

走査型ホール素子顕微鏡

1、全体の構造

図 1 にホール素子顕微鏡の概念図を示す。このホール素子顕微鏡はプローブ型をしており、これをクライオスタットに挿入することにより、室温から 4.2 K 付近までの範囲で磁場分布の測定が行なえる。超伝導または常伝導マグネットからの磁場を印加することにより任意の磁場における測定が可能である。プローブの上部には XY ステージ、Z ステージとそれらを駆動するステッピングモーターが取り付けられており、ドライバーを介してリモート制御される。ステッピングモーターの分解能は、XY 方向のものが 1 μm 、Z 方向のものは間に 1:100 のハーモニックギアをかませることにより、0.01 μm となっている。プローブの中心に通った軸は室温側で XY ステージに連結されており、低温側にはサンプルホルダーが取り付けられるようになっている。この軸はプローブの内側に取り付けられたリング上の支点によって支えられており、この原理に従って動かされる。すなわち、このホール素子顕微鏡は、固定されたホール素子に対して試料の方を動かしてスキャンする構造になっている。この支点は図 1 に示したように、中心軸をおよそ 10:1 に分割する位置に取り付けられている。そのためステッピングモーターの動きが試料の部分では 1/10 になって伝えられるようになっており、原理的には 0.1 μm のスキャンの空間分解能が得られる。プローブの最先端にはキャップがはめられ、そこにホール素子及び温度計を固定する台が取り付けられている。さらにキャップの周りにはヒーター線が巻いてあり、これによって温度をコントロールする。

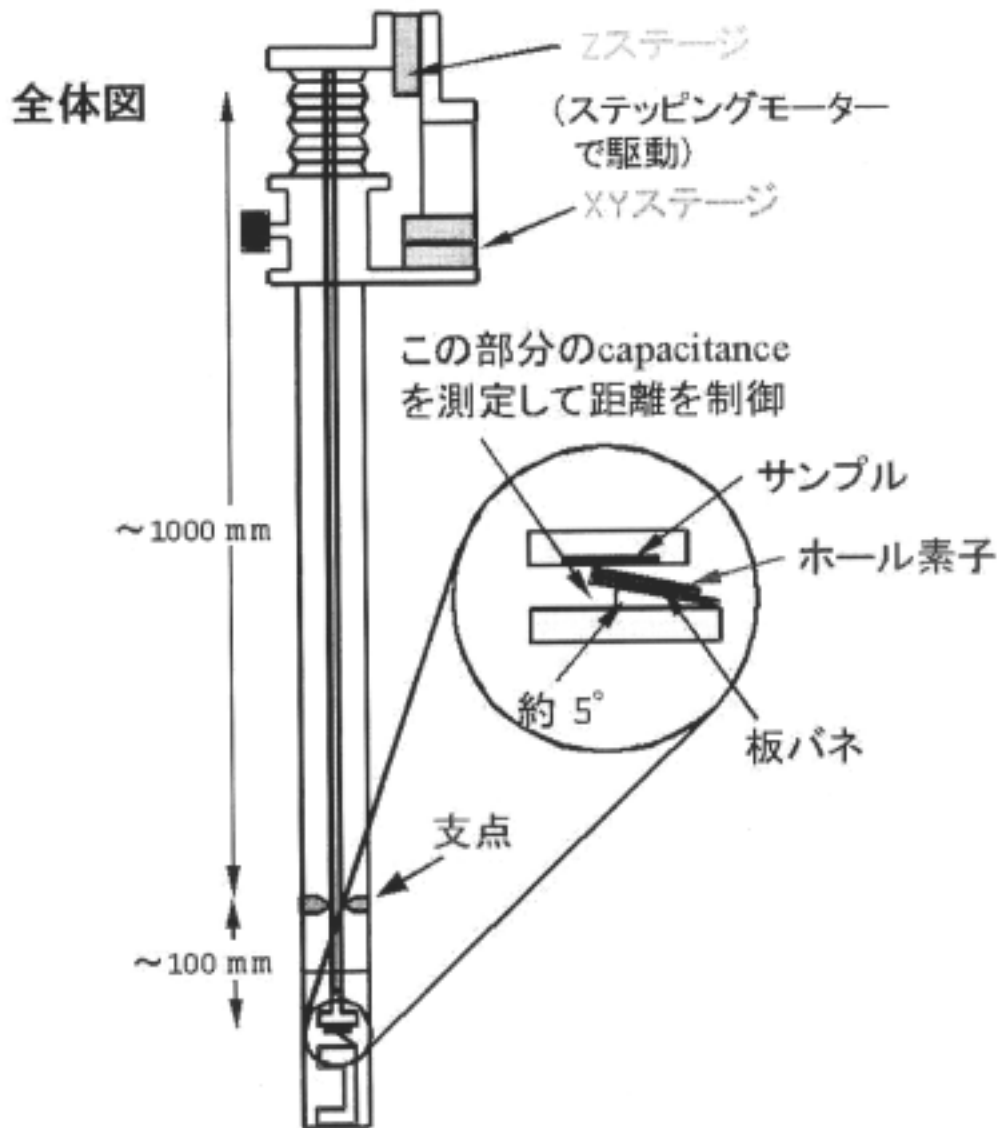


図1 ホール素子顕微鏡の概略図。

2、ホール素子及び試料周辺部

ホール素子は、その磁場感知部が試料にできるだけ近づくように取り付ける必要がある。しかし、配線の都合上、単純にホール素子を試料表面に水平に置き、そのまま近づけるということはできない。そのため、以下のような工夫を施してある。図1の拡大図に示したように、ホール素子は試料表面に対して約 5°

傾けて取り付けられたリン青銅製の板バネの上に固定されている。あとで示すように、ホール素子の磁場感知部はウエハーの角に作られているので、この角がバネの最先端に来るようにする。この角を試料表面（厳密に言うと試料を固めている樹脂の表面）に常に押し付けながらスキャンすることにより、ホール素子の磁場感知部と試料がなるべく近くなるように工夫されている。なお、板バネは、押し付けることによりホール素子及び試料にかかる力を緩和する役割を果たしている。

3、微小ホール素子

微小ホール素子の全体像を図 2(a)に示す。磁場感知部は左下の部分にあり、拡大図を図 2(b)に示す。この素子は、GaAs/AlGaAs エピウエハー上に、フォトリソグラフィを用いてパターンを形成したものである。図 2 の端子 1、3 間に電流を流し、端子 2、4 間でホール電圧を測ることにより、紙面に垂直な方向の磁束密度を知ることができる。端子 5 は、ホール素子と試料間の距離を制御するために、Scanning Tunneling Microscope (STM) の探針あるいは単に導通の有無による接触センサとして使用するために設計した。図 2 (b) で、細いバーがクロスしている部分が磁場感知部である。ホール素子顕微鏡としての空間分解能はこの部分の面積で決まる。前節でも述べたようにこのホール素子顕微鏡はウエハーの角が常に試料ホルダーの表面に触れるようにしてスキャンする方式を取っている。そのため、試料表面からの磁場感知部の高さ h は、ホール素子の傾きを θ 、ウエハーの角からの磁場感知部の距離を d とすると、 $h=d \sin \theta$ で決まる。そこで、試料とホール素子をなるべく接近させるために、磁場感知部がウエハーの角に近い場所に来るように設計されている。キャリアーとしては、GaAs と AlGaAs の界面に閉じ込められた 2 次元電子ガス (2DEG) を用いている。2DEG の移動度の高さにより ($\mu \sim 300,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$)、抵抗の値を小さく保ちつつ (即ち発生する熱雑音を抑えつつ)、キャリアー密度を少なくする (即ちホール係数をなるべく大きくする) ことができる。電極部は、外部からの導通を取るために AuGe 及び Au を蒸着して熱処理により合金化している。ホール素子の出力は、約 $5 \sim 6 \text{ mV/G}$ である。また、端子間の抵抗は室温で数十 $\text{k}\Omega$ 、100 K 付近で数 $\text{k}\Omega$ である。Resistance Bridge を用いた場合の磁場感度は室温付近

で約 0.01 G であり、より低温にするとさらに良くなる。

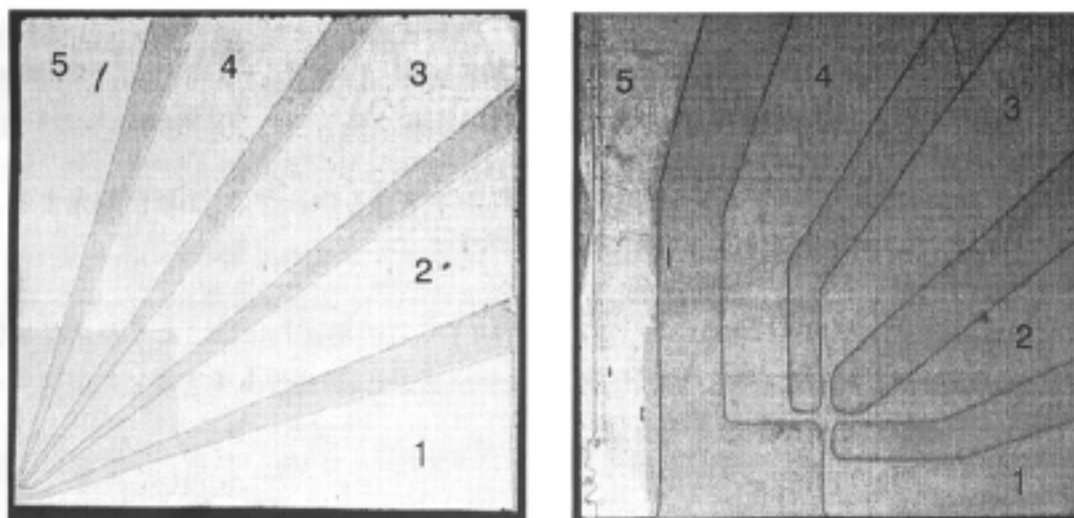


図 2 微小ホール素子の全体図(a)と磁場感知部の拡大図(b)。

4、ホール素子の作製方法

1 ウエハー切断

1-1 ダイヤモンドペンで GaAs のウエハーを必要な大きさに切断する。

2 ホール素子形成

2-1 ウエハーをアセトンで超音波洗浄し、乾燥窒素で乾かす

2-2 フォトレジスト(Shipley 1400-17)を塗布し、スピナーで回転させて一様に広げる。スピナーの回転数は、step1 が 500 ~ 1000rpm で 5 秒、step2 が 5000rpm で 60 秒。

2-3 ベーキング(95 °C、10 分)。

2-4 ホール素子のパターンがプリントされたマスクを取り付け、ハロゲンランプで紫外線を照射し、6 秒弱露光。

2-5 現像液中にパターンが浮き出るまで 10 ~ 30 秒振りながら浸す。現像後、すぐに純水で洗浄。

2-6 ベーキング(95 °C、10 分)。

2-7 エッチング液(H3PO4 : H2O2 : H2O = 1 : 1 : 8 の溶液)中に、よくかき

混ぜながら 30 秒間浸し、エッチングする。これにより、約 1000 エッチングされる。エッチング後、すぐに純水で洗浄。

2-8 アセトンをノズルで吹き掛けてレジストをはがした後、アセトンで超音波洗浄。

3 オーミック電極形成

3-1 フォトリジスト(Shipley 1400-31)を塗布し、スピナーで回転させて広げる。

3-2 ベーキング(80℃、10分)後、室温になるまで冷却。

3-3 電極用のマスクを取り付けて 60 秒露光し、現像した後、純水で洗浄。

3-4 ベーキング(95℃、10分)。

3-5 AuGe(Ge:12%)蒸着。ウエハーが酸化されないように、 1×10^{-6} Torr 程度の高真空にして蒸着。

3-6 アセトンをノズルで勢いよく吹き掛けて、レジストをはがす。(リフトオフ)

3-7 He ガス中で GaAs と AuGe をアロイング(合金化)する(450℃、5分)。

3-8 ホール素子を保護するため、表面にフォトリジストを塗布。

3-9 ホール素子をチップキャリアーにワニスで固定。電極に銀ペーストで金線をつける。

5、ホール素子と試料間の距離の制御

本装置におけるスキンの基本的なコンセプトはホール素子を試料(ホルダー)表面に常に押し付けながらスキャンするということであるが、2DEG ウエハーは非常に劈開しやすく、強く押し付けることはできない。そこで、両者がいつ接触したのかを知ることが必要になる。その方法として、本装置では、ホール素子を固定してある板バネとその下に取り付けた銅箔との間のキャパシタンスを測定する方法をとっている。この方法は、ホール素子が試料に接触した時の板バネが下に押し込まれたことによるキャパシタンスの変化を見るというものであり、技術的に実現が容易でありながら、接触/非接触を見分ける感度が良い。図3は、試料とホール素子を近づけていった時のキャパシタンスの変化の様子

である。 $+z$ 方向が近付いていく方向である。この図を見ると z がある値を越えたところでキャパシタンスが突然増加し始める。即ちここでホール素子と試料が接触したことがはっきりと分かる。また、接触後はキャパシタンスの値から $0.1 \mu\text{m}$ 程度の高さの変化を見分けることが可能である。実際のスキャンはキャパシタンスの値が常に一定になるように、 z 軸にフィードバックをかけながら行い、その結果かなりきれいな像が得られるようになった。

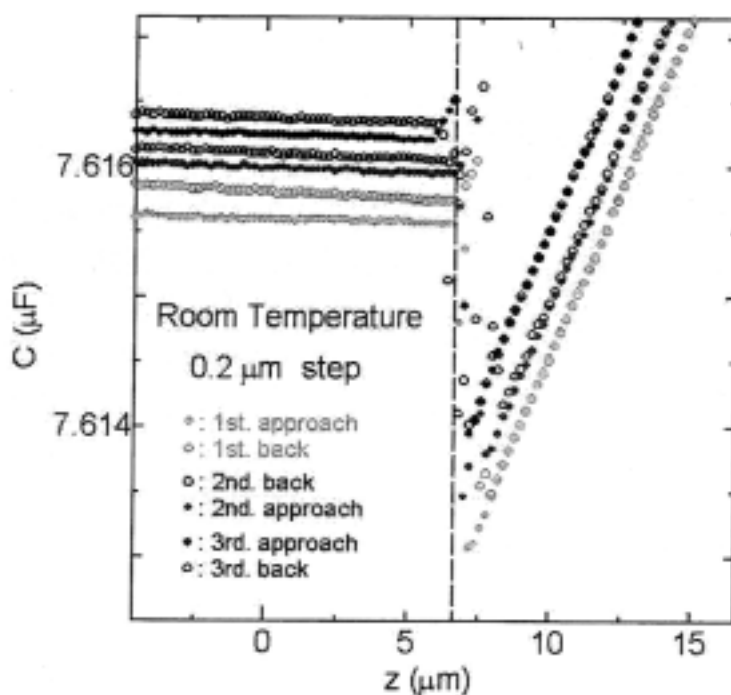


図3 ホール素子と試料の距離を近づけた時のキャパシタンスの変化。

6、試料のホールド

試料全体の磁場分布を測定する等、広範囲をスキャンする時に問題になるのが、試料をどのようにして固定するのかということである。本装置ではホール素子の角を押しつけながらスキャンする方式をとっているが、その押しつける面が常に平坦でなければならない。そのためにとった、試料を樹脂に埋め込む方法を以下に述べる。

1 表面がなるべく平坦なもの、例えばスライドガラスなどに、ある程度粘性があり揮発しにくい液体を薄く塗布しておく。本研究ではこの液体として、工作に使う切削用油を使用した。(本来はフォトリソグラフィーに用いるフォトレジストがベストなのだが、レジストは後に流し込む樹脂を溶かしてしまうため使用することができなかった。)

2 試料及び樹脂を流し込むための枠をスライドガラスの上に乗せる。

3 本研究では試料を埋め込む樹脂として Technovit 4004 を用いた。Technovit4004 は、粉と液を混ぜて重合させるタイプの樹脂であるが、その混合比は重量比で 1:1 とした。

4 樹脂を枠の中に流し込む。はじめに塗布しておいた油のために試料の表面に樹脂が回り込むのを防ぐことができる。

5 樹脂が完全に固まるまで 30 分程度待つてから、取り外す。

以上に述べたような方法により、樹脂の表面を平坦にかつ試料表面と同じ高さにすることができた。本研究で用いたホール素子の磁場感知部は角から約 200 μm 離れているため、試料上をスキャン中はほとんどの場合、この樹脂の表面をこすっていることになる。

7、解決すべき問題点

このホール素子顕微鏡に残されたいくつかの解決すべき問題点について触れておく。まず、スキャンに時間がかかることが問題点として挙げられる。200 μm 角の試料を横切るように 1 ライン測定すると、最低でも 5~6 分かかってしまう。磁場分布が早く緩和してしまうような場合(温度 30 K、低磁場では 1~2 分で緩和してしまう)、緩和後の磁場分布しか測ることができない。主な原因は、スキャン中に高さが一定になるように z 方向にフィードバックをかけていること、ホール抵抗の測定にフィルターを入れていることによる。磁場の精度をそれほ

ど要求しなければ、ホール抵抗の測定に Resistance Bridge の代わりに Digital Volt Meter を用いてフィルターを OFF する事により、若干の時間の短縮は可能である。しかし、高さの調節を行う限り、このシステムでは大幅な時間の短縮は難しいと思われる。もう一つの問題点は、スキャン中に樹脂の表面をこすっているため、徐々に樹脂が削られてしまうという点である。このため、長期間に渡って繰り返し測定することができない。解決法としては、ホール素子の接触面に金属等の硬い物質を埋め込むことが考えられる。