JAIST Repository
https://dspace.jaist.ac.jp/

Title	超高真空STMで安定な原子像を得るためには？－試作と実験のノウハウ（I）－
Author(s)	富取，正彦
Citation	表面科学，17(5)：286-289
Issue Date	1996-05
Type	Journal Article
Text version	publisher
URL	http://hdl.handle.net/10119/7937
Rights	Copyright (C) 1996 日本表面科学会．富取正彦，表面科学，17(5)，1996，286-289．
Description	

JAIST
JAPAN
ADVANCED INSTITUTE OF
SCIENCE AND TECHNOLOGY

Japan Advanced Institute of Science and Technology

Technical Note（1996－May）
表面科学 Vol. 17, No. 5, pp. 286–289, 1996

実験ノウハウ

超高真空STMで安定な原子像を得るためには？

―試作と実験のノウハウ（Ⅰ）―

富取正彦

北陸先端科学技術大学院大学　〒923–12　石川県能美郡辰口町旭台1–1

（1996年2月7日受理）

How Have We Tried to Get STM Images with Atomic Resolution in UHV Using Our Lab-made STMs? — Recepes for Designs and Experiments (Ⅰ) —

Masahiko TOMITORI

Japan Advanced Institute of Science and Technology, Hokuriku
The School of Materials Science, 1–1 Asahidai, Tatsunokuchi, Ishikawa 923–12

(Received February 7, 1996)

大学の研究室レベルの技術で構築した超高真空STMの勘所を紹介する。経験談，失敗談を交えながらの実験装置製作ノートである（2回連続掲載）。

1. はじめに

鋭い針先を利用して，表面の原子配列をなぞるように描きだすことができる走査型トンネル顕微鏡（Scanning Tunneling Microscope：STM）が登場して以来，10年以上の年月が過ぎた[1]。この間に，STMがもたらした表面科学の進歩は驚愕すべきものがある[2]。筆者も幸運にも，STMという装置に係わるようになって今年でちょうど10年になる。この間に自らの装置を開発できる機会に恵まれ，多少なりとも結果を出すことができた。初期の頃と較べると現在は，高性能な市販のSTM装置が市場に出まわり，最近の科学技術基盤整備の流れにも乗り，STMがほとんどの研究機関に広まったことを思うと隔絶の感がある。このようなことを言いだすと，自分が歳をとったのかとも思われるが，それだけSTMが急速な進歩を遂げたということであろう。現在も，まだまだSTMという装置は科学する者にとって“夢”（次なるヴィジョン）を与え続けてくれると信じてこの分野に踏み留まっている。

今回，編集委員会から本稿への執筆依頼を頂いた。本誌に“実験ノウハウ”シリーズが開始され，その実験法としてSTMを含めた走査型プローブ顕微鏡（Scanning Probe Microscope：SPM）を取り上げ，最初にSTMのノウハウ記事を掲載する企画と伺った。高性能な市販のSTMが次々と登場している現在，筆者のノウハウが寄与する分があるのだろうかと疑問に駆られつつ，失敗談を含めた内容で，理論的な記述は原則として省いてよいと伺ったのでともかく御引受けすることにした。結果としてどうしてその方がよいのか，どうしてそう設計したのかなど，かなり個人的な嗜好による判断－本人はその時々で科学的に判断しているつもりだが－で実験を計画・実行している。したがって，この分野を専門とされている方々から観れば失笑を買うかもしれないと思いつつ，独断的にいくつかの重要と思われる点を指摘していきたいと思う。また，まだ一からオリジナルな装置を作ろうとされている方もいると期待して，経験的な事柄にも触れたいと思う。何れにしても，STMという魅力的であり，また時々予期せぬ

挙動を示す装置とつきあった経験とそこから得た(つもりになっている)“思想”を述べたいと思う。

2. STMの装置構成

最初に，STMの一般的な構成について概観する。STMはトンネル電流を測定し，その電流値が一定になるように探針の位置を制御しながら試料表面上を走査する装置である。したがって，STMは，探針の位置を精密に制御する粗動・微動機構，トンネル電流を検出しその値を一定に保つフィードバック回路，走査信号を発生させ，探針の試料面に対する高さを記録・画像化するコンピュータシステムからなる。またトンネル電流は探針と試料間距離の変動に極めて敏感なので，両者の間隔が変動しないように外部振動の伝搬を十分に抑制する必要がある。

図1にSTM制御系のブロックダイアグラムを示す。先端が鋭利な探針を，電圧を印加することによりx, y, zの3方向に伸縮するピエゾ素子(微動機構)に取りつける。図1に示した微動機構は，角柱型のピエゾ素子3本を互いに直角になるように組みあげた例である。ピエゾ素子は$Pb(Zr,Ti)O_3$からなるセラミクスがよく用いられる。角柱の相対する電極面に1 Vの電圧を印加すると，長手方向に10 Å程度伸び縮みするものが一般的である。最近は探針を高速に駆動するために，小型で共振周波数が高く3次元に変形する一体成形のチューブ型ピエゾ素子を用いたものが多い[3]。また，ピエゾ素子は印加電圧に対して非線形な伸縮応答(ヒステリシス，クリープなど)も示す。試料表面の凹凸を精密に計測するためには，ピエゾセラミクス材料の選定に配慮したり[4]，変位センサーの導入などによりピエゾ素子の印加電圧に対する伸縮特性をSTM観察中に校正する必要がある。

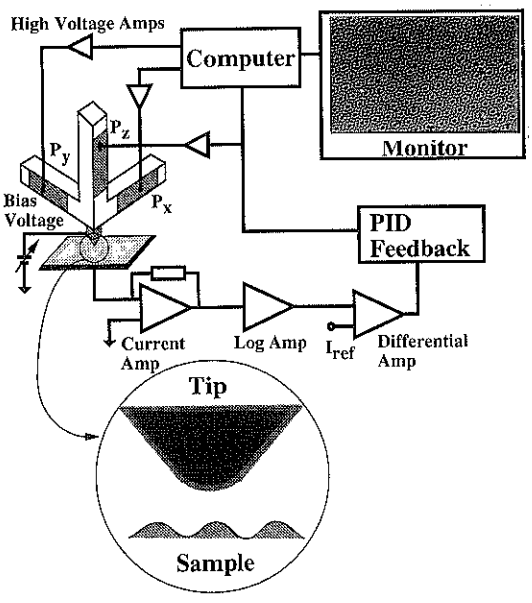

図1 STM制御系のブロックダイアグラム

観察開始時には，探針に適当な電圧を印加した状態で，試料表面へ探針先端をnA程度のトンネル電流が流れ始める間隔(約10 Å)にまで近づける。この観察準備作業は，数mmの移動範囲をもつ安定な粗動機構によっておこなう。トンネル電流は，試料に接続された微小電流アンプ(電流－電圧変換器(変換率：$10^{7\text{-}9}$ V/A程度))によって検出される。この出力を絶対値回路–log変換器を通し，探針と試料間の間隔に対して線形化する手法がよく用いられる。これにより，トンネル電流の指数関数的振舞いを補正して，間隔に対して線形な信号量に変換し，ピエゾ素子へのフィードバック量を伸縮に対して直線化する。検出された電流値(または間隔に対応した値)は差動アンプによって基準値(I_{ref})から引算され増幅される。この差分値をPID(Proportional-Integral-Differential)制御のフィードバック回路に入力する。この回路は，電流値が基準値(I_{ref})を越えたならピエゾ素子(P_z)が縮む向きに駆動印加電圧を変化させ，探針を試料面から離す。また，電流値が基準値(I_{ref})より減少したならピエゾ素子(P_z)が伸びる向きに駆動印加電圧を変化させ，探針を試料面に近づける。適当なフィードバック定数(増幅率，応答時間)を選ぶことでトンネル電流を基準値(I_{ref})と同じ値に安定に保つことができる。トンネル電流を一定に保つ制御をしながら，コンピュータによって発生させた三角波状の走査信号をP_x, P_yのピエゾ素子に印加することにより試料面に沿って探針を走査する。トンネル電流は一定に保たれたままなので，探針の動きは試料に触れることなく試料面の凹凸をなぞるように描きだしていく。走査中のピエゾ素子P_x, P_y, P_zを駆動している信号は，コンピュータに記録され，モニター上に表面トポグラフ像として表示される。

図2，図3に筆者らのグループが試作した最初の超高真空STMの概略を示す[5]。本装置の到達真空度は5×10^{-9} Paである。真空装置は空気ばね式の除振台の上に設置され，床などから伝わる振動を減衰させている。さらに音響ノイズを減衰させるために，真空槽内のSTMユニットは金属板とゴム材を交互に積み上げた金属積層板の上に置かれている。本装置は，探針と試料を交換するためのエアロック室とグリップ式のマニピュレータを備えている。その他に，探針先端を清浄化するための電子衝撃加熱機構と，探針の鋭さや清浄度を確認するための電界放射顕

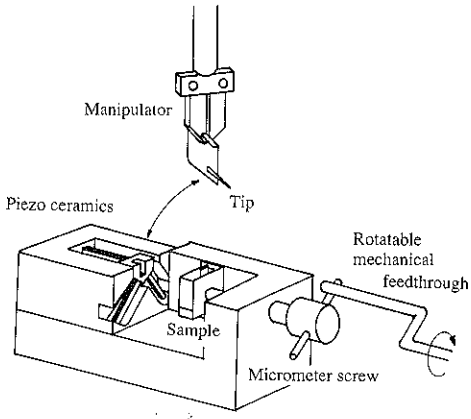

図2 STMヘッド。探針と試料はマニピュレータで交換する。粗動接近用のマイクロメータネジは真空装置の外部から回転導入機構を介してステッピングモータで駆動する

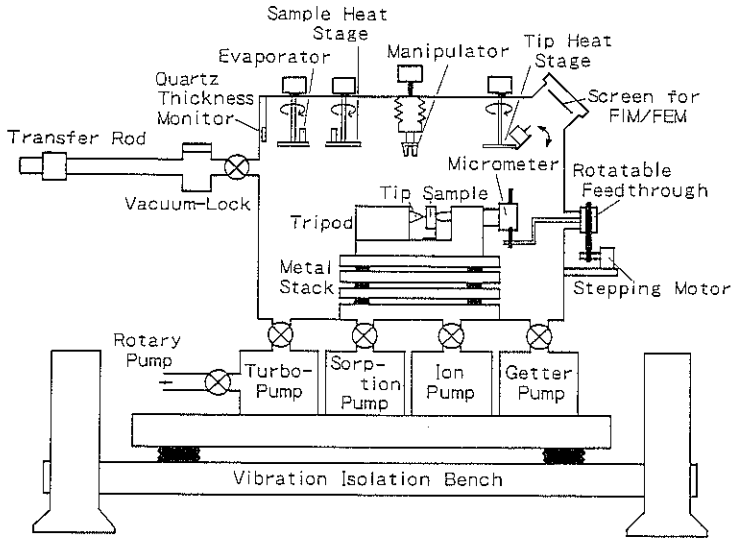

図3 超高真空STM装置の概観。装置全体は空気バネ式の除振台の上に設置されている。試料と探針を交換するためのエアロック室，探針の鋭さや清浄度を確認するためのFEM，蒸着装置などが取りつけられている

微鏡(Field Emission Microscope : FEM)[6] などが据えつけられている。

3. 「とにかく作って動かしてみること」

ここでは，STMを構成している各部分を試作する立場から取り上げ，設計の注意事項を列挙してみる。

3.1 機 構 部

実験屋の本分として当たり前のことであるが，「とにかく作って動かしてみること」が一番肝心である。というわけで，10年前にSTMを作り始めたとき，とにかく“STMもどき”を作ってみて“手触り”を早く得ようと考えた。Binnigの論文[1]・解説[7]にある装置構成図を見れば，針と試料を向かいあわせて，その間隔を変えることができる粗動・微動機構を構築すれば，“ためし”の実験ができることがわかる。そこで，くり貫いた金属ブロックにピエゾセラミクスの角柱3本を直角にエポキシ樹脂で貼りあわせた。粗動機構は試料を取りつけた板バネを手動マイクロメータヘッドで押しつける設計(ポンチ絵(?))で製作

した。当時，Binnigらはこのヘッド部を1日仕事で作り上げ，"one-day STM"などと称していたが，パーツが揃っていれば，組上げは実際，数日の内に終了してしまう。この後，このモデルを多少小型化したSTMヘッドをガス放出の少ない材料やグリース[8]を用いて製作し，超高真空中で十分な分解能で稼働させることができた[9]。ただし，より良い像を得るためには，まだまだ先の長い道のりがある。ここでSTMヘッド部の設計のポイントを列挙する。

1．小さく作る

位置決め機構の剛性(固有振動数)を上げ，外部からの振動伝達に共振しないようにする。ただし，必要以上に神経質になると，試料も探針も真空中で交換できなくなる。バネなども要所ごとに用いて，各部分の接触面がガタつかないようにすれば十分使用できる。ピエゾセラミクスなどの接合には，真空装置を焼きだすときに剥がれないように高温対応のエポキシ樹脂[10]を用いればよい。

2．熱の逃げ道を考慮しつつ，対称性よく作る

STM観察のときに試料の観察領域がドリフトしないことが望まれる。最近は，高温・低温観察ができる装置も多数開発されている[11]。温度が変化したとき，探針と試料の相対位置がなるべく変化しないように余分な熱を外部へ逃がしてやる設計は重要である。熱膨張に対しても，そのブロックの支点の位置を考えて対称に作り，膨張を相殺するようにする。

3．それなりに動けばよい粗動機構

こう言ってしまえば乱暴だが，観察前に探針を試料面に近づける粗動機構はとにかく動くことが大切である。真空装置の駆動部は，とかくトラブルが起こりやすい。したがって，やたらと凝った設計よりも単純で信頼性よく動く設計が一番である。最近は慣性駆動を利用した粗動機構が流行のようである。ピエゾ素子の一端に重りを付け，急激な伸縮により発生する慣性力を用いてリニアステージやネジを駆動する方式である[12~14]。この機構を3次元的に組みあわせることにより，探針と試料を接近させるだけではなく，試料面上の数mm角の範囲から目的の走査領域を選びだすことも可能である。

ここで考慮すべき点は，探針が試料に衝突しないようにすることである。接近時に，相対位置関係を光学顕微鏡，走査型電子顕微鏡などで確認することも有効である。最大の決め手は，トンネル電流をモニターしながらz方向のピエゾ素子を伸縮させ，探針先端と試料の位置関係がSTMフィードバック回路のダイナミックレンジ内にあるかどうか確認しながら粗動機構を駆動することである。このときの注意点は電流アンプの応答速度とダイナミックレンジである。真空トンネル障壁の場合，約1Åの間隔変化が電流の1桁の変化を生む。STMの標準的なフィードバック回路では，応答を線形にするために電流値をlog変換する。市販のlogアンプのダイナミックレンジは約4桁であるので，安全に接近させるためには，約4Åを粗動駆動する間にフィードバック系を働かせて粗動接近を停止させる必要がある。したがって，システムの応答速度を考慮して粗動速度を十分に低速にする。要は慌てないことである。

(次号に続く。)

文　献

1) G. Binnig and H. Rohrer: Surf. Sci. **126**, 236 (1983).
2) 例えば，以下のproceedings of the international conference on STM/STSを参照のこと。
Surf. Sci. **181** (1987), J. Vac. Sci. Technol. **A6** (1988), J. Microscopy **152** (1988), J. Vac. Sci. Technol. **A8** (1990), J. Vac. Sci. Technol. **B9** (1991), Ultramicroscopy **42–44** (1992), J. Vac. Sci. Technol. **B12** (1994).
その他，textbookとして，
C.J. Chen: "Introduction to Scanning Tunneling Microscopy" (Oxford Univ. Press, 1993).
J.A. Stroscio and W.J. Kaiser: "Scanning Tunneling Microscopy" (Academic Press, 1993).
R. Wiesendanger and H.-J. Güntherodt: "Scanning Tunneling Microscopy I, II, III" (Springer-Verlag).
などが挙げられる。
3) G. Binnig and D.P.E. Smith: Rev. Sci. Instrum. **57**, 1688 (1986).
4) O. Nishikawa, M. Tomitori and A. Minakuchi: Surf. Sci. **181**, 210 (1987).
5) 富取正彦，西川　治：応用物理 **61**, 279 (1992).
6) R. Gomer: "Field Emission and Field Ionization" (Harvard Univ. Press, 1961).
7) G.ビーニッヒ，H.ローラー：サイエンス **15**, 10 (1985).
8) フォンブリングリース VAC3，住鉱潤滑剤㈱.
9) 富取正彦，西川　治：応用物理 **57**, 1907 (1988).
10) 例えば，米国エポキシテクノロジー社 H65-175MP (代理店 理経).
11) 例えば，日本電子，オミクロン社などのカタログ参照のこと。
12) D.W. Pohl: Rev. Sci. Instrum. **58**, 54 (1987).
13) A.R. Smith, S. Gwo and C.K. Shih: Rev. Sci. Instrum. **65**, 3216 (1994).
14) R. Möller, A. Esslinger and M. Rauscher: J. Vac. Sci. Technol. **A8**, 434 (1990).