

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760097

研究課題名(和文) 全方位高感度検出型ナノピペットプローブの開発と微小開口の内部形状測定に関する研究

研究課題名(英文) Study of dimensional measurement of micro-hole by using a high-sensitivity probing system with a nanopipette ball probe

研究代表者

伊東 聡 (Ito, So)

東北大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：00624818

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円、(間接経費) 1,050,000円

研究成果の概要(和文)：本研究ではマイクロメートルスケールの微細構造物の寸法計測のため全方位高感度検出型ナノピペットプローブの開発に取り組んだ。中空のガラス製ナノピペットの先端に高精度ガラス微小球を取り付けることによって、直径10マイクロメートル未満の微小な先端プローブ球を有する全方位検出マイクロスタイラスを作製した。また測定対象との接触検出にはシアフォース検出を応用した表面水膜層との相互作用力検出を用いた。開発したプロービングシステムは全方向に対してナノメートルオーダーの変位検出分解能とサブナノメートルオーダーのプロービング精度で計測できることを実証した。

研究成果の概要(英文)：A new type probing system has been developed for the dimensional measurement of micro-holes. The stylus used in this study is consisted of a glass nanopipette and micro glass sphere. By attaching the micro-sphere at the edge of the glass nanopipette, the stylus tip with the diameter of less than 10 micrometer can maintain the uniform shape from all directions. The contact detection between the stylus tip and the measuring surface can be realized by utilizing the method of shear-force detection which employ the interaction force owing to the meniscus layer. It has been verified that the developed probing system has the ability to measure the dimensional measurement with nanometric resolution and sub-micrometric measurement accuracy by using the nanopipette ball stylus.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：計測工学 ナノメトロロジー 寸法計測 シェアフォース プロービング スタイラス ナノピペット
微小球

1. 研究開始当初の背景

マイクロメートルオーダーの微小開口を有するノズルやスリットは、基板やフィルム上への様々な機能性材料の塗布やパターンニングに広く用いられている。近年では、これらのマイクロノズルやマイクロスリットを用いて導電性材料をパターンニングし、“印刷”するように電子デバイスを作製するプリンタブルエレクトロニクスに注目が集まっている。パターンニングの微細化や高密度化の発展に伴い、ノズル開口部分の直径やスリット幅の寸法もミリメートルオーダーからマイクロメートルまで微細化している。さらに作製されるデバイスの性能や歩留りはマイクロ開口および開口内部の寸法や形状に大きく影響されるため、開口部寸法をサブマイクロメートルオーダーの精度で測定し、評価することが重要になっている。巨視的な測定対象の寸法計測には 3 次元座標測定器 (Three-dimensional coordinate measurement machine: 3D-CMM) が広く用いられている。しかしながら、一般的な 3D-CMM で用いられる測定子直径は数 10 μm 以上であり、マイクロメートルオーダーの微小開口内部に挿入して計測を行う事は難しく、またナノメートルオーダーの測定精度を実現することは困難である。ナノメートルスケールでの形状計測法として原子間力顕微鏡や走査型トンネル顕微鏡に代表される走査型プローブ顕微鏡はナノメートルオーダーの高い分解能を有しているため広く用いられているが、検出方向は一軸方向に限定的であるため全方位検出ができないため、微小開口内部の寸法形状計測には不向きであった。

2. 研究の目的

マイクロ開口内部の寸法および形状計測のために、全方位高感度検出型ナノピペットプローブを提案する。全方位検出プローブのために、ガラス製中空ナノピペットを用いた高い形状精度を有するマイクロスタイラスを提案する。またスタイラス測定子と測定試料表面との高感度な接触検出をメニスカス層との相互作用力を応用し実現するプロービングシステムを試作し、ナノメートルオーダーの変位検出の分解能とサブマイクロメートルオーダーのプロービング精度により寸法計測できることを実証する。

3. 研究の方法

(1) 微小球付ナノピペットスタイラスの製作

球状測定子を有するスタイラスは全方位に対して均一な形状を維持できるため、全方位検出に用いることができる。また 3D-CMM における測定精度は測定子の形状誤差にも影響されるため、球状測定子には高い真球度と直径精度が要求される。しかしながら、高い形状精度を有するマイクロスケールの球状測定子をスタイラスの先端に形成するこ

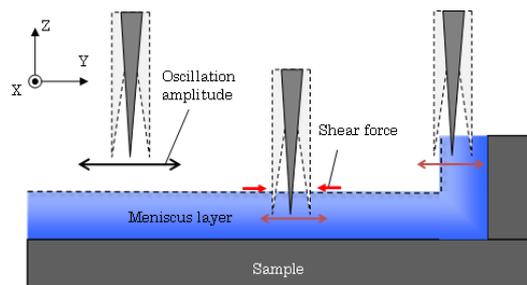


図 1. メニスカス層との相互作用力検出

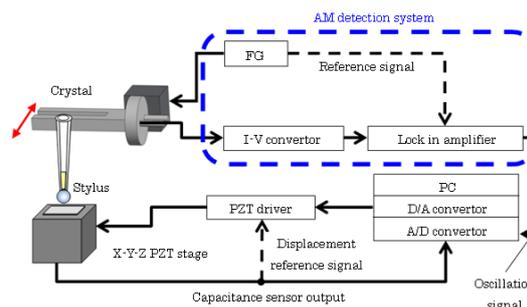


図 2. プロービングシステムの概要

とは困難である。そこで本研究では、スタイラスシャフトとして中空ガラスナノピペットを用い、先端に高精度なマイクロシリカ球を取り付けることで球状マイクロ測定子として使用する。ガラスナノピペットは先端に微小開口を有しており、毛細管現象によって内部に接着剤を充填することができる。これにより接着面積が増加し、接着強度を向上することができる。また測定子として用いるマイクロシリカ球は、その製造過程において表面張力により高い真球度と均一な直径が保たれている。シリカ微小球は接着剤によりナノピペット先端に固定されるが、接着剤の表面張力により自然とナノピペット開口中央に配置され固定される。結果として、高い真球度と均一な直径を有する球状測定子を持つ微小球付ナノピペットスタイラスを容易に作製することができる。

(2) メニスカス層との相互作用力検出を用いた高感度検出プロービングシステムの開発

マイクロスタイラスはシャフトの小径化のために、測定子と測定対象表面の接触に起因する抗力(測定力)により容易にたわみが生じてしまう。スタイラスシャフトのたわみはプロービング精度の低下を引き起こすため、シャフトをたわませることなく高感度に測定子と測定対象表面との接触を検出することが必要である。本研究のプロービングシステムでは、測定子と測定対象表面との接触検出にメニスカス層との相互作用力検出を用いた(図1)。メニスカス層とは大気中の水蒸気

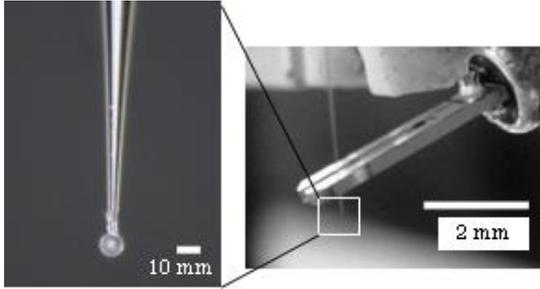


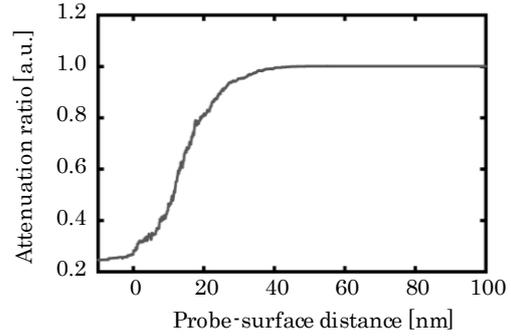
図 3. 微小球付ナノピペットスタイラス

に由来する水分で形成された水膜層であり、大気中に置かれた測定対象表面に自然と存在することが知られている。水平方向に振動させた測定子を試料表面のメニスカス層に接近させると、水膜の粘性抵抗による外力が測定子に作用する。結果として、スタイラス振動の振幅、位相および周波数に変化が生じる。メニスカス層の厚さは大気中の湿度や測定対象物の表面エネルギーの影響を受けるが、数 nm から数 10 nm 程度である。メニスカス層との相互作用力を検出する事により、測定子と試料表面間の接近をナノメートルオーダーの分解能で検出できる。スタイラス振動の検出には音叉型水晶振動子の圧電効果を利用したセンサを作製し、振動変化を高感度に検出する電子回路およびソフトウェアを作製する。図 2 には試作するプロービングシステムおよび寸法測定システムの概要を示す。また作製したプローブの分解能およびプロービング精度を実験的に評価する。

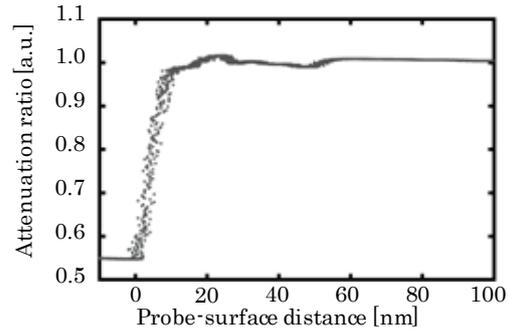
(3) 寸法計測システムの構築

本研究で提案する微小球付ナノピペットプローブと座標測定器を有する超精密位置決めステージを組み合わせることによって、マイクロメートルスケール微細対象物の寸法計測システムの構築を行う。微小球付ナノピペットプローブはスタイラス振動の変化に基づいて測定子と測定対象間の接近および接触を検出することができる。接触点の座標は位置決めステージ内の座標測定装置により取得される。しかしながら、一旦メニスカス層と接触したスタイラス測定子には水膜の凝着力が作用するため、凝着力の影響なく繰り返しプロービングを行う測定手順を検討する必要がある。本研究では研究の方法(2)で得られたプロービング特性に基づいた測定手順について検討し、効果を検証する。

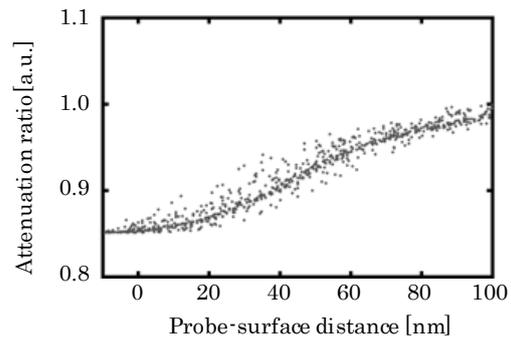
またプロービングにより得られた接触点座標には球状測定子の形状が含まれているため、この微小球形状の影響を除去する必要がある。既知の形状を有する標準試料により、測定子寸法の計測を行い、測定精度の向上を試みる。さらに微小開口の寸法計測においては、測定された座標から開口の半径や真円度や中心座標などの算出方法についても検証し、測定精度の評価に取り組む。



(a) Z-direction



(b) X-direction



(c) Y-direction

図 4. プローブの振幅減衰特性

4. 研究成果

(1) 中空ガラスナノピペットをスタイラスシャフトとして用いる微小球付スタイラスを作製した。熱引き加工により作製したガラスナノピペットは先端にサブマイクロメートルオーダーの開口を有している。ナノピペット先端を熱硬化性接着剤の液滴に接触させると、毛細管現象によりナノピペット内部に接着剤が充填される。光学顕微鏡観察下に置いてナノピペット先端には直径 9 μm の直径高精度シリカ微小球が取り付けられる。ナノピペット先端の接着剤と接触した微小球は接着剤の表面張力によってナノピペット先端開口の中心に自然と配置されるため、微小球の取り付けでは厳密な位置合わせを行う必要は無い。微小球を取り付けたナノピペットは熱硬化性樹脂を硬化するために加熱される。図 3 に作製した微小球付ナノピペットスタイラスの顕微鏡写真を示す。ナノピペットをスタイラスシャフトに用いることによ

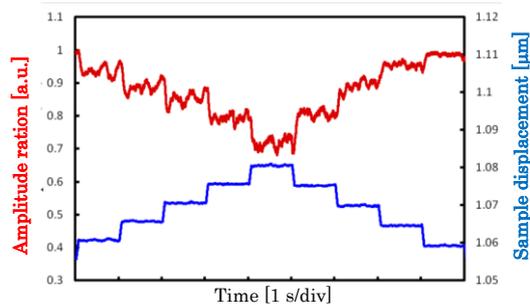


図 5. 分解能評価

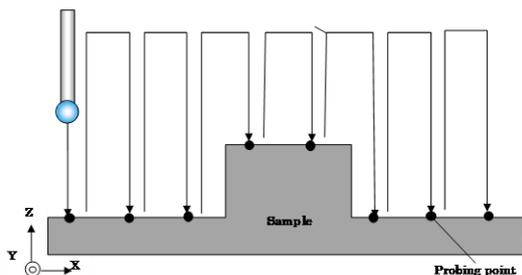


図 6. 測定中のスタイラス軌跡

り、微小球と接着剤の接触面積が増加し、取り付け強度を向上することができる。

(2) 測定対象表面に存在するメニスカス層との相互作用力検出を用いたプロービングシステムを開発した。微小球付きナノピペットプローブは音叉型水晶振動子に取り付けられ、水平方向に加振された。スタイラス先端の微小球測定子が測定対象表面のメニスカス層に接触すると、水膜の粘性抵抗によって振動振幅に減衰が生じる。図 4 は X, Y, および Z 軸の各方向から平面試料を微小球付ナノピペットプローブ先端に接近させた時のスタイラス振動減衰量変化を示している。微小球付きナノピペットプローブは全方向からの接触を検出できることが確認された。図 5 は平面試料を Z 方向から 5 nm ごとのステップ状に接近させた時のプローブ振動振幅の変化を示しており、試料の接近に対応して振動振幅もステップ状に変化している様子が確認された。これらの結果から、開発した微小球付きナノピペットプローブは全方向からの接触を検出可能であり、またナノメートルオーダーの変位検出分解能を有していることを実証した。

(3) 微小球付きナノピペットプローブは高感度・ナノスケール分解能で測定試料表面との接触を検出できることが確認されたが、メニスカス層の凝着力に起因するヒステリシスが生じることが判明した。プロービング後に測定子を対象物表面から 100 nm 以上離反させることにより、凝着力の影響なく測定を行う事ができる。そこで、図 6 に示すようにスタイラスの接近と離反を繰り返す事により、

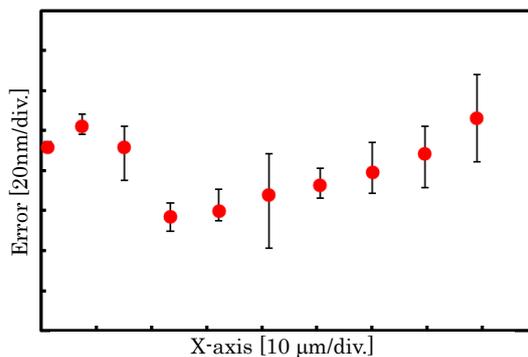
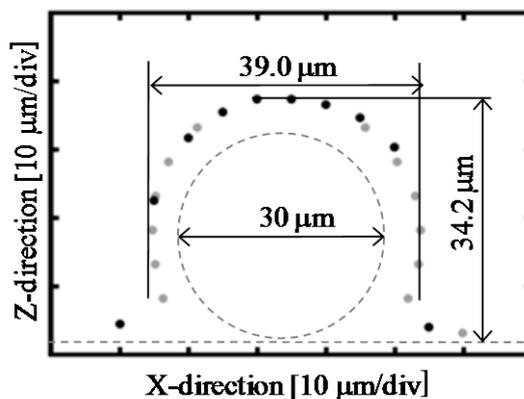


図 7. 接触点座標の誤差評価



- Measured position in Z-direction
- Measured position in X-direction

図 8. マイクロ構造物の寸法計測

接触座標を測定する方法を導入した。図 7 はブロックゲージ表面上にて各測定点 5 回ずつ接触検出を行った場合の接触点座標の誤差を示している。座標測定の誤差は 32.0 nm であり、サブマイクロオーダーの測定精度を実現できることが実証された。

また本プローブシステムを用いた寸法測定の一例として、直径 30 μm のモリブデンワイヤの測定を行った。前述の通り、本研究で開発した微小球付きナノピペットプローブは全方向から接近を検出できる。そこでプローブ先端測定子を Z および X 方向からワイヤ表面に接近させ、表面座標の測定を行った。図 8 にモリブデンワイヤの測定結果を示す。X 方向からも接触座標を測定できるため、側面やオーバーハングした部分についても測定できている事が確認できる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 3 件)

- ① So Ito, Issei Kodama, Wei Gao, Development of a probing system for micro-CMM by utilizing shear-force

detection, Measurement Science and Technology, 査読有, Vol. 25, 2014, 064011 (9 pp),
DOI: 10.1088/0957-0233/25/6/064011.

- ② So Ito and Futoshi Iwata, Development of a Self-Sensing probe for Local Depositions in Liquid Condition, 査読有, International Journal of Nanomanufacturing. (In press).
- ③ So Ito, Sho Sekine, Yuki Shimizu, Wei Gao, Tsutomu Fukuda, Akira Kato, Kouji Kubota, Measurement of Cutting Edge Width of a Rotary Cutting Tool by Using a Laser Displacement Sensor, International Journal of Automation Technology, 査読有, Vol. 8, No. 1, 2014, pp. 28-33,

[学会発表] (計 11 件)

- ① So Ito, Issei Kodama, Hirotaka Kikuchi Wei Gao, Development of a nanopipette ball probe for Micro-CMM, International Symposium on Micro/Nano Mechanical Machining and Manufacturing (ISMNM2014), Xi'an, China, 2014, April 21-24.
- ② 伊東聡, 小玉一成, 高偉, 微小球付きナノピペットプローブを用いたマイクロ構造物の寸法測定に関する研究, 2014年度精密工学会学術講演会, 3月20日, 東京大学, 東京, 2014, A74.
- ③ Issei KODAMA, So ITO, Wei GAO, Construction of a surface profile measurement system by using a nanopipette ball probe with shear-force detection, The 7th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (LEM21), 2013, November 7-8, Matsushima, Japan, Proc. of 7th LEM21.
- ④ 伊東聡, 小玉一成, 高偉, 微小球付きナノピペットプローブを用いた形状計測に関する研究 —第3報 周波数変調検出による接触検出の高感度化—, 2013年精密工学会秋季大会学術講演会, 9月13日, 関西大学, 大阪府吹田市, 2013, G31.
- ⑤ So Ito, Issei Kodama, Wei Gao, Dimensional measurement of micrometer-scale structures with a nanopipette ball probe by using shear-force detection, 6th International Symposium of Precision Mechanical Measurement (ISPMM2013), Guizhou, China, 2013, August 8-12.
- ⑥ So Ito, Issei Kodama, Wei Gao, Development of a Nanopipette Ball Probe for Form Measurement of Micrometer-Scale Structures, The 11th International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments (ISMTII), Aachen, Germany, 2013, July 1-5.

- ⑦ 伊東聡, 小玉一成, 高偉, 微小球付きナノピペットプローブを用いた形状計測に関する研究 —第2報 形状計測システムの開発と評価—, 2013年精密工学会春季大会学術講演会, 3月13~15日, 東京工業大学, 東京, 2013, N08.
- ⑧ 小玉一成, 伊東聡, 高偉, 微小球付きナノピペットプローブに関する研究, 2012年度精密工学会東北支部学術講演会, 12月1日, 山形大学, 米沢市, 2012.
- ⑨ So Ito, Issei Kodama, Wei Gao, A nanopipette ball probe for dimensional measurement of micro-structures, International Conference of Manufacturing Technology Engineers 2012 (ICMTE), Seoul, Korea, 2012, October 18-19, Proceedings of the ICMTE.
- ⑩ 伊東聡, 小玉一成, 高偉, 微小球付きナノピペットプローブを用いた形状計測に関する研究 —装置の設計と基本特性の評価—, 2012年度精密工学会秋季大会学術講演会, 9月14-16日, 九州工業大学, 北九州市, 2012, N44.
- ⑪ So Ito and Futoshi Iwata, Development of self-sensing probe with a high aspect ratio shape for AFM observation in a liquid condition, European Society for Precision Engineering and Nanotechnology (euspen) 2012, Stockholm, Sweden, 2012, June 4-8.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.nano.mech.tohoku.ac.jp/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

伊東 聡 (ITO, SO)

東北大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：00624818