

(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 公開特許公報 ( A )

(11) 特許出願公開番号

特開平11-171692

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月29日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I	
C 3 0 B 23/08		C 3 0 B 23/08	M
G 0 1 N 37/00		G 0 1 N 37/00	B
H 0 1 L 21/203		H 0 1 L 21/203	M

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平9-340413

(22) 出願日 平成9年(1997)12月10日

(71) 出願人 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号

(72) 発明者 塚本 史郎

茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(72) 発明者 小口 信行

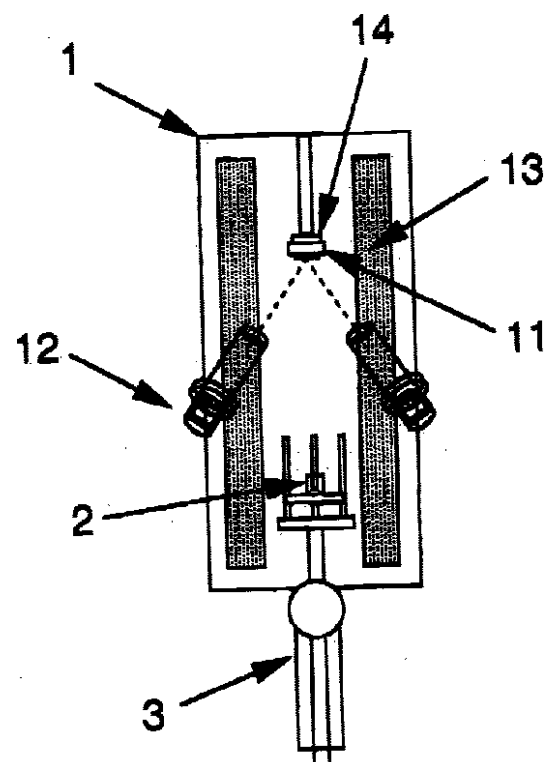
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(54) 【発明の名称】 結晶成長観察装置

(57) 【要約】

【課題】 原子レベルでの結晶成長実空間観察を可能とする。

【解決手段】 分子線エピタキシ ( M B E ) 装置 ( 1 ) 内に走査型トンネル顕微鏡 ( S T M ) ( 2 ) を一体化させた装置であって、 M B E 装置内の S T M 本体を真空状態で移動させる S T M 移動機構 ( 3 ) 、 M B E 装置内の基板加熱機構との間に広いクリアランスを持つ基板ホルダー ( 1 1 ) を備え、 S T M 本体 ( 2 ) は防熱保護シールド ( 2 1 ) により高蒸気圧雰囲気や基板加熱に伴う放射熱から守られている。



**【特許請求の範囲】**

**【請求項1】** 基板加熱機構を持つ基板ホルダーが配置された分子線エピタキシー装置に走査型トンネル顕微鏡が一体化された装置であって、分子線エピタキシー装置の真空容器内において、探針を持つ走査型トンネル顕微鏡本体を前記基板ホルダーに対して対向させて前後動させる移動機構を備えているとともに、前記走査型トンネル顕微鏡本体は、前記真空容器内の蒸気圧雰囲気や放射熱に対して防熱保護シールドされており、かつ、前記基板ホルダーは、走査型トンネル顕微鏡による観察時にはその本体の当接によってのみ支持されることを特徴とする結晶成長観察装置。

**【請求項2】** 基板ホルダーは、クリアランスを介して基板加熱機構ケーシングに連結され、走査型トンネル顕微鏡による観察時には、連結状態が解決されて基板ホルダーが走査型トンネル顕微鏡本体によってのみ支持される請求項1の結晶成長観察装置。

**【請求項3】** 基板加熱機構ケーシングに設けたピンにより、基板ホルダーは切欠係止部において連結されている請求項2の結晶成長観察装置。

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

**【発明の属する技術分野】** この出願の発明は、結晶成長観察装置と観察方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、結晶成長をその場観察することのできる結晶成長観察装置と観察方法に関するものである。

**【0002】**

**【従来の技術とその課題】** 従来より、結晶成長においては成長過程の観察が重要な課題になっており、特に近年注目されている量子ナノ構造では、原子レベルでの成長の均一性が要求されるから、結晶成長のその場観察のための方法が欠かせないものとなっている。このような結晶成長のその場観察の方法としては、例えば分子線エピタキシー(MBE)による結晶成長では、反射高速電子線回折法や、反射率差分分光法などがすでに実用化され、結晶成長がリアルタイムで観察できるようになっている。

**【0003】** しかしながら、反射高速電子線回折法や、反射率差分分光法などの従来の結晶成長の観察方法では、あくまでも実空間をマイクロレベル以上で平均的評価するものであって、原子レベルで個々に評価することは不可能であった。そこで、最近になって、量子ナノ構造に対応する結晶成長のその場観察の方法として、原子レベルでの空間分解能を持つ走査型トンネル顕微鏡(STM)を評価手段として用いることが注目され、そのための方法が検討されている。

**【0004】** しかしながら、実際にはMBE成長における原料の高蒸気圧雰囲気や、液体窒素シュラウドやポンプ等による音響ノイズ、振動などにより、MBE成長装

置内でのSTM観察は極めて困難である。例えば図6に例示したように、これまでも、MBE装置とSTM装置とを別々の真空容器において構成し、超高真空対応のゲートバルブを用いて双方の真空容器を接続し、MBE成長させた試料をゲートバルブを開いてSTM装置内に搬送して観察する方法と、この方法を用いた研究の成長が報告されている。この方法は、STM観察に対するMBE結晶成長における原料の高蒸気圧雰囲気や、音響ノイズ、振動などの好ましくない問題を回避するために、MBE結晶成長とSTM観察とを物理的領域として明確に区分し、真空ゲートバルブにより真空雰囲気条件としても、MBE結晶成長とSTM観察とを遮断するようにしている。しかしながら、この方法では、図6からも明らかのように、MBE成長を一時中断して基板温度を下げ、試料をゲートバルブを開いてSTM装置に搬送して観察するという手順を取らなくてはならず、結晶成長の様子をその場で観察するということから程遠いのが実情であった。

**【0005】** このため、結晶成長のその場観察の必要性が強く認識されながらも、これまでのところ、「その場観察」としての本来の意義に沿ったものとして、STM手段をもつての原子レベルでの結晶成長の過程を観察することは現実されてない状況にある。そこで、この出願の発明は、以上の通りの従来技術の限界を克服し、MBE結晶成長を一時中断して物理的空間として区別されたSTM域に成長試料を移行させることなしに、同一の空間域内において、結晶成長を原子レベルでその場観察することを可能とする、新しい結晶成長観察装置と観察方法を提供することを目的とする。

**【0006】**

**【課題を解決するための手段】** この出願の発明は上記の課題を解決するものとして、基板加熱機構を持つ基板ホルダーが配置された分子線エピタキシー装置に走査型トンネル顕微鏡が一体化された装置であって、分子線エピタキシー装置の真空容器内において、探針を持つ走査型トンネル顕微鏡本体を前記基板ホルダーに対して対向させて前後動させる移動機構を備えているとともに、前記走査型トンネル顕微鏡本体は、前記真空容器内の蒸気圧雰囲気や放射熱に対して防熱保護シールドされており、かつ、前記基板ホルダーは、走査型トンネル顕微鏡による観察時にはその本体の当接によってのみ支持されることを特徴とする結晶成長観察装置を提供する。

**【0007】**

**【発明の実施の形態】** この出願の発明においては、前記のとおり、分子線エピタキシー(MBE)装置と走査型トンネル顕微鏡(STM)とを一体化し、MBE結晶成長に同一の空間内においてSTMによりその場同時観察を行うことを特徴としている。つまり、この発明では、「その場観察」は、MBE結晶成長と同じ空間領域空間内において結晶成長の様子を原子レベルでSTM観察で

きるようにしてことを意味している。

【0008】このようなその場観察のための具体的な装置手段として、この発明では、基板加熱機構に対してクリアランスを持つ基板ホルダー、STM本体全体を覆う防熱保護シールド、および、真空中STM移動機構を備えている。基板ホルダーは、MBEの基板加熱機構との間に通常のホルダーより広いクリアランスを持ち、STMとMBEとの合体時、MBE側より影響する振動を遮断することができる。

【0009】また、STM本体は、防熱保護シールドされていることから、真空容器内のMBEのための高蒸気圧雰囲気や基板の加熱にともなう放射熱による影響、特に、STM探針の微小駆動機構への悪影響が抑えられる。例えば図1は、この発明の結晶成長観察装置を例示した構成図であるが、この図1に例示したように、結晶成長観察装置は、まず、分子線エピタキシー装置：MBE(1)として、例えば、真空容器内に、加熱機構を持つ基板ホルダー(11)と、分子線セル(12)と、液体窒素シュラウド(13)を備えたものとしてすることができる。そして、この装置では、走査型トンネル顕微鏡：STM(2)と、STM上下機構(3)を備えたものとする。

【0010】STM(2)は、図2にも例示したように、観察には、STM上下機構(3)により上昇されて基板ホルダー(11)と合体される。これによって、基板ホルダー(11)に支持されたMBE結晶成長の過程にある基板試料の表面の結晶成長の様子がSTM(2)で観察されることになる。図3は、前記の合体と観察についてのプロセスと、そのための構造を例示した図であるが、分子線エピタキシー装置：MBE(1)を構成する基板ホルダー(11)は、この図3にも示したように基板(4)を保持し、基板加熱機構(14)を備えている。そして、図3に例示したように、例えば、試料ホルダー(11)は、基板加熱機構(14)のケーシングからその周面において水平方向に突出した3本のピン(15)により切欠部(16)で上下移動自在に保持される。また、試料ホルダー(11)は、基板加熱機構(14)のケーシングの側面および底面との間にクリアランス(17)を持つようにしている。

【0011】一方、STM(2)では防熱保護シールド(21)を用いてSTMスキャナー(24)を覆い、MBE高蒸気圧雰囲気からSTMスキャナー(24)を保護すると同時に、基板加熱に伴う放射熱からSTMスキャナー(24)を守る。防熱保護シールド(21)の上部には、突起(23)を設ける。微細なSTMスキャナー(24)については、X-Y-Zの3軸方向に微小移動できるようにしている。このSTMスキャナー(24)上部にSTM探針(22)が固定されている。このSTM探針(22)は、STM観察時に、防熱保護シールド(21)内から突出されて、基板(4)の表面に対

向して結晶成長を観察することを可能としている。

【0012】突起(23)については、その形状、個数や配置については、特に定めるものではないが、形状については例えば円錐や角錐などの形状は望ましく、またこの突起(23)は、好ましくは、対向する基板ホルダー(11)の表面を3点当接するように、3個の突起(23)として配置される。3個の突起(23)のうちの1個は、電流端子も兼ねており、このものは、防熱保護シールド(21)に対しては絶縁され、試料ホルダー(11)に対しては電氣的にトンネル電流が導通されるようにしている。

【0013】図4は、例示的に突起(23)と基板(4)との位置関係を平面として示したものであるが、3個の突起(23)は、ほぼ三角形の位置で基板ホルダー(11)表面に3点当接され、このうちの1個の突起(23A)が電流端子を兼ねるようにする。前記のSTM上下機構(3)は、MBE装置内の真空中において、必要な時にSTM(2)を上昇させ、図3のように、前記突起(23)を、対向する基板ホルダー(11)の表面に3点当接させ、次いでSTM探針(22)を基板(4)の表面に接近させてトンネル電流により基板(4)表面の結晶の成長状態をその場観察できるようにする。

【0014】STM(2)によるその場観察が不要な長時間のバッファ成長時などにおいては、STM上下機構(3)によりSTM(2)を下降させ、前記の液体窒素シュラウド(13)内にてSTM(2)を保護することも可能としている。STM上下機構(3)の支柱の中に細いシールドパイプを組み込み、STM(2)の配線をこのシールドパイプ内に通し、各配線をMBE(1)装置の外部の制御装置と接続してもよい。

【0015】さらに、この細かいシールドパイプは、STM(2)の配線を通すことだけでなく、前記の分子線セル(12)等から発生する電磁ノイズからSTM(2)の配線を保護するようにしてもよい。例えば以上のとおりこの発明の結晶成長観察装置を用いた結晶成長の観察のための方法は、次のように説明される。

【0016】すなわち、まずはじめに、図1に示したSTM上下機構(3)により、STM(2)をMBE装置(1)の下部に格納し、通常のMBE成長方法により、基板ホルダー(11)に支持した基板(4)表面をクリーニングしてバッファを成長させる。その後、試料の温度を維持したままSTM(2)を上昇させ、図3のように試料ホルダー(11)に合体させる。その結果、試料ホルダー(11)はMBEの基板加熱機構(11)から分離され、試料ホルダー(11)と基板加熱機構(14)との間に設けた広いクリアランス(17)内で、試料ホルダー(11)はSTM(2)と単独で合体する。この状態において、STM探針(22)を試料基板(4)に接近させて、STMの観察モードに入る。

【0017】次に、分子線セルのシャッターを開閉して、原料をMBE内に供給し、STM観察を行う。以上のおりのこの発明の結晶成長観察装置と観察方法では、MBE成長時においてSTM観察をその場で行うことだけでなく、STM(2)の探針(22)の走査に伴う成長同時パターンニング等の全く新しいナノ描画の方法も可能とする。

【0018】さらに、この発明においては、トンネル現象に伴う、探針-基板試料間の高電界効果により、非常に新しい成長機構を生み出す可能性をも含んでいる。この発明によって、量子ナノ構造作製のための条件探索が容易となり、サイズの整った品質の良い量子ナノ構造を作製することが可能となる。そしてこの発明は、結晶成長メカニズム等の根本的な原理の解明に大きく貢献する。

【0019】以上のことから、従来困難とされてきた量子ナノ構造の品質の改善、サイズ制御を容易とし、量子ナノ構造デバイスの実用化に大きく貢献する。もちろん、この発明は、以上の例に限られることなく、各種のMBE成長を行いながら、原子レベル空間分解能での結晶成長のその場観察を可能とする。以下、実施例を示し、さらに詳しくこの発明について説明する。

#### 【0020】

【実施例】前記のおりの構成の結晶成長観察装置を用いて、GaAs(001)基板上へ、Gaの結晶を成長させた。まずはじめに、STM上下機構(3)により、STM(2)をMBE装置(1)の下部に格納し、MBE成長方法により、GaAs基板表面をクリーニングしてGaAsバッファを成長させた。

【0021】その後、試料の基板(4)の温度を維持したままSTMを上昇させ、基板ホルダー(11)の下方から、基板ホルダー(11)の対向面において突起(23)により3点で捕らえて基板ホルダー(11)を持ち上げた。その結果、基板ホルダー(11)は基板加熱機構(14)から分離され、基板ホルダー(11)と基板加熱機構(14)との間に存在する広いクリアランス(17)を介して基板ホルダー(11)はSTM(2)と単独で合体した。

【0022】この状態において、STM探針(22)を基板(4)表面に接近させ、STM観察モードとした。次に、Ga分子線セルのシャッターを開閉して、原料を1原子層分供給し、STM観察を行った。そして、50nm×50nmの観察範囲に、約1nmのGaクラスターが多数発生していることを確認した。この結果により

Ga初期成長過程を明らかにすることができた。

【0023】図5は、温度200でのMBE結晶成長において、GaAs(001)基板上にGa分子線約1原子層分供給直後のSTM像を示したものである。もちろん、この発明においては、Ga分子線量を自由に変えることができ、また、GaとAs分子線の同時供給や、Inなどの別の原料の供給も可能である。また、導電性であればGaAs基板以外での観察も可能である。

#### 【0024】

【発明の効果】以上、詳しく述べたように、この出願の発明により、MBE装置とSTMを完全一体させることにより、従来困難とされてきた原子レベルでの結晶成長実空間観察が可能となり、量子ナノ構造の品質管理の向上のみならず、結晶成長のメカニズム等の解明に大きく貢献することが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の装置構成の全体概要を例示した概略図である。

【図2】基板ホルダーとSTMとの合体を例示した概略図である。

【図3】合体のための構造を例示した拡大概要図である。

【図4】基板ホルダー上の基板とSTMの突起との位置関係を例示した平面概要図である。

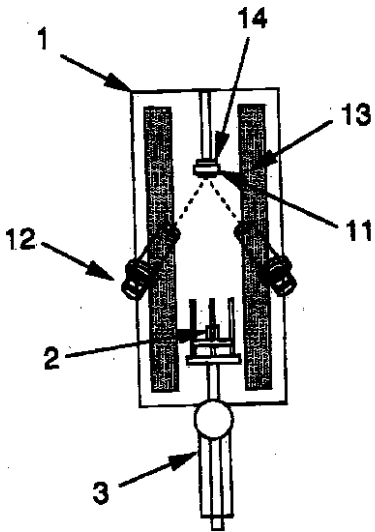
【図5】実施例としてのGa層のSTM像を例示した図面に代わる写真である。

【図6】従来の装置を示した概略図である。

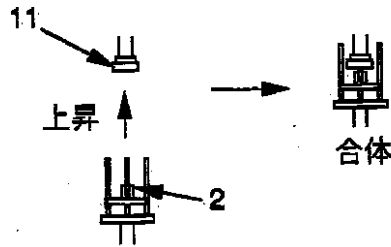
#### 【符号の説明】

- 1 分子線エピタキシー装置：MBE
- 2 走査型トンネル顕微鏡：STM
- 3 STM上下機構
- 4 基板
- 11 基板ホルダー
- 12 分子線セル
- 13 液体窒素シュラウド
- 14 基板加熱機構
- 15 ピン
- 16 切欠き
- 17 クリアランス
- 21 防熱保護シールド
- 22 STM探針
- 23 突起
- 24 STMスキャナー

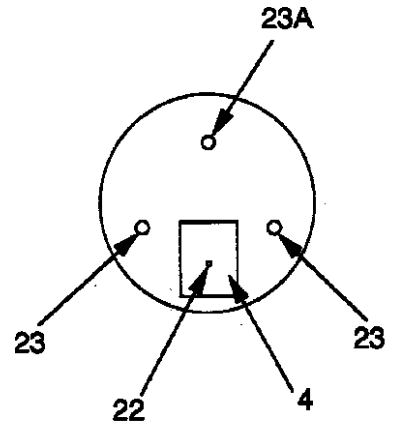
【図1】



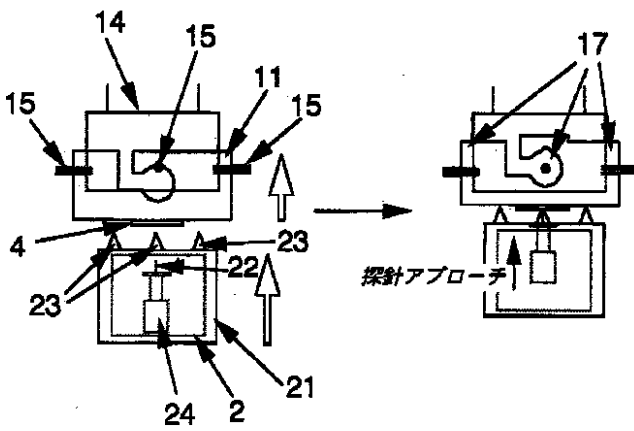
【図2】



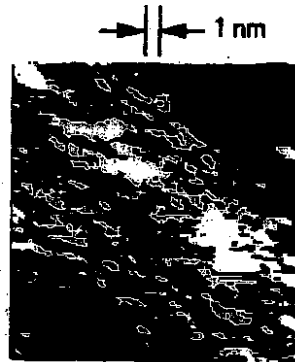
【図4】



【図3】



【図5】



【図6】

