

簡易型表面解析装置の開発

代表者 助教授 内田裕久

共同研究者 鈴木康哲 (株) アルファプロジェクト

1. はじめに

ナノスケールの分解能で表面を観察することができる走査プローブ顕微鏡 (SPM) は、現在、物理、化学、材料、生物など様々な分野の研究で使われるようになってきた。SPM の重要な利点は、観察する環境を選ばないことである。高分解能の電子顕微鏡 (TEM や SEM) は真空中で使用する必要があるが、SPM では真空中だけでなく、大気中、さらに液体中での観察も可能になる。また、走査トンネル顕微鏡 (STM) では容易に原子分解能が得られるため、表面の原子や分子の配列の観察によく用いられており、その他にも原子の結合状態[1]や原子単位の動的拡散[2]などの研究にも使用することができる。

本研究では、我々がこれまでに研究のために作製した超高真空 STM[3-4]をベースとし、それを小型化し、大学や高専における学生実験用装置として、そして各学校における物理・化学・生物などの教材としても使用できるように顕微鏡の開発を進める。この装置は優れた拡張性を備えているため、様々な基礎および応用研究にも使用することができる。

2. STM の原理

図 1 (a)に示すように STM は、金属の探針を試料に近づけ、トンネル効果によって流れる電子を検出して表面を観察する。トンネル電流の大きさは 1 nA ほどであり、探針と試料との間の狭い空間を電子が小さな確率で通り抜けることによって流れる。プローブを試料に接近させるという直接的な動作原理を用いることによって、 0.01 nm ほどの分解能が得られ、原子や分子の観察ができるようになる。実際には、試料にバイアス電圧を加え、探針との間に流れるトンネル電流が一定になるように、圧電素子 (ピエゾスキャナ) を用いてフィードバック制御を行う。このとき探針をこのピエゾスキャナで X および Y 方向に走査することによって表面の像を得ることができる。

図 1 (b)に示すような 1 次元のモデルにおいて、トンネル効果によってポテンシャルの壁を通り抜ける電子による電流は、

$$I \propto \exp(-2\kappa d) \quad (1)$$

と表され、距離 d の指数関数に比例する。ここで $\kappa = \frac{\sqrt{2m(U-E)}}{\hbar}$ であり、 m は電子の質量、 $\hbar$ はプランク

ク定数の $1/2\pi$ である。電子のトンネルし易さを表す係数 κ は、ポテンシャルの壁の高さ U と電子のエネルギーの位置 E によって決まる。(1)式は試料と探針が電子的構造を持たない場合に成り立つ。試料と探針の電子の状態密度を考慮すると、絶対零度におい

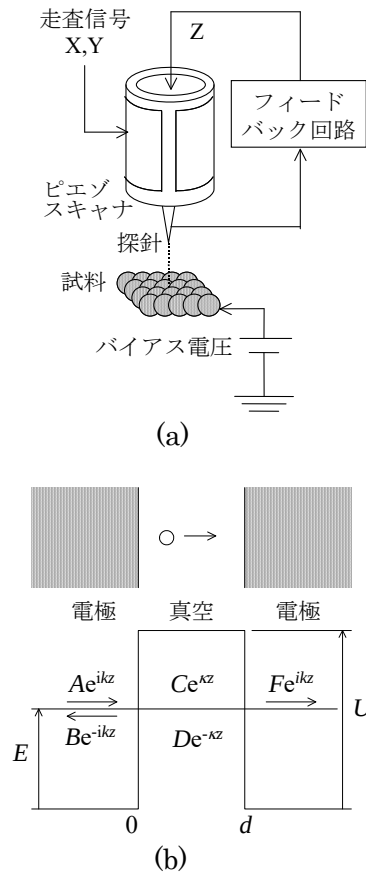


図 1 STM の原理. (a)構成, (b)トンネル効果.

て、探針に負のバイアス電圧 V を加えたとき、トンネル電流は探針の状態密度 $\rho_t(E-eV)$ 、試料の状態密度 $\rho_s(E)$ 、トンネル遷移確率 $T(E,eV)$ を用いて

$$I \propto \int_0^{eV} \rho_t(E-eV) \rho_s(E) T(E,eV) dE \quad (2)$$

と表すことができる。トンネル遷移確率 $T(E,eV)$ は、探針と試料との間にバイアス電圧 V が加えられているとき、エネルギー E の電子がトンネルする確率を表し、(1)式で示されていた距離の指数関数の項は、このトンネル遷移確率に含まれることになる。(2)式において、探針の状態密度 ρ_t がエネルギーに依らず一定であり、さらにバイアス電圧 V が十分に小さいためトンネル遷移確率 $T(E,eV)$ も一定であると見なせるなら、トンネル電流 I をバイアス電圧 V で微分することによって、試料の状態密度

$$\frac{dI}{dV} \propto \rho_s(eV) \quad (3)$$

を求めることができる．これが走査トンネル分光法の原理であり，物質のバンド構造に起因する情報を得ることができる根拠となる[3]．

3．簡易型表面解析装置

本研究で開発した簡易型表面解析装置は，STM ユニット，SPM 制御装置，SPM 制御プログラムから構成される．装置全体のブロック図を図 2 に示す．

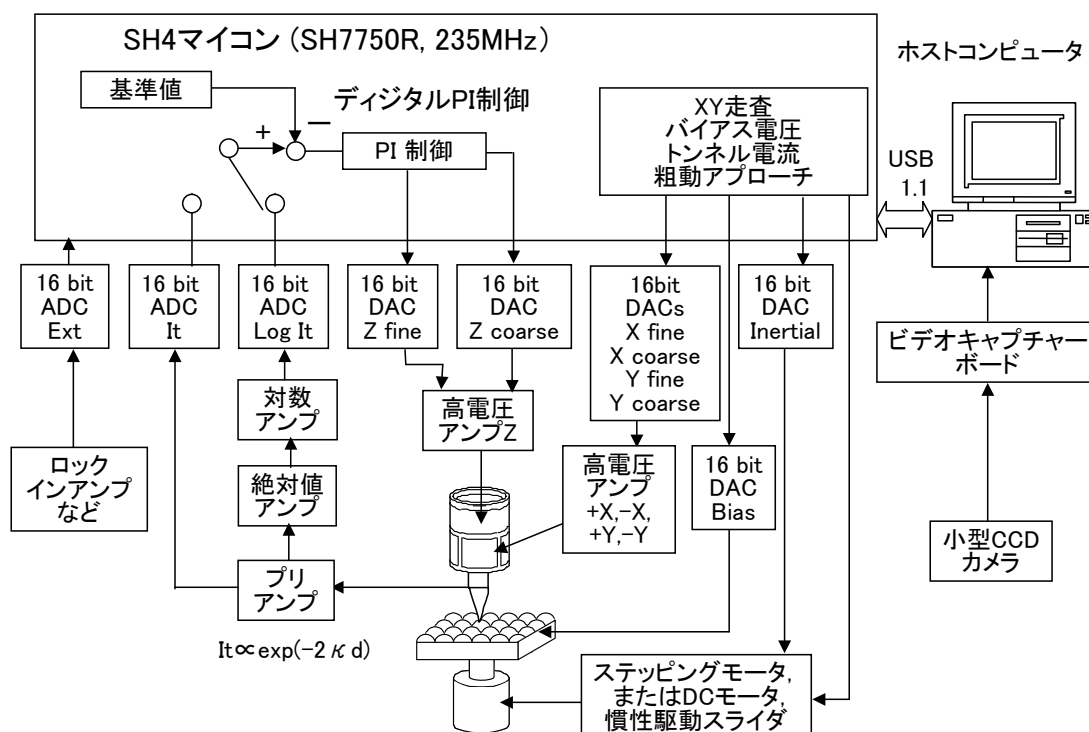


図 2 簡易型表面解析装置ブロック図

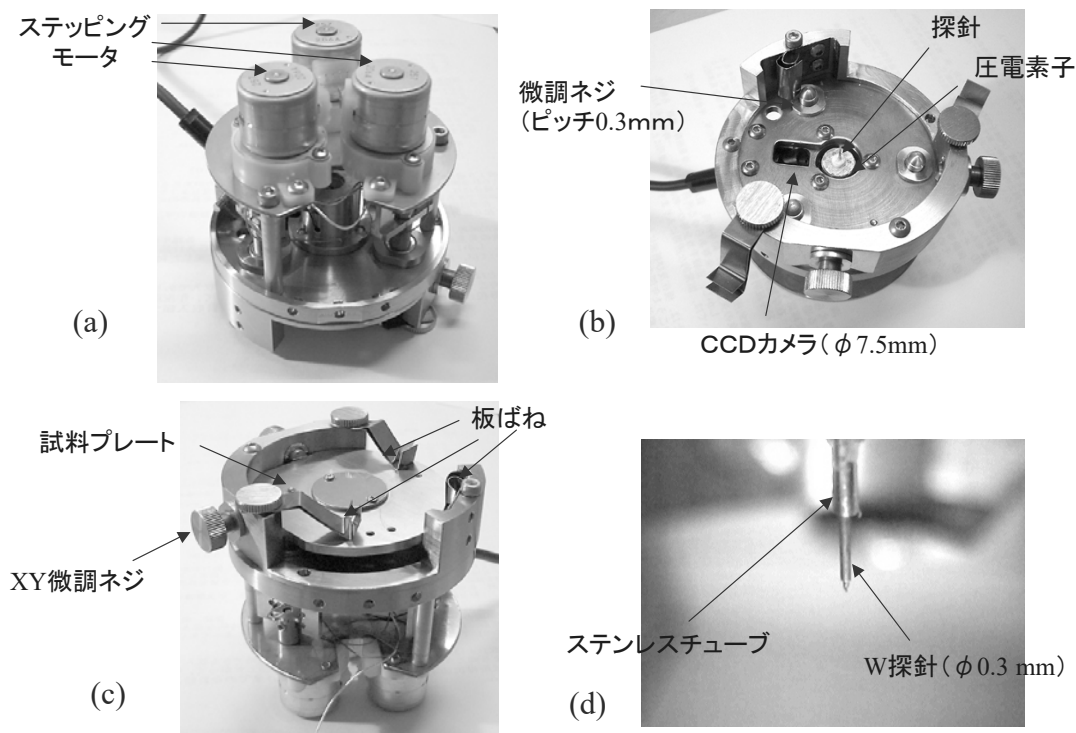


図 3 STM ユニット内部構成

装置全体の管理はホストコンピュータが行い、ホストコンピュータからの命令は、USB を通して SPM 制御装置内にあるマイクロコンピュータ SH4 (SH7750R, 235MHz) に転送される。

SPM 制御装置は、SH4 マイコンおよびメモリなどのマイコン周辺デジタル回路、デジタル/アナログ変換回路、アナログ回路、電源回路 ($\pm 180\text{V}$, $\pm 15\text{V}$, $+12\text{V}$, $+5\text{V}$) などから構成され、顕微鏡本体である STM ユニットの制御を直接行う。DA コンバータから出力されるバイアス電圧は、試料と探針との間に加えられ、それによって流れるトンネル電流は低バイアス電流のオペアンプ (OPA111BM, Burr Brown 社) から成るプリアンプによって電圧に変換され、式(1)の距離 d に対応する信号を得るため絶対値回路と対数回路で処理され、AD コンバータで読み込まれる。SH4 マイコンは、この値と基準値との差を用いてデジタル PI 制御を行う。その結果は、分解能を高めるために微動と粗動用の 2 個の DA コンバータで作られ、ゲイン 1 とゲイン 16 で加算されて高電圧アンプから出力され、円筒型ピエゾスキャナの Z 電極に加えられる。

探針走査のための三角波信号は、X 方向用では、微動と粗動の 2 個の 16bit DA コンバータによって出力され、それぞれゲイン 1 とゲイン 16 で加算されて高電圧アンプから出力され、円筒型ピエゾスキャナの +X 電極と -X 電極に加えられる。-X 電極には、+X と位相が反転した信号を加える。Y 方向の走査信号についても同様である。

試料を探針に近づける粗動のため、SH4 マイコンによって、3 個のステッピングモータの制御信号、または 1 個の慣性駆動スライダの制御信号が作られる。また、SPM 制御装置は外部信号用の BNC 入力端子を持ち、ロックインアンプなどからの信号を読み込んで、探針走査と同期させて画像化する機能を持つ。またホストコンピュータにビデオキャプチャボードを装着することで、STM ユニットに装着された小型 CCD カメラの画像を取り込み、探針と試料の位置を実験中にモニターすることもできる。

図 3 に STM ユニットの内部構造を示す。3 個の減速ギヤ付小型ステッピングモータ (図 3(a)) とそれに連結された微調ネジ (図 3(b)) によって、試料プレート (図 3(c)) の内側に取り付けられている試料を探針に近づける。探針の先端の近くにある着脱可能な小型 CCD カメラ (図 3(b)) から見た探針を図 3(d)に示す。探針を取り付けるためステンレスチューブが円筒型圧電素子の先に固定されている。また、試料プレート (図 3(c)) は、微調ネジを使って、手で X と Y 方向に 4 mm 移動させることができる。

STM を制御するための SPM 制御ソフトウェアは、Windows XP のアプリケーション・ソフトウェアとして動作し、USB を介して SH4 マイコンへの命令の送信と画像データの受信を行う。この制御ソフトウェアから、バイアス電圧、探針の位置、走査範囲、PI 制御パラメータ、走査速度、走査開始と終了、ステッピングモータの制御などを設定する。これら測定に関するウィンドウ、画像データ表示用ウィンドウ

ウ、CCD カメラによるモニター用ウィンドウ、波形表示ウィンドウなどがディスプレイに現れる。さらに、この制御ソフトウェアは、観察した画像データに対するローパスフィルタや FFT フィルタなどのノイズ処理機能、3 次元表示機能などを持つ。

本研究によって開発した製品としての簡易型表面解析装置を図 4 に示す。その特長を以下にまとめる。

- (1) 大気中で導電性試料の原子を観察できる。
- (2) 最大走査範囲は XY 方向 600 nm, Z 方向 1200 nm. 探針走査速度 6~600 秒/フレーム (512x512 ピクセルの場合)。
- (3) ステッピングモータにより 3 軸の粗動の位置制御が行える。試料の傾き調整も可能である。
- (4) 取外し可能な小型 CCD カメラによって探針と試料の位置を確認することができる。
- (5) デジタル PI 制御方式を用いている。フィードバック制御のオン/オフ、そして探針位置の制御ができる。
- (6) トンネル分光測定ができる。
- (7) 探針走査と同期させて、外部入力端子からの信号を計測することが可能である。
- (8) ステッピングモータ、DC モータ、慣性駆動スライダなどの各種粗動機構に対応している。
- (9) 持ち運びが容易な小型の装置である。STM ユニット: 直径 74 mm, 高さ 98 mm. 制御装置: 高さ 180 mm, 横 360 mm, 奥行 230mm. これにパソコンが加わる。

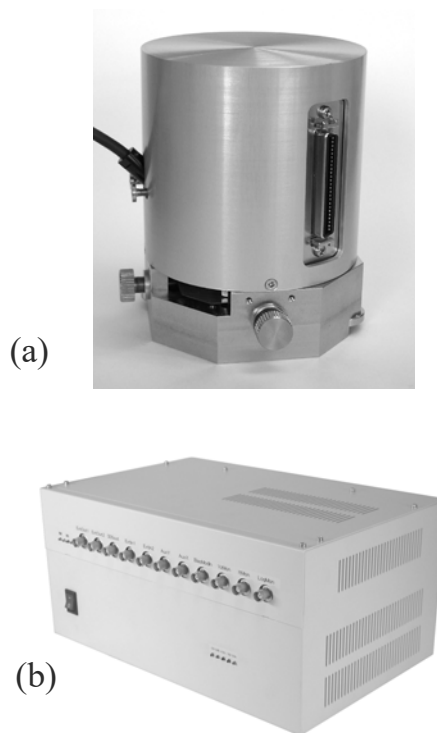
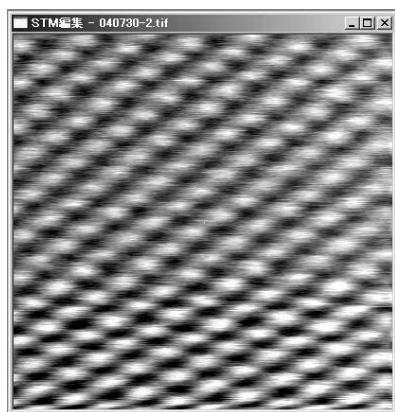
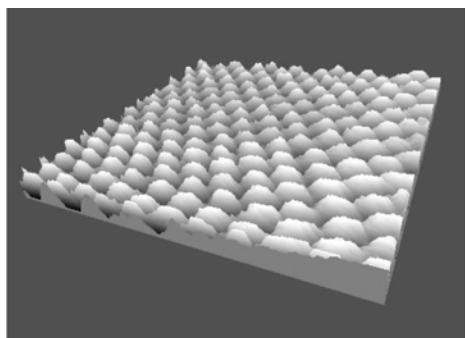


図 4 簡易型表面解析装置. (a)STM ユニット, (b)制御装置



(a)



(b)

図 5 (a)測定したグラファイト表面の原子の STM 像, 走査範囲 2.2nm, (b)3 次元表示の STM 像

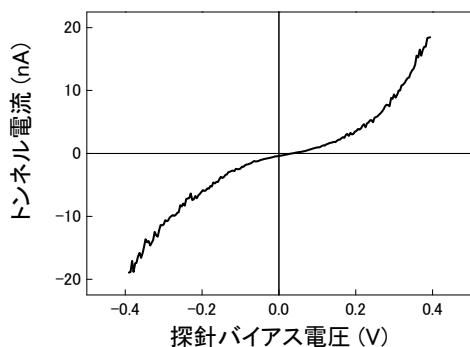


図 6 グラファイト表面でのトンネル分光測定 (I-V 特性)

簡易型表面解析装置を用いてグラファイト表面の原子像を観察した結果を図 5 に示す. 図 5(a)で白く見えるものが表面の炭素原子である. 層構造を持つグラファイトでは, 層間の原子位置の重なりにはずれがあり, 表面では六員環を形成する炭素原子の真下に原子があるかどうかで状態密度が変わり, その結果六員環の半数の炭素原子が STM 像では明るく見える[5]. 図 5 の STM 像から分かるように, この装置ではノイズが低く抑えられており, 明瞭に原子を観察することができていると言える. 図 5(b)は, 測定したグラファイト表面の原子の像を 3 次元表示し

たものである. また, 図 6 にグラファイト表面で測定した走査トンネル分光測定の結果を示す. 式(3)で示されているように, この I-V 特性のグラフから各電圧でのグラフの傾き dI/dV を求めることによって, 状態密度に相当する情報が得られることになる.

5. まとめ

研究で使用するために作製した超高真空 STM をベースにして, 簡易型表面解析装置を開発した. この装置は, 従来の走査トンネル顕微鏡と比べて大変小型化されており, 持ち運びも容易である. 部品点数が少なくなるように設計したため, 製造コストを低くすることができると考えられる. この簡易型表面解析装置によって, これまで高価であったため主に大学の研究室や研究機関でしか使用されてこなかった STM が, 大学や高専における学生実験用の装置としても採用できるようになると考えられる. さらに高校や中学の物理や化学, 理科の教材としても用いられるようになることを期待している. 授業で学んだ原子や分子を実験で学生や生徒が直接自分で確認することができれば, その教育的な効果は大きいと言える.

参考文献

- [1] H. Uchida, D. H. Huang, F. Grey and M. Aono, "Site-Specific Measurement of Adatom Binding Energy Differences by Atom Extraction with the STM", Phys. Rev. Lett. 70, No. 13, 2040-2043 (1993).
- [2] H. Uchida, S. Watanabe, H. Kuramochi, J. Kim, K. Nishimura, M. Inoue and M. Aono, "Adsorbed Si on the Si(111)7×7 Surface Studied by Scanning Tunneling Microscopic and Molecular Orbital Approaches: Stationary and Diffusing Si Adsorbates", Phys. Rev. B 66, No. 16, 161316-1-4 (2002).
- [3] 内田裕久, "基礎講座 STM・AFM", 応用物理学会誌 71, No. 10, 1277-1285 (2002).
- [4] H. Uchida, T. Kuroda, Fariza B. Mohamad, J. Kim, K. Nishimura and M. Inoue, "Study of Adsorption of Al Atom on Si(111)7x7 Surface", Surf. Sci. 566-568, 197-202 (2004).
- [5] 日本表面科学会編, "表面分析技術選書 ナノテクノロジーのための走査プローブ顕微鏡", 丸善 (2002).