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（II）－
Author(s)	富取，正彦
Citation	表面科学，17(6)：352-355
Issue Date	1996
Type	Journal Article
Text version	publisher
URL	http://hdl.handle.net/10119/7938
Rights	Copyright (C) 1996 日本表面科学会．富取正彦，表面科学，17(6)，1996，352-355.
Description	

JAIST
JAPAN
ADVANCED INSTITUTE OF
SCIENCE AND TECHNOLOGY

Japan Advanced Institute of Science and Technology

表面科学 Vol. 17, No. 6, pp. 352-355, 1996
Technical Note

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（II）—

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?
—Recipes for Designs and Experiments (II)—

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)

1.「とにかく作って動かしてみること」

先月号から引き続き，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。

1.1 電気回路

“STMもどき”が，大学の研究室レベルの技術で自作できる秘訣は，その機構部の単純さに加えて，制御系が取り扱う周波数帯域，印加電圧範囲，ダイナミックレンジ（S/N比）などが，“素人”が自習しながら対応できる範囲にあり，市販の安価なOPアンプなどを弄くりまわした回路で十分立派(?)な動作を示す点にある。もちろん，プロフェッショナルなエンジニアに協力してもらえる環境にあれば，鬼に金棒である。“素人は素人なりに”，STM制御系を自作するうえでの勘所を列挙してみる。

1. 周波数帯域

トンネル電流を一定に保つための制御系の時間応答が速ければ速いほど，高速現象が観察できる。一般的なフィードバック理論によれば，入力信号はできるだけ忠実に高速にサンプリングすること，そして，信号に変化が生じたとき，その変化を元に戻すためのフィードバック量は全体の系が発振しない程度に減衰させたり周波数を制限してやればよいことになっている。したがって，設計の目安は，如何に高速の電流アンプを設計するか，そして如何に増幅量・時定数が適切に変えられるフィルター回路を製作するかに懸っている。

STMが対象としているトンネル電流値は，通常1 pAから10 nA程度が実効的な値である。これ以上大きくすれば，試料表面や探針を破壊してしまう恐れが増し，小さければ信号がノイズの中に埋もれてしまう。アナログ電流アンプの原理は，入力インピーダンスがきわめて高い差動アンプを利用した電流-電圧変換器であり，高抵抗（$10^{7\text{-}9}\,\Omega$程度）を介して増幅動作させている。一般に，高抵抗素子を用いると，熱雑音も増えるばかりか浮遊容量による時定数が発生し，電流アンプの応答が遅くなる。仮に1pFの小さな浮遊容量が抵抗（$10^{9}\,\Omega$）の両端間にあったとすると，その時定数は1 msにもなってしまう。この対策として，抵抗の両端間の容量を減少させるために小型の抵抗を用いたり，グランド電位の金属板とドリブン・シールドされた金属板で抵抗を囲み，両端間の容量結合を遮断する方法もある。

フィードバックの時定数・増幅率を変更する回路は，

典型的な汎用OPアンプの製作例に習って積分回路や加算増幅器などを適当に組みあわせれば十分である。またピエゾ素子を駆動するアンプにしてもBurr Brown, Apex社などから供給されている高圧OPアンプとデータシートを睨みながら組みあげれば，構成部品も少ないシンプルなピエゾ電源が完成する。残念ながら，高圧OPアンプは駆動電圧範囲が広い（500V以上）とかなり高額になる。目的の走査範囲をよく考えて，欲をかかず設計するべきである。高圧OPアンプの駆動電源は，ディスクリート素子を用いて自作できるが，煩雑でもあるので，市販モジュール電源を購入した方がよいかもしれない。

2. ノイズ

筆者の経験では，一般に，STM像を観察するときのトンネル電流値が小さければ小さいほど像の安定度は向上する。この原因は色々考えられるが，電流値が小さくなると試料面と探針の間隔が広がるので，凹凸が激しい試料面を走査した場合に起こりうる機械的な接触の回数が減少すること，電界（または原子間力）が減少するために両者間の相互作用が弱まり，試料と探針の原子配列が変化する割合が減少すること，さらには直接的な電流効果が減少することなどが考えられる。しかし，当然ながら電流値を減少させると相対的にノイズが顕著になる。

トンネル現象が量子過程であることによるショット雑音，電流アンプの抵抗熱雑音など本質的に除去できないもの（ここではバックグランド・ノイズと呼ぶ）は別にすると，おもなノイズ源は，電源・グランドラインを回って入り込む60（東日本では50）Hzに同期した電源ノイズと，電流アンプに接続された入力信号ケーブルが振動して誘起される摩擦電気による電流ノイズである。前者は，接続ケーブルのグランドラインの取り方を変更することでバックグランド・ノイズ以下に抑え込むことができる。初期設計の段階から，信号ラインのグランドが真空チャンバーに対して絶縁型の配線になるように配慮し，後から最適な共通グランド点が設定できるようにしておくこと，また，いつもオシロスコープで電流信号をモニターし，その波形の微妙な変化に神経を使うこと，制御回路機器間のコモンモード・ノイズを減少させるために駆動電源系を一元化しておくことなどが現実的な対策であろう。配線振動によるノイズ電流の発生は，配線を短くする（場合によっては真空中のSTMヘッドの隣に電流アンプを配置する），低雑音ケーブル（摩擦電気の発生を抑えるために導電層を内部絶縁体と外部導体の間に挿入した同軸ケーブル）を使用するなどの対策がある。

さらに，問題となる電気ノイズとして，探針を走査するためにピエゾ素子に印加する走査電圧信号がある。通常，ピエゾ駆動電源ラインと電流アンプの入力ラインとの間には容量結合が存在する。容量結合は電圧変化を微分して電流アンプへノイズを伝達する。コンピュータからDA変換回路を介して発生させた走査電圧信号は階段状になっていることが多く，その微分値はかなり大きな電流ノイズとなる。多少走査速度が遅くなることを覚悟して，ピエゾ駆動電源の周波数帯域を絞り込んだり，ビット分解能を有効に使ったDA変換走査信号を発生させることが必要である。装置全体のパフォーマンスを検討して，**最適な走査速度を選ぶ必要がある。**

1.2 コンピュータとソフトウェア

STMの使い勝手をよくするうえで重要なパートに，制御用ソフトウェアと，それを支える制御用コンピュータがある。もちろん，現在，広く普及した装置はキーボードから簡単なコマンドを打ち込めば，色々な測定や処理を即座にこなしてくれ大変便利になっている。ルーチンな仕事を進めていくうえでは十分である。しかし，ときどき不可思議な挙動(?)を示すことがある（開発途上の）STMの場合，デバッグを行うときに，コンピュータのマシンサイクルでその稼働状態を確認できると非常にありがたい。また，探針の走査中の動き（たとえばトンネル電流の揺らぎ）をつぶさに確認できれば，表面の凹凸に応じて走査速度を加減する走査プログラムを加えたり，トンネル電流-電圧特性から表面の電子状態を知ることができる走査型トンネル分光法（Scanning Tunneling Spectroscopy: STS）[1]の微妙なタイミングを自由に制御できる。したがって，自ら制御プログラムを開発することは，装置開発の次なる展開を考えるうえでも避けて通れない部分である。ただし，開発の時間的なコストを如何に短縮するかが，我々“素人”の腕の見せ所であり，逆にいえば，うかつにプログラム開発に没頭すると時間がいくらあっても足らなくなる。また最近は，プログラム開発のベースとなるプラットフォームのモデルチェンジ（進歩?）が加速度的に速くなり，はっきりいって素人ベースのプログラマーは堪らない。とはいえ，膨大な画像データを取り扱ううえでコンピュータの高速化・大容量化は大変な魅力であり手をださない訳にはいかない。最近，いくつかのメーカー（たとえば，National Instrumentsなど）から提供されているコンピュータ制御を目的とした開発プラットフォームは息が長そうである。どんどん使いやすくなることを期待している。このような現状の中で筆者は，できるだけ開発の手間を省くため，見た目は悪いが，数台のパーソナル・コンピュータを制御システムに接続し，それぞれに役割を完全に分離して動かしている。これは一種のモジュール化であり，画像データの取り込み・処理などの高速・大容量化のメリットがある

部分だけを簡単にバージョンアップできる。もっとも，市販品においても，外に見えているコンピュータは一つでも，制御システムの箱の中には多数のマイクロコンピュータシステムが組み込まれている例が多く，製品開発の現場でも同様な思想で開発されているのであろう。筆者が一時期苦労させられたSTMの画像処理プログラムに関しても，最近はAVS（Application Visualization System, Stardent Computer社）に代表されるような汎用高速画像処理の環境が身近になってきている（Windows NT版も登場している）ので，大いに利用すべきであろう。

1.3 真空装置

STMの特徴の一つに動作環境を選ばないという点がある。大気中，液中であろうと，試料と探針に電気伝導性さえあれば，電流を一定に保ちながら試料表面を走査して“STM”像を得ることができる。他の多数の表面構造解析法が真空中での測定を前提としていることと較べると，このSTMの特徴は際立っている。しかし，STMで何のどういう状態を観察するのかという基本的な点が明確になっていなければ観察の意味がない。

超高真空中でSTMを動作させると，装置の操作は煩雑なものにならざるを得ないが，いくつかの秀でた点がある。トンネル電流は探針先端と試料表面の原子配列・原子種にきわめて敏感であり，表面の汚染層の存在はトンネル電流のノイズの原因となってSTM像のS/N比を著しく劣化させる。一方，超高真空中では当然のことであるが，試料表面と探針先端を清浄化し，その清浄度を長時間にわたり維持できるので，STM像のS/N比を飛躍的に向上させることができる。したがって，苦労してSTMを超高真空中で稼働させることには十分な意味がある。

とはいえ，超高真空装置のパーツは高価である。イオンポンプやチャンバーは致し方ないとしても，試料や探針のハンドリングは汎用ウォッブル・スティックなどを活用し安く済ませたい。筆者の装置では，先月号の図2に示したような既製品のマニピュレータ（Huntington社製）の先端部をわずかに加工して使用している。図で示したように，電解研磨によって先鋭化された探針は，一端を折り曲げてつかみやすくしたMo板にスポット溶接してある。Mo板は板ばねによってホルダー受けの溝に固定され，このマニピュレータで着脱される。試料は，サファイアまたはセラミクス製の試料ホルダーに固定されて，探針と同様にマニピュレータで真空装置内部を移動させることができる。このマニピュレータは取り扱いに慣れると非常に便利であり，真空中のネジが緩んだときに締め直すことすらできる。

1.4 除　振

トンネル電流は探針と試料間の距離が変動すると急激に増減するので，外部からの振動伝搬を十分に抑制する必要がある。通常は，光学実験に用いられるような市販の空気バネ式除振台の上にSTMを設置することで，床から伝達される振動を減衰させる。また，音響による振動を減衰させるための防音処理やゴム材料の使用も効果がある。しかし，もっとも肝心な対策は，小型・頑強で固有振動数の高い機械特性をもつSTMヘッドを設計・製作することである。外部からどのように大きな低周波振動が伝わって来ようとも，探針と試料間の機械的固有振動数が十分高ければ，その振動に共鳴して探針と試料間の機械構造が揺動することはない。

1.5 探　針

STMを安定に稼働させ，分解能が高い像を得るためには，原子スケールで鋭く，先端原子配列が安定な探針を製作する必要がある。探針先端の原子配列（または電子状態）が安定ならば，先端が突発的に変化したときに現れるトンネル電流ノイズは減少するはずである。広く用いられている探針材料はWやPt-Irなどであり，電解研磨[2]・機械研磨法によってその先端は100-1000 Å程度まで先鋭化される。これらの金属は，機械的にも丈夫であったり，化学的に表面が不活性である（Pt-Ir）などの特徴をもっている。

針先の原子配列を原子分解能で観察できる顕微鏡として電界イオン顕微鏡（Field Ion Microscope: FIM）がある。針先端に高電界を発生させ，真空槽内に導入した映像ガス（He，Neなど）を針先の原子上でイオン化させる。このイオン化ガスは針先から放射状に広がる電界に沿って飛散するので，針前方に蛍光スクリーンを設置すれば，針先の原子配列像がスクリーン上に拡大投影される。さらに高電圧を印加すれば，針先の原子を電界蒸発させることもできる。FIMの分解能と電界蒸発を利用して，STM観察前に探針の評価・清浄化をおこなう複合器も数多く開発されている[3,4]。

ここで強調しておきたいことは，針の清浄化処理は，安定なSTM像を得るために是非とも必要なプロセスであることである。探針表面を動きまわる不安定な汚染層を除去しないと，安定なSTM観察はとても覚束ない。針を加熱・清浄化すると一般的には先端の曲率半径は大きくなる。しかし，[111]方位のW針の場合は，高電界を印加しながら加熱することによって先鋭化（build-up）させることができる[5~7]。この現象はFIM観察によって古くから知られている。今後，STM探針の処理技術として広まっていくと考えている。

2. おわりに

超高真空STMを設計・製作し，また，実験するうえ

で大切なポイントを，駆け足で筆者なりに指摘してきた。しかし，読み返してみると，このような実験手法に関するノウハウが読者にとって参考になるほど整理された部分は少なかったと思うし，細かい点で多々取りこぼした点もあると思う。ひとえに筆者の技量不足であり，その点はお許し願いたい。

最後に，筆者にSTM開発の機会を与えて下さり，また，共に協力して研究を進めていただいた金沢工業大学の西川　治教授に心より感謝致します。また，装置開発の苦労を分かちあってくれた東京工業大学・西川研究室OBの方々に厚く御礼申し上げます。

文　献

1) R.J. Hamers, R.M. Tromp and J.E. Demuth: Phys. Rev. Lett. **56**, 1972 (1986).
2) A.J. Melmed: J. Vac. Sci. Technol. B **9**, 601 (1991).
3) Y. Kuk and P.J. Silverman: Appl. Phys. Lett. **48**, 1597 (1986).
4) T. Sakurai, T. Hashizume, Y. Hasegawa, N. Kamiya, N. Sano, K. Yokoyama, H. Tanaka, I. Sumita and S. Hyodo: J. Vac. Sci. Technol. A **8**, 324 (1990).
5) O. Nishikawa, M. Tomitori and F. Katsuki: J. Microsc. **152**, 637 (1988).
6) Vu Thien Binh and N. Garcia: Ultramicroscopy **42–44**, 80 (1992).
7) M. Tomitori, K. Sugata, G. Okuyama and H. Kimata: Surf. Sci. in print.