、SEMの観察においてAuの被覆率0.02ML程度から現れた暗いドメインは、そのまま $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインへと変化することが分かった。

また、Fig. 2-10(a), (b)で見られた微結晶の密度がやや高くなっているのが分かる。また、以前から存在した微結晶の大きさにはほとんど変化はなく、新たに形成された微結晶の大きさは先にできた微結晶と比較すると平均的に小さくなっているのが分かる。

#### 2-4-4 : Au被覆率0.33ML以上

Auの被覆率0.61MLの時のSEM像をFig. 2-12(a), (b)に示す。もはや明るいドメインは存在せず、微結晶の密度が更に高くなっていることが分かる。2-4-3で述べたように、以前から存在していた微結晶の密度は変化せず、新たに形成された微結晶の大きさは、以前から存在していた微結晶の大きさと比べると小さくなっていることが分かる。

### 2-5 : 250°CにおけるSEMによる観察

#### 2-5-1 : ドメイン形成前の3次元アイランドの形成

2-2-2で述べたように、200~400°Cの温度領域の時は、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造を形成するまでのAuの被覆率が温度によって変化する。250°Cの時は、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造を形成するのに0.2ML程のAuを必要とした。すなわち、

室温から200°Cの温度領域と比べると、0.1ML程多くのAu蒸着が必要であった。この過程でのSEM像をFig. 2-13(a)-(f)に示す。(c)-(f)の模式図のハッチをかけた領域は暗いドメインが多く存在する領域である。試料加熱のための通電方向はSEM像の左側がアノード、右側がカソードである。まず、Au被覆率0.02ML辺りからサイズの比較的大きな3次元アイランドを形成し始める(Fig. 2-13(b)のSEM像内左上)。このアイランドの密度は高くなく、この段階では10 $\mu$ m四方で1つ位しか存在しなかった。Auの蒸着量が0.12MLに達するまでは、表面にドメインが形成されることはなく、ただこのアイランドの成長だけが観察された。Au蒸着量0.12MLの時のSEM像をFig. 2-13(c)に示す。Fig. 2-13(b)で示された3次元アイランドが成長していることが分かる。また、この蒸着量の時点からSEM像内の左側のステップバンチの下側(アノード側)から暗いドメインが確認できる。この状態からさらにAu蒸着をしたときのSEM像をFig. 2-13(d)-(g)に示す。(d)はAu:0.18ML、(e)はAu:0.21ML、(f)はAu:0.24ML、(g)はAu:0.38MLの時のSEM像である。ステップの下側(アノード側)から暗いドメインが広がっているのが分かる。RHEEDで $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造が確認できるAu蒸着量0.2MLあたりから、新たな3次元アイランドが形成されているのが分かる。(d)~(e)の間から出現する3次元アイランドは、Au蒸着を続けても、その大きさはあまり変化せず、むしろ3次元アイランドの密度が高くなっていることが(e)-(g)までのSEM像から分かる。

#### 2-5-2 : $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 超構造ドメインのエレクトロマイグレーション

Fig. 2-13(c)-(g)までのSEM像を見ると、暗いドメインが直流加熱電流のアノード側から形成されて広がっているのが分かる。また、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造がRHEEDにより確認される辺りから形成された微結晶は、主にカソード側に形成していることが分かる。Guntherら研究[文献2-2, 2-3]によると、



この系ではAu原子がアノード方向にエレクトロマイグレーションする。このことを考慮すると、SEM観察により見受けられたアノード側に偏った $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造ドメインの形成は、エレクトロマイグレーションの効果によりAu原子がアノード側に移動したことに起因することになる。また、カソード側に偏った微結晶は、室温と同様にAuとAgの置換が起こっていると考えると、置換により析出したAg原子がエレクトロマイグレーションによりカソード側にマイグレートしたことに起因することになる。Au蒸着開始から0.1MLまでにできた3Dアイランドがマイグレートしていない理由については分からないが、おそらくは3次元アイランド形成時と微結晶形成時では、それぞれの界面の状態が異なっているためと考えられる。

### 2-5-3: 室温との類似点及び相違点

ここまでのSEM観察から、この温度領域で最初に成長する3次元アイランドの形成過程以降、すなわちAu蒸着量0.1ML以降の表面の変化の様子は室温の時と似ていることがわかる。200℃以上では、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の形成までに温度に依存する付加的な蒸着量(250℃の時は0.1ML)を必要とすることがRHEED観察により明らかとなり、Fig. 2-3に示した相図を得たわけであるが、この付加的な蒸着の過程では3次元アイランドの形成および成長過程のみが起こっていることがわかった。

### 2-6: 430℃におけるSEMによる観察

#### ～3次元アイランドの融解及びエレクトロマイグレーション～

200～400℃の温度領域において、Au蒸着開始直後は大きな3次元アイランドのみが形成されることを述べたが、相図で示されるように、400℃以上においても同様な3次元アイランドが形成される。ただし、400℃以上では微結晶は

形成されない。すなわち、Fig. 2-14(a)で示されるような3次元アイランドのみが形成され、3次元アイランドの成長と共にその密度も次第に増加していく。

ここでは、Auを蒸着していった際に観察された3次元アイランドのマイグレーションと融解に着目してその組成を議論する。Auを2.16ML蒸着した後からの表面での変化をFig. 2-14(a)～(f)に示す。(a)はAu:2.16ML、(b)はAu:2.23ML、(c)はAu:2.33ML、(d)はAu:2.78ML、(e)はAu:2.83ML、(f)はAu:3.73MLのときのSEM像である。図中に縦に青い直線が描いてあるが、(a)においてこの線と交わった3次元アイランドに着目する。(a)から(d)にかけてアイランドが融解すると同時にカソード側に動いているのが分かる。そして(d)において近くにあったアイランドを吸収した後、表面に対してもっとも濡れた状態になっている。その後、このアイランドは隆起してアノード側へと向かっていき((e))、ステップバンチにトラップされて停止した((f))。

Hassamらの理論計算によるAg-Au-Si合金相の研究[文献2-4]によると、この合金相はAuの割合が増加すると融点が下がってくる。Ag:Au=1:1、3:7の時の合金相の相図をFig. 2-15(a)、(b)に示す。(a)から、Ag:Au=1:1のときは液相を生成する、すなわち第1の融点は、Siの濃度にほとんど依存せず、510℃であることが分かる。Auの濃度を増やしAg:Au=3:7としたときは、第1の融点は、同じようにSiの濃度にほとんど依存せず、420℃であることが(b)から分かる。すなわち、Ag:Au=1:1から3:7に至るまでに、第1の融点が430℃であるAgとAuの比率が存在することになる。もし、この3次元アイランドが最初Ag-richであると考えるならば、Auの過剰な蒸着によって3次元アイランドのAuの割合が増加し、融点が下がり、融解を起こしたと考えられる。しかし、この3次元アイランドが最初Au-richであると考えるならば、Au-richな状態に更にAuを蒸着して融解を起こすことになり、Ag-Au-Si合金相はAuの濃度が

増加すると融点が下がるということに矛盾する。もうひとつ残された可能性として、3次元アイランドが十分Au-richだったとして、すなわちAu-Si合金相であったと仮定してSiの濃度が増えたために融点下がったということも考えられる。しかし、この場合は、Au蒸着により、Auの濃度よりもSiの濃度が高くなることを意味しており不自然である。また、Au/Si(111)に関するSwiechとBauerらの研究[文献2-5]から、このように融解したAu原子がSi(111)表面をマイグレートする場合、下地のSiと反応し、移動した痕跡を残す事がわかっている。しかし、最初カソード側にマイグレートするとき、表面にはそのような痕跡は認められない。むしろ、後でアノード側にマイグレートするとき、明瞭にそのような痕跡が認められる。このことから、3次元アイランドはAu蒸着によりSiの濃度が上昇して融解したのではなく、むしろAg-richであったものがAu-richになったと考えられる。更に付け加えると、最も融解して濡れが大きくなったところ(Fig. 2-14. (d))、すなわちAg-Au-Siが共晶状態になった時に界面にSiとAuの反応しうるSi-Au層を形成し、その後アノード側にマイグレートするときは痕跡を残したと考えられる。

また、この3次元アイランドは最初カソード側に移動してからその後アノード側に移動している。このことはこの3次元アイランドがエレクトロマイグレーションにより移動したと考えられる。AnthonyはSi単結晶内におけるAg-Au液滴のエレクトロマイグレーションの研究を行った[文献2-6]。その結果、Auが80%であるときにAu-Agがエレクトロマイグレーションを起こさない中和点で、それよりAuが多く含まれるときはアノード側、少ないときはカソード側にエレクトロマイグレートした。表面での現象に直接この現象を持ち込むのは不適切かもしれないが、融解した3次元アイランドの界面を考える上で貴重な情報を与える。Fig. 2-15(b)は、Au:Ag=7:3のときであるが、Fig. 2-14(d)においてアイランドがもっとも濡れが大きかったことを考えると

この状態は共晶点を越えた、すなわち図中でLとのみ記述された相にあったと考えられる。これは、Au蒸着によりAu-richが促進されて相図全体が低温側にシフトすることにより引き起こされる。Au/Si(111)表面において、共晶点を越えたところが最も濡れが大きいことはSwiechとBauerらの研究[文献2-5]でも述べられている。この共晶状態を430℃で実現するのがAu:Ag=8:2近傍であるならば、濡れが最大となった後、アノード側にエレクトロマイグレーションしていったことに対して説明がつく。

この3次元アイランドのカソード側への移動が、より小さなアイランドを取りこんでアイランドの数を減らしていくといういわゆるOswald ripening processにより引き起こされ、アノード側へは熱による拡散によって移動したと考えることもできる。しかし、(a)から(f)までは2時間程を要し、それにもかかわらず移動が極めて直線的であることから、移動方向がランダムな熱拡散であるとは考えにくい。このことから、この3次元アイランドの移動はエレクトロマイグレーションであったと考える。

以上をまとめると、融解とエレクトロマイグレーションの2つの現象から、Au吸着開始後にできる3次元アイランドの組成は、Ag-richであり、Au蒸着とともに次第にAu濃度が上がる。このことが意味するのは、室温での議論2-4-2と同様に、この温度領域においても、Au吸着によりAuとAgが置換したということである。



## 2-7: 室温でのSTMによる観察

### 2-7-1: 室温蒸着により形成したSi (111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)

#### 表面超構造

室温にて $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面上にAuを0.10ML蒸着したときのSTM像をFig. 2-16 (a)~(d)に示す。これら4つのSTM像は、同じ場所で連続してとったものである。この4つのSTM像から、次のようなことが分かる。

- 1: このSTM像は、Nogamiらが報告したSTM像[文献1-8]とは異なり、Ichimiyaらの報告したSTM像[文献1-7]と同じである。
  - 2:  $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインの形状は不安定で、絶えず変化しているが、最終的にはドメインの形状エネルギーが小さくなるようにドメイン境界の形状が直線的なものに変化して落ち着いた。
  - 3: 下地の $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面、及び $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメイン内は明瞭に見えているにもかかわらず、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面と $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインとのドメイン境界ではノイズがあるかのように見え、また、下地の $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面をスキャン中に所々針飛びのようなノイズが見える。
- 1についてであるが、本研究では、室温から200℃までの温度領域の場合、Ichimiyaらの報告したAu被覆率にあっているので、STM像、RHEEDによる表面超構造の変化の観察の両面からIchimiyaらの結果を支持するものとなっている。また、2の $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインの形状の不安定さは、Ichimiyaらも指摘しており、この点でも一致している。ただし、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインがステップの下側において安定することを確認したのは、本研究がはじめてである。おそらくは、STMの探針による電場の影響により $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメイン内の吸着原子が探針の移動と共に揺り動かされ、エネルギー的にステップに近い位置でドメインを形成する確率が高いために、次第にその形状をなるべくステップに沿うような直線的な形状に変化させていったと考えられる。次

に3であるが、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面と $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインとの境界でこのようなノイズのような見え方をするのは、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインは、ドメイン外に存在して表面を拡散しうる吸着原子を取りこみ、また同時に放出しているからであると考ええる。このように考えると、下地の $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面上でのノイズのような見え方も説明できる。すなわち、STMの探針を走査中に、探針の近傍をこのような動きうる吸着原子が通過したためである。 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインの形状が室温においても不安定なことも、このような吸着原子のやり取りを絶えず行っているためであると考ええる。SEMの観察から、Au吸着の初期段階からAg原子とAu原子の置換が起こり、Ag原子がテラス上に放出されることが示唆された。STM像で見られた動きやすい吸着原子は、このようにしてできたAg原子と考えられる。

### 2-7-2: 室温でAuを0.33ML蒸着後、400℃付近で数十秒間のアニールからの急冷

室温でAuを0.33ML蒸着すると、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造は消失し、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ 表面超構造に変化することは以前に説明した。この表面を、適当な温度でアニールすると $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造が再び得られる。そして、このとき室温に急冷すると、室温でもこの $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造は保持される。このときの $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ ドメインのSTM像をFig. 2-17に示す。このときの見え方は、Nogamiらの報告したSTM像とおなじものである。400℃付近から急冷したため、この表面超構造はその温度での表面超構造を凍結したものと考えられる。このSTM像は試料バイアス-0.8Vで観察されたものであり、2-7-1で説明したSTM像とはバイアスの値が異なる。しかし、Nogamiらは、試料バイアス-0.8から-1.5Vで観察を行ったと報告している。報告されたSTM像はどれも同じ見え方をすることから、この $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像に関しては、少

なくとも試料バイアス-0.8から-1.5Vの範囲内では、あまり顕著なバイアス依存性は無いと考えられる。

Fig. 1-5(a)はIchimiyaらの提唱する構造モデル図であり、図において赤色点線で示される楕円領域および青色点線で示される円領域はそれぞれ彼らの示したSTM像におけるプロトリージョンに対応する。また、Fig. 1-5(b)はNogamiらの提唱する構造モデル図であり、STM像では、Au原子は大きさの異なる3種類のプロトリージョンに対応する。Fig. 2-18に $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像の拡大図を示す。(a)は室温で得られた $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像(Fig. 2-16に対応)であり、(b)はアニール後に室温に急冷して得られた $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像(Fig. 2-17に対応)である。明らかに、(a)がIchimiyaらの示したSTM像、(b)がNogamiらの示したSTM像に一致することがわかる。以上のことから、室温での蒸着により $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造を得た場合と、室温にて $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造を消失させるまでAuを蒸着した後にアニールして再び $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造を得た場合とでは、同じ $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造でもSTM像の見え方が異なることが分かり、そして、それぞれがIchimiyaらの報告したSTM像、及びNogamiらの報告したSTM像に一致していること、すなわちアニールの有無によって原子配列が異なることを示した。

## 2-8：議論

これまでの観察結果から分かったことを書き出すと、

- 1：室温から450℃までのRHEED観察結果からSi(111)-(Ag, Au)の相図を作成した。室温～200℃の温度領域での表面超構造の変化とAu被覆率の関係は、Nogamiらの報告とは一致せず、Ichimiyaらの報告に一致した。200～400℃の温度範囲では、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の後に $2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$ 表面超構造が現れるという点でYuharaらの報告に一致するが、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超

構造と $2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$ 表面超構造とが共存するAu被覆率の範囲が存在し、 $2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$ 表面超構造を経た後は $6 \times 6$ 表面超構造へと変化することが今回新しくわかった。400～450℃の温度領域では、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造の後は、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ 表面超構造→準安定な複雑な表面超構造→ $6 \times 6$ 表面超構造へと変化していくことも新しく見出した。いずれの温度においても $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造を形成するが、200℃より高い温度領域では、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造形成に必要なAu蒸着量が、温度の上昇と共に、より多く必要になることがわかった。

- 2：室温において、Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面上でのAu吸着の初期過程において、Ag及びAuの置換が起こり、微結晶を形成した後にSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造を形成する。
- 3：200～450℃の温度範囲では、Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面上でのAu吸着の初期過程において、Ag及びAuの置換が起こり、3次元アイランドを形成した後にSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造を形成する。
- 4：直流の加熱電流によって、Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造ドメインはエレクトロマイグレーションする。
- 5：Auの室温蒸着で直接得られたSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造のSTM像(IchimiyaらのSTM像と一致)と、高温でアニールした後に得られたSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造のSTM像(NogamiらのSTM像と一致)は、異なるので、原子配列が異なる。

2と3は一見すると同じような変化を表面で起こしていると考えられる。4におけるSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造ドメインのエレクトロマイグレーションは、Au原子がアノード側にエレクトロマイグレーションすること起因していることから、Au原子は負の電荷を持っている、すなわち、アクセプターとしての役割を担っていることになる。2と3が同じ現象であると



考えるならば、室温におけるAu原子の役割もアクセプターでなければならない。しかし、X. Tongらの研究[文献2-7]によると、室温でのAu蒸着によって得られたSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面のAu原子はドナーとしての役割を持つ。Au原子より供給された電子が表面電子バンドに入ることで、フェルミ準位より下の電子状態を満たすことになる。この食い違いの原因は、2と3が同じ変化を表面で起こしていると考えることにある。RHEEDにおいては、室温でも200℃以上でも同じSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造を形成するが、1で示すように、200℃以上ではSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造を形成するのに必要なAuの蒸着量が温度と共に増加していくこと、3次元アイランドと微結晶では結晶成長の様子が異なることや、5のSTM像での見え方の違いにもそのことが現れている。よって、室温でのAu吸着原子の荷電状態と200℃以上でのそれが異なっていると考えられる。

本研究では、Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造モデルを提示することはできないが、IchimiyaらやNogamiらの立てたモデルの正当性については疑問を与えている。彼らの立てたモデルは、Au吸着に際し、AgとAuが置換することを考慮していない。しかし、Guntherらの報告[文献2-2、3]や本研究からAgとAuが置換している可能性は高く、置換を考慮した構造モデルを考える必要があるだろう。

## 2-9: まとめ

非常に高い電気伝導度を示す表面状態チャネルを持つことが知られているSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造について、SEM-SREM-RHEED複合装置およびSTMを用いて観察を行った。表面超構造の変化についてのいくつかの知見を得たが、その主なことは、1: Si(111)-(Ag, Au)系における温度とAu蒸着量に関する相図を作成したこと、2: Au初期吸着に際し、Ag原子とAu原子が

置換すること、3: 少なくとも250℃以上においては、Si(111)

- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造を形成しているAuはアクセプターとして働くこと、4: 室温で得られるSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造と200℃以上で得られるSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造は異なったものである可能性が高いこと、である。

## 文献

- [2-1] V. G. Lifshits, A. A. Saranin, A. V. Zotov, Surface Phases on Silicon, Wiley, 1994
- [2-2] S. Gunther, A. Kolmakov, J. Kovac, M. Marsi, M. Kiskinova, Phys. Rev. B56, 5003 (1997)
- [2-3] A. Kolmakov, M. Bertolo, S. Fontana, S. Gunther, J. Kovac, M. Marsi, M. Kiskinova, Surf. Sci. 377-379, 969 (1997)
- [2-4] S. Hassam, J. Agren, M. Gaune-Escard, J. P. Bros, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, 1877 (1990)
- [2-5] W. Swiech, E. Bauer, M. Mundscha, Surf. Sci. 253, 283 (1991)
- [2-6] T. R. Anthony, J. Electrochem. Soc. 128, 597 (1981)
- [2-7] X. Tong, C.-S. Jiang, S. Hasegawa, Phys. Rev. B57, 9015 (1998)

## 第3章：マイクロ4端子プローブ法による 表面電気伝導測定

### 3-1：実験概要

#### 3-1-1：マイクロ4端子板

本実験で用いたマイクロ4端子板は、デンマーク工科大学・Mikroelektronik Centret (MIC) のC. L. PetersenとF. Greyらにより開発され、提供されたものである。マコール材の板の上に、 $\text{SiO}_2$ 膜で覆われたSiのブロックをマウントした構成になっている (Fig. 3-1)。図中には写っていないが、マコール板上にはマイクロ4端子板から外部へ電氣的に接続するための金蒸着による端子が4つあり、それぞれが4本のプローブと導通している。プローブ本体は、Siブロックと一体となっており、Siブロックの先端に等間隔に配置されている。模式図を、Fig. 3-2に記す。図に示すように、プローブ上面とSiブロック上でそれに続く部分は、Siブロックの下地の面より $2\mu\text{m}$ ほど高くなっている。このような表面 (Si酸化膜で覆われている) に金属を500から1000Å蒸着することにより、プローブ先端から後に続く電極までの導通経路がSiブロック上に形成される。プローブに導通している金属蒸着面とマコール板上の金蒸着された端子とは、 $20\mu\text{m}$ 径のアルミニウム線でつながっている。

プローブ先端の金属蒸着された部分は、試料であるSi表面と接触することになるので、プローブに蒸着する金属はSiに対して不活性でなければならない。マイクロ4端子プローブを作成するプロセス上、選択できる金属は、Cr、



Au、Tiの3種類に限定された。CrはSi表面に付着すると表面超構造を変化させると共にフラッシングによっても除去困難なこと、AuはSiと容易に合金化し拡散する可能性があることなどの理由から採用しなかった。Tiは、空気中ではやや酸化されやすいものの、Cr、Auと比べるとSiに対して不活性である。そのため、本研究では、Ti蒸着されたプローブを採用した。

プローブの間隔は、4、8、12、16、20、40、60  $\mu\text{m}$ から選択可能であった。プローブの幅はプローブ間隔の半分であり、プローブの厚さは2  $\mu\text{m}$ である。プローブ長とプローブ間隔の比は、プローブ間隔40、60  $\mu\text{m}$ に対しては5.0、それ以外のものに対しては、7.5である(Fig. 3-3参照)。(例：間隔60  $\mu\text{m}$ →長さ300  $\mu\text{m}$ 、間隔8  $\mu\text{m}$ →長さ60  $\mu\text{m}$ ) プローブはSiでできているが、そのサイズと形状のため、 $0.4\sim 100\text{Nm}^{-1}$ のバネ定数を持っている。そのため、試料表面とプローブを斜めにコンタクトする際に、プローブを押さえる方向にある程度の自由度が生じ、表面にある程度の起伏があっても、プローブがたわむことによって4本のプローブを全て試料表面に接触させることができる。ただし、プローブ間隔が小さくなるにつれ、その自由度も小さくなり、プローブを破損しやすくなる。そのため、本実験では8  $\mu\text{m}$ 間隔のプローブを用いた。超高真空中でプローブが実際に試料表面にコンタクトしたときの写真をFig. 3-4に示す。4端子法の測定では、外側の2本(#1、4)に電流を流し、内側の2本(#2、3)で電位差を計測する。以降は、図中に示すように、それぞれのプローブを左から#1、#2、#3、#4と記し、電流を流すプローブ(#1、#4)をouter probes、電位差を検出するプローブ(#2、#3)をinner probesと記す。

### 3-1-2: $\sim 10\mu\text{m}$ 幅のテラスの作成

本研究では、表面電気伝導度に対するステップバッチ(単原子高さのステップが数十本程度密集した領域)の影響を検出することも主目的の1つであるため、プローブ間隔と同程度、またはそれ以上のテラス幅を持つ表面を準備する必要がある。OginoとHommaらは、 $[\bar{1}12]$ 方向に $1.5^\circ$  ミスカットされたSi(111)表面に、直径0.2 $\sim$ 1  $\mu\text{m}$ 、深さ1  $\mu\text{m}$ 程度の穴を1  $\mu\text{m}$ 間隔で格子状にあげ、 $[\bar{1}10]$ 方向に通電してフラッシングを行い、穴の底の変化を観察した[文献1-12]。その結果、穴の底に完全にステップフリーなテラスが形成されて広がっていき、最終的には、この穴の列に沿ったステップフリーなテラスが形成されることを報告している。そこで、この過程を利用して、幅が広く、ステップ密度が低いテラスの作成を試みた。試料表面に直径2  $\mu\text{m}$ 、深さsub- $\mu\text{m}$ 程度の穴を2から20  $\mu\text{m}$ 間隔で格子状にあげたパターニングを施した試料を作成した。パターニングは、400mBarの塩素ガス雰囲気中でAr-ionレーザー(波長488nm)を照射するレーザーエッチング法により行った。本研究で用いた試料も、2章の研究と同様の、15mm $\times$ 3mm $\times$ 0.4mm(t)のSiウェハ―( $[\bar{1}11]$ 面、n-type、抵抗率50 $\sim$ 100  $\Omega\cdot\text{cm}$ )である。ただし、Hommaらの用いた試料のミスカットは $[\bar{1}12]$ 方向に $1.5^\circ$ であったが、本実験では、

$[\bar{1}10]$ 方向に $1^\circ$ のミスカットの試料を用いた。

この試料を特級エタノールにて超音波洗浄した後、パターニングを施し、一度大気を経てから超高真空中( $2\sim 4\times 10^{-10}\text{Torr}$ )に導入した。通電加熱により、600 $^\circ\text{C}$ にて十分な脱ガス処理をした後、1300 $^\circ\text{C}$ 程度で数十秒から3分間程のフラッシング加熱を繰り返し行った。フラッシング時の真空度の最悪値は $2.0\times 10^{-9}\text{Torr}$ (1秒程度)である。試料加熱における通電は $[\bar{1}10]$ 方向に

行った。これらのパターニングを施したSiウェハに通电してフラッシングを行うと、格子状に穴をあけた領域では通电方向に垂直な穴の列にステップバンチがトラップされ、穴の列の幅程度の広いテラスを形成することができた。その様子を観察したSEM像を、Fig. 3-5に示す。Hommaらの研究[文献1-12]では $[11\bar{2}]$ のミスカットの方向に垂直にステップバンチが形成されたが、本研究でも、 $[\bar{1}10]$ のミスカットの方向に垂直にステップバンチが形成された。また、彼らの報告と同様に、穴の底のステップフリーなテラスがフラッシングを繰り返すことにより広がり、穴が消失した後は、元の穴の列に沿ったステップバンチに挟まれた、ステップ密度のきわめて低いテラスが形成された。テラス内に存在するステップは、試料温度500℃程度で微量のAgを蒸着させてステップ端を修飾することで確認することができる。SEM像では、下地のSi(111)-7×7表面超構造ドメインに対して $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面超構造ドメインは明瞭な明るい領域として観察されるので、Agの初期吸着のSEM像から容易にステップの存在を確認することができる。Agを0.2ML蒸着したときのSEM像をFig. 3-6に示す。このSEM像から、テラス幅12 $\mu\text{m}$ の領域において、ステップバンチ垂直方向にはテラス内にステップが存在せず、平行方向には8 $\mu\text{m}$ 程度おきに1つのステップが存在することがわかる。十分にバンチングを促進させるために、フラッシングの累計時間は1時間程度を必要とした。

### 3-1-3: 測定系

真空側の装置系は、2章で説明したUHV-SEM/SREMと同じである。この装置に、ポジショニング機構を備えたユニットを組み込み、そのユニットにマイクロ4端子板をマウントしている(Fig. 3-7)。ポジショニングの機構として、Omicron社のマイクロスライド(MS-5)を採用した。マイクロスライドは、1個

あたり1軸線形な移動を行う、慣性駆動型のピエゾ素子ポジショニングユニットである。1ステップあたりの移動量は40~400nm、全移動長は5mmである。このマイクロスライドを3個組み合わせ、XYZ方向の精密な位置決めを行った。マイクロスライドの制御は、市販の専用のコントローラーにより行った。SEMを用いることで、プローブの位置を随時モニターし、試料表面の任意の場所にプローブをコンタクトすることが可能となった。

また、4端子法による測定に際し、微小定電流源及び電位差計測を行うためのプリアンプとWindows95/98上で動作する計測用ソフトウェアを作成した。概略図をFig. 3-8に示す。測定用PC(AT互換機)にISAバスを介してDA/AD(共に16bit分解能、最高100kHzサンプリング)ボード(aISA-A25, Adtek System Science社製)が取り付けられている。ADコンバーター部に関しては、ゲインを切り替える回路が備わっており、ソフトウェアにてこの切り替えを行っている。また、本ボードにはDI(デジタルインターフェース)の機能も備わっており、プリアンプのスイッチ制御には、この機能を用いて行っている。

次にプリアンプについて簡単な説明を行う。OPアンプには、超低バイアス電流(高入力インピーダンス)・高精度のOPA124PB(Burr-Brown社製)を採用した。入力バイアス及びオフセット電流はそれぞれ $\pm 0.35$ 、 $\pm 0.25\text{pA}$ 、入力インピーダンスは $10^{13}\Omega \parallel 1\text{pF}$ (差動)、 $10^{14}\Omega \parallel 3\text{pF}$ (同相)である。また、スイッチングには、photo-MOSスイッチMAX326、MAX327(MAXIM社製)を用いた。スイッチングするラインには微小電流を流すラインが含まれており、スイッチングデバイスのリーク電流は無視できない場合もある。MAX326、327は、ON抵抗が数百 $\Omega$ とやや高いことに注意しなければならないものの、リークカレントは室温においては1pA未満である。本プリアンプは、第4章で述べる4探針STMのプリアンプの試作器としての位置付けもあり、MAX326、327を採用した。



プリアンプの入力は $\pm 10V$ で、 $10\mu A/1V$ の変換を行い、2本のouter probes間に定電流を出力する。基本的な構造は、反転増幅回路においてゲインを決める抵抗に流れる電流が一定になることを利用したものである。出力部は、2本のinner probes間の電位差を20倍して出力する。また、1: 100k $\Omega$ 内部抵抗のLoad、2: 2端子法・4端子法の切り替え、3: 試料とprobe#4の電氣的接続の機能も備えている。1の機能は、プリアンプが正常に動作しているかを随時チェックするためと、プローブを試料にアプローチする際、微小定電流源のOPアンプが飽和することを防ぐためである。2の機能は、測定に際し、微小定電流源のOPアンプが飽和していないことをチェックするため、及び4端子法と比較してプローブ接触点の接触抵抗を見積もるためである。3の機能は、プローブをリトラクトしたときに試料がチャージアップしないようにするためのものである。これらの機能の操作は、全て測定用ソフトウェアで行うことができる。実際の画面をFig. 3-9に示す。なお、このソフトウェアは、Borland C/C++ ver. 5.0により開発を行った。

ここで、フォース電流が数10nA程度と小さい時の測定系の特性について述べる。Fig. 3-10は市販の金属皮膜抵抗について測定した時の結果である。テスト回路を(a)に示す。抵抗値Rの金属皮膜抵抗を3つ直列につないで、真中の抵抗について抵抗値を測定した。(b)は $R=15k\Omega$ 、(c)は $R=1M\Omega$ のときの測定結果である。これらの抵抗値は、後で述べるSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面及びSi(111)-7 $\times$ 7清浄表面での測定値に近いものであり、その測定結果の信頼性を確認するものである。(b)では測定データに100から200 $\mu V$ 程度のふらつきがある。(c)では測定データが階段状にプロットされており、各データには1000~2000 $\mu V$ 程度のふらつきがある。階段状にプロットされているのは、DAコンバーターの離散化されたアナログ出力に対応した電圧降下が見えてくるからである。 $\pm 100\mu A$ を65536分割(16bit)しているのので、 $\pm 50nA$ の場合は

33個程のステップが刻まれていることになり、(c)の測定結果はそれに対応している。ここで、(b)の電圧範囲は1500 $\mu V$ であり、(c)でのデータのふらつきの範囲内にあるため、一見すると(b)での測定データの信頼性が著しく低いように見える。しかし、この解釈は正しくないことを示す。まず、本測定系で用いたDAコンバーターの出力精度は、最悪値が $\pm 1/2bit$ であることが保証されている。先程述べたように、フォース電流が $\pm 50nA$ である時は33ステップであるから、このときのフォース電流のふらつきの最悪値は、 $100[nA]/33[\text{ステップ}]\times 1[bit]=3.1nA$ である。ここで、(b)測定対象の抵抗値 $R=15k\Omega$ のとき、DAコンバーターの出力精度に起因する測定電圧のふらつきは、 $3.1[nA]\times 15[k\Omega]=47\mu V$ である。一方、(c)測定対象の抵抗値 $R=1M\Omega$ のときは、測定電圧のふらつきは、 $3.1[nA]\times 1[M\Omega]=3100\mu V$ である。この値は、(b)の測定データの電圧範囲よりも大きい。すなわち、測定対象の抵抗値が高いほどフォース電流の精度に起因する測定電圧のふらつきは大きくなる。(b)と(c)のような場合は、高抵抗でのふらつきの範囲内に低抵抗での測定電圧範囲が入っても、それは低抵抗側の測定データの信頼性が低いことにはならない。(b)については、DAコンバーターの出力精度に起因する測定電圧のふらつきの最悪値47 $\mu V$ よりも実際の測定電圧のふらつき(100~200 $\mu V$ )が大きい。これは、測定される電圧範囲が低いためであり、この測定系の電圧測定の精度である。

### 3-2 : マイクロ4端子の形状因子の計算

4端子法により測定されるinner probes間の電圧降下 $V$ とouter probes間のフォース電流 $I$ との比は、そのまま抵抗率もしくは伝導度には等しくない。実際の抵抗率を知るには、測定対象となっている系の形状に依存した因子 $c$ を

あらかじめ見積もっておかなければならない。一般的に、抵抗率を  $\rho$  とすると、

$$\rho = \frac{V}{I} c \cdots \cdots (1)$$

である。実際の表面では、深さ方向に抵抗率が異なったり、後で述べるように、ステップパンチや欠陥などが存在するため、そのこともこの因子に加味しなければならない。しかし、それらを全て含めることは現実的にはきわめて困難である。そこで、均質な抵抗率を持つ2次元無限シート及び3次元半無限固体の形状因子  $c$  について、見積もりを行ってデータ解析に利用する。

### 3-2-1: 2次元無限シートの場合

プローブの間隔に対して試料の厚み、もしくは実際に電気伝導に寄与する領域の厚さが十分小さい場合(表面超構造に固有な表面電子バンドを通る電気伝導がこの場合に相当する)、この系は2次元無限シートとして考えることができる。このときの模式図をFig. 3-11に示す。いま、プローブ間隔を  $s$ 、probe#1の位置を原点として、4つの端子が  $x$  軸上にあるとする。

まず、probe#1のつくる電場について考える。probe#1から流れる電流は等方的に放射状に広がると考えられるので、電流密度を  $J$  とすると、距離  $x$  での電流密度は、フォース電流を円周長で割ったものであるから、

$$J = \frac{I}{2\pi x} \cdots \cdots (2)$$

これに、オームの法則:  $J = \frac{1}{\rho} E$  を適用する。ただし、2次元無限シートの

場合  $\rho$  はシート抵抗になるので、これを  $R_s$  と記述すると、probe#1のつくる距

離  $x$  での電場は、

$$E_1(x) = \frac{R_s I}{2\pi x} \cdots \cdots (3)$$

となる。同様にして位置  $x=3s$  に接触している probe#4 からの電流による電位勾配についても同様に考えると、電流の向きが逆であることを考慮して

$$E_4(x) = \frac{-R_s I}{2\pi(3s-x)} \cdots \cdots (4)$$

よって、 $x$  軸上で位置  $x$  での電場(電位勾配)は、

$$E(x) = E_1 + E_4 = \frac{R_s I}{2\pi} \left( \frac{1}{x} - \frac{1}{3s-x} \right) \cdots \cdots (5)$$

以上から、probe#2とprobe#3の間の電位差は、

$$V = \int_s^{2s} E(x) dx = \frac{R_s I}{2\pi} \int_s^{2s} \left( \frac{1}{x} - \frac{1}{3s-x} \right) dx = \frac{R_s I}{\pi} \ln 2 \cdots \cdots (6)$$

すなわち、

$$R_s = \frac{V}{I} \frac{\pi}{\ln 2} \cong \frac{V}{I} \times 4.53 \cdots \cdots (7)$$

また、シート電気伝導度を  $\sigma_s$  とすると、

$$\sigma_s = \frac{1}{R_s} \cong \frac{I}{V} \times 0.221 [\Omega^{-1} / \square] \cdots \cdots (8)$$

となる。



### 3-2-2: 3次元半無限固体の場合

この場合、電流密度 $J$ は、フォース電流を半球の面積で割ったものであるから、

$$J = \frac{I}{2\pi x^2} \cdots \cdots (9)$$

2次元無限シートでの議論と同様にして、

$$E(x) = E_1 + E_4 = \frac{\rho I}{2\pi} \left( \frac{1}{x^2} - \frac{1}{(3s-x)^2} \right) \cdots \cdots (10)$$

但し、 $\rho$ は固体の抵抗率である。よって、probe#2とprobe#3との間の電位差は、

$$V = \int_s^{2s} E(x) dx = \frac{\rho I}{2\pi} \int_s^{2s} \left( \frac{1}{x^2} - \frac{1}{(3s-x)^2} \right) dx = \frac{\rho I}{2\pi s} \cdots \cdots (11)$$

すなわち、

$$\rho = \frac{V}{I} 2\pi s \cdots \cdots (12)$$

本研究で用いたプローブのプローブ間隔は $8\mu\text{m}$ であるから、

$$\rho \cong \frac{V}{I} \times 5.03 \times 10^{-3} [Q \cdot \text{cm}] \cdots \cdots (13a)$$

$$\text{伝導率 } \sigma = \frac{1}{\rho} = 1.99 \times 10^2 [Q^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}] \cdots \cdots (13b)$$

### 3-2-3: 2次元無限シート近似と3次元半無限固体近似の精度

2種類の近似法について述べてきたが、実際の表面ではどのように使い分けるのか、その基準について解説を加えておく。Schumannらによると[文献3-1]、プローブ間隔 $s$ の4端子で、有限の厚さ $t$ をもつ2次元無限シートの抵抗率 $\rho$ を求めるとき、抵抗率 $\rho$ は、以下の式で表される。

$$\rho = \frac{V}{I} t \frac{\pi}{\ln 2} F\left(\frac{t}{s}\right) \cdots \cdots (14)$$

ここで、

$$F(u) = \ln 2 \left[ \ln \left( \frac{\sinh u}{\sinh(u/2)} \right) \right]^{-1} \cdots \cdots (15)$$

である。 $F(u)$ は、 $u$ が小さくなると1に近づき、大きくなると $2\ln(2)u^{-1}$ に近づく。この関数を、Fig. 3-12に示す。点線は、 $u$ を0の極限にした時、すなわち $F(u) \rightarrow 1$ (2次元シート)の場合、及び $u$ を $\infty$ の極限にした時、すなわち $F(u) \rightarrow 2\ln(2)u^{-1}$ (3次元半無限)の場合の様子である。これら点線と $F(u)$ とのずれが、近似の誤差となる。例えば、表面空間電荷層の深さが $1\mu\text{m}$ 程度であったとするならば、本研究で用いたプローブの間隔は $8\mu\text{m}$ であるので、 $u=1/8$ であり、このときの厳密な解との差は、1パーセント未満である。よって、シートの厚み $t$ がプローブ間隔 $s$ に比べて小さいとき、すなわち深さ方向で表面空間電荷層までの電気伝導度がバルクの伝導度よりも著しく高い時(Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Agや $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の時)は2次元無限シート近似式を用いる。また、同様に、表面近傍での電気伝導度が著しく低くバルクの性質に近い時( $t$ は試料の厚さ $400\mu\text{m}$ と考えるとき)は3次元半無限固体近似を用いることにする(Si(111)- $7 \times 7$ 清浄表面の時)。

### 3-3 : Si (111)-7×7清浄表面の表面電気抵抗の測定

#### 3-3-1 : テラス内及びステップバンチを跨いだ時の表面電気抵抗

Si (111)-7×7清浄表面でのマイクロ4端子法による表面電気抵抗の測定結果を示す。ここで示す測定結果は、inner probesの間にステップバンチがない時(Fig. 3-13(a))、つまり、電圧降下をほとんどステップフリー領域で測定している場合である。表面電気抵抗の測定値は15.3k $\Omega$ であった(Fig. 3-13(b))。

実測された表面電気抵抗から、Si (111)-7×7清浄表面上での表面状態チャンネルに由来する表面電気伝導について考える。まず、測定値(15.3k $\Omega$ )に対して2次元半無限シート近似(8)式を適用して表面電気伝導度を求めると、

$1.45 \times 10^{-5} \Omega^{-1}/\square$ となる。一方で、Y. HasegawaらのSTMを用いた点接触法による測定からの報告[文献1-4]、および、HeikeらのSTMのZ-V測定からの報告[文献1-5]によると、Si (111)-7×7清浄表面の表面状態のチャンネルを介しての表面電気伝導は、それぞれ、 $\sim 1 \times 10^{-6} \Omega^{-1}/\square$ 、および $\sim 1 \times 10^{-5} \Omega^{-1}/\square$ である。Heikeらの測定結果とY. Hasegawaらの測定結果の違いに関しては、現在も議論が続いている。後に続く3-3-3でも述べるが、本研究のSi (111)-7×7清浄表面上の表面電気伝導度は、Y. Hasegawaらの測定値に近い。ただし、いずれにしても表面状態チャンネルの電気伝導度が低い場合、表面空間電荷層チャンネルの影響を考慮しなければならない。まず、表面空間電荷層チャンネルに由来する電気伝導度であるが、表面近傍でのバンドベンディングは小さいので、表面空間電荷層チャンネルを介しての電気伝導度はバルクに対してあまり差がないと考えられる。すなわち、表面から深さ方向に100nm $\sim$ 1 $\mu$ m程度までの表面空間電荷層である領域も、バルクに近い性質を持つと考える。実際に、この系に関しては3次元半無限固体の近似(13)式を用いて抵抗率を求めると、76.9 $\Omega \cdot \text{cm}$ であり、これは、本実験で用いたSi単結晶試料の抵抗率50 $\sim$ 100 $\Omega \cdot \text{cm}$ に対して、妥当な値である。以上の議論から、この系に関して

は、測定された表面電気伝導度 $1.45 \times 10^{-5} \Omega^{-1}/\square$ に対して、表面状態チャンネルの電気伝導度よりも、バルクに近い電気伝導度をもつ表面空間電荷層チャンネルの電気伝導度の方が支配的であると考えられる。ただし、いずれにしても、表面状態チャンネルの電気伝導度の最大値は測定された表面電気伝導度を越えず、高々 $\sim 1 \times 10^{-5} \Omega^{-1}/\square$ であり、このことが明らかとなった。

次に、inner probesがステップバンチを跨いだ時(Fig. 3-14(a))の表面電気抵抗の測定結果をFig. 3-14(b)に示す。Fig. 3-14(b)で測定データが階段状にプロットされているのは、3-1-3で述べた通りである。表面電気抵抗の測定値は1.17M $\Omega$ であり、この測定結果に対して2次元半無限シート近似(8)式を適用して表面電気伝導度を求めると、 $1.89 \times 10^{-7} \Omega^{-1}/\square$ となり、ステップバンチをまたがない場合の伝導度 $\sigma_s = 1.45 \times 10^{-5} \Omega^{-1}/\square$ と比較すると、1/100程度に減少している。

#### 3-3-2 : プローブを走査した時の表面電気抵抗マッピング

この測定の再現性を示すために、同一試料表面上(但し、測定位置は3-3-1とは異なる)でプローブを走査して、表面電気抵抗の変化を測定した。測定結果をFig. 3-15に示す。プロット上のエラーバーの上限と下限は、同一点での測定値の最高値と最低値を示す。この測定からも明らかなように、inner probesがステップバンチをまたいだ場合、1 $\sim$ 数M $\Omega$ 程度の大きな抵抗値を示すが、ステップバンチをまたがない場合には、2桁も小さい抵抗値を示す。これが明らかになった。つまり、ステップバンチがキャリアを散乱し、付加的な抵抗を生み出していることを示している。



### 3-3-3: ステップバンチでの表面電気伝導度についての考察

Fig. 3-15で示したデータ点を、その位置でのバンチング領域の大きさについて書きなおした図をFig. 3-16に示す。横軸は測定点におけるprobe#2とprobe#3を結ぶ直線の間でのステップバンチの幅を表し、縦軸はそのときの表面電気抵抗の値を表す。各測定点での表面電気抵抗の値を $R$ 、ステップバンチの占める長さを $l$ 、プローブ間の領域全てが同一テラスであるときの表面電気抵抗の値を $R_{7 \times 7-T}$ 、同様に領域全てがステップバンチであるときの表面電気抵抗を $R_{7 \times 7-B}$ とすると、

$$R = \frac{1}{8} (R_{7 \times 7-B} - R_{7 \times 7-T}) l + R_{7 \times 7-T} \dots (17)$$

で表される。Fig. 3-16で示される測定データよりこの直線の傾きと切片を求めることで、 $R_{7 \times 7-T} = 3.66 \times 10^4 \Omega$ 、 $R_{7 \times 7-B} = 5.91 \times 10^6 \Omega$ が得られる。これより、テラスでの表面電気伝導度 $\sigma_{7 \times 7-T}$ およびステップバンチでの表面電気伝導度 $\sigma_{7 \times 7-B}$ は、それぞれ、 $\sigma_{7 \times 7-T} = 6.04 \times 10^{-8} \Omega^{-1}/\square$ 、 $\sigma_{7 \times 7-B} = 3.74 \times 10^{-8} \Omega^{-1}/\square$ となり、ステップバンチによって2桁近くも電気伝導度が減少していることがわかった。テラスでの表面電気伝導度 $\sigma_{7 \times 7-T} = 6.04 \times 10^{-8} \Omega^{-1}/\square$ は、3-3-1でも述べたが、Y. Hasegawaらの報告に近い値になっている。

ステップバンチが存在すると表面電気伝導度が減少する理由について議論する。この系に関しては、3-3-1で述べたように、表面状態チャネルの電気伝導よりも、バルクに近い性質を持つ表面空間電荷層チャネルの電気伝導の方が支配的であると考えられるが、ここでは、両方について議論する。まず、表面空間電荷層チャネルに由来する電気伝導であるが、表面電気抵抗が上昇していることから、ステップバンチの近傍ではドーピングされた不純物密度がテラスやバルクに比べて小さくなっている可能性が考えられる。これは、

3-1-2で述べたテラス幅の広い表面を作るために約1時間のフラッシングをすることで、表面近傍での不純物密度が変化した際に引き起こされたと考えられる(Fig. 3-17)。別の可能性としては、表面空間電荷層チャネルのキャリアが表面で散乱されるが、テラス領域では表面粗さが少ないためにspecular散乱が主であり、電気抵抗に寄与しないが、ステップバンチ領域では実質的に表面粗さが増大しているため、キャリアがdiffuse散乱され、付加的な電気抵抗を生み出していると考えられる(Fig. 3-18)。次に表面状態チャネルに由来する電気伝導について考える。Si(111)-7×7表面超構造では、表面最上層のSi原子(adatom)のダングリングボンドのために、金属的であることが知られている。しかし、この金属的な $S_1$ バンドの分散はFig. 1-2に見られるように小さい。これはダングリングボンドが局在化し、隣り合ったダングリングボンド状態での電子の波動関数の重なりが小さいことに対応している。

Si(111)-7×7清浄表面のステップでの原子配列は、H. Tochiyamaらによって報告されている[文献3-2]。ステップは $[11\bar{2}]$ に垂直な方向に形成されるが、ステップ近傍の構造の中には、ステップの上側及び下側がSiダイマーに覆われて、ダングリングボンドが存在しないものがある(Fig. 3-19)。さらに、ステップを越えるとadatomの位置もステップの高さだけ変位しているため、ステップを挟んでのダングリングボンド間の最近接距離は、7×7表面超構造に比べて長くなる。これにより、隣り合ったダングリングボンド状態での電子の波動関数の重なりはさらに小さくなり、このチャネルを介する電気伝導度、すなわちステップでの電気伝導度は小さくなると考えられる。

### 3-4: Si(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面の表面電気抵抗の測定

#### 3-4-1: テラス内及びステップバンチを跨いだ時の表面電気抵抗

まず、inner probesの間にステップバンチがない時(Fig. 3-20(a))の測定結果を示す(Fig. 3-20(b))。表面電気抵抗の測定値は208  $\Omega$ であった。この系で、仮にSi(111)-7 $\times$ 7清浄表面と同様に3次元半無限固体としての近似式(13)を用いると、抵抗率は、1.04  $\Omega\cdot\text{cm}$ となる。これは、用いたSi単結晶試料の抵抗率50~100  $\Omega\cdot\text{cm}$ とは著しく異なる。そのため、この著しい抵抗率の変化は、AgをSi(111)-7 $\times$ 7清浄表面に吸着させたことにより、表面状態及び表面空間電荷層の電気伝導度が大きく変化したと考えるのが適切である。Hasegawaらの報告[文献1-2]によると、Si(111)-7 $\times$ 7清浄表面に1原子層のAgを吸着させて $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag構造にした場合、フェルミ準位を横切る分散の大きい表面電子バンドが形成されて表面状態チャネルの電気伝導度が増加すると共に、7 $\times$ 7清浄表面下では、空乏化していた表面空間電荷層から表面状態に電子が流れ込むことでホール蓄積層が形成されて表面空間電荷層チャネルの電気伝導度も増加し、これら2つの効果のために表面の電気伝導が増加することが知られている。以上から、7 $\times$ 7清浄表面に比べ、 $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面が示す著しい表面電気抵抗の減少は、表面空間電荷層までの電気伝導度の変化が支配的に効いてきていると考えて、2次元無限シート近似(8)式を適用する。このとき、表面の電気伝導度 $\sigma_s$ は、 $1.06\times 10^{-3}\Omega^{-1}/\square$ となる。Si(111)-7 $\times$ 7清浄表面の表面電気伝導度 $1.45\times 10^{-5}\Omega^{-1}/\square$ と比べると、実に100倍近い表面電気伝導度の増加が検出されている。

次に、inner probesの間にステップバンチがあるとき(Fig. 3-21(a))の測定結果を示す(Fig. 3-21(b))。このときの表面電気抵抗の測定値は、1088  $\Omega$ である。これについても、3次元半無限固体の近似(13)式を用いると5.47  $\Omega\cdot\text{cm}$ であり試料の抵抗率とは著しく異なるので、表面空間電荷層までの電気伝導が

支配的であると考えて、2次元無限シート近似(8)式を適用する。その結果、表面の電気伝導度 $\sigma_s$ は、 $2.03\times 10^{-4}\Omega^{-1}/\square$ となり、ステップバンチをまたがない場合の伝導度 $\sigma_s=1.06\times 10^{-3}\Omega^{-1}/\square$ と比較すると、1/5程度に減少している。

#### 3-4-2: プローブを走査した時の表面電気抵抗マッピング

この測定の再現性を示すために、同一試料表面上(但し、測定位置は3-4-1とは異なる)でプローブを走査して、表面電気抵抗の変化を測定した。測定結果をFig. 3-22に示す。プロット上のエラーバーの上限と下限は、同一点での測定値の最高値と最低値を示す。この測定結果から、inner probes間にステップバンチが存在すると表面電気抵抗が上がり、存在しなければ下がる変化が明確に再現されていることがわかる。

#### 3-4-3: ステップバンチでの表面電気伝導度についての考察

3-3-3での手法と同様に、プローブ間の領域全てが同一テラスであるときの表面電気抵抗の値を $R_{\sqrt{3}\text{-T}}$ 、領域全てがステップバンチであるときの表面電気抵抗を $R_{\sqrt{3}\text{-B}}$ として、 $R_{\sqrt{3}\text{-T}}$ と $R_{\sqrt{3}\text{-B}}$ を求める。Fig. 3-22で示したデータ点を、その位置でのバンチング領域の大きさについて書きなおした図をFig. 3-23に示す。これより、 $R_{\sqrt{3}\text{-T}}=275.7\Omega$ 、 $R_{\sqrt{3}\text{-B}}=3028.5\Omega$ が得られる。従って、テラスでの表面電気伝導度 $\sigma_{\sqrt{3}\text{-T}}$ およびステップバンチでの表面電気伝導度 $\sigma_{\sqrt{3}\text{-B}}$ は、それぞれ、 $\sigma_{\sqrt{3}\text{-T}}=8.02\times 10^{-4}\Omega^{-1}/\square$ 、 $\sigma_{\sqrt{3}\text{-B}}=7.30\times 10^{-5}\Omega^{-1}/\square$ となり、ステップバンチによって約1桁も電気伝導度が減少していることがわかった。



### 3-5: Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au) 表面の表面電気抵抗の測定

まず、inner probes間にステップバンチがないとき(Fig. 3-24(a))の測定結果をFig. 3-24(b)に示す。このときの表面電気抵抗の測定値は、 $48.9 \Omega$ である。Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面よりも低い値なので、これについても2次元無限シート近似(8)式を適用すると、 $4.52 \times 10^{-3} \Omega^{-1}/\square$ となる。次に、ステップバンチを跨いだ時(Fig. 3-25(a))の測定結果をFig. 3-25(b)に示す。このときの表面電気抵抗の測定値は、 $135.3 \Omega$ である。同様に2次元半無限シート近似(8)式を適用すると、 $1.63 \times 10^{-3} \Omega^{-1}/\square$ となる。この系については、まだ表面電気抵抗のラインマッピングを得ることはできていないが、Fig. 3-24(a)の近傍で得られた測定値をFig. 3-26に示す。各測定データは、それぞれ一度リトラクトして再びコンタクトをとり直したものである。このデータに対して3-4-3節の(17)式と同様にテラスでの表面電気伝導度 $\sigma_{\sqrt{21-T}}$ およびステップバンチでの表面電気伝導度 $\sigma_{\sqrt{21-B}}$ を求めると、それぞれ、 $\sigma_{\sqrt{21-T}} = 5.09 \times 10^{-3} \Omega^{-1}/\square$ 、 $\sigma_{\sqrt{21-B}} = 1.35 \times 10^{-3} \Omega^{-1}/\square$ となり、 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面の場合と同様に、ステップバンチの存在によって表面電気伝導度が著しく減少していることがわかった。

### 3-6: 議論

#### ～表面電気伝導に対するステップの影響について～

Si(111)- $7 \times 7$ 清浄表面の場合、3-3で述べたように、表面状態チャネルの寄与より、表面下のバルク状態を通るキャリアによって、電気伝導度が支配的に決まっていた。そのため、ステップ(バンチ)の影響は、主に、表面下のキャリアがステップでdiffuse散乱されることに起因するのではないかと考え

た。一方、Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Agおよび $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の表面電気伝導度は、表面状態チャネルによって支配的に決められている。よって、この場合、ステップ(バンチ)は、表面状態チャネルがそこで途切れる(あるいは、波動関数の重なりが少なくなる)ことによって、実効的に、表面状態チャネルを流れるキャリアに対してポテンシャル障壁として働く。このことによって、表面電気伝導度がステップ(バンチ)によって減少すると考えられる。

ステップが表面キャリアに対してポテンシャル障壁として働いていることは、低温STM像に現れる、いわゆる“電子定在波”としても知られている[文献3-3]。1本の単原子高さのステップでのキャリアの透過確率を $\alpha$ とすると( $0 < \alpha < 1$ )、 $n$ 本のステップが東になったステップバンチでの透過確率は $\alpha^n$ である。よって、電流 $I_0$ は、 $I = I_0 \cdot \alpha^n$ に減少する。よって、

$$\text{抵抗} R = \frac{V}{I} = \frac{V}{I_0 \cdot \alpha^n} = \frac{R_0}{\alpha^n} \text{ となる。ここで、} R_0 = \frac{V}{I_0} \text{ はステップが無い}$$

$$\text{テラス上での抵抗値である。よって、} \alpha = \sqrt[n]{\frac{R_0}{R}} = \sqrt[n]{\frac{\sigma}{\sigma_0}} \text{ (} \sigma, \sigma_0 \text{ はそれぞれ}$$

ステップバンチをまたいだ時の電気伝導度とテラス上での電気伝導度)。

Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面で測定される $\sigma$ 、 $\sigma_0$ を代入すると、前者では $\alpha = 0.95 \sim 0.96$ 、後者では $\alpha = 0.97 \sim 0.98$ と算出できる。つまり、各ステップでの表面キャリアの透過確率は、それぞれ、95～96%、97～98%となり、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の方がやや高い。これは、ステップでの波動関数の重なりが、両者で異なることによる。

### 3-7: 従来のマクロな4端子法との比較とまとめ

1-2で述べたように、従来のマクロな4端子法による表面電気抵抗の測定では表面状態チャンネルに対する感度が低い。例えば $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面では、 $6 \times 10^{-3} \Omega^{-1}/\square$ 程度、 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面では $3.1 \times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ であった[文献1-2, 3]。それに対し、本研究でのマイクロ4端子法では、高い感度で表面状態チャンネルに由来する表面電気伝導を測定できた。このことをまとめたグラフをFig. 3-27に示す。横軸は価電子帯上端から見た各表面超構造のフェルミ準位の位置、縦軸はSi(111)-7×7清浄表面からの表面電気伝導度の増分を示している。実線でかかれた曲線は、フェルミ準位の位置に対する表面空間電荷層チャンネルの電気伝導度の変化を表す理論曲線である。すなわち、測定から求められた電気伝導度の増分とこの曲線との差が、表面状態チャンネルに由来する電気伝導度となる。 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面および $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の表面状態チャンネルに由来する電気伝導度はそれぞれ $7.84 \times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ 、 $5.72 \times 10^{-3} \Omega^{-1}/\square$ であり、それぞれ、約10倍、20倍も大きな表面状態チャンネルの電気伝導度を検出することができた。

	従来の測定 (マクロ4端子法) [ $\times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ ]	マイクロ4端子法 [ $\times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square$ ]
Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面の 表面状態チャンネルの電気伝導度	0.5~1	7.9
Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の 表面状態チャンネルの電気伝導度	3.4	51.9

また、従来のマクロな方法では測り得なかった表面欠陥の表面電気伝導への影響についても測定することができた。 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面、

$\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)についてはそれぞれ、約1/10、1/5の表面電気伝導度の低下を示した。7×7清浄表面については表面電気抵抗を100倍にも増大させることが分かった。

	テラス上での表面電気抵抗 $R_t[\Omega]$	ステップバンチ上での表面電気抵抗 $R_b[\Omega]$
Si(111)-7×7清浄表面	36.6k	5.91M

	テラス上での表面電気伝導度 $\sigma_t[\times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square]$	ステップバンチ上での表面電気伝導度 $\sigma_b[\times 10^{-4} \Omega^{-1}/\square]$
Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面	8.02	0.73
Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面	50.9	13.5



## 文献

- [3-1] P. A. Schumann, E. E. Gardner, J. Electrochem. Soc., 116, 87 (1969)
- [3-2] H. Tochihara, W. Shimada, M. Itoh, H. Tanaka, M. Udagawa, I. Sumita, Phys. Rev. B. 45, 11332 (1992)
- [3-3] N. Sato, S. Takeda, T. Nagao, S. Hasegawa, Phys. Rev. B. 59, 2035 (1999)

## 第4章：ナノ4端子プローブ法のための 独立駆動型4探針STMの開発

### 4-1：開発目的

3章でマイクロ4端子法の測定について述べ、その有効性が実証された。プローブ間隔をマイクロメートルオーダーに小さくすると、表面状態チャネルの伝導度に対して感度が高まるだけでなく、表面欠陥などの評価も可能であることが分かった。しかしながら、3章においてマイクロ4端子プローブでステップパンチの影響を検出することはできたが、その起源についての確かな知見を得ることはできなかった。例えば、究極的に1原子層ステップの影響を知ることはできない。また、ドメイン境界の影響も未知のままである。そこで、表面電気伝導に対する原子オーダーの微細な表面構造(周期性の有無の違いはあるが、もはや表面超構造と表面欠陥は同じオーダーである)の影響についての知見を得ることを可能にするべく、4つのSTM探針を独立して駆動し、それらの探針を4端子プローブとして用いてナノメートルオーダーでの局所的な4端子法を実現する装置の開発を行った。現時点ではまだ性能評価と調整のために稼動していないが、ここで本装置の概略について述べる。

### 4-2：装置概要

本装置の特色を挙げると、

1：SEM-SREM-RHEEDの機能

2：各プローブがSTMと等価な機能

3：STM探針/4端子法プローブの機能切り替えを備えた測定系

である。1は、表面をその場観察すると同時に、各プローブの位置をサブミク

ロンオーダーまで随時確認するための機能である(プローブの粗い位置決め)。2は、プローブ自体をSTMの探針として用い、4端子法での測定対象を原子分解能で確認しながら、ナノメートルオーダーで位置決めを行う機能である(プローブの高精度な位置決め)。3は、プローブのSTM/4端子法としての機能を、測定中に装置本体に物理的に触れることなく、電気信号により統合的に制御するための測定系である。この測定系を実現するためには、PhotoMOSリレーを用いたSTM/4端子法用特殊プレアンプの設計・開発が必要である。以降、4-3では主に装置本体の機構について、4-4では主に測定系について述べる。

### 4-3: 設計および機構

#### 4-3-1: 真空容器(チャンバー)及び排気系

本装置の設計にあたり、全ての製図作業はWindows上で動作する3次元CAD(DesignCad2D/3D(マツボー社製))を用いて行った。また、ステージ周辺の動きやトランスファーの際の干渉のチェックや、大気側よりチャンバー内部を見るためのガラス覗き窓(view port)の配置を決めるときにチャンバー内部の見え方のチェックにも、本CADを用いた。この装置の模式図と写真をFig. 4-1及びFig. 4-2に示す。写真の方ではまだSEMの電子銃が取り付けられていないが、現在はSTMの調整を行っているためである。メインチャンバーは、ICF306適合フランジ及び適合パイプを基本としている。この適合パイプに、2つの蒸発源用のポート、試料をトランスファーするためのロードロックチャンバー、STMの探針(以下、Tipと記す)を交換するためのロードロックチャンバー、そしてゴニオメーター(写真中ではMPフランジと記してある)などのフランジ及びパイプ(ICF34~253適合フランジ及び適合パイプ)が取り付けられている。ゴニオメーターは、市販のものを採用した(Ulvac-Phi社製)。ゴニオメーターの先端には本装置の心臓部であるSTMステージが取り付けられている。ステー

ジ全体がXYZ方向移動、及びTilt回転が可能であり、試料はさらにAzimuth回転が可能である。このゴニオメーターは、メインチャンバーのフランジから大気にて解除された際、メインチャンバーと除震台に固定された2本のシャフトの上を滑らせて移動させることが可能(Fig. 4-3)で、メンテナンス時には容易かつ安全にメインチャンバーから引き出すことができる。

排気系についての模式図をFig. 4-4に示す。全系を大気にさらした場合、まずロータリーポンプとターボ分子ポンプを用いて粗排気する。メインチャンバーの排気はゲートバルブを開けた状態でロードロックチャンバーを排気することで行う。メインチャンバーが $\sim 10^{-6}$ Torr台に達した時点から真空容器全系のベーキングを開始する。ベーキングの加熱はシースヒーター及びリボンヒーターを組み合わせで行い、ヒーター全体の消費電力は約4000Wである。ベーキングの温度及び時間の設定・制御は、メインチャンバー、ロードロックチャンバー、イオンポンプのそれぞれを独立して設定・制御可能なコントローラーを用いている。なお、このベーキングコントローラーも自作である。一般的な設定を挙げると、温度は100~150°C、ベーキング時間は10時間程度である。ヒーターのリレーの制御方式は、PI制御、もしくは $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 程度の幅を持たせたOn/Off制御により行っている。ベーキング終了後は、ロードロックチャンバーとターボ分子ポンプとの間のバルブを閉じて、イオンポンプに排気を切り替える。現時点での真空度は、 $3 \times 10^{-10}$ Torrであり、超高真空中での実験が可能なレベルである。まだ数回程度のベーキングしか施していないが既に超高真空領域に入っており、ベーキングの度に真空度が良くなっているため、 $10^{-11}$ Torr台に近い真空度を得ることができると思われる。ロードロックチャンバーは、メインチャンバーとの間のゲートバルブを閉めることにより、各々独立して大気にさらすことができる。Tipまたは試料を大気中にて交換後は、同様に独立して排気することができ、ロードロックチャンバーだけベ



キングを施して真空度を高めた後( $\sim 1 \times 10^{-9}$  Torr)、ロードロックチャンバーとターボ分子ポンプとの間のバルブを閉じてから再びゲートバルブを開き、トランスファーを行う。

#### 4-3-2: 4探針STMの機構及び4探針STMステージの構成

4つのSTMユニットのうちの1ユニットの模式図と写真をFig. 4-5、Fig. 4-6に示す。各STMユニットは、Tipの固定されたTipホルダーをマウントしたチューブスキャナー及びOmicron社のマイクロスライド(1ユニットあたり3個のマイクロスライド; 各マイクロスライドはXYZ方向への粗動として機能)から構成されている。マイクロスライドについては3章において説明したのでここでは割愛する。以下に、試料に近い側(Tip)からステージに近い側(マイクロスライド)の順で説明していく。Tipは、0.3mm径のW-wireを用いている。通常は2.5N-KOH溶液中で電解研磨されたものを用いるが、4端子法として使用しない場合にはニッパにて切断したものを用いることもある。Tipは、Tipホルダーに設けられた筒(内径0.5mm)内に挿入されている。Tipホルダーはチューブスキャナーの先端のマコール材でできたTipホルダーマウントにマウントされる。Tipホルダーマウント内には希土類磁石が入っており、Tipホルダー背面に溶接されたNi板をひきつけることでTipホルダーは固定される。チューブスキャナーは10極のものを用いている。チューブスキャナーの模式図をFig. 4-7(a), (b)に示す。

通常は6極チューブスキャナー(Fig. 4-7(a))を用いることが多い。これは、XY方向に駆動するための4つの電極(+X, -X, +Y, -Y)及び高さ方向のフィードバック変位を与えるためのFBZ電極、Z方向のオフセット変位を与えるZ電極(チューブスキャナーの内側; Inside)の6つの極板から構成されるものである。XY方向には、例えばX方向への変位の場合、Fig. 4-7(a)に示すように、

Insideに対して+X電極に正の電圧を印加し、-X電極には負の電圧を印加する。こうすることで、チューブスキャナーの+X電極で覆われた部分は縮み、反対に-X電極で覆われた部分は伸びる。こうすることでチューブスキャナーはX方向に曲がり、スキャナー上端はX方向に変位する。このとき、チューブスキャナーの上端面が傾くために、Z方向にも変位を生じる。ただし、チューブスキャナーの中心線上にTipの先端がある場合、このZ方向の変位は無視できるオーダーである(スキャナー上端からTip先端までの距離に依存するが、一般的には $\sim 1/100$  Å程度)。しかし、Tip先端がチューブスキャナーの中心線からずれるに従って、XY方向の変位によって生じるZ方向の変位は急激に大きくなっていく。本装置の場合、Tipは試料表面に対して $45^\circ$ の角度をもっている。このような仕様になっているのは、試料表面上で4本の探針を1個所に集合できるようにするためと、SEMの電子銃との位置的な干渉をなくすためである。このため、Tipの先端位置はスキャナーの中心線上からTipの長さの $1/\sqrt{2}$ とTipホルダー及びTipホルダーマウントの分(40~50mm)程度ずれている。このため、もし6極のチューブスキャナーを用いた場合、このずれによってXY方向での変位によって生じるZ方向の変位は、XY方向の変位と同程度になってしまう。

そこで、この問題を解決すべく、本装置では10極のものを採用した。模式図をFig. 4-7(b)に示す。図に示すように、XY方向の駆動のための+X、-X、+Y、-Yの電極がそれぞれ1つずつ増えて、+X1、-X1、+Y1、-Y1、+X2、-X2、+Y2、-Y2の計8つの電極になっている。すなわち、#1と記されているチューブスキャナーと、#2と記されているチューブスキャナーとを直列につないだ形になっている。これに、FBZ及びInsideの2つの電極を足して10極のチューブスキャナーとなる。ここで、#1と#2はXY方向の変位に関して逆の動作をする。例えばX方向の変位を考えた場合、Insideに対して+X1に正の電圧を、-X1に負



の電圧を印加した時、+X2には負の電圧、-X2には正の電圧を印加する。こうすることで、チューブスキャナーの上端面は傾かず、チューブスキャナーの中心線上からTipの先端が離れていた場合でもXY方向の変位に対してZ方向に変位を生じることはない。10極の場合は、簡単な見積もりをすると、同じ大きさ・圧電特性の6極のチューブスキャナーに対してXYの変位が半分程度になる。実際、SEMによりXY方向の動作を確認したところ、変位は約40%程度になった。また、現在STMとして実際に使用してテストしているが、XY方向に駆動させても、予期した通り、Z方向のずれはほとんどない。

チューブスキャナーの下端はアルミ合金(A5052)のケース内に固定されている。このケースはチューブスキャナーを包み込んでおり、スキャナー駆動のために印加する高電圧がSEMの電子線及びSTMのトンネルカレントへの影響を抑えるためのシールドの役割をしている。このケースはZ方向駆動のマイクロスライドに固定されており、Z方向のマイクロスライドはXY方向駆動のマイクロスライドに固定されている。そしてXY方向駆動のマイクロスライドはステージに固定されている。

次にSTMにおけるTipの試料表面へのアプローチの機構について説明する。まず、単眼鏡を用いた目視により、試料表面から100  $\mu$ m程度のところまでZ方向のマイクロスライドを用いてTip先端を試料表面に近づける。その後、STMの制御系により提供される自動アプローチの機能を用いてTipがトンネル電流を検出するまで(Tip先端から試料表面までの距離は数10～数Å程度)のアプローチを行う。この機能を説明すると、まずチューブスキャナーのInside電極に正の電圧を印加することにより、スキャナーを伸ばして試料からTipの先端を遠ざけるような位置に固定する。その後、Inside電極に負の電圧を少しづつ印可し、スキャナーを縮めてTip先端を試料表面に近づけていく。このときのZ方向の1ステップあたりの移動量は、スキャナーの特性にもよる

が、おおよそ1Å程度である。このシーケンスにおいてトンネル電流を検出したとき、Inside電極の電圧は固定され、フィードバック機能がactiveになり、以後のZ方向の駆動はフィードバックの信号が増幅され印加されるFBZ電極での駆動により行う。このシーケンスは、チューブスキャナーがInside電極への負の電圧の印加により完全に縮みきってしまうところで終了する。終了時点でトンネル電流が検出されなかったときは、再びInside電極に正の電圧を印加してチューブスキャナーを伸ばした状態(すなわちTip先端が試料表面から遠ざかった状態)にする。そして、Z方向のマイクロスライドを駆動して、チューブスキャナー全体をZ方向に移動して、Tip先端を試料表面に近づける。このときのマイクロスライドの移動量は、Inside電極への電圧印加によってZ方向にチューブスキャナーが移動する量(0.5  $\mu$ m程度)よりも小さくしてある(100～400nm程度)。マイクロスライドによりチューブスキャナーを移動後、再び先述したシーケンスを行う。

次にステージ上のSTMユニットの配置について説明する。ステージの模式図と写真をFig. 4-8、Fig. 4-9に記す。4つのSTMユニットがステージ上に試料を囲むようにして取りつけてある。ステージを設計する際には、Tip先端を1箇所に集合させたときに互いのユニットが干渉しないように留意した。また、次の4-3-3で述べるTipと試料のトランスファーを行うときやステージをTilt回転させた時などに、電子銃や各STMユニットが干渉しないように設計した。ステージは、厚さ5mm及び6.5mmの2枚のアルミ合金(A5052)板で構成されている。ステージ全体は、ゴニオメーターによりXY方向(水平方向)に20mm、Z方向(垂直方向)にも20mm移動させることが可能である。また、0°～90°のTilt回転も可能である。電子銃先端から試料表面までの距離(Working Distance; WD)は、入射電子線が試料表面に対して垂直な時(Tilt角0°の時)は15mm～33mm、水平に近い時(RHEED、SREMの時; Tilt角85～90°の時)は



20~33mmである。各STMユニットのチューブスキャナ及びマイクロスライドの信号線は1つのSTMユニットにつき1つのコネクタにまとめられており、それらのコネクタはステージの背面に固定されている。メインチャンバーに固定された電流導入端子から配線されたケーブルは、このコネクタにより容易に脱着できる。

#### 4-3-3 : STMの探針と試料のトランスファー機構

Tip及び試料のトランスファーの機構を説明するために、メインチャンバー内部の様子をFig. 4-10に示す。#1のロッドの先端には、実際にはTipのマウントされたTipホルダーをためておくためのParking (Fig. 4-11)が取り付けられている。このロッドを動かすことにより、ParkingはTip交換用ロードロックチャンバーとメインチャンバーとの間を行き来することができる。このParkingには6つのTipホルダーを置くことができる。また、通電によりTipを加熱する機構やTipに高電圧を印加する機構も備わっている。これにより、Tipを加熱により清浄化したり、高電圧印加によりTip先端から電子を電界放出することで得られるFowler-Nordheim plotからTipの先端の曲率半径を見積もったりすることができる。さらに、Tipを高電圧印加(~4kV)時に加熱することでTipの先端の曲率をさらに小さくできることも報告されており[文献4-1、4-2]、この現象を実際に利用することも試みる予定である。Parkingに載せられてメインチャンバー内に導入されたTipは、#2のロッドに移し変えられる。#2のロッドの先端には鍵穴のような細工が施してあり、これにTipホルダーが固定される (Fig. 4-12)。その後、#2のロッドを動かすことでTipホルダーを任意のSTMユニットのTipホルダーマウントへとトランスファーする。TipホルダーをTipホルダーマウントに導入する際には、ステージをTilt角90° (垂直面内)に立てる。

次に試料のトランスファーについて説明する。試料はUlvac-Phi社製の試料ホルダーにマウントされており、試料ホルダーごとトランスファーする。

Fig. 4-10で#3と記されたロッドの先端に試料ホルダーを置くためのユニットが取り付けられている。試料ホルダーをトランスファーするための市販のユニットもあったが、サイズが大きく、ステージ上のSTMユニットに干渉するため、新たにユニットをコンパクトに設計・製作した。試料のトランスファーの時のステージは、Tilt角0° (水平面内)に置く。ロッド#3の先端に固定された試料ホルダーは、そのまま試料交換用のロードロックチャンバーへと移動される。

#### 4-4 : 測定系

##### 4-4-1 : PhotoMOSリレーを用いたSTM/4端子法用特殊プリアンプの設計・製作

本装置は、STMとしての機能だけでなく、4端子法による電気伝導測定の機能も備えなくてはならない。また、4本の探針を動作中に、振動による外乱を与えないようにするために、装置本体に物理的に接触することなく電気信号ラインの切り替えを行う必要が出てくる。しかし、このような仕様のプリアンプ (I-Vコンバーター) は市販されていない。そこで、本装置の開発にあたり、4探針STM用のプリアンプを設計した。スイッチングデバイスとしては、3章で述べた、MAXIM社のMAX326, 327をスイッチ素子として選定した。また、I-Vコンバータ部に関してはOPA-111 (Burr Brown) 相当品を用いる。トンネル電流ラインは基板上にガード処理を施した上に、さらにテフロンでできた絶縁中継端子 (通称クローバ端子) を用いる。回路図をFig. 4-13に示す。この回路図は、STM1ユニット分のものであり、実際にはこれと等価なものが4つ必要となる。

これら4つのプリアンプと、3章で述べた4端子法用のプリアンプを組み合わせることにより、本特殊プリアンプは構成される。

#### 4-4-2: チューブピエゾドライバーの設計・製作

チューブピエゾドライバーは、PCに接続されたボード上のDAコンバータから出力されたアナログ信号を増幅して、STMのチューブスキヤナを駆動するためのものである。DAコンバータから出力されるアナログ信号のフルスケールは $\pm 1.4\text{V}$ ~ $10\text{V}$ であり、その信号を $\pm 140\text{V}$ 程度に増幅して出力する。 $\pm 140\text{V}$ へのアナログ信号増幅には、高圧オペアンプ3583、および3584（共にBurr-Brown社製）を用いた。高圧オペアンプの $\pm 150\text{V}$ 電源に用いたパワートランジスターをはじめ、電源に用いた電子部品には熱を出すものが多い。この熱の影響を極力小さくするためにアレー抵抗をなるべく用いるようにした。アレー抵抗は1つのパッケージに複数の抵抗が入ったものである。1つ1つの抵抗の抵抗値は温度によって変動するが、全ての抵抗の抵抗値は同じ温度変化をする（トラッキング）。OPアンプを用いた増幅回路等で抵抗比が重要となるときには、アレー抵抗を利用することは非常に有効な手段となる。また、高圧オペアンプ以外のオペアンプにはOP-27EもしくはOP-227を用いた。

OP-227は2つのOP-27Eが1つのパッケージになったようなもので、チューブスキヤナの+Xと-Xのように対称性を必要とする信号の前段部分で用いた。

OP-227の特性は、OP-27Eに比べるとやや劣るものの、アレー抵抗と同様に2つのOPアンプは温度に対してトラッキングするので、対称性に関しては熱の影響を受けにくくなる。このような配慮のもと、 $\pm 150\text{V}$ 出力に対して $1\sim 2\text{mV}_{\text{pp}}$ のノイズレベルであり、温度変化に対しても特性の変化が少ないチューブピエゾドライバーを作成することができた。

#### 4-5: まとめと展望

現時点での開発状況をまとめると、

- 1: 真空容器（トランスファー機構を含む）・排気系の設計・製作の完了
- 2: 10極チューブスキヤナを用いた4探針STM本体の設計・製作の完了  
（所期性能評価中）

- 3: チューブピエゾドライバーの設計・製作の完了

- 4: STM/4端子法用特殊プリアンプの設計の完了（製作中）

となる。今後の開発予定は、

- 5: 電子銃を取り付け、SEM-SREM-RHEEDと複合化すること、及び所期性能の評価
- 6: STM/4端子法用特殊プリアンプの機能を完全に活用できる、統合された制御ソフトウェアの設計・開発

である。5までを完了すれば、実質的な測定が可能となり、6は、本装置での研究を行いながら、随時、開発及び改良を重ねていく予定である。

今後、本装置を用いての研究の対象としては、以下のことが挙げられる。

- ・4端子法におけるプローブ間隔をミリメートルオーダーからナノメートルオーダーまで自由に変化させ、プローブ間隔と表面電気伝導度の感度との相関を調べる。

- ・ナノメートルオーダーでプローブを位置決めできることを利用して、単一ドメイン内やドメイン境界での局所表面電気伝導度を測定する。

→Si(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造の単一ドメイン内での表面電気伝導度やSi(111)- $\sqrt{3}\times\sqrt{3}$ -Ag表面超構造ドメインとSi(111)- $\sqrt{21}\times\sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面超構造ドメインとのドメイン境界を跨いだ表面電気伝導度を測定する。

→単原子層ステップの表面電気伝導度に対する影響



・プローブを任意に配置することで、表面電気伝導度の面内異方性について調べる。

→1次元性の強い原子配列をもつSi(111)- $5\times 2$ -Au表面超構造ドメインや、Si(111)- $4\times 1$ -In表面超構造ドメインなど

また、4探針をプローブとしてだけではなく、ナノメートルオーダーで局所的に電場を印可もしくは通電できることを利用して、表面超構造ドメインの形成を制御するようなマニピュレーターとしての役割を果たすことも考えられる。これにより、工学的にも、新しい表面微細加工技術の進展に貢献できると期待される。

## 文献

[4-1] B. Barwinski, S. Sendeki, Appl. Surf. Sci. 119, 111 (1997)

[4-2] S. Sendeki, B. Barwinski, Appl. Surf. Sci. 134, 243 (1998)

## 第5章：結論

SEM-SREM-RHEEDおよびSTMによるSi(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)

### 表面の観察

- ・ Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面における室温から450℃までのAu吸着に関する相図を作成した。
- ・ Au初期吸着に際し、Ag原子とAu原子が置換することを見い出した。  
このことを考慮した $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のモデルを提案する必要がある。
- ・ 室温ではAu原子はドナーとして働くことが従来の研究から分かっているが、本研究から、少なくとも250℃以上においてはAuはアクセプターとして働く。
- ・ 室温の $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造と200℃以上の $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造では周期性は同じでも構造が異なる可能性がある。室温と200℃以上でのAu原子の働きが異なることもこれを示唆している。

### マイクロ4端子法による表面電気伝導測定

- ・ プローブ間隔がミリメートルオーダーである従来のマクロな測定系に比べ、プローブ間隔がマイクロメートルオーダーであるマイクロ4端子法は、表面状態チャネルに由来する表面電気伝導度が高い感度をもつ。
- ・ 従来のマクロな測定系では計り得なかった表面欠陥(ステップバッチ)の表面電気伝導度への影響についても測定することができた。

### ナノ4端子プローブ法のための独立駆動型4探針STMの開発

- ・ ミリメートルオーダーからナノメートルオーダーまで4端子法のプローブを自由に配置できる独立駆動型ナノ4探針STMの開発をおこなった。
- ・ 電子銃との干渉などにより制限される試料付近の空間にTipを配置できるよう、10極板タイプのチューブスキャナーを考案して用いた。



・STM/4端子法の機能切替えの制御が可能な特殊プリアンプ、およびプローブの微動機構であるチューブスキャナーを駆動するためのドライバーの設計・開発を行った。

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり、熱心に御指導して下さいました長谷川修司助教授に深く感謝の意を表します。また、長尾忠昭助手にはたくさんの御指導、御助言を頂き心より感謝申し上げます。本研究の第3章に関し、デンマーク工科大学のF. Gray教授、C. L. Petersen氏に御指導いただきました。

最後になりますが、長谷川研究室に在籍する皆様には、たくさんの御指導、御助言、御協力を頂き、ここに感謝の意を表します。

（一）  
（二）  
（三）  
（四）  
（五）  
（六）  
（七）  
（八）  
（九）  
（十）  
（十一）  
（十二）  
（十三）  
（十四）  
（十五）  
（十六）  
（十七）  
（十八）  
（十九）  
（二十）  
（二十一）  
（二十二）  
（二十三）  
（二十四）  
（二十五）  
（二十六）  
（二十七）  
（二十八）  
（二十九）  
（三十）  
（三十一）  
（三十二）  
（三十三）  
（三十四）  
（三十五）  
（三十六）  
（三十七）  
（三十八）  
（三十九）  
（四十）  
（四十一）  
（四十二）  
（四十三）  
（四十四）  
（四十五）  
（四十六）  
（四十七）  
（四十八）  
（四十九）  
（五十）  
（五十一）  
（五十二）  
（五十三）  
（五十四）  
（五十五）  
（五十六）  
（五十七）  
（五十八）  
（五十九）  
（六十）  
（六十一）  
（六十二）  
（六十三）  
（六十四）  
（六十五）  
（六十六）  
（六十七）  
（六十八）  
（六十九）  
（七十）  
（七十一）  
（七十二）  
（七十三）  
（七十四）  
（七十五）  
（七十六）  
（七十七）  
（七十八）  
（七十九）  
（八十）  
（八十一）  
（八十二）  
（八十三）  
（八十四）  
（八十五）  
（八十六）  
（八十七）  
（八十八）  
（八十九）  
（九十）  
（九十一）  
（九十二）  
（九十三）  
（九十四）  
（九十五）  
（九十六）  
（九十七）  
（九十八）  
（九十九）  
（一百）





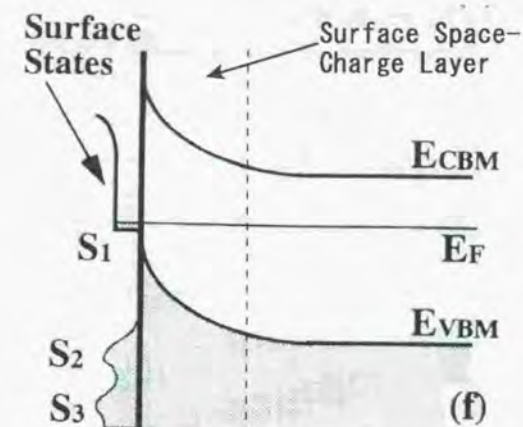


Fig. 1-1: 表面状態と表面空間電荷層のバンドダイアグラム

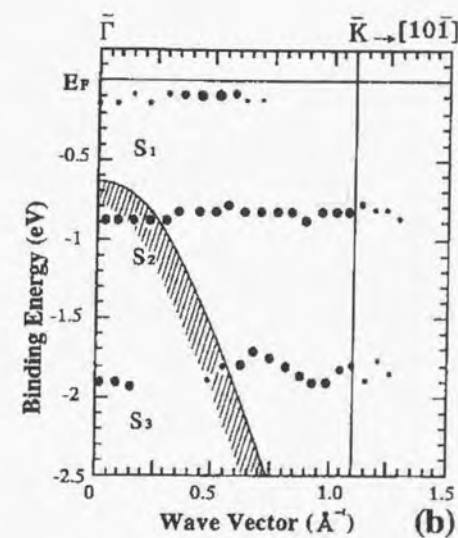


Fig. 1-2: 角度分解光電子分光から得られた Si(111)-7x7 清浄表面の2次元バンド分散図 [文献 1-1]

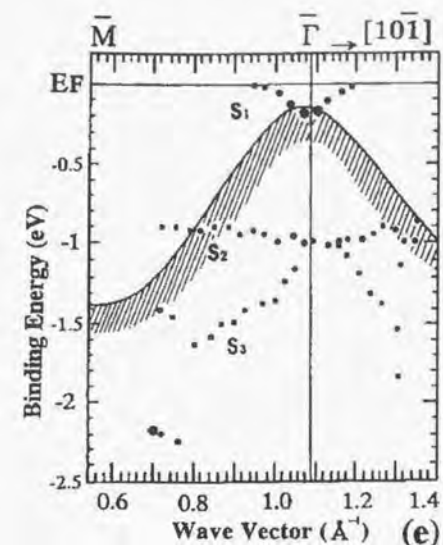


Fig. 1-3: 角度分解光電子分光から得られた  
Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面の  
2次元バンド分散図[文献1-1]

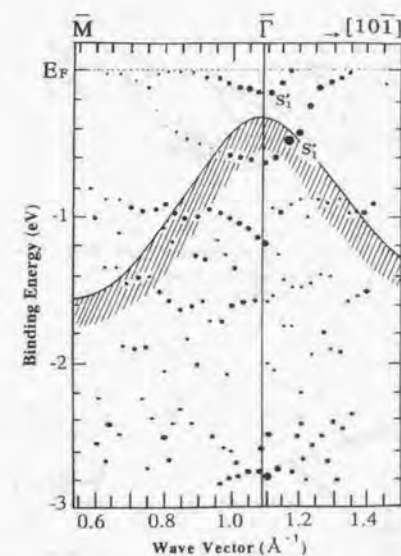


Fig. 1-4: 角度分解光電子分光から得られた  
Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au)表面の  
2次元バンド分散図[文献1-1]



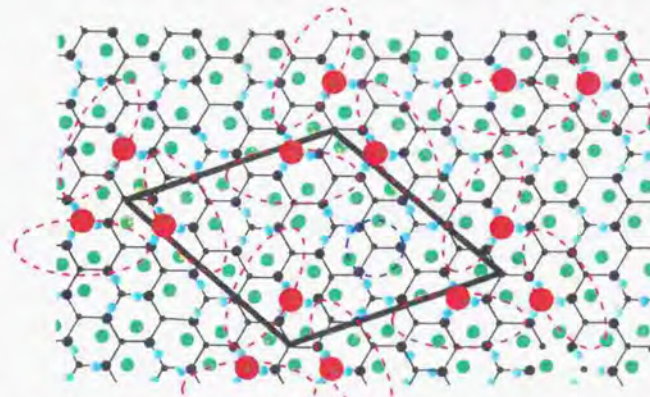


Fig. 1-5 (a) : A. Ichimiya らによる Si (111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -  
(Ag, Au) 表面超構造モデル [文献 1-7]

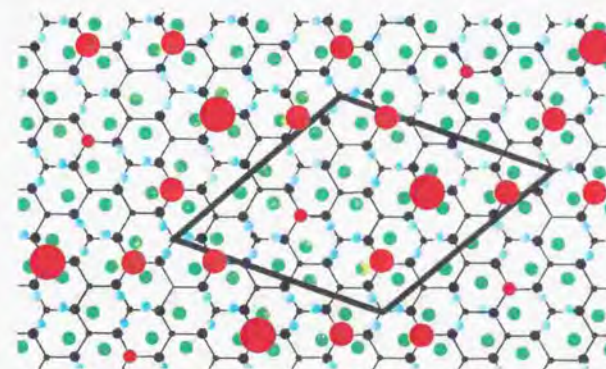


Fig. 1-5 (b) : J. Nogami らによる Si (111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -  
(Ag, Au) 表面超構造モデル [文献 1-8]

-  Si トライマー
-  Ag 原子
-  Au 原子



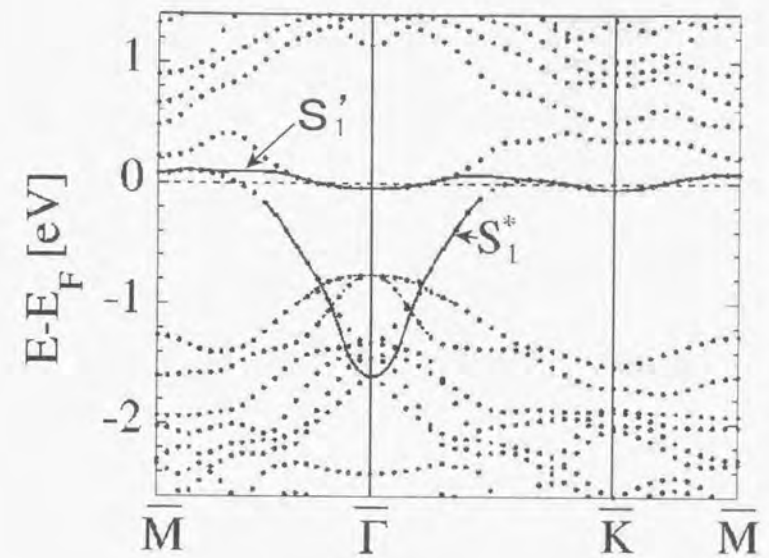


Fig. 1-6: 第一原理計算から得られたSi(111)-  
 $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Ag)の2次元バンド分散図  
 [文献1-9]



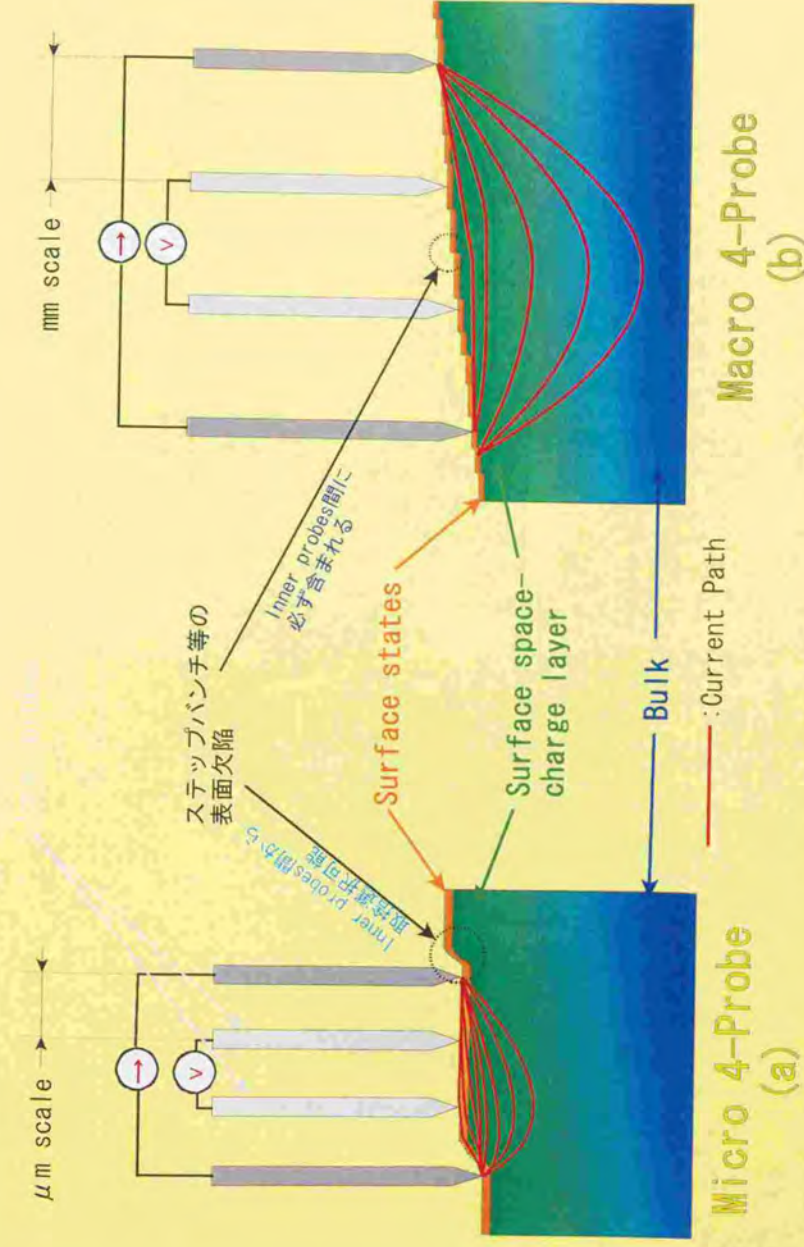


Fig.1-7: マイクロ4端子法と従来の4端子法との比較

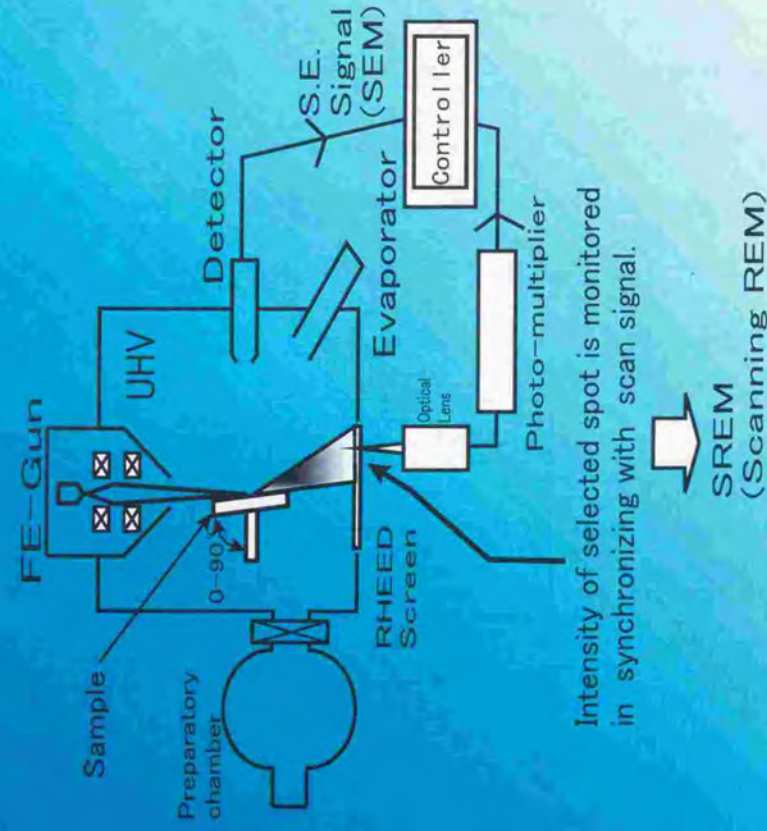


Fig.2-1:超高真空SEM-SREM-RHEED複合裝置



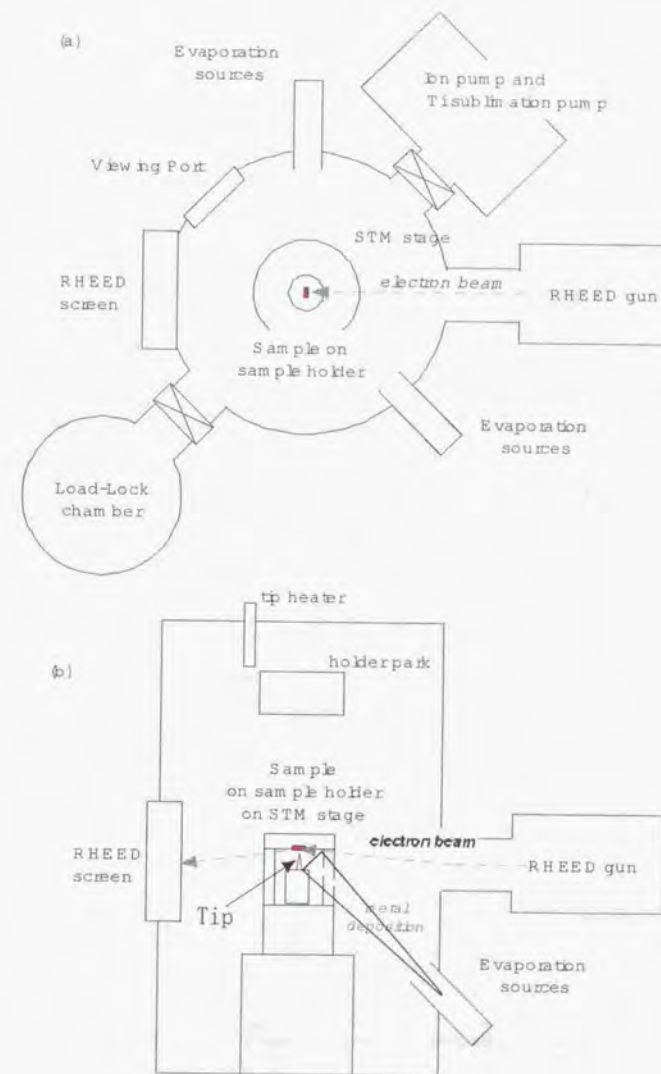


Fig.2-2:超高真空STM装置

$\sqrt{21} \times \sqrt{21}$

$2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$

## 2D alloy (Au-Ag) Phase Diagrams

Deposition rate of Au is 0.03–0.05 ML/min

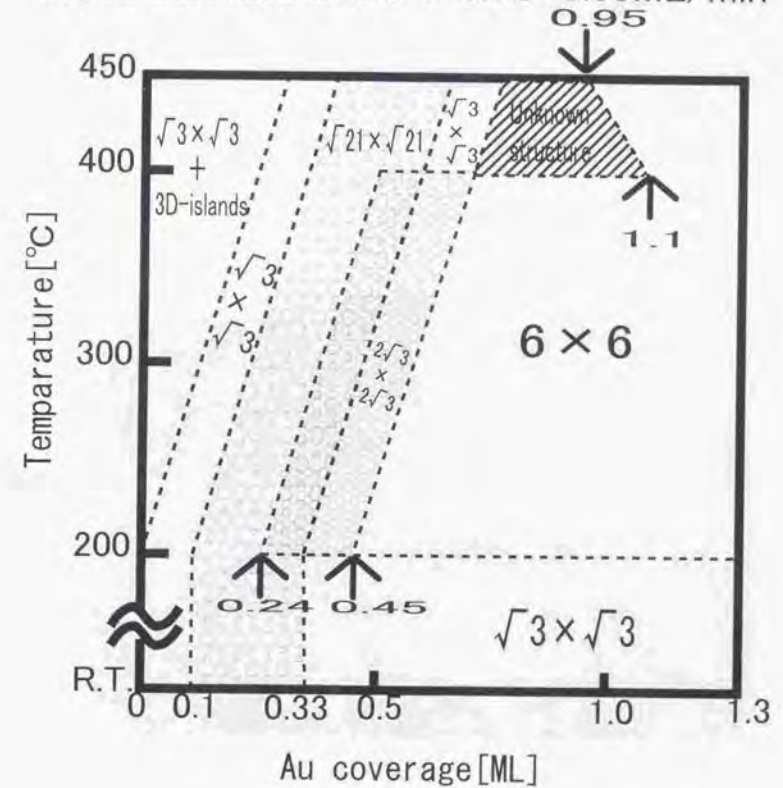


Fig. 2-3: Si (111) - (Ag, Au) の相図





Figure 2-4(a) shows a photograph of a Si(111) surface. The surface appears to be covered with a thin layer of Ag, showing a grid-like pattern. The caption indicates it is a  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  Ag overlayer at room temperature.

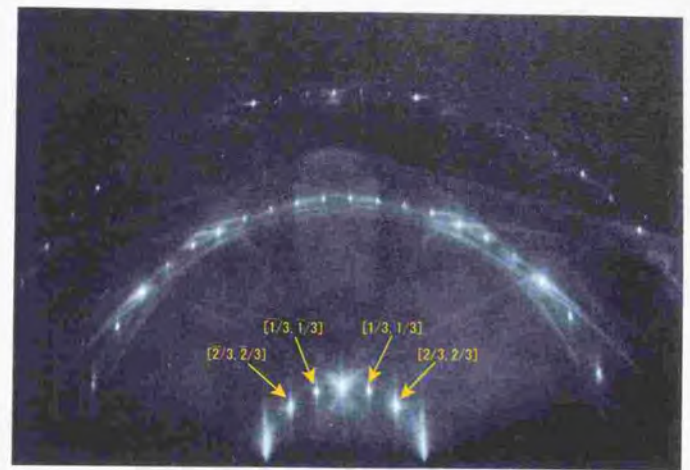


Fig:2-4(a):Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag、室温

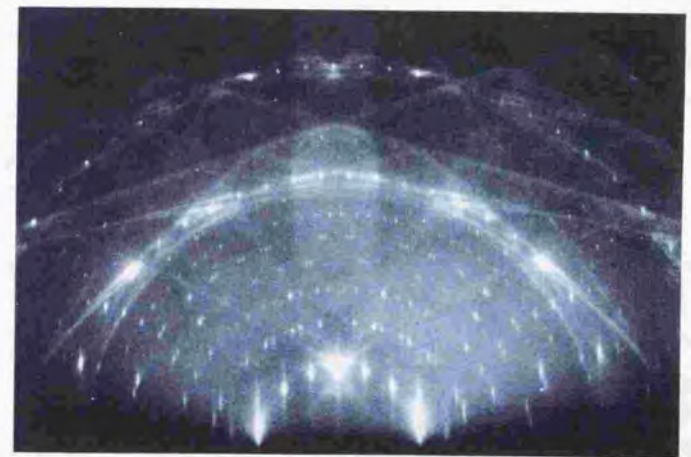


Fig:2-4(b):Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag,Au)、  
Au:0.14ML、室温

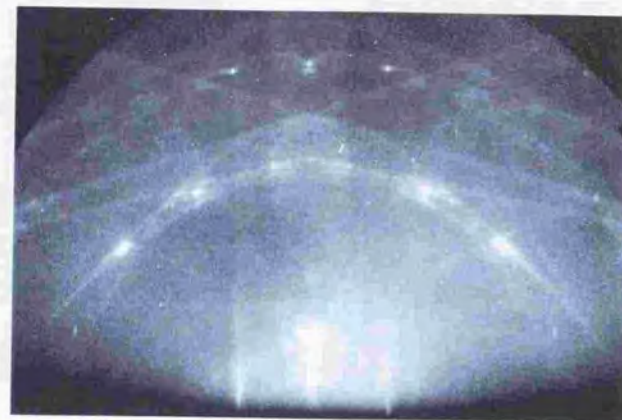
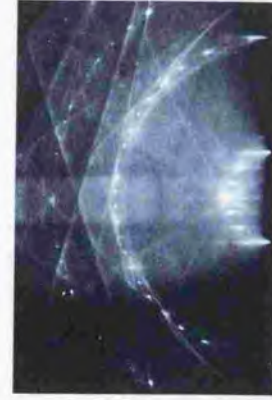


Fig.2-4(c):Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -(Ag,Au),  
Au:0.33ML、室温

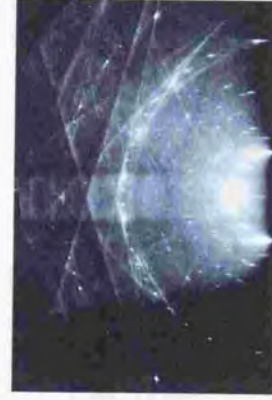


Fig.2-4(d):Si(111)-(Ag,Au)、diffuse  
Au:1ML、室温

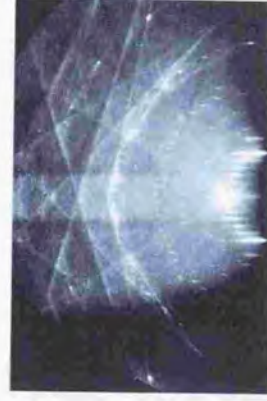




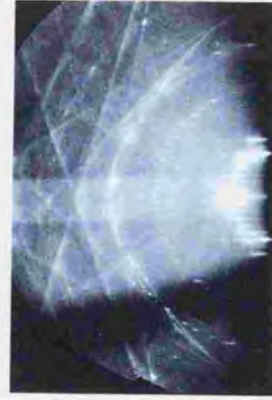
(a) Si (111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag, 250°C



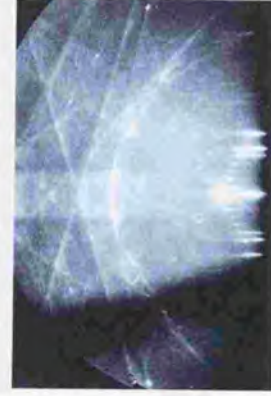
(b) Si (111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au),  
Au:0.24ML, 250°C



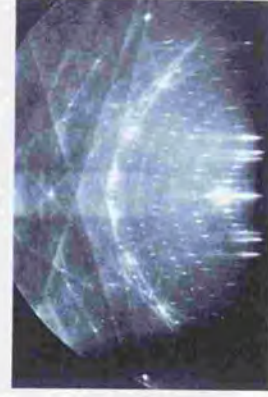
(c) Si (111)- $(\sqrt{21} \times \sqrt{21} + 2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})$ -(Ag, Au),  
Au:0.30ML, 250°C



(d) Si (111)- $2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$ -(Ag, Au),  
Au:0.41ML, 250°C

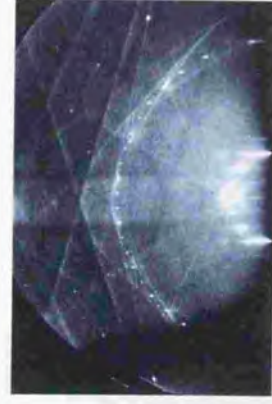


(e) Si (111)- $6 \times 6$ -(Ag, Au),  
Au:0.65ML, 250°C

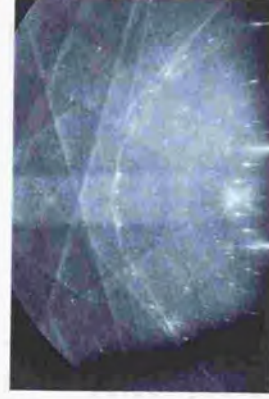


(f) Si (111)- $6 \times 6$ -(Ag, Au),  
(e) を室温に急冷

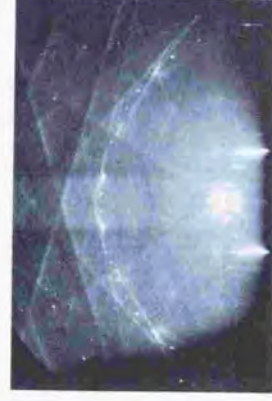
Fig. 2-5: 250°CにおけるSi (111)-(Ag, Au) 系のRHEEDパターンの変化



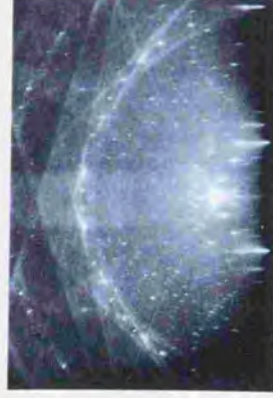
(a) : Si (111) -  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag, 430°C



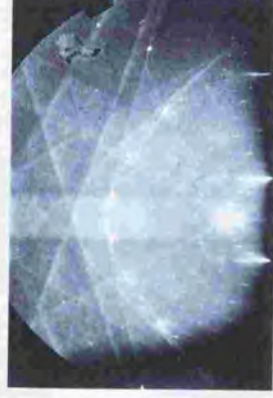
(b) : Si (111) -  $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au),  
Au: 0.40ML, 430°C



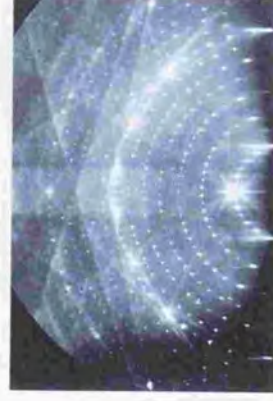
(c) : Si (111) -  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -(Ag, Au),  
Au: 0.63ML, 430°C



(d) : Si (111) - (Ag, Au),  
unknown surface superstructure  
Au: 0.80ML, 430°C



(e) : Si (111) -  $6 \times 6$ -(Ag, Au),  
Au: 1.13ML, 430°C



(f) : Si (111) -  $6 \times 6$ -(Ag, Au),  
(e) を室温に急冷

Fig. 2-6: 430°CにおけるSi (111) - (Ag, Au) 系のRHEEDパターンの変化



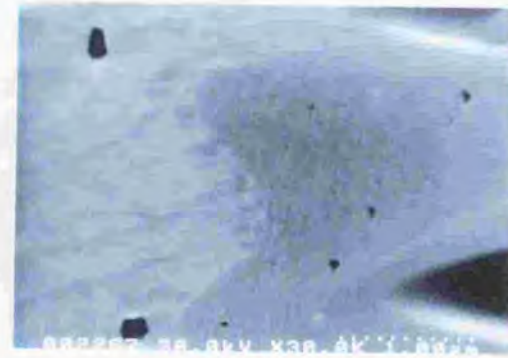


Fig:2-7(a):Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au),  
Au:0.24ML、250°C、SEM像

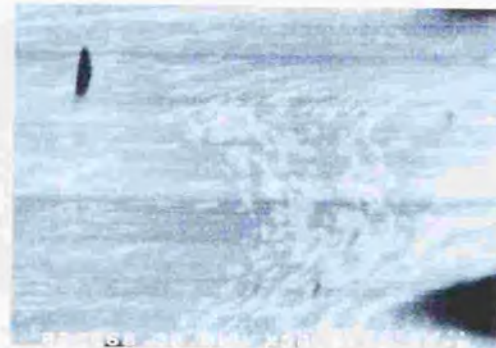


Fig:2-7(b):Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au),  
Au:0.24ML、250°C、SREM像  
1ドメインのみ

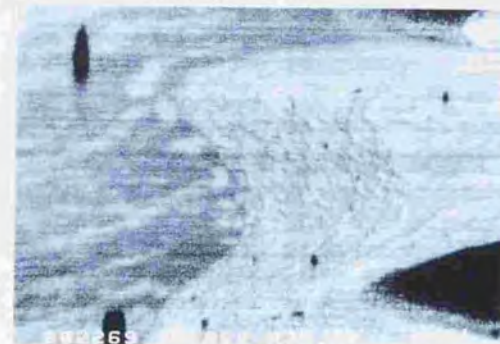


Fig:2-7(c):Si(111)- $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag, Au),  
Au:0.24ML、250°C、SREM像  
2ドメイン

ステップパンチ上側

ステップパンチ下側

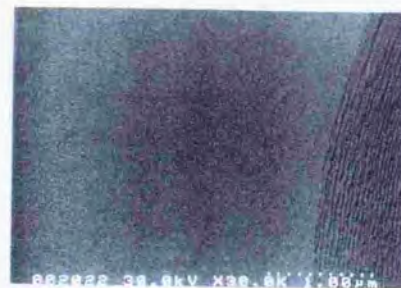


Fig:2-8(a):  
Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag、  
室温



Fig:2-8(b):  
Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag、  
室温

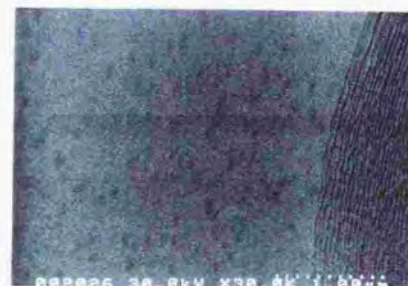


Fig:2-9(a):  
Au:0.02ML、室温

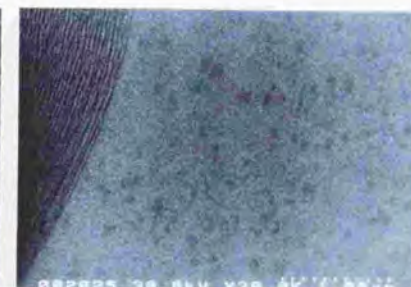


Fig:2-9(b):  
Au:0.02ML、室温

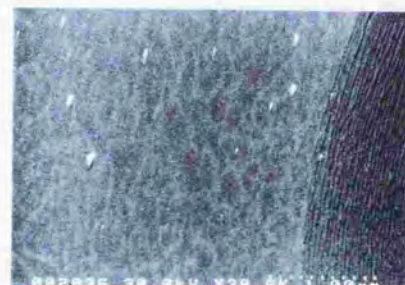


Fig:2-10(a):  
Au:0.07ML、室温

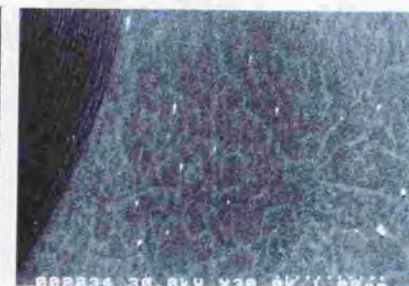


Fig:2-10(b):  
Au:0.07ML、室温



ステップパンチ上側

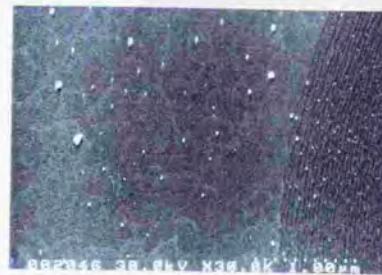


Fig:2-11(a):  
Au:0.14ML、室温

ステップパンチ下側

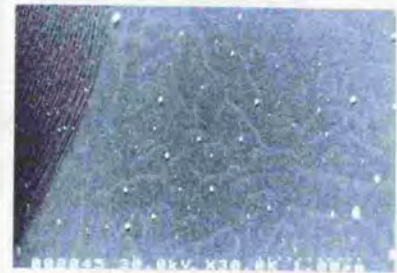


Fig:2-11(b):  
Au:0.14ML、室温

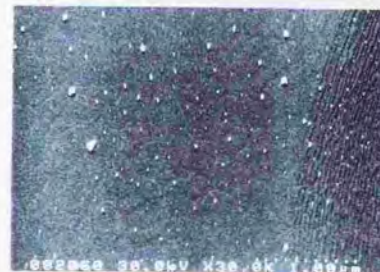


Fig:2-12(a):  
Au:0.61ML、室温

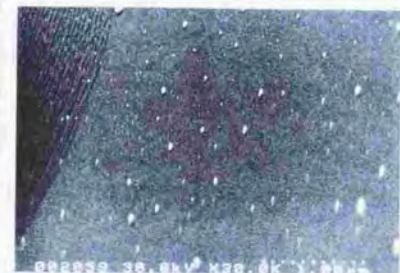


Fig:2-12(b):  
Au:0.61ML、室温



Fig:2-13(a):  
 $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag, 250°C



Fig:2-13(b):  
 Au:0.02ML, 250°C



Fig:2-13(c):  
 Au:0.12ML, 250°C



Fig:2-13(d):  
 Au:0.18ML, 250°C

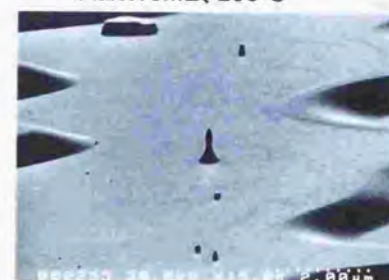
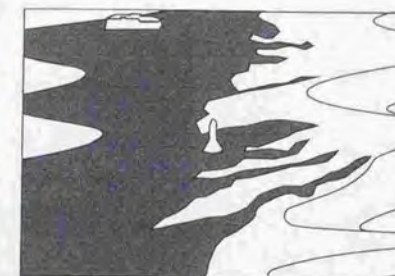
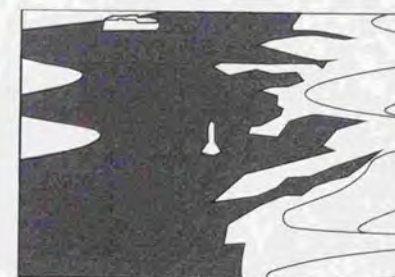


Fig:2-13(e):  
 Au:0.21ML, 250°C





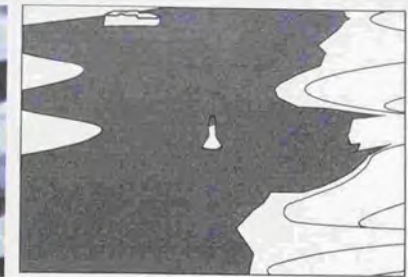


Fig:2-13(f):  
Au:0.24ML、250°C

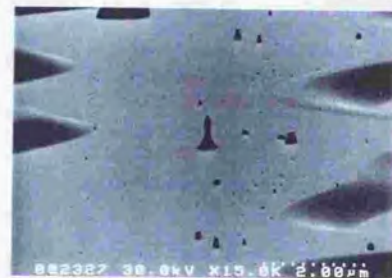


Fig:2-13(g):  
Au:0.38ML、250°C

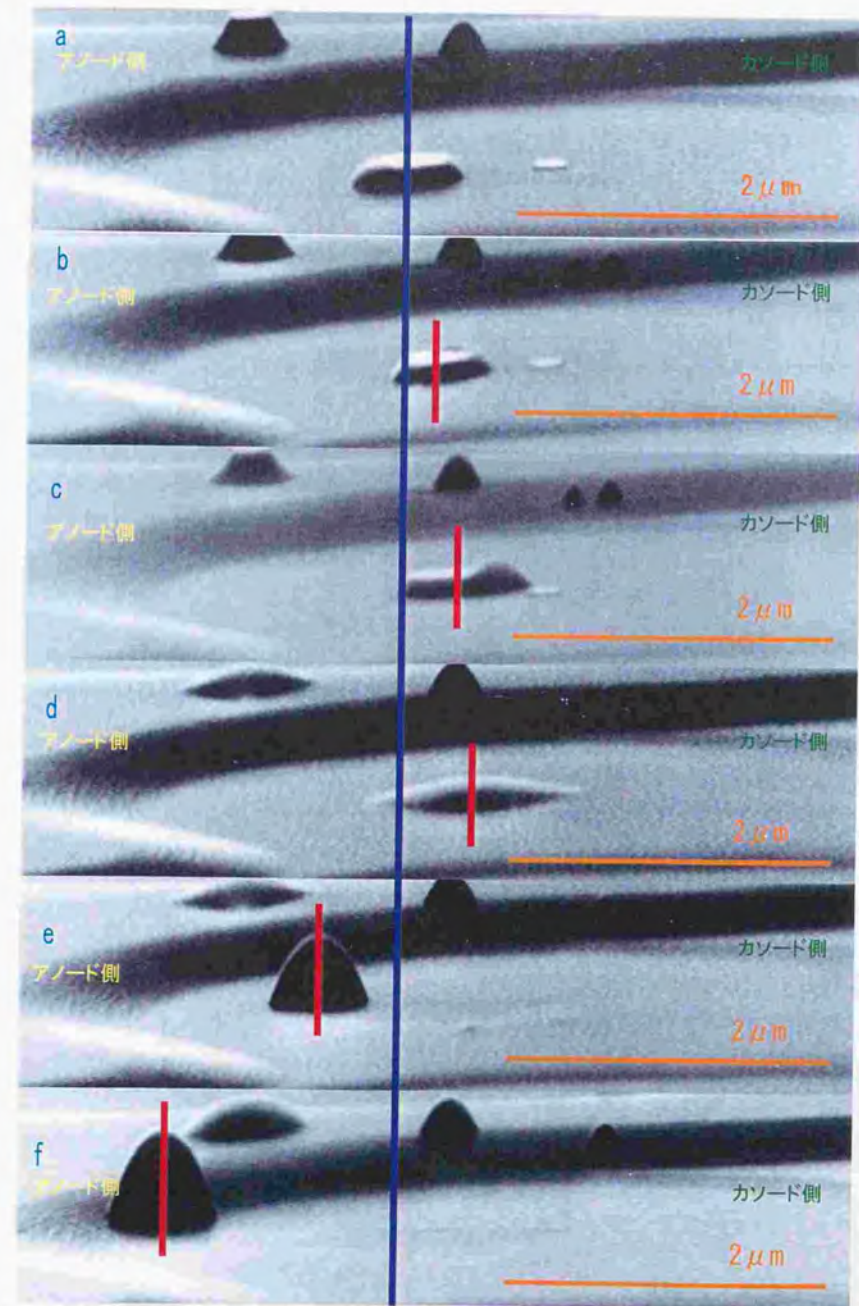


Fig.2-14(a)～(f):430度(200mA)におけるアイランドの融解と  
エレクトロマイグレーションを示すSEM像



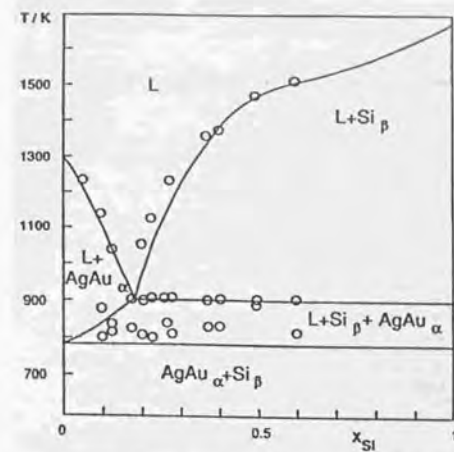


Fig. 2-15 (a) : Au:Ag=1:1の時のAg-Au-Siの相図  
 $\circ$ は実験値[文献2-4]

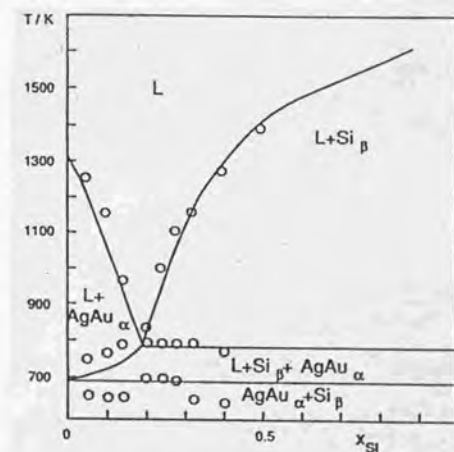


Fig. 2-15 (b) : Au:Ag=7:3の時のAg-Au-Siの相図  
 $\circ$ は実験値[文献2-4]

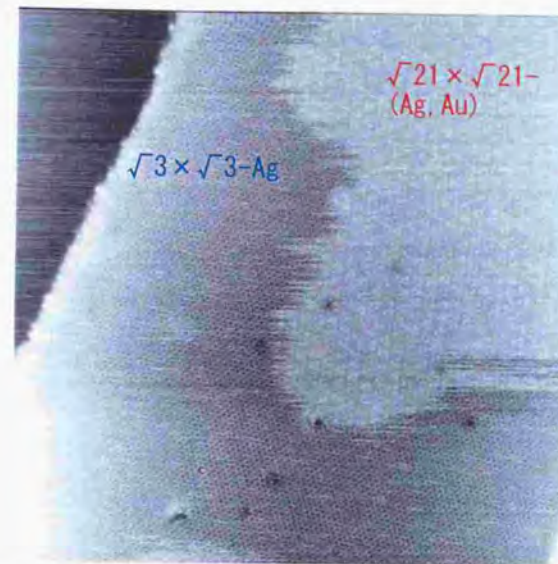


Fig. 2-16 (a): 室温でのSTM像  
試料バイアス-1.60V, トンネル電流0.24nA、60nm×60nm、  
2min/frame

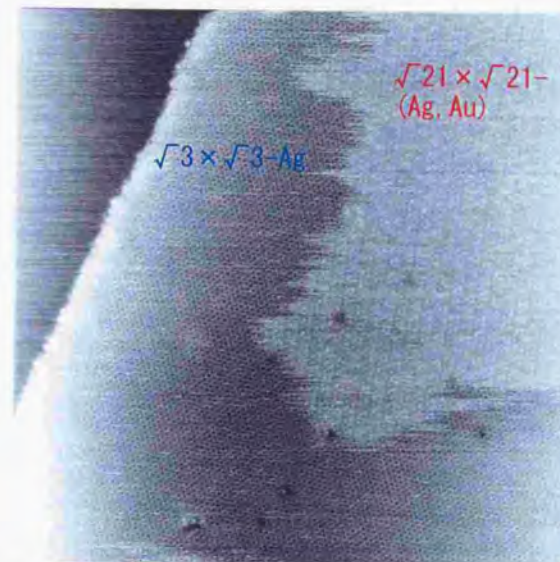


Fig. 2-16 (b): 室温でのSTM像  
試料バイアス-1.60V, トンネル電流0.24nA、60nm×60nm、  
4min/frame



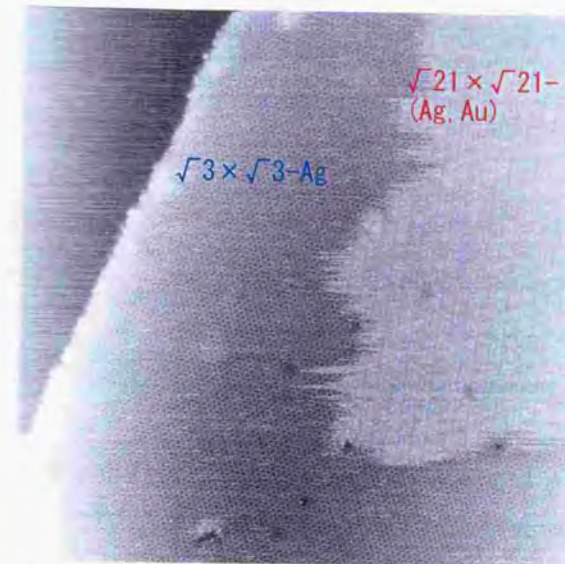


Fig. 2-16 (c) : 室温でのSTM像  
 試料バイアス-1.60V, トンネル電流0.24nA、60nm×60nm、  
 4min/frame

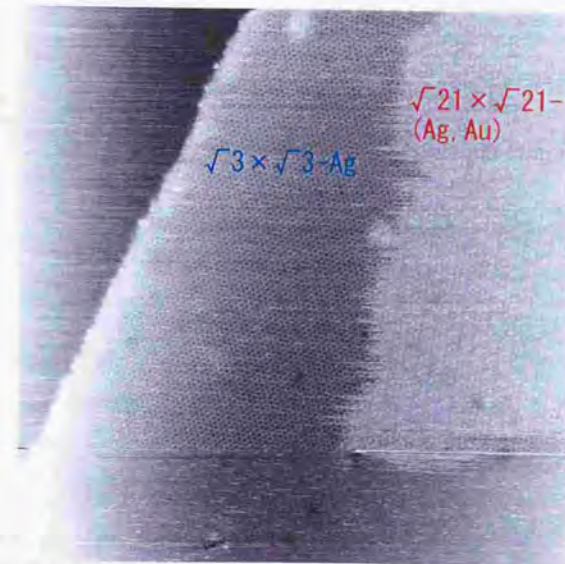


Fig. 2-16 (d) : 室温でのSTM像  
 試料バイアス-1.60V, トンネル電流0.24nA、60nm×60nm、  
 4min/frame

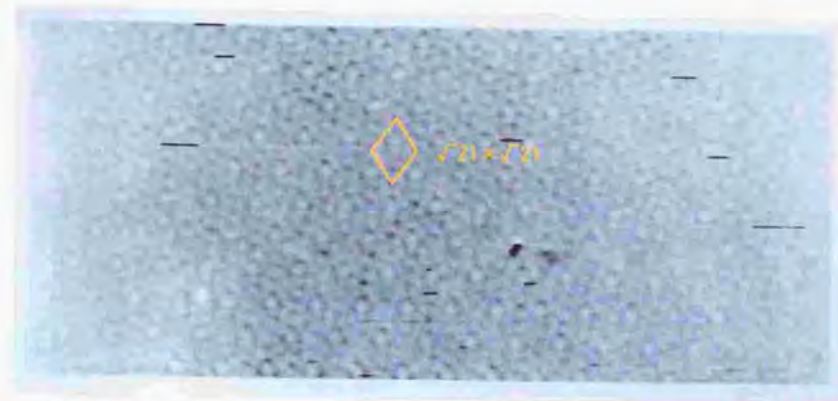
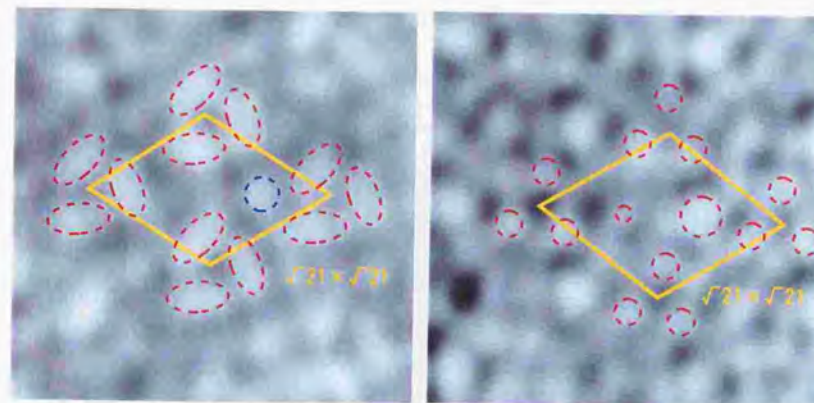


Fig. 2-17

室温でAu:0.33ML蒸着後、400°C付近で数10秒間のアニール後に室温に急冷した時のSTM像  
試料バイアス-0.8V、トンネル電流0.28nA、30nm×13.2nm



○ Au原子の吸着したサイト  
○ Agトライマー

○ Au原子の吸着したサイト

(Fig. 1-xxの表面超構造モデルを参照のこと)

(a) 室温で得られた $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像  
→ IchimiyaらのSTM像と同じ

(b) アニール後に急冷して得られた $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像  
→ NogamiらのSTM像と同じ

Fig. 2-18: 室温及びアニール後に急冷して得られた $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ 表面超構造のSTM像の比較





Fig.3-1:マイクロ4端子板の概観(SEM像)

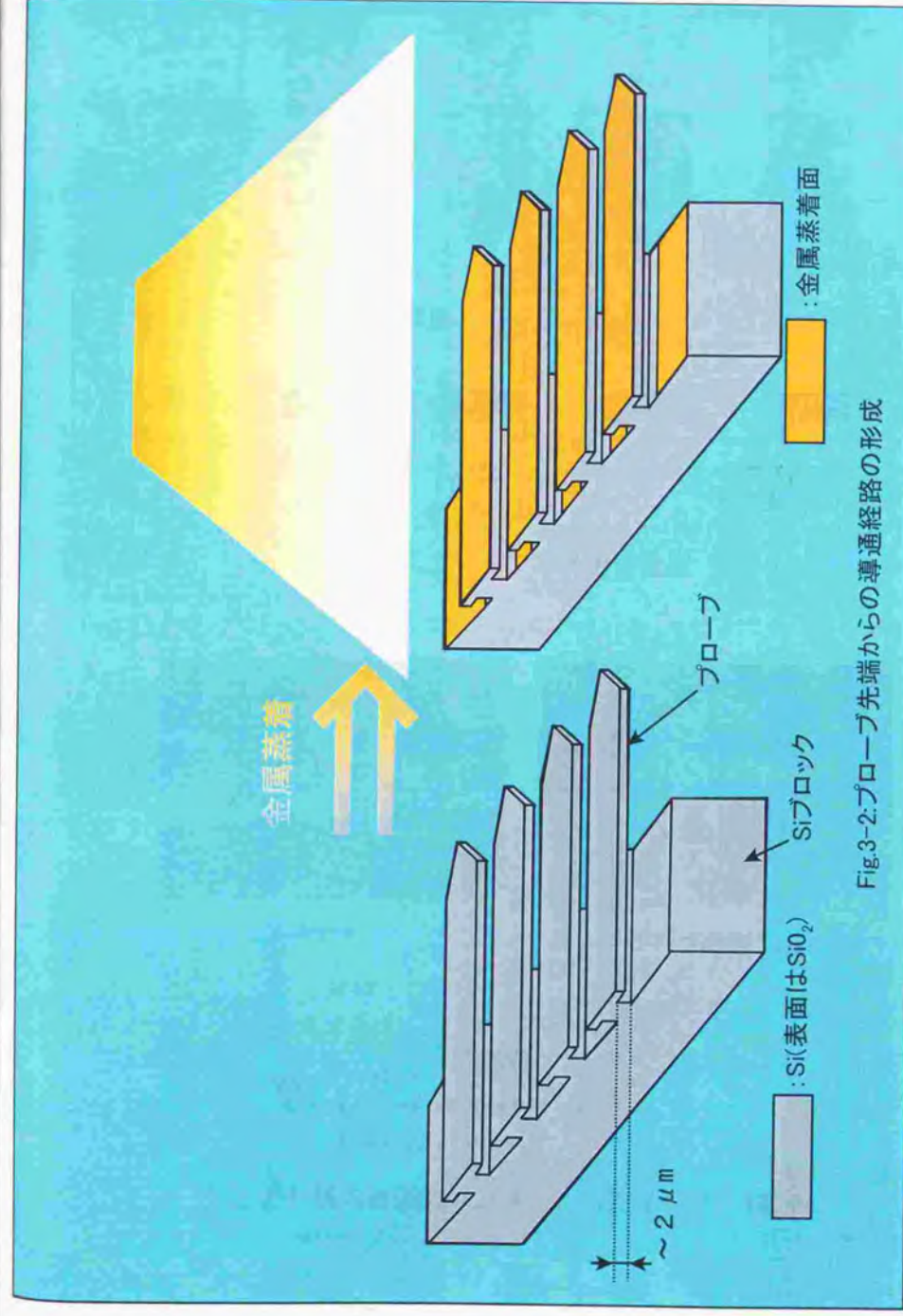


Fig.3-2:プローブ先端からの導通経路の形成



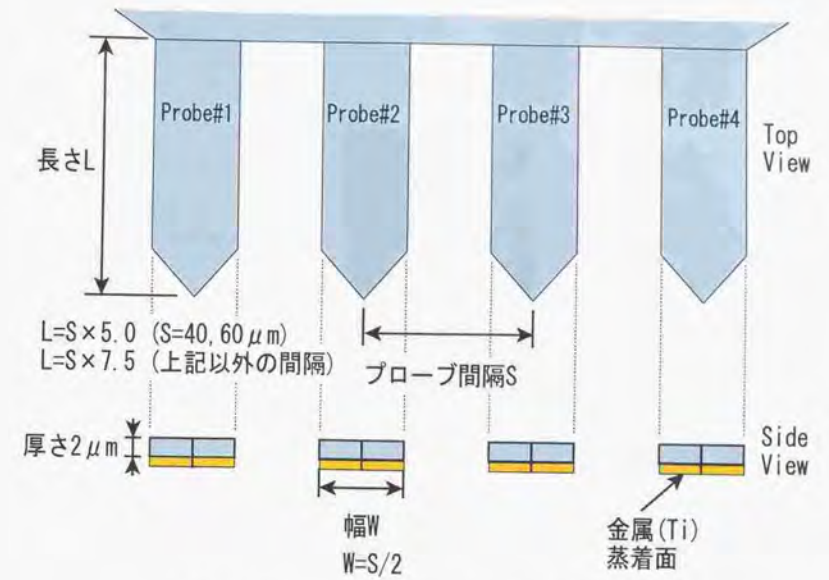


Fig. 3-3: プローブ本体の寸法図

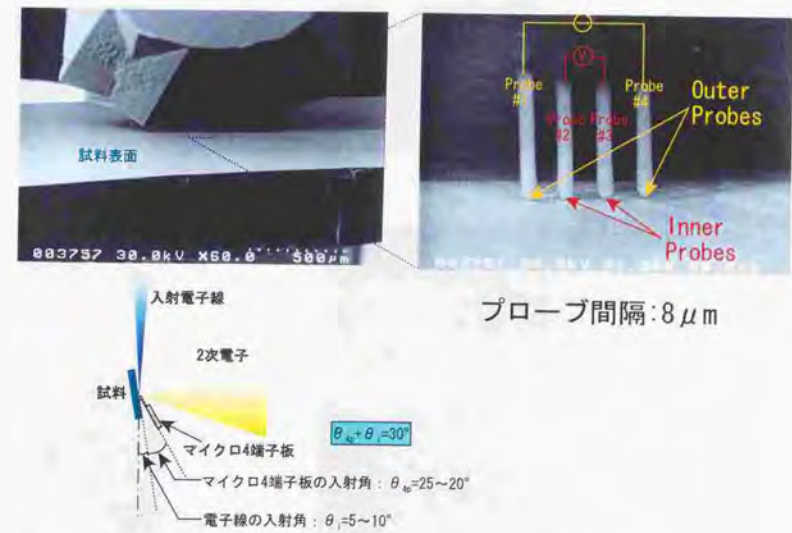
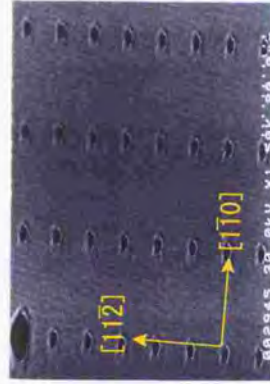
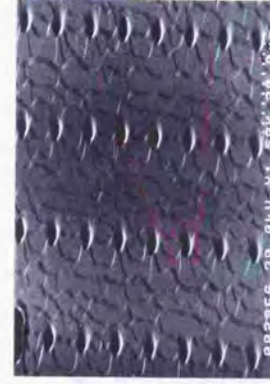


Fig. 3-4: 試料表面にコンタクトしたマイクロ4端子



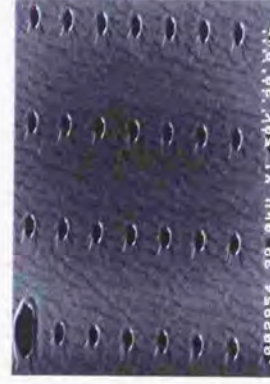
(a) After 30sec. flashing



(c) After 215sec. flashing



(e) 穴の底にステップフリーなテラスが形成される



(b) After 85sec. flashing



(d) After 395sec. flashing



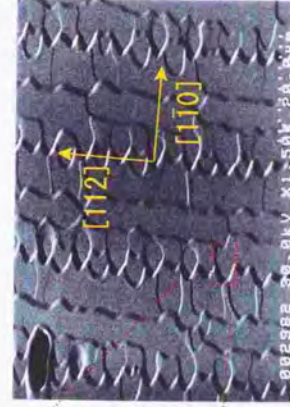
(f) 穴の底のステップフリーなテラスが広がる

Fig3-5: パターニングされた試料表面のフラッシュによるテラス形成過程  
試料通電7.5A[110]方向、1300°C

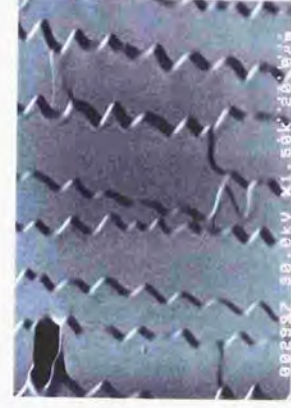




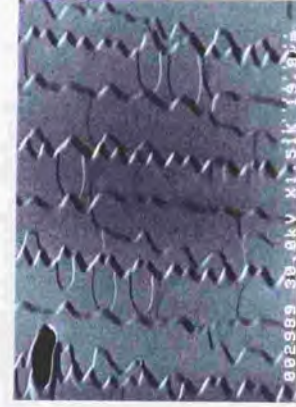
(e) 穴の底にステップフリーなテラスが  
消失して広いテラスを形成



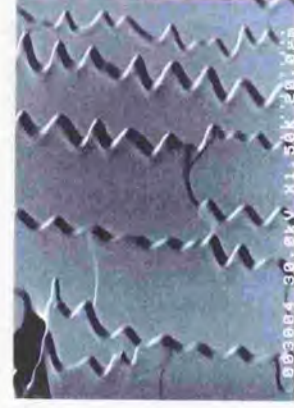
(e) After 485sec. flashing



(g) After 1825sec. flashing



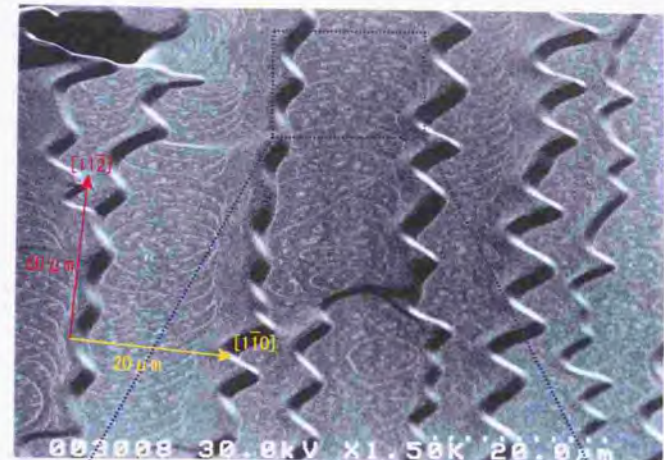
(f) After 725sec. flashing



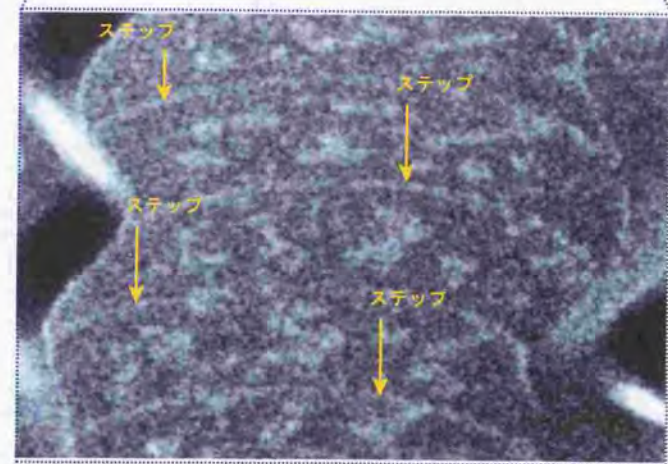
(h) After 3600sec. flashing

(Fig. 3-5の続き)

試料通電7.5A[110]方向、1300°C



(a)  $[112]$  方向には  $8\mu\text{m}$  おきにステップが存在し、 $[110]$  方向にはステップバンチで挟まれた幅  $12\mu\text{m}$  のテラス内にステップが存在しない、もしくは極めて稀に存在する。



(b) 白い曲線はステップにトラップされたAgによる  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  表面超構造ドメイン。その曲線の間はステップフリーなテラスであり、領域内には正三角形のパッチを組み合わせたような多数の  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  表面超構造ドメインが存在する。

Fig. 3-6: Agを0.18ML蒸着したときの表面

(500°C程度でAgを0.5ML蒸着後、室温にて観察)



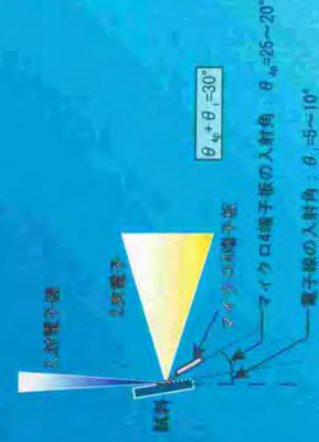
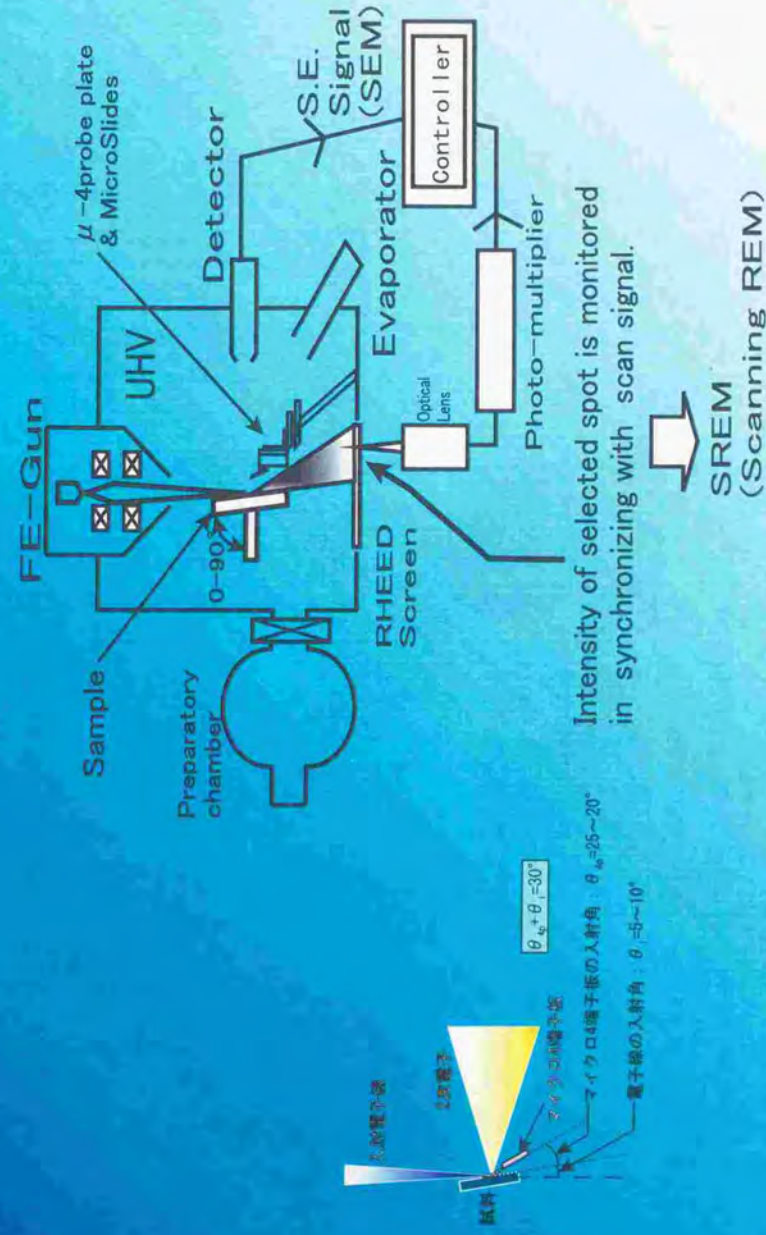


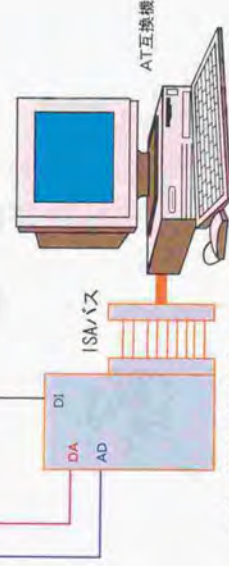
Fig. 3-7: マイクログラフ子板とポジョニングユニットを組み込んだ超高真空SEM-SREM-RHEED複合装置

ブロープ間の電位差を20倍してPCの  
ボード (aISA-A25) に出カ。  
OPA124PBを使用



PCのボード (aISA-A25) からの $\pm 10V$ 入力に対して、  
 $\pm 100 \mu A$ 出力。OPA124PBを使用

2端子法/4端子法切り  
替え等の機能制御



DA (Digital to Analog) : aISA-a25 (DA, AD, DI ボード)

$\pm 10V$ 出力、16bit分解能

AD (Analog to Digital) :

$\pm 10V$ ,  $\pm 2V$ ,  $\pm 1V$ ,  $\pm 0.2V$ 入力 (ソフトウェアにて

レンジ切り替え)、16bit分解能

DI (Digital Interface) :

ブリアンプ内のPhotoMOS switchを制御するために  
 $+9V$ レベルをswitch

Fig.3-8測定系概略図



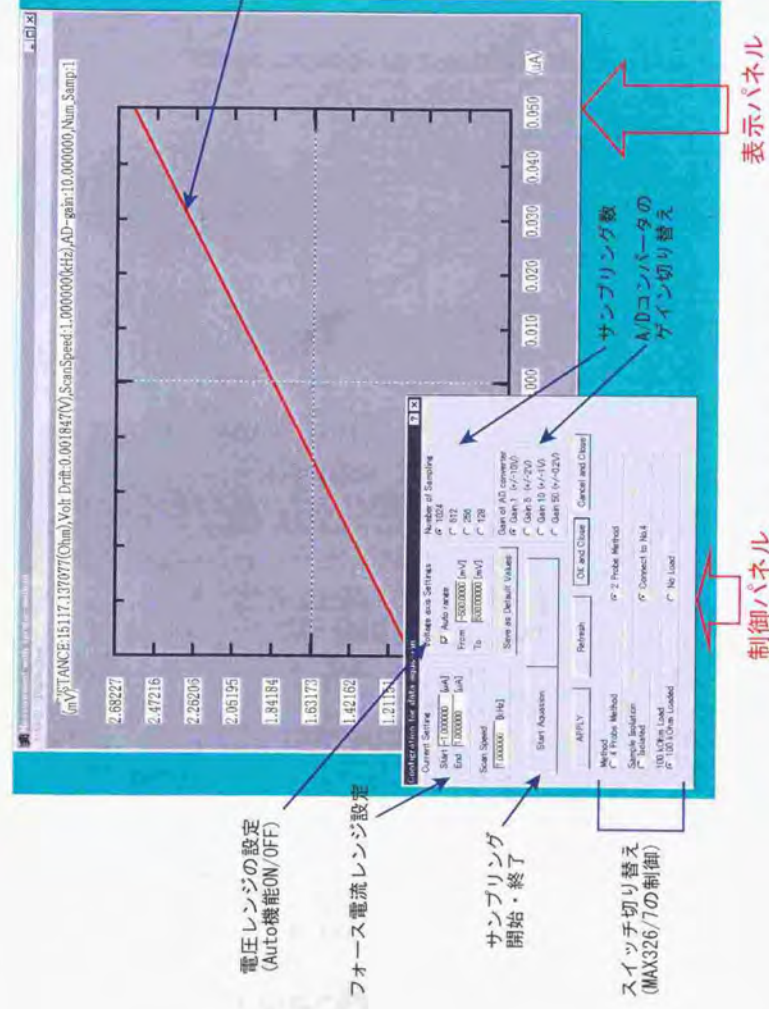
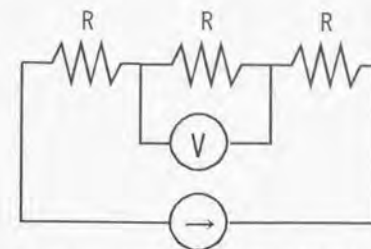


Fig. 3-9: 4端子法測定用ソフトウェアー



(a) テスト回路 R: 金属皮膜抵抗

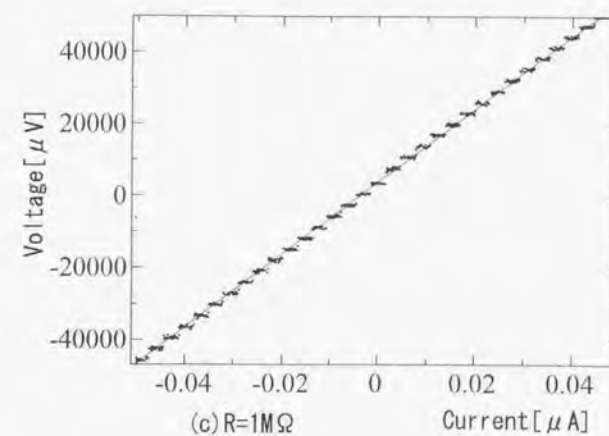
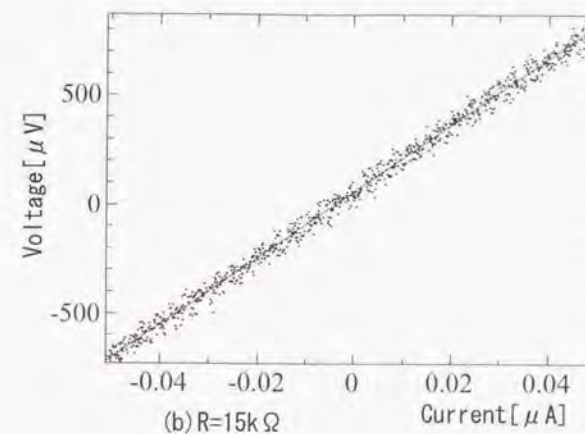


Fig. 3-10 金属皮膜抵抗を用いた時の測定データ



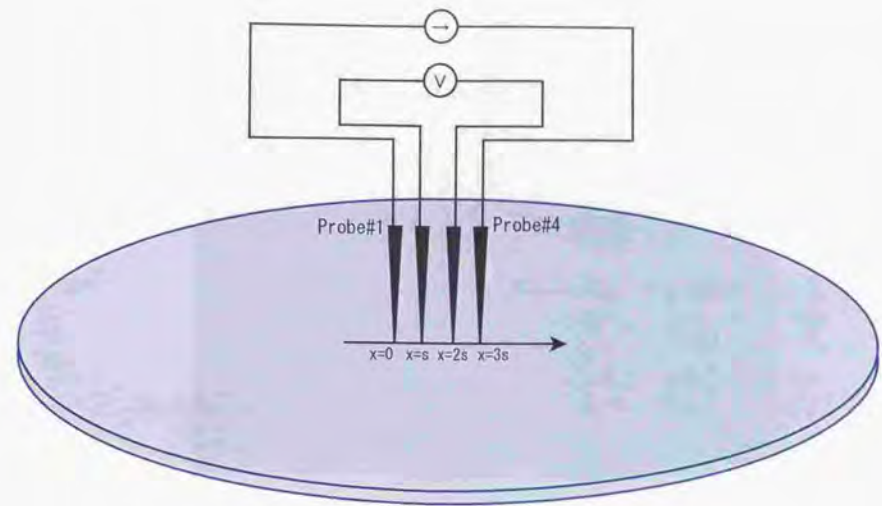


Fig. 3-11: 2次元無限シート上でのプローブの配置

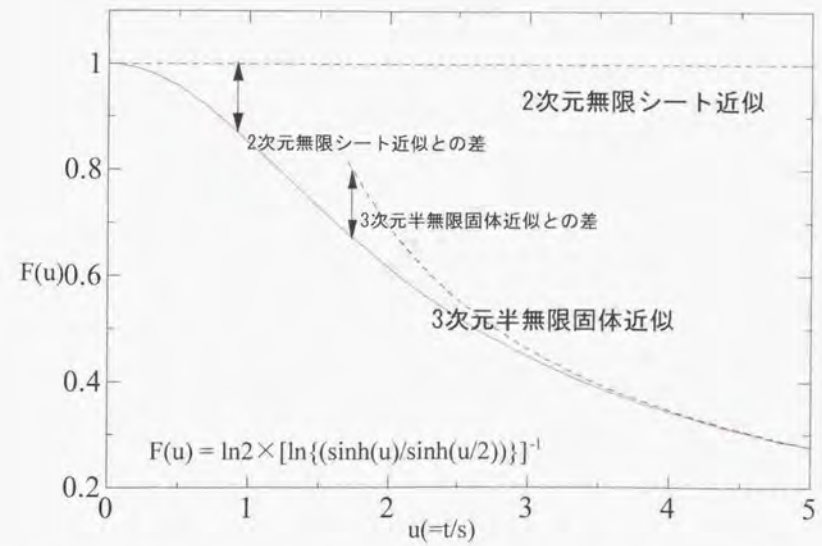


Fig. 3-12: P. A. Schumannらによる厳密解 $F(u)$ と2次元無限シート近似及び3次元半無限固体近似との差

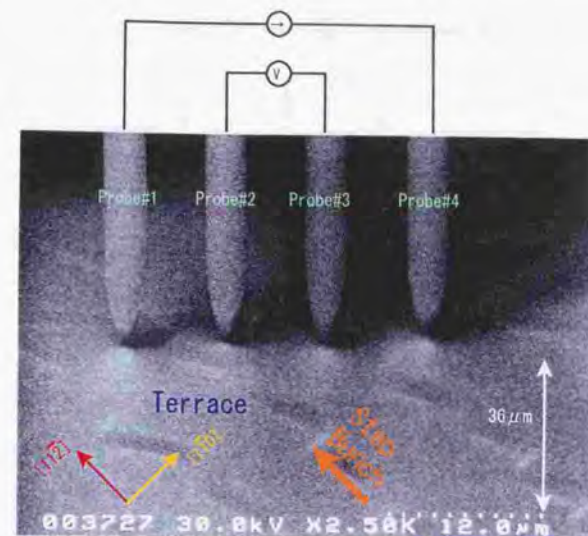


Fig. 3-13 (a) : Inner probesが同一テラス上にあるときに  
コンタクトした時のSEM像

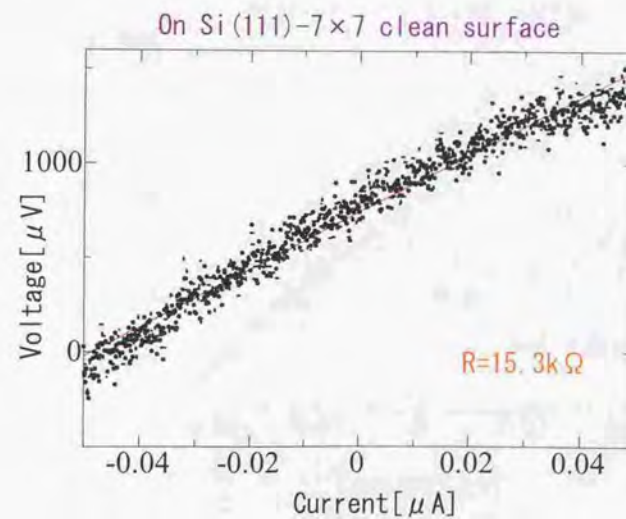


Fig. 3-13 (b) : Inner probesが同一テラス上にあるときの  
表面電気抵抗測定結果



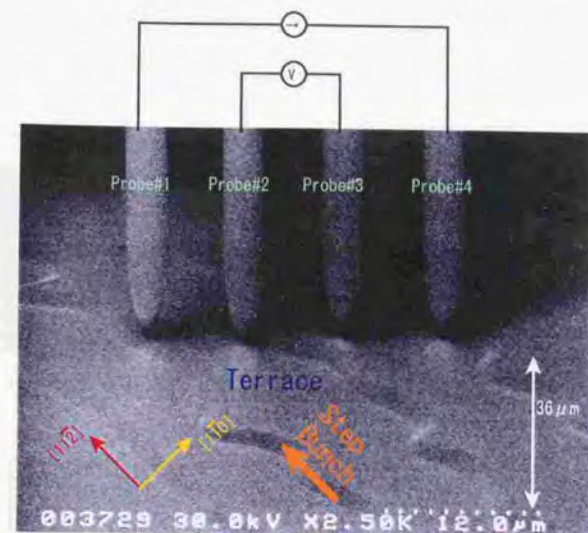


Fig. 3-14 (a) : Inner probesの間にステップバンチがあるときに  
コンタクトした時のSEM像

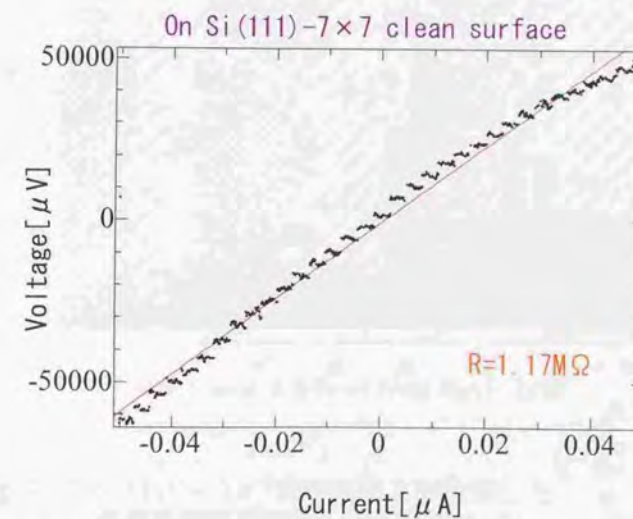


Fig. 3-14 (b) : Inner probesの間にステップバンチがあるときの  
表面電気抵抗測定結果

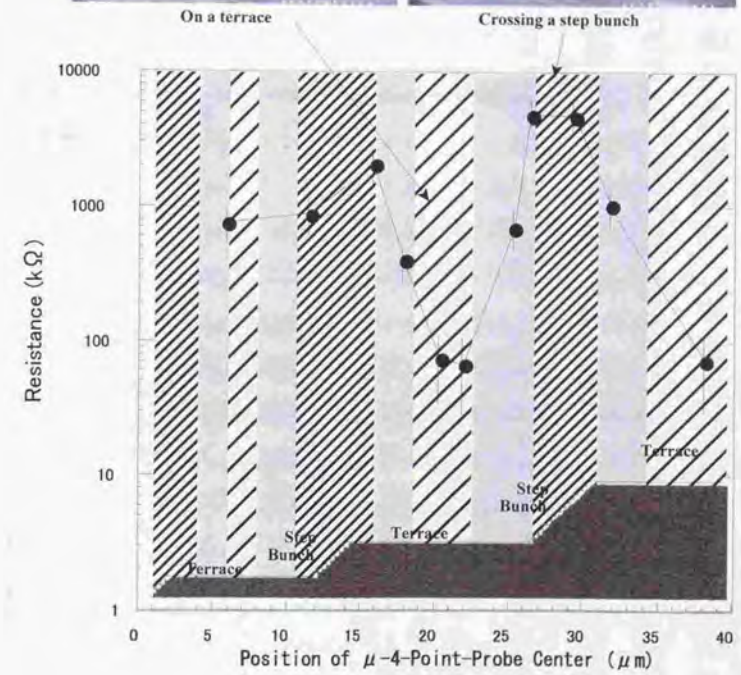
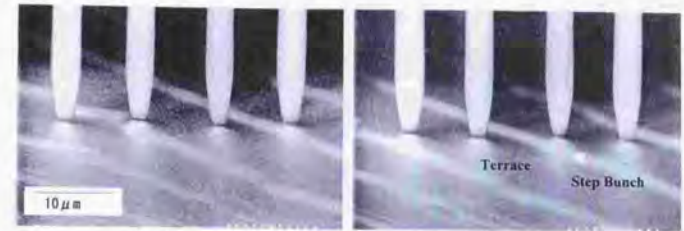
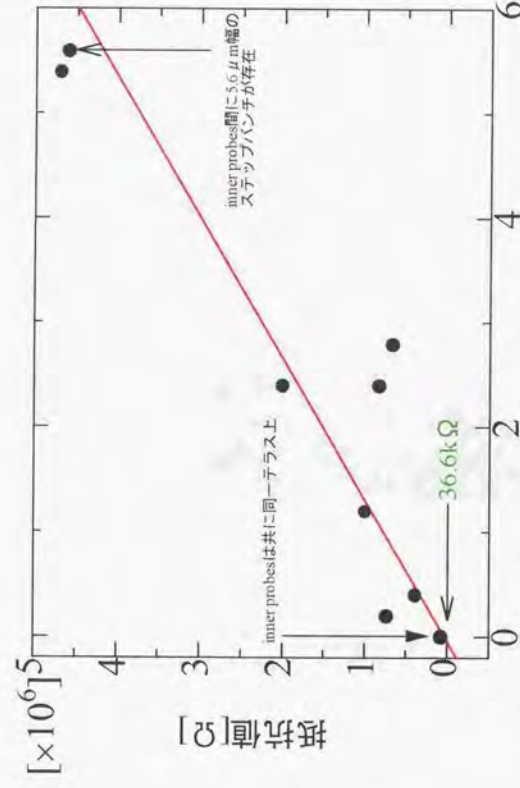


Fig. 3-15: Si (111)- $7\times 7$  清浄表面上で測定した  
表面電気抵抗のラインプロファイル





プローブ間(8  $\mu\text{m}$ )に存在するステップ幅の幅  $\mu\text{m}$

inner probes間が全てステップ幅の時の表面電気抵抗 : 5.91  $[\text{M}\Omega]$

inner probes間が全てテラスの時の表面電気抵抗 : 36.6  $[\text{k}\Omega]$

Fig.3-16:7 清浄表面でのバンチング領域の大きさと表面電気抵抗

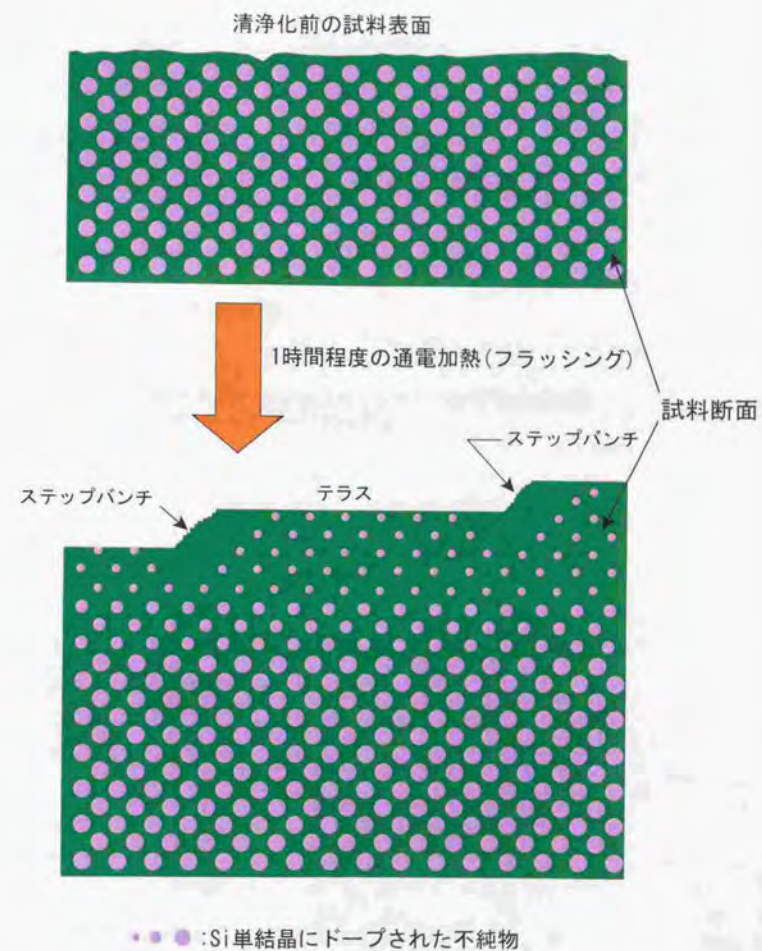


Fig.3-17:通電加熱前後におけるSi単結晶にドーピングされた不純物の表面近傍での分布の変化



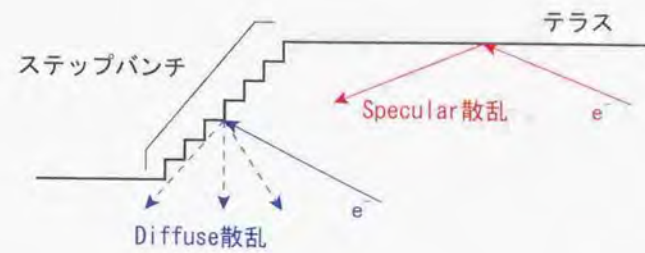


Fig.3-18:ステップバンチおよびテラスでの表面空間電荷層  
チャネルのキャリアの散乱

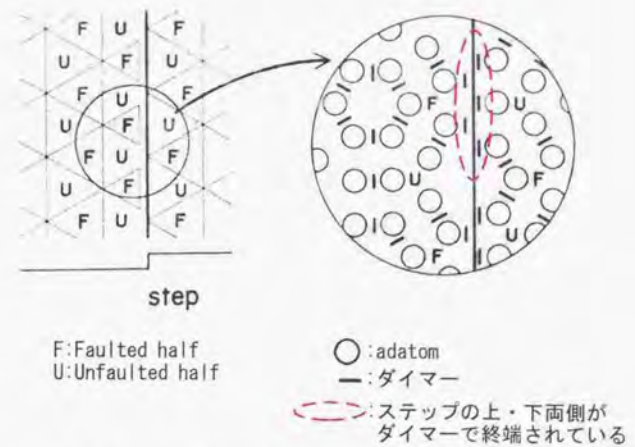


Fig.3-19:Si(111)-7×7清浄表面上のステップ終端の模式図

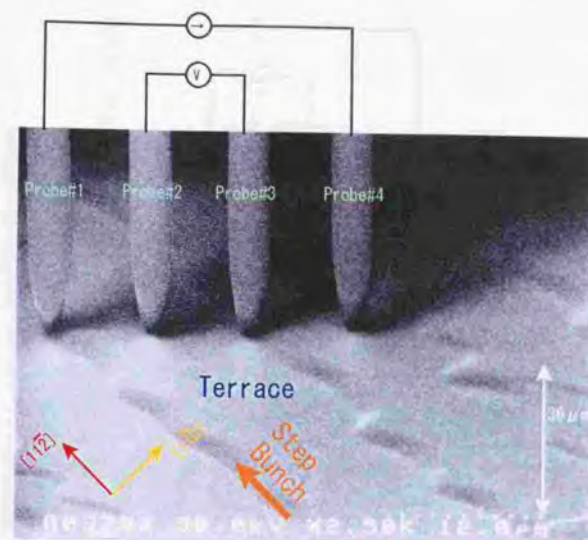


Fig. 3-20 (a) : Inner probesが同一テラス上にあるときに  
コンタクトした時のSEM像

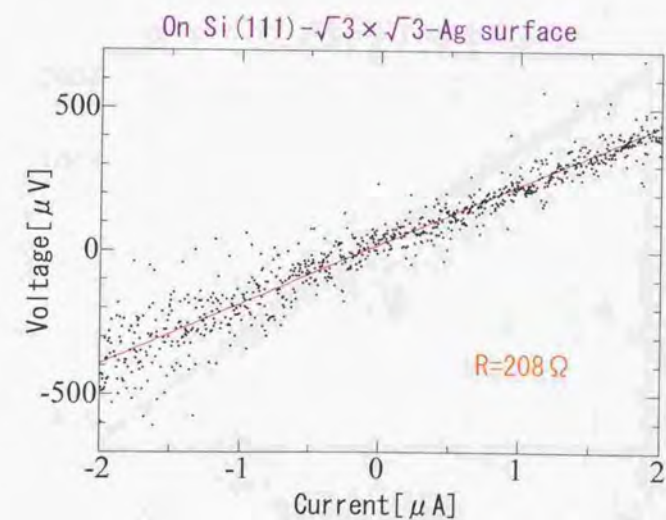


Fig. 3-20 (b) : Inner probesが同一テラス上にあるときの  
表面電気抵抗測定結果



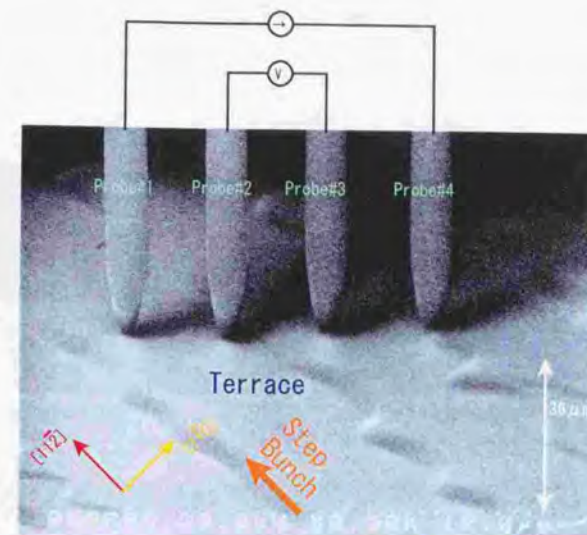


Fig. 3-21 (a) : Inner probesの間にステップバンチがあるときにコンタクトした時のSEM像

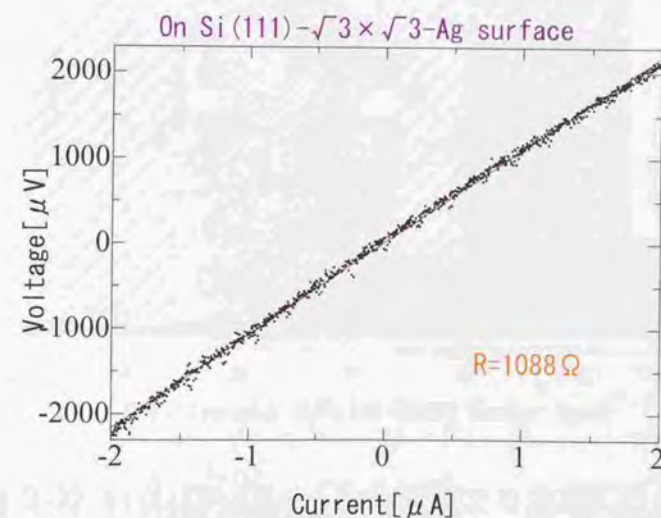


Fig. 3-21 (b) : Inner probesの間にステップバンチがあるときの表面電気抵抗測定結果

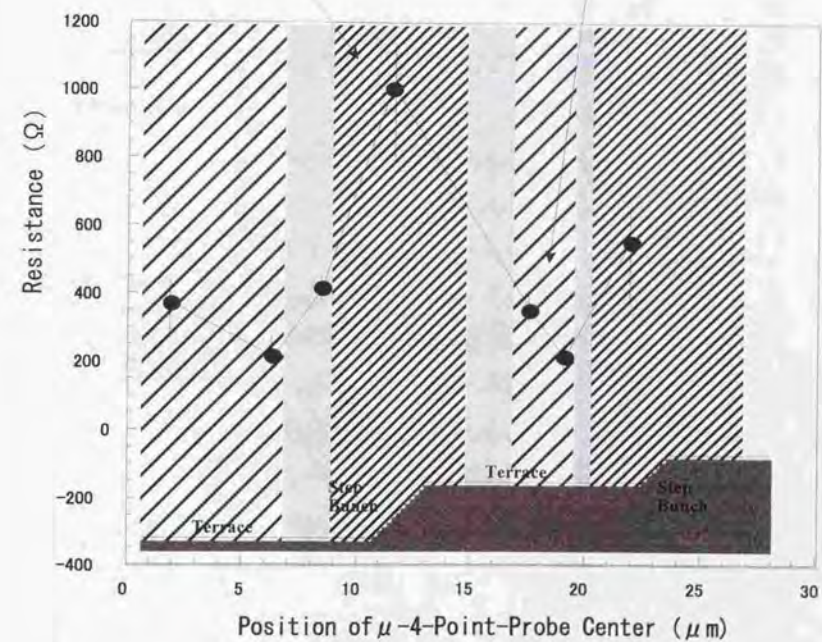
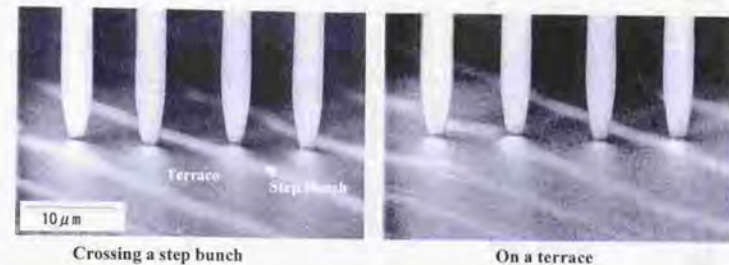
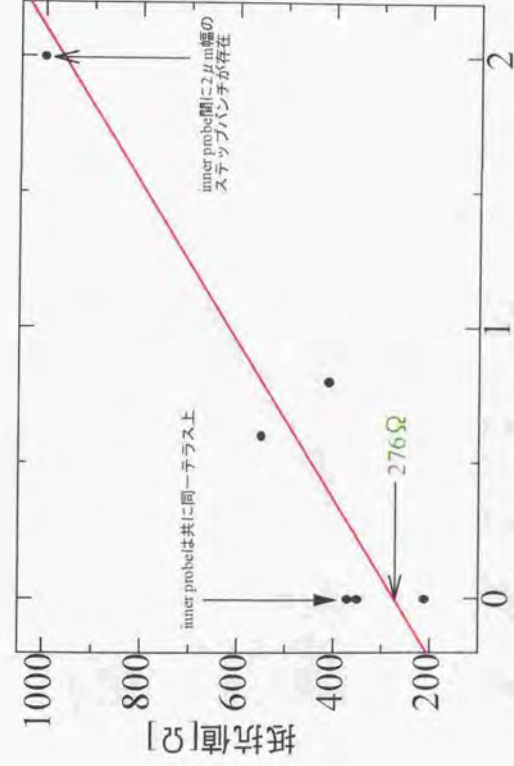


Fig. 3-22: Si (111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面上で測定した  
表面電気抵抗ラインプロファイル





プローブ間(8 μm)に存在するステップバンプの幅 μm]

ステップバンプの表面電気伝導度 :  $7.30 \times 10^{-5} [\Omega^{-1}/\square]$

テラスの表面電気伝導度 :  $8.02 \times 10^{-4} [\Omega^{-1}/\square]$

Fig.3-23:  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag表面でのバンチング領域の大きさと表面電気抵抗

## Influence of Step Bunches upon Resistance

Inner probes are on the same terrace

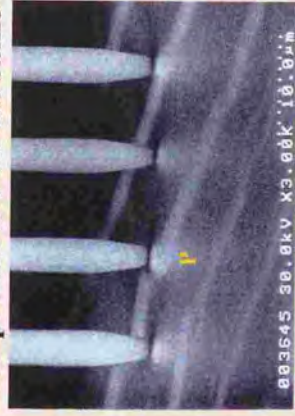


Fig. 3-24 (a) : Inner probes are on the same terrace

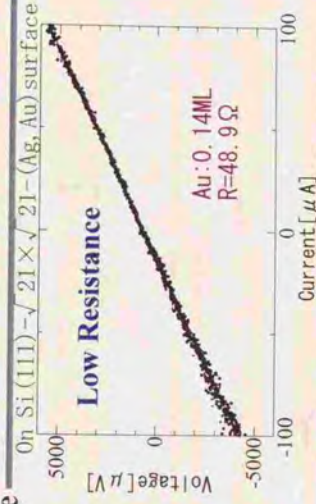


Fig. 3-24(b) : inner probes are on the same terrace

A step bunch exists between inner probes



Fig. 3-25 (a) : inner probes are on the same terrace

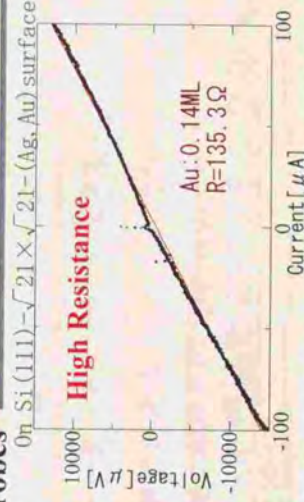
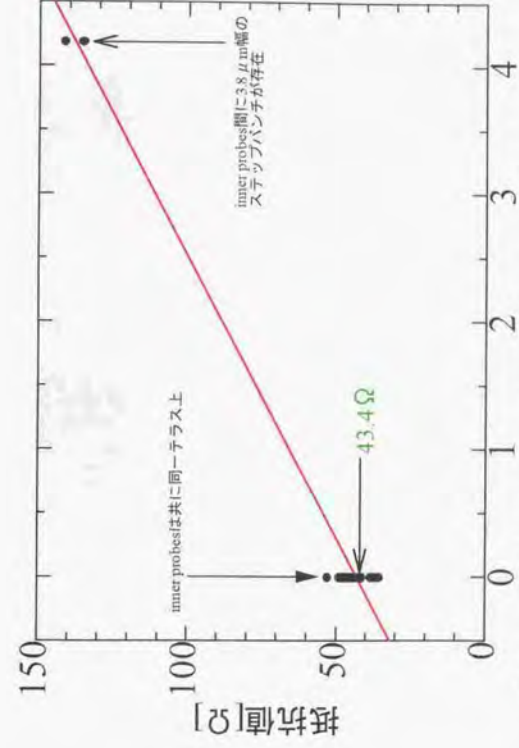


Fig. 3-25 (b) : inner probes are on the same terrace





プローブ間(8  $\mu\text{m}$ )に存在するストリップバッチの幅  $\mu\text{m}$

ストリップバッチの表面電気伝導度 :  $1.35 \times 10^{-3} [\Omega^{-1}/\square]$

テラスの表面電気伝導度 :  $5.09 \times 10^{-3} [\Omega^{-1}/\square]$

Fig.3-26:  $\sqrt{21} \times \sqrt{21}$ -(Ag,Au) 表面でのバンチング領域の  
大きさと表面電気抵抗

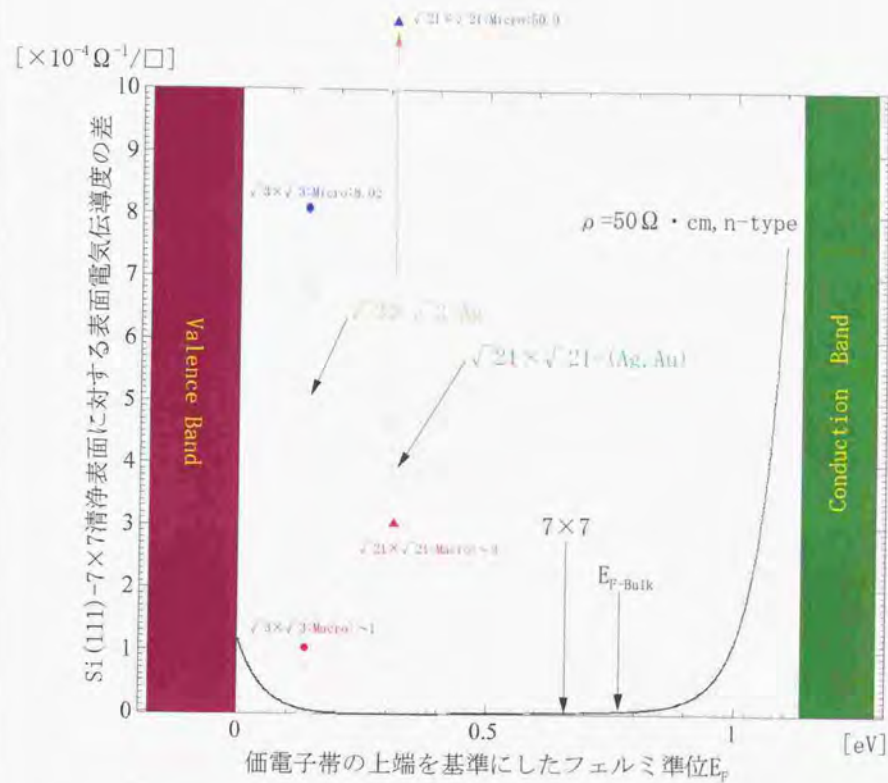


Fig. 3-27: 従来のMacroな測定結果と本研究でのMicroな測定系(マイクロ4端子法)との比較 (黒の実線は、バンドベンディングに対する表面空間電荷層チャネルの電気伝導度を示す。)



Fig. 4-1

超高真空4探針STMシステム

電子銃(for SEM, RHEED, SREM)

I: メイン真空容器

試料トランスファー用ロード

Tipトランスファー用ロード

II: 試料交換用ロードロック

III: Tip交換用ロードロック

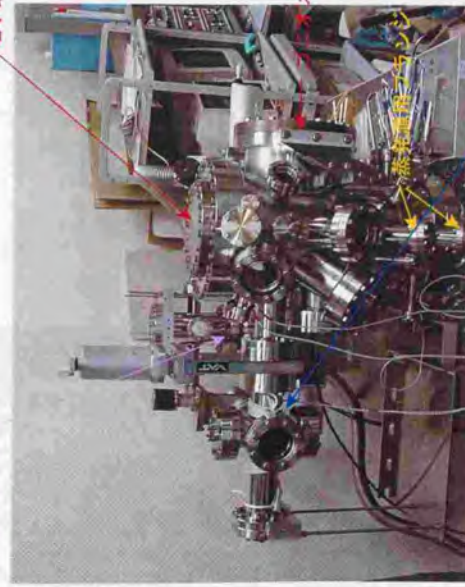
除震台

イオンポンプ

Tipパーキング & トランスファー用ロード

縮尺	材質	目付
1/10		
図題	シミュレーション全系	
図番	(鉛直径: 水平20°、垂直15°)	
図番号		
設計者	東大・理・物・長谷川研 白木一郎	

ターボ分子ポンプ



正面より

電子銃用フランジ



Tip交換用ロードロック

斜め上より

Fig. 4-2: 超高真空4探針STM全系



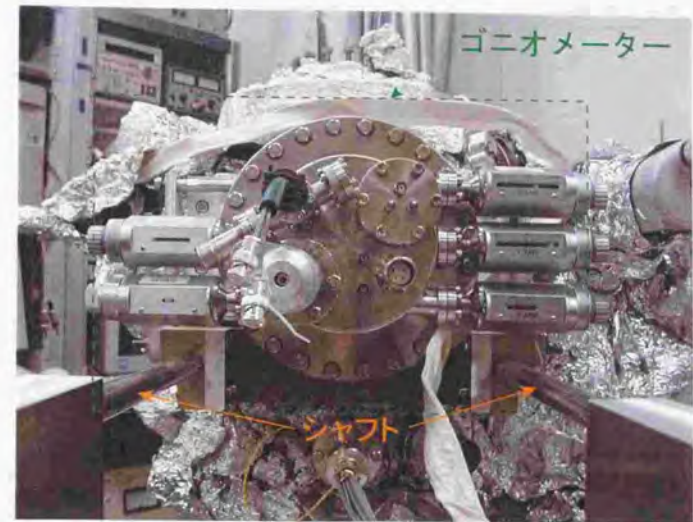


Fig. 4-3: ゴニオメーターの前面図  
ゴニオメーター全体(緑の四角)が手前に  
引き出せる

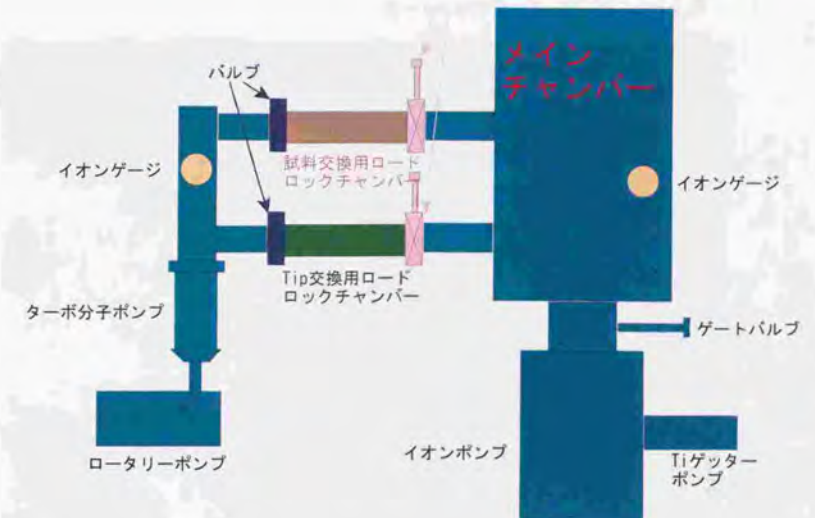
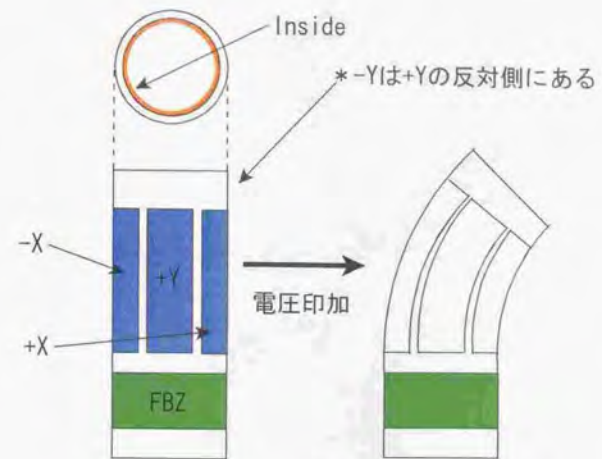


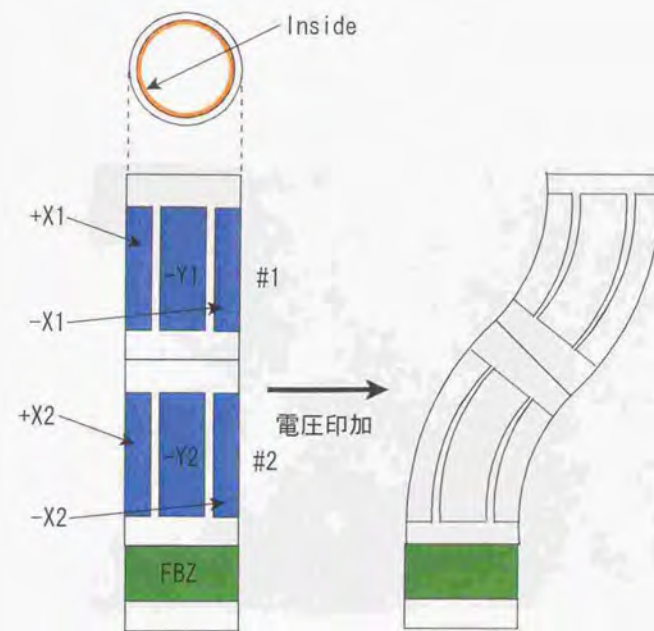
Fig. 4-4: 排気系模式図







(a) 6極チューブスキャナ



(b) 10極チューブスキャナ

Fig. 4-7: チューブスキャナ模式図



Fig. 4-8:ステージ上の模式図

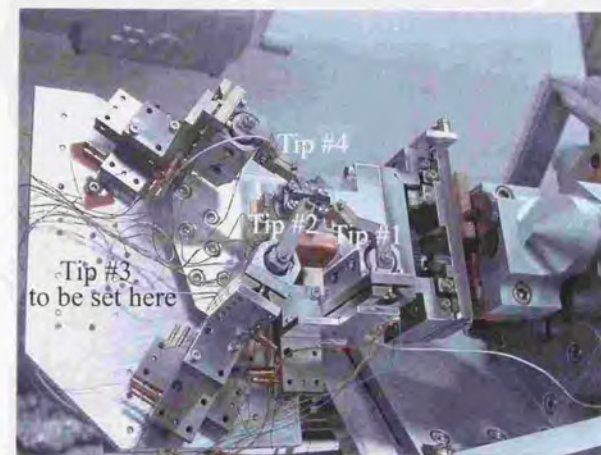


Fig. 4-9:ステージ上の写真





Fig4-10: メインチャンバーの内部構造  
(ステージ周辺)

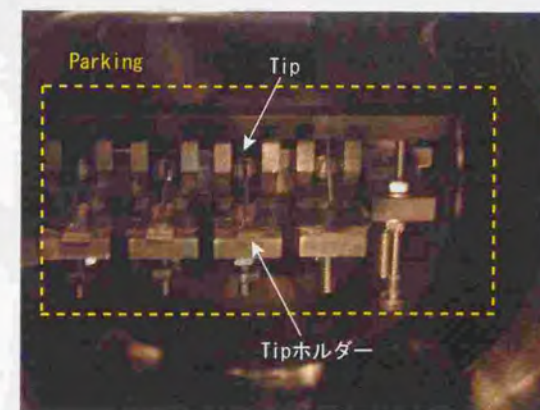


Fig. 4-11: TipホルダーParking

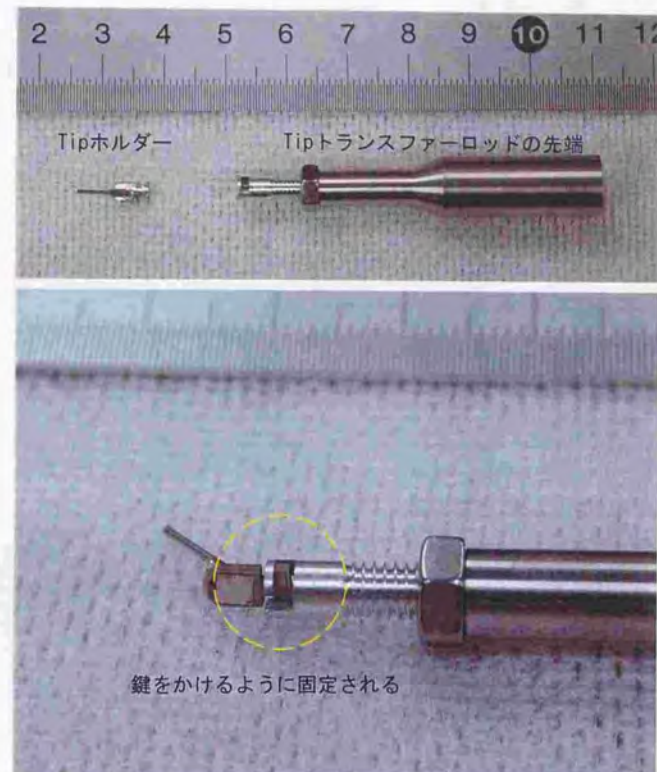


Fig. 4-12: トランスファーロッドへのTipホルダーの受け渡し



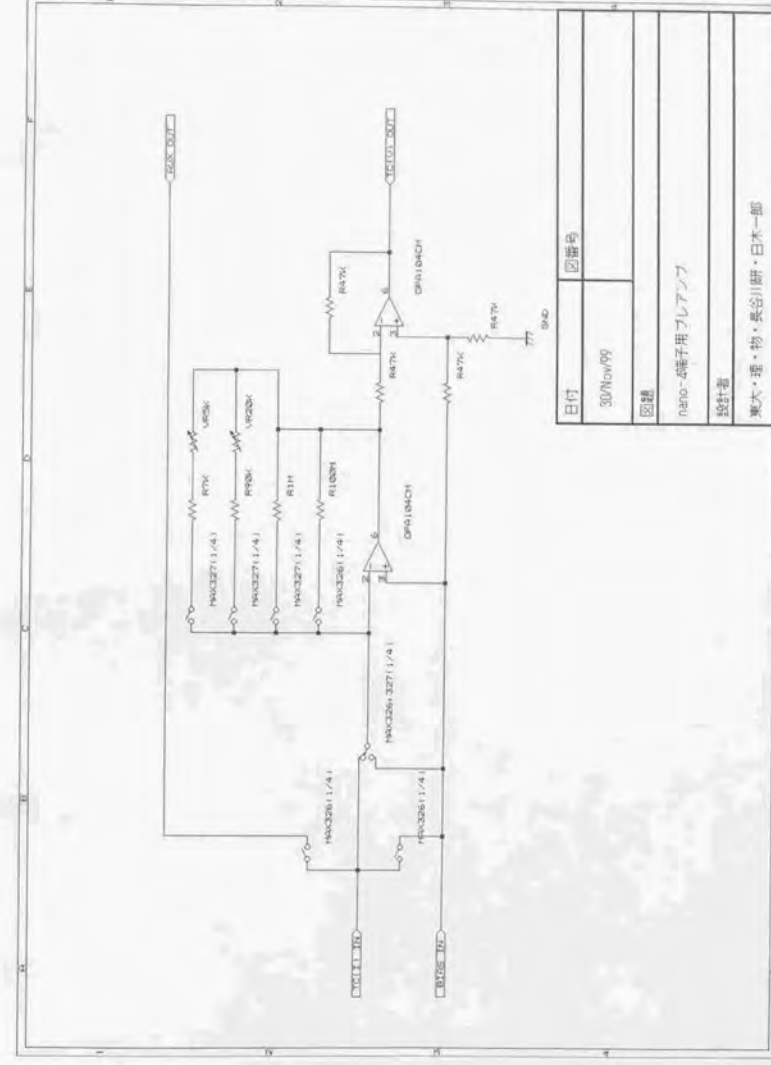


Fig. 4-13: STM/4端子法のための特殊プリアンプ

