大 ス ト ロ ー ク STM*

津田展宏** 山田啓文** 石田文彦*** 宮下正之† 山口正高†

Wide Range STM

Nobuhiro TSUDA, Hirofumi YAMADA, Fumihiko ISHIDA,
Masayuki MIYASHITA and Masataka YAMAGUCHI

We have developed the wide range scanning tunneling microscope (STM) to measure surface topography of a diamond turned gold mirror, a gold coated float polished glass surface and so on. Three dimensional positioning of our STM device is achieved not by using a famous piezoelectric tripod, but by monolithic high precision wide range translation mechanisms, which we call multi-compound parallel spring. One of strong points of this device is that capability of this specially fabricated X-Y stage is to measure over a sample area of $70\ \mu\text{m} \times 70\ \mu\text{m}$ and is easily cut from a monolith. We have got an information that each diamond tip trace straightness of the turned surface using a high precision air bearing lathe changes noticeably in the portion. This fact shows that we still have to improve not only such manufacturing conditions as tool radius, and the roughness of tool tips but also the surface finish machine environments especially vibrations.

Key words: wide range STM, diamond turned gold mirror, multi-compound parallel spring

1. ま え が き

1982年, スイス IBM, G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, E. Weibel¹⁾ が走査型トンネル顕微鏡 (STM) により, シリコン (111) 面 7×7 構造の原子像を実時間で観察を行って以来, 各国の研究者たちが自分たちの手によるこの顕微鏡の実現に向けて躍起になっていた。最近は一連の追跡も終了し STM により, 7×7 構造の原子配置の謎²⁾ を解くことなど基礎的な分野から, トンネル電流検出用針にパルス電圧を流すことによって³⁾, グラファイト面を原子の尺度でもって加工するなどの STM を出発点とした応用研究⁴⁾ など様々な分野に発展されようとしている。

一方, このような STM の構造といえば G. Binnig らが最初に用いた圧電セラミックスの PZT を XYZ 方向に直交させたトライポッド, あるいはチューブスキャナと呼ばれる微動機構がほとんど占めている現状である。これはサンプル測定範囲がせいぜい数 $\mu\text{m} \times$ 数 μm どまりであったり, 又, この範囲内でもこれら微動機構は相互干渉があり正確な X-Y 平面走査を

行っているとはいいいくなく, TEM 像 (透過型電子顕微鏡) とは大幅に食い違いがあったという情報もある。この STM の横分解能 $0.2 \sim 0.3\ \text{nm}$ という値は従来の触針式横分解能が $50\ \text{nm}$, 光学式では使用波長程度, つまり $1\ \mu\text{m}$ 前後であることに比べれば極めて優れているので, X 線ミラーなどの短波長光学素子の表面粗さやダイヤモンド旋削面測定への適用も望まれている。

ところがこれらを測定する場合は数 $\mu\text{m} \times$ 数 μm のみを測定するだけでは不十分であり, 必要性に応じた十分なストロークを有する STM の開発が急がれていた。そこで, 運動性能も優れた, 小型で固有振動数が高い折返し多段平行ばねを考案して走査範囲が広く, STM 操作を容易にできる本 STM を開発した。

2. 大ストローク走査部

2.1 一体構造の X-Y 重畳形平行ばね

図 1 に示すものは 1 個の平行ばねを 3 段直列に連結して X 方向に変位する重畳形平行ばねと, 同じく 3 段の Y 軸平行ばねを X 軸よりも 90° 位相をずらし両者を一体とした X-Y 重畳平行ばねであり, 1 金属片から放電加工機, ジグボラ, ジググラインダで加工されるものである。この機構により単一の平行ばねの 3 倍大きく, X, Y それぞれの方向に変位可能となる。

* 原稿受付 昭和 63 年 6 月 25 日, 昭和 62 年度精密工学会秋季大会学術講演会 (昭和 62 年 10 月 12 日) にて発表

** 計量研究所 (つくば市梅園 1-1-4)

*** (株)東芝 (横浜市磯子区新杉田町 8)

† (株)ニコン (東京都品川区西大井 1-6-3)

ω : 鋼球を用いないとき
の単一平行ばねの固有振動数

ここで用いた平行ばねの寸法及び縦弾性係数は、アルミニウム合金 (A 6061 T-6) として、 $E=7.0 \times 10^2$ GPa, 他寸法が $h=8 \times 10^{-3}$ m, $b=0.3 \times 10^{-3}$ m, $a=2 \times 10^{-3}$ m, $D=10^{-3}$ m, $F=9.8$ N のとき

$$\omega_1 = 1.73\omega$$

となり、平行ばねが拘束を受けないときの固有振動数 ω を 1.73 倍上昇させることになる。 ω_1 , ω の値も表 2 に示す。

図 4 に二次元折返し式平行ばねの各単一平行ばね部に PZT を挿入したときの周波数特性を示す。X 方向で 126, 408, 600 Hz, Y 方向で 152, 502, 744 の各平行ばねの固有振動数 ω_{ex} が得られた。このとき電磁石励磁電圧はランダム波形入力とし平行ばねをふらし、出力変位量を静電形容量変位計で取り出し FFT アナライザにより分析を行った。 ω_{ex}/ω_1 の比をとると 0.81~1.28 倍の間であり、理論的に解析した結果とよく一致している。

X-Y 折返し式多段平行ばねの特性を測定したが、100 V の印加電圧により X, Y それぞれ 70 μm 動かすことがわかった。ヒステリシスが顕著に出るが、これはピエゾ素子の影響である。STM 像をとるときには一方向のみ PZT をふって他方向からのトンネル電流の信号は無視している。

Fig. 4 Frequency response of the multi-folded compound parallel spring

Fig. 5 STM controller

Table 3 STM controller, damping facilities and so on

Tunnel current (Sample is made of gold)	about 1 nA
Bias voltage	1 V-100 mV
Distance between sample and tip :	
rough setting	20-30 μm
precision setting	3 μm
super precision setting	about 1 nm
Damping facilities	air damping, 5 metal plates and 5 pieces of rubber

3. STMの構成

3.1 STM 制御回路, 本体, 防振部

図5にSTM機器構成，表3にSTM操作に必要なチップ設定法，防振対策を示している。

X-Y 二次元折返し式平行ばねの駆動は2台の三角波発生器により PZT を駆動させて行う。このとき一方の発生器から、1/2 周期ごとトリガパルスを出し、他方の発生器の三角波の始点を常にストレージオシロスコープの画面に STM 像を描くときの開始点とする。そのことにより X 方向へ1回走査すると2回目の走査は Y 軸方向へ少し変位して、しかも定まった測定面端面から X, Y 方向へ走査することが可能となる。

図6にSTM走査部、チップ設定部、防振部など装

Fig. 6 Side view of the wide range STM

置全体を示している。

3.2 環境対策

我々が目標としたSTMの場合走査範囲が広いことで測定時間が多くかかる。従ってデータの信頼性・再現性をよくするためには測定環境が通常の実験室では不十分であり、新しく防音・シールド・恒温室を作り、その中に装置を格納した。この部屋の壁は厚さ100 mmであり、合板、鉛板、プラスタボード、グラスウールからなる。その結果、温度は1/100~1/1 000 Kに保つことができ、電波は500 kHz~20 MHzで60 dB減、音響ノイズは63~8 000 Hzの範囲で39~43 dB減少している。

STM本体は2 m×1 m、厚さ20 cmの定盤上に5枚のゴム板、5枚のステンレス板を交互に重ねた上に乗っている。

3.3 針(チップ)製作技術

Binnigらの最初の論文は¹⁾ タングステン針をグラインダにより細くして用いると記されてある。しかしながら、原子間隔0.25 nmのグラファイトや二硫化モリブデンなど層状化合物のSTM像は最先端の原子のみならず複数の原子からトンネル電流が出ているかのように原子像と原子像が重なって、あたかもモアレ像を形成する実験結果が見受けられる。針の先端をできるだけ細くして、シングルアトムチップをつくる方法も考えられているが、ここでは電解研磨法⁴⁾により行った。この方法はまず1/2規定のKOH液中に針となる部分をくびれさせ、先端は長さ約2 mmのおもりとした直径φ1 mmの金属針を挿入する。この針と液中の金線とを電極とすると、金属針がだんだんと溶けていって、くびれた所が早く細くなり、最後には先端のおもりによって引っ張られて先端径がとがった針

が出来上がる。せっかく先鋭化した針を電解液中に少しでもそのままにしておくと丸みを帯びてしまうので、切れるとすぐ持ち上げることができるようそのときの電解研磨電流の変化をとらえ、直ちに電極電圧を加える研磨電流の変化をとらえ、直ちに電極電圧を加えることを中止し針を直ちに持ち上げる機構も備えている。この方法だと確率よく実に先端径数十 nm 以下の針ができる。

4. STMによる超精密加工面測定

4.1 実験操作

実験に使用した試料は、金表面をピッチ0.4 μm、切込み深さ40 nmで超精密旋盤を使って切削したものである。この試料を用いて以下の手順で実験を行った。

1. タングステンチップを電解研磨で作成する。
2. 研磨終了後、チップを蒸留水、エタノールの順に洗浄する。
3. チップをSTMユニットにセットする。
4. 試料をサンプルホルダに取り付け、アセトン、蒸留水、エタノールの順に綿棒で洗浄する。表面の汚れ(主に油)を取り除くのが目的である。
5. 試料をSTMユニットにセットする。
6. チップの先端を実体顕微鏡で観察しながら試料表面に近づける。このときチップをぶつけないように注意する。
7. トンネル電流をオシロスコープでモニタしながら粗動用のPZTに電圧を加えてチップを近づける。トンネル電流が検出できない場合は、6に戻って繰り返す。
8. トンネル電流が検出できたら、粗動用PZT駆動電源を落とし、シールドケースをかぶせ1 h程度放置し、装置を雰囲気になじませる。
9. 粗動用PZTに電圧を加え、チップをトンネル電流が流れる所まで近づける。
10. 微動用PZTアンプのゲインを上げ、フィードバックをかけ、サーボ動作可能にする。試料を走査して負帰還電圧を表示しSTM像とする。

4.2 実験結果

本STMを用いて測定した切削面およびコート面の画像を図7, 8, 9に示す。図7では同一試料について左側に1回目、右側に2回目の測定結果を示すが、再現性が高い点に本STMの特長が見受けられる。これらの図によると直線であるべきバイト跡が彎曲していたり、平面が突出していることが見受けられる。従って今後さらに良好な面を得ようとするならば加工機の微振動、刃物台の直進性改良などの対策が施されるべき

Fig. 7 Wide range STM images of a turned Au surfaces

Fig. 8 30 μm range STM image Fig. 9 6 μm range STM image of Au coated glass

である。

図8に30 μm の走査を行った金コート面のSTM像を示すが、上記同様1回目、2回目の測定結果とも再現性がよい。この良好な再現性は70 μm のストロークにおいても得られている。この図右上方6 μm に試料の凹凸が激しい部分があるので、この辺のみ走査してより詳細像を得たのが図9である。このようにいったん広範囲に試料を測定し詳しくデータを欲しいところのみ集中して像を得る点にも本STMが威力を発揮する。

5. 結 論

- (1) X-Y軸に加える電圧が100 Vと低いにもかかわらずストロークが70 μm のステージを得た。平行ばねをさらに重畳化・折返しすることでさらに大きなストロークを実現できる。
- (2) 複数のPZTを利用するためPZTを個別に制御することができ任意の位置を高分解能で観察できるので使い勝手がよい。
- (3) この折返し式平行ばねを利用して大ストロークSTMを開発した。これは広範囲にSTM像をとることができ、その一部のみの詳細像も同時観察するなどの特長を有する。

参 考 文 献

- 1) G. Binnig et al.: Surface Studies by Scanning Tunneling, Phys. Rev. Lett., **49**, 1, (1982) 57.
- 2) 高柳邦夫: Si (111) 7 $\times$ 7 再配列構造, 日本物理学会誌, **42**, 3 (1987) 255.
- 3) J. S. Foster et al.: Molecular Manipulation using a Tunneling Microscope, Nature, **331**, 28, (1988) 324.
- 4) H. Yamada et al.: Experimental Study of Forces between a Tunnel Tip and the Graphite Surface, J. Vac. Sci. Technol., A, **6**, 2, (1988) 293.