原子間力顕微鏡チップ—表面間相互作用の
原子直視型透過電子顕微鏡観察*木 塚 徳 志^{*1}

(受理1997年11月19日, 掲載決定1998年1月10日)

Direct Atomic TEM Observation of AFM Tip-Surface Interaction

Tokushi KIZUKA

(Research Center for Advanced Waste and Emission Management, Nagoya University,
Department of Applied Physics, Faculty of Engineering, Nagoya University,
Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603, Japan)

(Received November 19, 1997, Accepted January 10, 1998)

Atomic processes of mechanical interaction between a tip of atomic force microscopy (AFM) and surfaces were directly observed by time-resolved high-resolution transmission electron microscopy at spatial resolution of 0.2 nm and time resolution of 1/60 s.

A piezo-driving specimen holder of transmission electron microscopy (TEM) was developed for the observation of AFM tip-surface interaction. Nanometer-sized tips of gold were allowed to be approached, contacted, bonded, deformed and fractured inside a 200 kV TEM using the specimen holder. Atomic scale contact or non-contact type surface-scanning corresponding to AFM operation was performed using the gold tip. No structural modulation was observed during the non-contact type scanning. On the other hand, the crystallographic boundary formed between the tip and surface during the contact-type scanning. It was found that stick-slip motion appears due to the boundary formation. A few atomic layers near the surfaces and the boundaries were responsible for the contact-type scanning. The surface structure changed after the scanning.

1. はじめに

走査プローブ顕微鏡を用いると、真空中に密接に関わる表面の構造を原子レベルで解析することができる。この走査プローブ顕微鏡では、表面と探針間境界のトンネル電流や機械的相互作用によって観察像を再構成する。信頼ある解析をするためにはこのような近接物理現象の的確な評価が必要である。著者は0.2 nmの空間分解能と1/60秒の時間分解能を併せもつ時間分解型透過電子顕微鏡法とピエゾ素子駆動方式の特殊試料ホルダーを開発

し、近接物理現象における構造ダイナミクスの原子過程をその場で直接観察することに成功した。

この速報では、2つの結晶チップ表面間に生じる接近、接触、接合、変形、破断などのダイナミクスの原子直視型観察について報告する。

2. 実験方法

電子顕微鏡内で2つの物質間に機械的相互作用を生じさせたり、これらを組み合わせた表面走査、原子操作を行うために、著者はピエゾ素子駆動方式による電子顕微鏡特殊試料ホルダーを開発した (Fig. 1)^{1,2)}。可動側試料支持台は微小変位用の円筒状ピエゾ素子と粗動変位用のモーターに接続している。モーターによって可動側試

* 平成9年11月7日 第38回真空に関する連合講演会で特別講演

^{*1} 名大難処理研, 名大工 (464-8603 名古屋千種区不老町)

Fig. 1 Illustration of a piezo-driving specimen holder of a high-resolution transmission electron microscope for atomic scale surface-scanning.

Fig. 2 Direct atomistic observation of non-contact type scanning on a gold surface (B) by a gold tip (A). The distance between the two tips is kept 1.0 nm. Frames show the unit cells of gold projected along $[110]$ direction. Time is 0.0 s (a), 0.9 s (b), 1.8 s (c), 2.6 s (d), 3.2 s (e) and 4.3 s (f).

Fig. 3 Direct atomistic observation of contact type scanning on a gold surface (B) by a gold tip (A). The two tips bond by a boundary of a few atomic columns width. Frames show the unit cells of gold projected along $[110]$ direction. Time is 0.0 s (a), 2.2 s (b), 3.7 s (c), 6.7 s (d), 10.4 s (e) and 12.6 s (f).

料をx方向に最大 ± 1 mm変位できる。x方向の微小変位をピエゾ素子のこの方向に沿った均一な伸縮によって調節できる。ピエゾ素子駆動によるx方向の最大変位量と最小変位量はそれぞれ1.2 mm, 0.16 nmである。yおよびz方向の微小変位はピエゾ素子の片側の伸縮によって調節される。y方向の最大変位量と最小変位量はそれぞれ11.4 mm, 0.22 nmである。電子線入射方向と平行なz方向の最大変位量と最小変位量はy方向のそれと同様である。ピエゾ素子によって+100 nm変位させた後の履歴による移動量はx, y方向それぞれ1.3 nm, 2.5 nmである。

本研究では、99.999%の多結晶の金線を試料として用いた。直径は0.1 mm, 長さは5 mmである。2つの線の先端をアルゴンイオン照射によって研磨して、それらが向かい合うように試料ホルダーの可動側、および固定側試料支持台に固定した。この試料ホルダーを200 kVの高分解能透過電子顕微鏡（日本電子社：JEM-2010）に入れた。ピエゾ素子を駆動して、可動側支持端をxyzの3方向に変位させ、接触する位置を0.01 nm以下の間隔で調整する。次に先端同士を接近、接触、または接合させ、非接触型、接触型の表面走査を行った。この過程をその場で高分解能観察し、SIT型テレビカメラとビデオテープ装置を用いて記録した。観察時の空間分解能は0.2 nm, 時間分解能は画像の1単位視野に対応する1/60秒である。

2. 結 果

Fig. 2は非接触型の表面走査の過程を連続的に観察し

た高分解能観察像である。固定側試料先端(B)と可動側試料先端(A)に現れている{111}格子縞から、それぞれの表面原子配列を解析することができる。ここでは2つの試料先端間の距離を約1 nm程離している。走査中に可動側試料先端はなめらかに変位する。この走査前後では表面原子配列の変化はみられない。

これに対し、Fig. 3は2つの試料先端を接触させながら、表面走査したときの高分解能観察像である。これは接触型原子間力顕微鏡での表面走査に対応する。2つの試料先端の境界には数原子幅のネックが形成されており、走査とともにこのネックは移動する。Fig. 2の場合と異なり、可動側試料は不均一な動き（Stick-slip motion）を示す。これはネック形成により、動的な摩擦が生じているためである。走査の前後では表面近傍の数原子層の原子配列が変化していることがこの断面観察より明らかである。孤立した数原子幅のテラスはこの走査により消滅する。

このような形で原子スケールの摩擦の研究や、原子操作および走査プローブ顕微鏡の基礎研究に本直接観察法を利用することができる。

〔文 献〕

- 1) T. Kizuka, K. Yamada, S. Deguchi, M. Naruse and N. Tanaka: Phys. Rev., **B55** (1997) R7398.
- 2) T. Kizuka, K. Yamada, S. Deguchi, M. Naruse and N. Tanaka: J. Electron Microscopy, **46** (1997) 151.