変位補正機能付き走査型トンネル顕微鏡*

佐々木 彰** 川上博己*** 山内清茂† 野崎昭俊†† 岩田 太†††
深谷次助** 小坂 明†††† 青山尚之** 久保高啓**

Scanning Tunneling Microscope with a Displacement Correction Mechanism

Akira SASAKI, Hiroki KAWAKAMI, Kiyoshige YAMAUCHI, Akitoshi NOZAKI,
Futoshi IWATA, Jisuke FUKAYA, Akira KOSAKA,
Hisayuki AOYAMA and Takahiro KUBO

This paper describes a new scanning tunneling microscope (STM) system with a displacement correction mechanism. Precision two-dimensional positioning of our STM instrument is achieved with a monolithic parallel spring. Therefore, the mutual interference effect of two-dimensional displacements is negligible. And then, the nonlinearity caused by piezoelectric element hysteresis is measured using a semiconductor-laser interferometer, which is used wavelength modulation using injection current modulation. The displacement correction is achieved by this interferometer. Highly oriented pyrolytic graphite and optical disk surfaces are observed by our STM, and in the case of the optical disk the distortion of the STM topography and the size between tracks are corrected with the interferometer signal.

Key words: scanning tunneling microscope, STM, parallel spring, electrochemical etching, HOPG, tip, optical disk, semiconductor laser, interferometer

1. ま え が き

走査型トンネル顕微鏡 (STM) は原子分解能で物質の表面性状を観測できる新しい顕微鏡として発達してきた¹⁾²⁾。STM において探針の 3 次元的な位置決めと運動には圧電素子 (PZT) を用いた 3 次元的走査機構が使用されている³⁾。これらの機構において、PZT のヒステリシスに伴う非線形性、クリープおよび走査機構の各軸の相互作用に伴い、STM 像にひずみが発生する^{3)~6)}。これらの非線形性の補正は次のような方法で行われている。あらかじめ測定した PZT の印加電圧変位特性から STM 像のひずみをソフトウェアで補正する³⁾。この方法は変位のその場測定を行っておらず、STM 走査範囲を変化させた場合に補正誤差が発生しやすい。また STM 機構の温度変動等の効果は補正できない。光学的方法で STM 走査機構の変位補正を行う方法が各種提案されている⁴⁾⁵⁾。しかしなが

ら、STM 機構上の問題、すなわちトライボット型、チューブ型、十字型等の xyz 各軸の相互干渉および STM 探針先端の変位測定が困難なこともあり、STM 探針先端の運動位置を精密には測定できない。超精密加工面、半導体素子および光ディスクの評価などの工学的応用を考える場合、各軸間の相互干渉等の影響を機構的に少なくし、また積層型 PZT のヒステリシスに伴う非線形性により発生した STM 像ひずみをその場で補正できる STM システムが望まれている。

本研究は STM 走査機構の 2 軸、すなわち x, y 軸に相互干渉の少ない 2 次元一体型平行ばね、および積層型 PZT を使用し、またその変位絶対値を STM 装置に組み込んだ半導体レーザ干渉計によって測定し、積層型 PZT のヒステリシスに伴う非線形性およびクリープを補正できるシステムについて述べている。このシステムを用いた測定例として、高配向熱分解グラファイト (HOPG) および光ディスクを測定した。

2. STM システム

2.1 STM 装置

本研究で製作した STM システムの構成を図 1 に示す。システムはトンネルユニット、PZT 駆動系およ

* 原稿受付 平成 4 年 5 月 15 日

** 正 会 員 静岡大学工学部 (浜松市城北 3-5-1)

*** (株)浜松ホトニクス (浜松市砂山町 325-6)

† NTN(株) (磐田市東貝塚 1578)

†† コニカ(株) (八王子市石川町 2970)

††† 富士通(株) (川崎市中原区上小田中 1015)

†††† ミノルタカメラ(株) (堺市大仙西町 3-91)

Fig. 1 Schematic diagram of a scanning tunneling microscope system

Fig. 2 Schematic of the mechanical arrangement of the STM unit

び測定・制御系よりなる。トンネルユニット部の詳細を図2および図3に示す。粗動機構はトンネル電流が検出できる位置まで、探針と試料を接近させる機構であり、本研究においてはマイクロメータヘッドの6 mmの変位により1 mm上昇する機構および積層型PZT（トーキン NLA 5×5×10）を使用した。なお、積層型PZTは凹凸の大きな試料を観測する場合においてはz軸方向微動機構としても使用する。微動機構はトンネル電流を一定に保ちながらx,y軸の2次元走査を行うものである。使用した装置においては2段の微動機構を有している。1段目はチューブ型PZT（トーキン製）を用い、x,y軸方向に数nmから数百nmの走査を行い、z軸方向で±250 nm微動および制御できる。2段目の走査機構はアルミニウム製の2次元一体型平行ばねと積層型PZTよりなり、数μmの

Fig. 3 Schematic diagram of the displacement correction mechanism constructed with the semiconductor laser interferometer and the monolithic parallel spring

変位が可能である。平行ばねは図3に示す構成をジグボアで穴あけ加工したもので、一辺の長さが44 mm、厚さが10 mmであり、φ14 mmの穴を組み合わせることで製作した。重量は30 gであり、変位発生駆動部における力と変位の関係より求めたばね定数は0.7 MN/mである。一体型平行ばねは共振周波数が高く、特にz軸方向の共振周波数が高い、また変形時のx,y軸方向の相互干渉が非常に少ないという特長がある⁷⁾。トライボット型ではx軸方向5 μmの変位により、y軸方向への干渉量は数nmから数十nmとなる。しかし走査機構に一体型平行ばねを使用すれば、この干渉量を0.1 nm以下に押さえることができる。また、z軸方向駆動用のPZTをこの平行ばね上に装着すれば、原理的にはz軸方向とx,y軸との相互干渉は発生しない。z軸方向の凹凸はx,y方向の走査範囲数μmにおいて100 nm程度と小さいことが考えられるため、この場合z軸方向のPZTのヒステリシスに伴う非線形性等を考慮する必要はないと考えられる。したがって、本研究においては積層型PZTによるx,y軸方向の変位のみを干渉計で測定し、補正を行うこととする。

製作したSTMユニット部の制御特性に特に関係するz軸方向の共振周波数特性をランダムノイズを入力し、FFTアナライザで測定した結果を図4に示す。

Fig. 4 Frequency response of the STM unit

共振周波数は8.8 kHzであり、製作したSTMユニットの剛性が高く、共振周波数が高いことがわかる。

2.2 制御および測定

図1に示した電流電圧変換器(I/V変換器)は外部雑音の影響を避けるためSTMユニット内に堅く装着し、トンネル電流検出において漏れ電流の少ないオペアンプ(OPA 104 AM)を使用し、 5×10^7 V/Aのゲインで電圧に変換する。この出力電圧は増幅器、対数変換器、差動増幅器、積分回路を通り、z軸方向PZT駆動回路へとトンネル電流が一定になるようにフィードバックされる。z軸方向PZTへ印加された電圧をA/D変換し、パソコンへ入力する。x, y方向の走査はパソコンのD/A変換器出力をPZT駆動回路に印加して行う。

2.3 防振・防音対策

STMユニットおよび干渉計は空気ばね式除振台と真ちゅうおよびバイトンゴムで構成した5段の金属スタック方式による除振台上に固定することで床からの振動の影響を防いでいる。大気中においてSTM観測を行う場合、床からの振動のみならず風および音等の影響を探針部分で検出する。そのため、STM機構部およびSTM駆動部への配線等の振動防止のため鉛およびゴム等を使用した。トンネル電流検出部が振動等に特に敏感のため、探針およびI/V変換器回りの防振および防音に特に注意する必要がある。拍手および口笛の外乱により、制御時のトンネル電流が変動しないことを確かめた。

2.4 探針作成技術

光ディスク表面等のように凹凸の激しい表面形状を測定する場合、探針先端の曲率半径および形状が測定精度に影響するため、大気中で酸化されることが少ないPt-Ir合金線(90%:10%, 直径0.18 mm)の探針を電気化学的エッチング法⁸⁾により作成した。探針は

Fig. 5 Tip structure observed with the SEM

次の2段階の工程で作成する。第1段階はエッチング溶液(CaCl_2 (60%), H_2O (36%), HCl (4%))に合金線を1.5 mm挿入し、炭素棒とで電極を形成し、交流電圧25 Vを印加する。合金線からの泡の発生が数粒になるまでエッチングを行う。この段階で基本的な探針形状が作成される。第2段階は直径0.1 mmの金ワイヤを用い、直径2 mmの環を作成し、第1段階で使用したのと同じのエッチング液で環の上に薄いフィルムを作成する。環を第1段階で加工された合金線の下部に置き、合金線と環の間に交流電圧2 Vを印加する。合金線をxyz位置決め装置により薄いフィルム中を上下させ、第1段階よりもさらに精密なエッチングを行う。このような方法により先端曲率半径が数十 nmの探針が容易に作成できる。作成した探針例のSEM写真を図5に示す。なお、機械的切削で製作した探針をも使用し、STM観測を行う。

2.5 半導体レーザ干渉計

本研究で使用了半導体レーザ干渉計の構成図を図3に示した。光源に半導体レーザを使用しているため小型の干渉計およびSTM装置となっている($160 \times 160 \times 70$ mm³)。このため干渉計における大気の揺らぎに伴う屈折率変化の影響を小さくできる。半導体レーザには注入電流を変化することにより発振波長を直接変調できる特長があり、この特長を積極的に利用した波長変調型干渉計がある⁹⁾。本研究ではこの形の干渉計を製作し使用した。使用した半導体レーザの波長は780 nmであり、ペルチェ素子を用いた温度安定化装置を製作し、その上にレーザを装着して8°Cの温度で使用した。この装置の温度安定度は $\pm 0.01^\circ\text{C}$ であり、また発振波長の温度依存性は 0.025 nm/ $^\circ\text{C}$ であるため、発振波長の変動幅は 2.5×10^{-4} nmとなり、本研究においては温度変動の影響は考慮する必要はない。この干渉計使用時には発振波長と注入電流との依存性を測定しておく必要があり、60 mAの注入電流

Fig. 6 The parallel-spring displacement measured with the semiconductor laser interferometer as a function of applied voltage

においてマイケルソン干渉計の光路長差を反射鏡を移動して測定し、 0.078 nm/mA と求められた。一体型平行ばねに装着した積層型 PZT の変位測定時には、変調電流振幅 10 mA 、変調周波数 1.67 kHz とした。図 3 に示すように STM 装置に組み込んだ状態で一体型平行ばねに反射鏡を接着し、変位特性を測定した。半導体レーザから射出したレーザビームは CD 用レンズを使用し平行光線とした。x, y 軸方向の 2 方向の変位を同時に測定可能とするため、ビームを 2 分割し、2 つの干渉計用の光源とした。図に示すように一体型平行ばねを使用しているため、平行ばね上に装着した PZT 上の探針の運動を探針の測定位置に関係なく、高精度に測定できる。積層型 PZT の x, y 軸方向の変位特性の測定結果例を図 6 に示す。STM 測定は印加電圧を上昇する方向で行うため、その方向の測定結果を示す。PZT のヒステリシスに伴う非線形性が現れている。この非線形性の量は平行ばねに装着する前の特性とほぼ同一であり、平行ばねの弾性的特性の効果はほとんど受けていない。すなわち荷重が掛かってい

Fig. 7 STM image of a highly oriented pyrolytic graphite measured at a tunnel current 1 nA and at 20 mV sample bias

ない状態とほぼ同一の変位特性を示している。

3. STM による測定

本研究で製作した STM システムが原子オーダーの測定も可能であることを示すため、HOPG の原子像観察を行った。結果を図 7 に示す。トンネル電流は 1 nA であり試料バイアス電圧は 20 mV であった。このように、製作した STM システムを用いて原子分解能が得られ、高精度 STM であることがわかる。

光ディスクスタンプで作成した複製光ディスクの基板表面に金を 20 nm スパッタした試料の STM 観測を行った。観測に用いた光ディスクのデータ部の構造を図 8 (a) に示す。図に示すように光ディスク表面にはトラッキングのためにスパイラル状にトラックが切っている。トラックの間隔は約 $1.64 \mu\text{m}$ 、溝の幅は $0.45 \mu\text{m}$ 、そして深さは約 70 nm である。このような凹凸の形状を STM で観測する場合、図 8 (b), (c) に示すように探針の曲率半径が問題となる。図 9 に光ディスク表面にスパッタした金薄膜の STM 像を示す。走査範囲は $160 \times 120 \text{ nm}^2$ および $40 \times 30 \text{ nm}^2$ であり、トンネル電流等の条件は上記と同様である。金の微粒子の直径は $10 \sim 20 \text{ nm}$ 程度であり、これらの走査領域においても十分高精度であることがわかる。光ディスクのデータ部の STM 観測例を図 10 に示す。図 (a) は機械的切削により製作した探針を使用した場合であり、平坦部は十分その形状をとらえているが、溝部分の形状は不十分であり、また溝の深さも 16 nm と小さい値となっている。図 (b) はエッチングによって製作した探針を用いた場合であり、溝の形状を十分再生している。しかし、トラックの形状にひずみが見られ、またトラックの間隔も均等でない。これ

Fig. 8 Optical disk track structure. The effect of the tip radius of curvature shows in the case of (b) 30 nm and (c) 200 nm

Fig. 9 STM images of a gold thin film on the optical disk. The image areas are (a) $160 \times 120 \text{ nm}^2$ and (b) $40 \times 30 \text{ nm}^2$

は走査に使用した PZT のヒステリシスに伴う非線形性のためである。図 6 に例として示した積層型 PZT の電圧変位特性を STM 観測と同時に測定し、補正を

Fig. 10 STM images of the optical disk. (a) is observed with a mechanical fabricated tip. (b) is observed with an electrochemical etching tip

行くと図 11 に示すように STM 観測像におけるひずみを除去できる。ピッチ幅の寸法に注目すると、補正前には 150~200 nm 程度のひずみによる誤差が生じていたが、補正後には 50 nm 以下の誤差となった。このように一体型平行ばねを使用した STM に半導体レーザ干渉計を組み込むことにより、積層型 PZT の非線形性を補正可能である。本研究で製作した STM システムは $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ の走査範囲であったが、さらに広範囲走査可能な STM にも本補正方式が適応可能である。

4. ま と め

2次元一体型平行ばね使用および積層型 PZT 変位補正機能付き STM システムを製作し、光ディスクを観測した結果、次のことが明らかとなった。

- (1) 2次元一体型平行ばねは剛性が高く、また共振周波数も高く、変位特性も良好であり、STM 装置に適している。
- (2) 一体型平行ばねを使用した STM はその変位と探針変位が 1 対 1 に対応し、変位測定および補正が容易である。
- (3) 上記構造の STM に半導体レーザ干渉計を組み込んだ小形の STM システムは共振周波数を高くでき、HOPG の原子像も観測可能である。

(a)

(b)

Fig. 11 Correction of the STM topography and the size between tracks of the optical disk with the semiconductor laser interferometer signal. (a) is the uncorrected image and (b) is the corrected image

- (4) 上記システムを使用し、光ディスク表面を観測するとともに、積層型 PZT のヒステリシスに伴う非線形性の補正を行い、STM 像ひずみおよび測定画像の寸法補正が可能であることを示した。

謝 辞

本研究にあたり、ご協力いただき、また一体型平行ばねを製作していただいた(株)ミットヨ、ご援助いただいた富士電気化学(株)(静岡県産学共同研究開発事業)及び(財)コニカ橋保善会、光ディスク試料をご提供いただいた三菱化成(株)、STM 探針の SEM 撮影にご協力いただいた静岡大学工学部の石井仁教授、STM 装置の製作にご協力いただいた静岡大学工作技術センターの皆様にご感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) G. Binnig and H. Rohrer : Scanning Tunneling Microscopy - From Birth to Adolescence, Rev. Mod. Phys., **59**, 3, (1987) 615.
- 2) P. K. Hansma and J. Tersoff : Scanning Tunneling Microscopy, J. Appl. Phys., **61**, 2, (1987) R 1.
- 3) 岡山重夫, 梶村皓二, 渡辺眞二, 本間昭彦 : 高分解能微動アクチュエータと制御, 精密工学会誌, **54**, 5 (1988) 817.
- 4) 佐々木 彰ほか : レーザービーム偏向による走査型トンネル顕微鏡圧電素子の変位測定, 光学, **21**, 2 (1992) 95.
- 5) 中山 貫 : STM ファミリーにおけるレーザーの利用, レーザー研究, **19**, 2 (1991) 147.
- 6) 津田展宏, 山田啓文, 石田文彦, 宮下正之, 山口正高 : 大ストローク STM, 精密工学会誌, **55**, 1 (1989) 146.
- 7) 西村国俊 : ばね支持された小形微動台の開発, 精密工学会誌, **54**, 7 (1988) 1369.
- 8) I. H. Musselman, P. A. Peterson and P. E. Russell : Fabrication of Tips with Controlled Geometry for Scanning Tunneling Microscopy, Prec. Eng., **12**, 1, (1990) 3.
- 9) 石井行弘 : 半導体レーザーの周波数変調特性を用いた干渉法, 光学, **20**, 5 (1991) 265.