

# ガラス・薄膜の表面形状測定技術

日本板硝子テクノリサーチ株式会社

神山 雅好・佐藤 かおり・酒井 千尋

## Micro Topographic Measurements of glass surface and thin films on the Glass Substrate

Masayoshi Koyama, Kaori Sato, Chihiro Sakai

*Nippon Sheet Glass Techno-Research Co., Ltd.*

### Abstract

Micro topographic measurements of glass surface and thin films on the glass substrate are very important for testing and researching opto-electronic materials. The technique of measurement of AFM (atomic force microscope) and 3D-SEM (electron probe surface roughness analyzer) are introduced in detail with several analytical data.

## 1. はじめに

近年、情報電子分野を中心とした新機能商品の開発のスピードアップに伴って、ガラス表面やガラス基板上の薄膜表面に対する観察や測定の重要性は高まっている。その中では、試験評価を中心とした作業が主体となるが、ガラスという絶縁物を対象とするために、原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope) や電子線粗さ測定装置 (Electron Probe Surface Roughness Analyzer) を用いた  $\mu\text{m}$  以下のミクロの領域での表面形状の測定や解析のニーズが高くなっている。

本誌では、これらのニーズに対応できるように、主に原子間力顕微鏡 (以下 AFM とする)

と三次元電子線粗さ解析装置 (以下 3D-SEM とする) について、装置の測定原理や解析方法などに関して実施例を紹介しながら説明する。

## 2. 測定と解析

### 2.1 原子間力顕微鏡 (AFM)

原子や分子を観察する測定手法として、1981年に走査型トンネル顕微鏡 (STM: Scanning Tunneling Microscope) がチューリッヒのIBM研究所のビニッヒ博士とローラー博士によって開発された。STMは、固体試料表面からのトンネル電流を検出物理量とし原子や分子を観察するものであるが、電流の流れる導電体に限られていた。一方、絶縁体においても、原子を観察できるAFMが、1986年にビニッヒ博士らにより開発された。AFMは、試料表面と探針間に働く力を検出物理量としているため絶縁体も観察することが可能となった。近年、STMやAFMのような装置を「走査型ブロー

顕微鏡(SPM: Scanning Probe Microscope)」と呼び、様々な分野で使用されている(文献1)。

### 1) 原理

AFMの測定では光てこ方式が用いられている(図1参照)。図1で、探針であるマイクロプローブはカンチレバーと呼ばれ、三角形又は短冊状の片の先端に形成されており、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ やSi製が最も多く使用されている。半導体レーザー光をカンチレバーの背面に当て、その状態でカンチレバーを試料表面に近づけると、カンチレバーに原子間力が働き、カンチレバーがたわむ。このたわみ変位に対して反射したレーザー光を4分割のフォトディテクターで検知し、カンチレバーのたわみ変位を一定に保つように、チューブピエゾスキャナにフィードバックすることで、表面凹凸形状を得ることができる。

### 2) 測定

AFMでは以下のような測定が可能である。

#### 2-1) コンタクトAFM

AFM測定の基本となるモードで、カンチレバーと試料間に働く原子間力(引力または斥力)によって、表面形状を測定する。原子像等の高分解能の測定に適している。

#### 2-2) FFM(摩擦力顕微鏡)

カンチレバーと試料間に働くカンチレバーのねじれ変位を検出し、試料表面の摩擦力を測定する手法。

#### 2-3) 液中コンタクトAFM

柔らかい試料の観察や液中での試料表面の変化をその場観察する測定方法。

#### 2-4) VE-AFM(マイクロ粘弾性測定モード)

カンチレバーまたは試料を周期的に共振させ、試料表面の変形を検出し、相対的な分布マッピングを測定するモード。

#### 2-5) DFM(ダイナミックフォースモード)

カンチレバーを共振させ、試料表面との原子間力を検出して表面形状を測定する。比較的、吸着力が大きいものや表面凹凸の大きなものなどの測定に適した表面形状測定法。

#### 2-6) MFM(磁気力顕微鏡)

磁性膜がコートされたカンチレバーと試料間に働く磁気力を検出して、磁区観察ができる測定手法。

#### 2-7) KFM(表面電位顕微鏡)

導電性のカンチレバーを振動させながら、カンチレバーと試料間の静電容量を検出することにより、表面電位分布を測定する方法。

### 3) 観察例

図2は、コンタクトAFMでガラス基板上のTi膜の表面形状を $5\mu\text{m}$ の領域で測定した結果である。コンタクトAFMは、原子像レベルの測定に良く使用されるが、金属膜などの導電性膜の測定にも十分に活用できる。図3は、上記に示した図2中の任意の断面を選択してその断面形状を解析した例である。このように、AFMは表面形状を三次元的に表示するだけでなく、任意の断面形状でも解析できる。

図4はソーダ石灰組成のガラス表面で、 $1\mu\text{m}$ の範囲をDFM(サイクリックコンタクトモード)で測定した結果である。コンタクトAFMでも測定することは可能であるが、

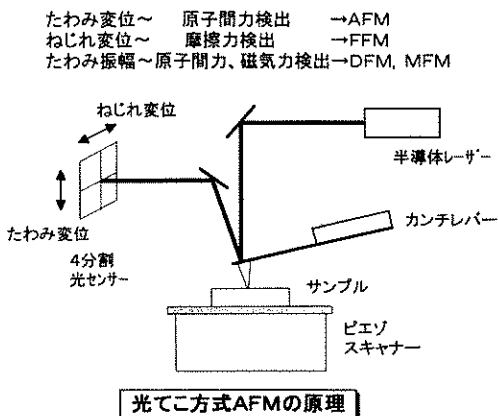


図1 AFMの測定原理

DFMは吸着力の大きな試料、凹凸の大きな試料及び帯電しやすい試料の測定に対して非常に有効なので、ガラスのような試料においては適した測定方法である。

図5はMFMにより磁気テープの表面形状と磁区パターンを測定した結果である。絶対値の測定はできないが、N/Sの周期がどのようになっているか、また記録ノイズがどの程度あ

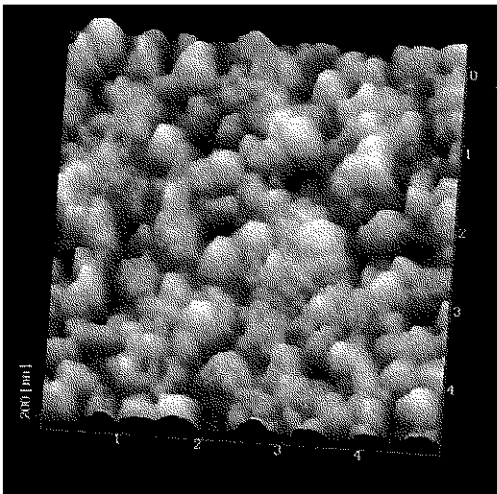


図2 AFMによるTi膜の測定結果

るかなどを高分解能で測定することが可能であり、同時に同じ場所の表面形状も観察可能である。

2.2 電子線三次元粗さ解析装置 (3D-SEM)

1) 原理

走査電子顕微鏡 (SEM) を使用して二次元で測長を行う場合には、SEMで着目している2点の距離が写真の面内の2点間距離であれば、平面方向から撮影したSEM像でよいが、溝や穴の深さ等を測長する場合は、その測長したい断面で試料を切断し、断面観察試料を作製しなければならない。しかしながら、所望の場所で正確な切断を作製することは容易なことではない (FIB: 集束イオンビームを用いて任意の断面での試料を作製することも可能であるが、複数箇所と同時に試料調整することは効率的、コスト的にも困難である)。

SEMで三次元的に形状を測定する方法としては、ステレオ写真から計算する方法<sup>2)</sup>と表面の傾斜角度と二次電子 (反射電子) 強度の関係を用いて積分計算する方法がある。試料面に電子線を照射することにより発生する二次電子の放出強度は、入射角の増大と共に単調に増大する<sup>3)</sup>。また、その放出強度の角度分布も電子

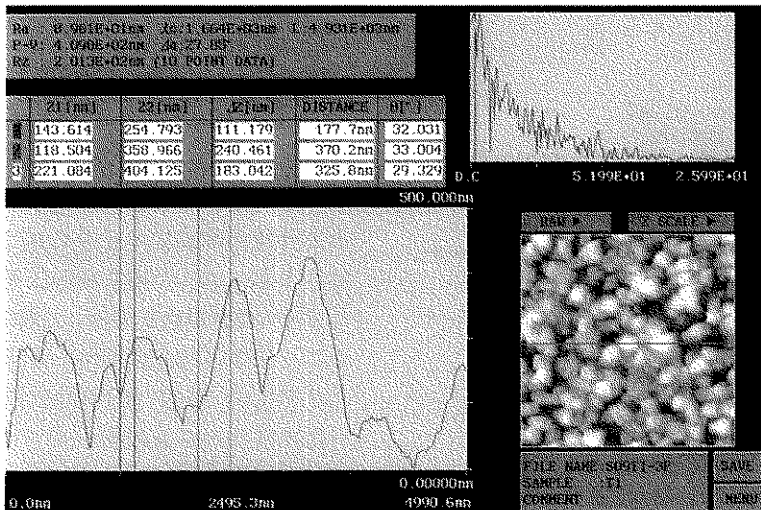


図3 三次元データから任意の三次元解析の結果

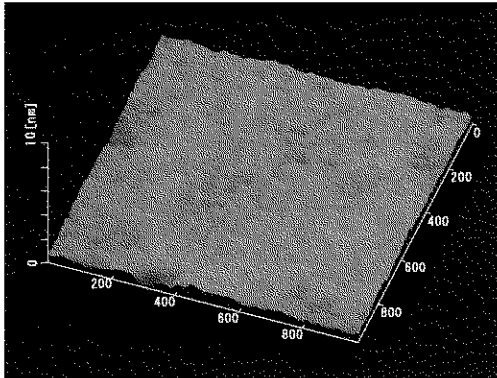


図4 AFMによる板ガラスの表面形状の測定結果

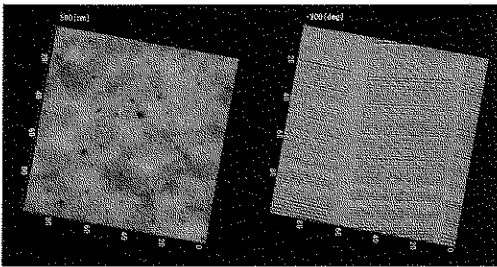


図5 MFMによる表面形状と磁化分布の測定結果

線入射角度と共に変化する。そのため表面形状測定を行うためには差分信号が必要となるためA, Bの一对の二次電子検出器が必要になる。図6に示すように、表面傾斜角 $\theta$ におけるA, B両検出器からの二次電子強度をa, b, 垂直入射における二次電子強度をそれぞれ $a_n, b_n$ として、kを比例定数とすると、(1)式に示すような関係式が成り立ち、 $\theta$ が75度以下の場合には良い近似を示す<sup>3)</sup>。

$$\tan \theta = k(A^2 - B^2) / (A_n^2 + B_n^2) \quad (1)$$

この電子線三次元粗さ解析装置（以下3D-SEMと記す）は、4個の二次電子検出器を鏡体の四隅に配置し、2個の検出器をA、もう2個の検出器をBとして使用するものである。それぞれの方向に発生した二次電子の差を取ることで入射電子線に対する試料表面の傾斜角を計算し、それを積分することにより表面

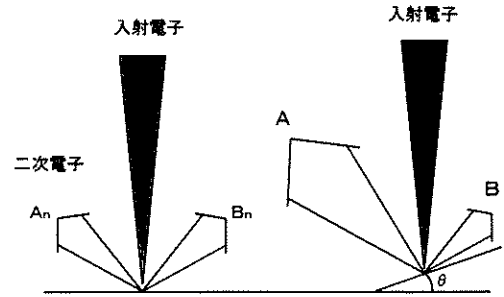


図6 3D-SEMの測定原理

形状の測定を行う。したがって、深さ方向の2点間距離の測定でも3D-SEMを使用して三次元形状データを得てから、任意の場所の二次元形状を得ることができるため、所望の穴や溝の深さも計測が可能となり、試料の切断は必要としない。基本的にはSEMで観察できる表面の形状測定が可能である。測定領域(X-Y方向)もAFMよりは広い範囲まで可能であり、 $\mu\text{m} \sim \text{mm}$ まで幅広く測定できる。微小領域の三次元表面形状測定や粗さ解析の方法としては、すでに紹介したAFMは非常に有用であるが、mmオーダーの大きな範囲での測定やカンチレバーでは追従できないような非常に段差の大きい形状の測定は不得意である。その短所をカバーできるのが3D-SEMである。

## 2) 観察と測定

図7は、片側(A)の検出器だけで撮影したレンズアレイの平面SEM像を示す。この像からは、六角形のものか窪みなのか膨らみなのかは不明である。(A)の検出器は写真に対して左側の上下の隅に対応する位置にある。六角形の左側が白くなっているのは、この部分が(A)側の検出器が二次電子を取り込み易い向きに傾斜していることを示している。したがって、このことからこの六角形は膨らみになっていることがわかるが、図7では視覚的にもまた直感的にも三次元的な形状は非常にわかりづらい。

次に同じ場所を3D-SEMで測定した三次元像を図8に示す。このデータからは、この六

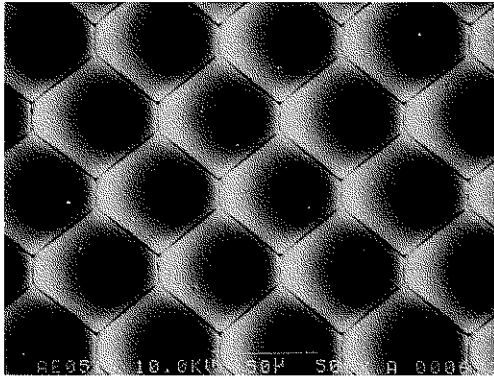


図7 表面形状を撮影したSEM写真

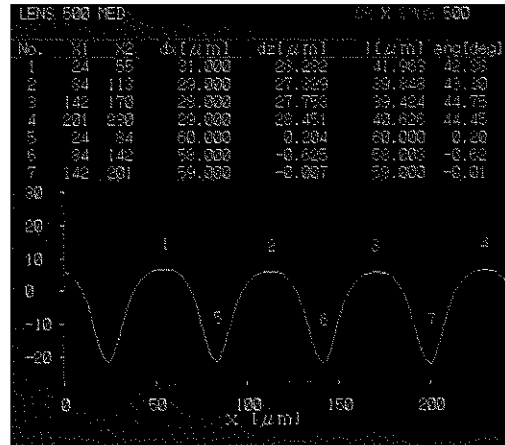


図9 三次元データから二次元解析の結果

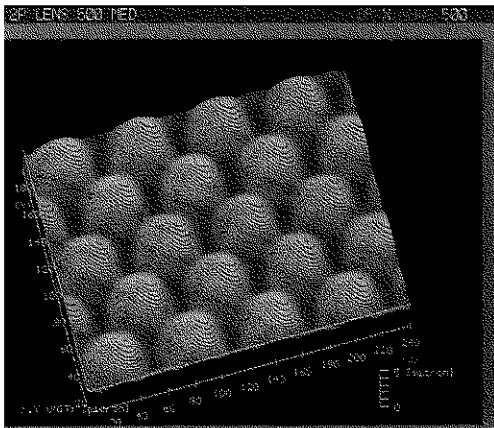


図8 3D-SEMによる表面形状の解析結果(鳥瞰図)

角形内部は膨らみになっていることが一目瞭然である。このデータから取り出した任意の部分の二次元プロファイル像(一走査線のデータ)を図9に示す。これは六角形の中央を横に切るようにして取り出したデータであるが、六角形の内部は明らかに凸状になっていることがわかる。図9の右上に、この二次元プロファイルから得られた測長データを示す。碗状の膨らみの幅は58~60 $\mu\text{m}$ であり、その高さは約28 $\mu\text{m}$ であることがわかる。

以上の結果から、3D-SEMでは、測定した三次元像から、粗さ解析(Ra, Rmax, Rz)も可能である。ここで、Raは中心線平均粗さの

ことであり、各走査線毎に計算する。粗さ曲線とその中心線に挟まれた部分の面積をその走査距離で割ったものである。Rzは測定データ中の一走査線分についての粗さ解析であり、平均線に平行で且つ、断面曲線を横切らない直線から、縦倍率の方向に測定した最高から5番目までの山頂の標高の平均値と、最深から5番目までの谷底の平均値との差を通常 $\mu\text{m}$ で表したものである。Rmaxとは平均線から計った一番高いところの標高から一番低いところの標高を引いた標高差である。JIS規格に準じた粗さ解析を行う場合は、その測定方法(測定点数等)について確認する必要がある。

### 3. 表面観察への応用

AFM測定には、上記の説明以外にも測定可能な項目もあり、今後も新たな可能性を秘めた評価技術として、さらに発展して行くであろう。溶液中でのAFM測定は、ガラスや薄膜の表面に関して、溶液中での変化を連続的にその場観察できるので、洗浄やエッチングの分野でも適用できるのではないと思われる。また、AFMは表面形状を測定しているため、付着物か試料そのものの形状であるかの区別は非常に困難であるが、FFMやKFM等の摩擦力や表

面電位等を測定することで分離できる可能性もある。ただし、非常に解釈が難しいのでどこまでできるかは今後の検討課題であろう。

3D-SEM に関しては、径が細く深い穴の深さの方向の測定等、その底面からの二次電子が取り出しにくい場合は実際の深さよりも浅い測定結果が得られてしまうことがある。測定したデータの信頼性については別途確認する必要がある場合が出てくる。

#### 4. 終わりに

表面の形状の観察は、従来から SEM や触針式の膜厚計（あるいは段差計）などを用いて行われてきた。しかしながら、三次元的に定量性が求められるようになり、さらに微小領域の測定のニーズが高くなると、AFM や 3D-SEM

などの測定技術が求められるようになってきている。これらの測定技術は、単なる形状の測定に止まらず、表面物性の測定に関しても有効な手段となってきた。

今後も、周辺の評価技術と組み合わせながら、AFM や 3D-SEM の計測技術の向上が求められる。そのためには、多くの試験評価を通しながら実績を作っていくことが必要である。

#### 参考文献

- 1) 森田清三著「走査プローブ顕微鏡のすべて」工業調査会 (1992).
- 2) 電子顕微鏡学会編：走査電子顕微鏡の基礎と応用，共立出版株式会社 (1983).
- 3) 堀内繁雄，弘津禎彦，朝倉健太郎編：電子顕微鏡 Q & A，アグネ承風社 (1996).
- 4) エリオニクス ERA-4000 取り扱い説明書.