

◆技術ノート

S T Mを1 0 0万円であげる法

九大工 瀧 正二、岡部弘高、松重和美

1. まえがき

今日走査型トンネル顕微鏡 (S T M) は物性研究において欠かせない装置となっている。しかし大変高価である。既に、装置および電子回路に関する論文¹⁻⁵⁾は存在するが、製作技術に付いて詳細に述べた論文は少なく、電子回路・機械工作・プログラムソフト作成等多様な知識・経験を要することからも、研究室での製作は必ずしも容易ではない。一方自作装置も、また紹介されているが、その分解能は市販品に比べかなり劣っている。自作するための経費は2 0 0万~3 0 0万円位と言われているが、我々は市販品に劣らぬ分解能を持つS T Mを約1 0 0万円の費用で製作⁶⁾したので、ここでその製作技術を紹介する。

2. S T Mの製作

2. 1 S T Mの構成

製作したS T M装置の構成図を図1に示す。S T Mの主な構成は試料セルと制御、観測用電子回路、コンピューターであり、それらは探針の試料への接近と試料表面の走査、それと試料面に垂直な探針の移動に伴うトンネル電流値の画像化を可能にする。

装置の機械部の円筒形試料セルは、上からは探針の付いた円筒形圧電素子を、下からはマイクロメーターに連結した試料を入れる構造となっており、探針と試料が目視できる覗き窓がある。試料への接近は、マイクロメーターによる機械的な粗い接近と円筒形圧電素子を用いた微小接近の2段階で行われる。まず探針に対して試料を2 0 ~ 3 0 μ m程度に

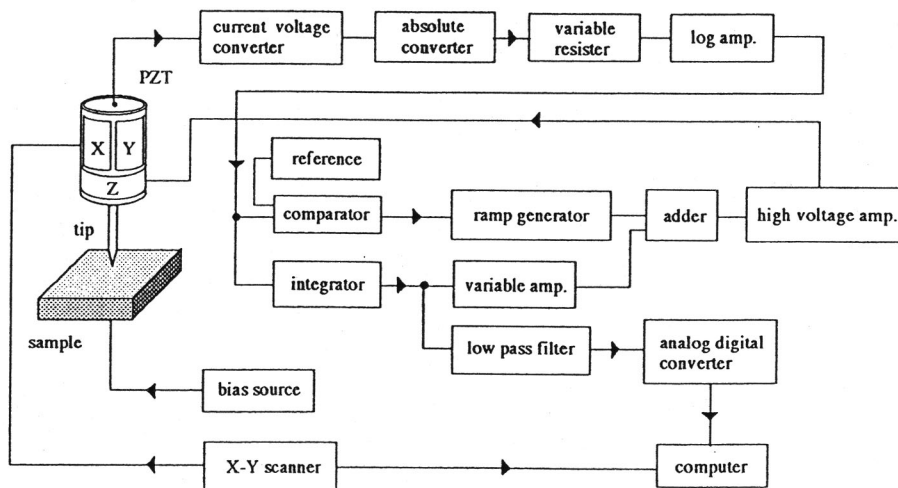


図1 S T Mシステムブロックダイアグラム

拡大鏡を覗きながらマイクロメーターを回して接近させた後、シールド円筒を取り付けて台座の上にセットする。エレクトロニクスによるランプゼネレーターで探針の付いた圧電素子を伸長させ探針を試料に近づけていく。圧電素子の伸長量は $0.4\ \mu\text{m}$ 程度にした。圧電素子が伸長して最大伸長に達してもトンネル電流が得られなければ、圧電素子は元の長さに自動的に収縮する。その場合はマイクロメーターで $0.4\ \mu\text{m}$ 程さらに試料を探針へ接近させた後、探針の付いた圧電素子を再び伸長させる。トンネル電流が得られるまで、この操作は繰り返される(約10分間)。セットしたトンネル電流値が流れる位置まで探針が接近すると、ランプジェネレーターの電圧上昇は自動的に停止し、圧電素子の伸長も停止する。次にトンネル電流が流れる状態で、その電流を一定に保つように探針試料間距離を制御しながら探針を試料表面でXY方向に2次的に走査する。探針は直径 $0.3\ \text{mm}$ ϕ の13%白金ロジウムを探針ホルダーの $0.3\ \text{mm}$ ϕ の穴に「く」の字に曲げて挿入し、先端をニッパーで斜めに切る。ホルダーから針先までは $5\ \text{mm}$ 程度である。

次に電気回路の概略を述べる。図1のSTMのブロックダイヤグラムに示すように、円筒圧形電素子に取り付けられた探針に流れるトンネル電流は電流-電圧変換器で電圧に変換され、次に絶対値に変換される。絶対値に変換するのは探針に対して試料に加える正負のバイアスによる電流方向に依らず、その電流の絶対値で探針試料間の距離を制御する為である。次の可変抵抗はトンネル電流値を設定する。次段の対数変換と積分回路はトンネル電流値(トンネル電流は探針試料間の距離に対し指数関数的に変わり、バイアスに対しては直線的に変わる)が探針試料間距離に対して非線形的に変わるのを線形化することに依って、探針試料間距離の違いに依らず、距離制御の感度を一定にする為である。対数変換器の対数出力電圧はある入力電流値で零になり、入力電流値の大小で正負が入れ替わる。そのゼロクロス部分を利用して、対数変換器の出力がゼロに成るように、電気機械系を含むフィードバックをかけることに依って探針の試料に対する高さを制御する。

ところで、フィードバック量の調節は、積分器の時定数と次段の可変増幅器の増幅度を加減することで発振(増幅度が大き過ぎると、探針高さ制御の負帰還回路は発振を起こす)を起こさない範囲で高感度になるようにする。

加算器はトンネル電流が得られるまでの探針の微小接近に使われるランプゼネレーターからの信号を探針高さ制御回路へ導く。ひとたびトンネル電流が得られれば、トンネル電流はフィードバックにより一定に制御される。加算器の後の増幅器は高電圧増幅器で、圧電素子のZ端子(試料に垂直な方向をZ、この端子への供給電圧は探針試料間の距離を制御する)へ百数十ボルトまでの電圧を供給する。比較器は微弱なトンネル電流を検知し、ランプゼネレーターの電圧上昇を停止させる信号を出力する。トンネル電流が得られた後、手動でランプゼネレーターの出力をあるステップ間隔($1\ \text{nm}$ に相当)で上げ、増幅器の動作点が理想的な位置にくるようにする。積分器の出力(探針のZ方向の変化の信号即ち試料の高さ信号)は分岐され、ローパスフィルターを通して、アナログ/デジタルコンバーターを経てコンピューターへ送られる。XYスキャナーの信号は探針を試料表面

でXYに走査する為、圧電素子のX, -X, Y, -Y端子へ供給される。またスキャナーはコンピューターへ画像化の為、凹凸信号に対する取得同期信号を送る。走査における円筒の伸縮量に対応する電気信号がコンピューターに送られ、試料の凹凸が画像化される。

以下に、主要な各部分の詳細を記述する。

2. 2 円筒形圧電素子

Z (探針高さ) 制御及びX, Y走査に対する圧電素子は円筒形を用いた。円筒の外側の電極を5分割する。1つは円筒状Z電極で、電圧印加に対して円筒は軸方向に伸縮する。XYの走査電極は外側電極を軸方向に4分割し、向かい合った電極をX, -Xもうひとつ組の端子をY, -Y電極とする。円筒内側の電極はX, -X, Y, -Y, Zの共通電極とする。X, -X端子に逆極性の鋸歯状波電圧 (鋸歯状波に近い三角波を用いた) を印加すれば、円筒は首振りし、X走査をする。Y走査も同様である。鋸歯状波電圧の振幅を変えれば、X, Yの走査範囲を自由に選択できる。観察領域の指定は、鋸歯状波電圧に直流電圧を重畳させ、その電圧を変えることでなされる。

圧電素子の寸法は次のように設計し、富士セラミックス (株) に特注製作依頼した (¥14,000)。外径6.5 mm、内径5.5 mm、軸長15 mm、X, Y, Z電極はそれぞれ軸方向長さ7 mm、圧電材料は富士セラミックス製品記号 C-6で、圧電定数は $d_{31} = -195 \times 10^{-12} \text{m/V}$ である。この設計によるZ方向の圧電素子の感度は 2.7 nm/V となり、150 V印加すれば405 nm伸縮する。電極のリード線は細い銀撚線とした。取付はZ電極を探針側にする (X電極を探針側にするると走査電位の誘導を受けやすい)。

2. 3 試料セル

試料セルの概略を図2に示す。セルは50 mmφ (温度変化に基づく熱膨張に依る探針試料間の相対的移動量を僅少に抑えるため、円筒構造にした) のマコール (加工用セラミック) を使用し、軸方向に18 mmφの穴を開け上部から圧電素子を、下部からマイクロメーターと連結した

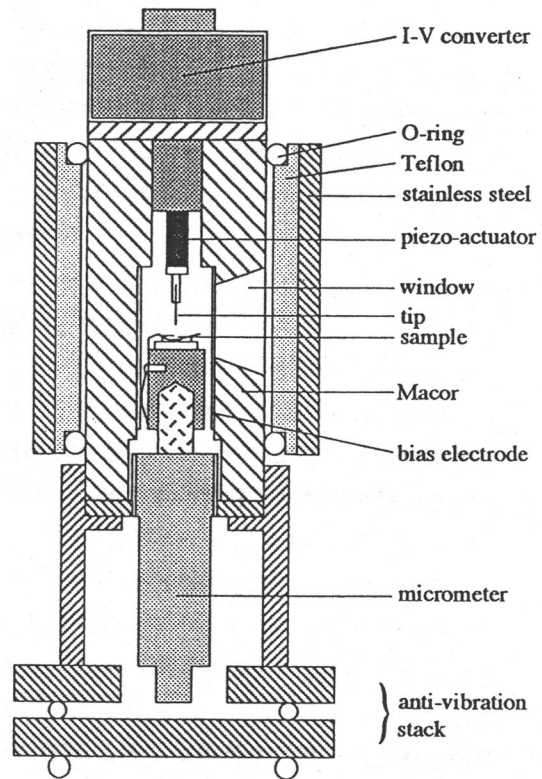


図2 試料セル概略図

試料ホルダーを挿入しセットする。試料セルのすぐ上部には電流電圧変換の回路を取り付けた。これはSN比を大きくする為に重要である。またこの回路は完全に静電シールドした。試料と探針を拡大鏡で見る（試料と探針の間隔が0.03mm以下になるように最初にセットする）為、セルには扇状の横穴を開けた。また、試料セルは保温と防音および電磁シールドを施す目的で音響吸収係数が大きいテフロンと熱伝導率が小さいステンレス鋼の二重円筒がセットできる構造とし、試料セル取り付け台の上にセットされる。試料セルは30分～1時間真空引きした後、窒素置換される。これは試料表面の水分による画像の分解能の低下を防ぐ為である。大気中の測定ではその日の湿度により分解能が変わり、グラファイトの場合には三角の穴の部分が丸くなり、三角の盛り上がりが見えなくなる場合があるが、真空引きの後窒素置換した場合はそのようなことは起こらない。

2. 4 防振と防音

STMは原子スケールの顕微鏡であるから、外部からの振動に依る探針と試料の相対的な変位は分解能に直接関係する。従って試料セルは防振に対し特別の配慮が必要である。我々は防振台の設計において広範囲の振動数に対して、共振を避けるように配慮した。セル取り付け台はステンレス鋼のスタックの間に各種のゴムリングを挟んだ上に置かれる。それはさらに砂の入った容器の中に部分的に埋め込んだ真鍮の円柱の上に置いた。砂の容器は自動車のチューブのエアークッションの上に置いた頑丈な木で作った箱の中にシリコンゴムのゴム栓を敷いて置かれる。エアークッションの大きな揺れを防ぐ為（低周波振動も地球磁気で計測用電線に誘起電力を発生する）、ゴムリングでエアークッションと並列に軽く支えた。製作した防音・防振装置は厳しい環境下でも外界の影響を全く受けない。防振台の製作経費は2,000円程度であるが、50万円程度の市販品の性能を凌ぐ。

2. 5 探針試料間距離制御回路

STMの電子回路の主体をなすものは探針試料間制御回路で、その制御精度とSN比は顕微鏡の分解能を決める大事な要因であると思われる。図3に今回製作した電子回路を示す。制御回路は全て直流結合である為、使用する集積回路(IC)は低ドリフト、低オフセットかつ低ノイズでなければならない。初段の電流電圧変換器のIC1 (Burr-Brown OPA111) から発生するノイズは装置のSN比を大きく左右するもので、選択は特に大事である。制御回路の電源は注意して設計しなければならない。3端子レギュレーターは出力に2mVのリップルを持つが、このリップルは画像に明暗として現れる。そこで電源は2段構えにした。±24Vの定電圧電源の出力を±15Vの定電圧回路の電源とした。この回路はプリント基板のパターンによってはリップルが出るので、これを皆無にしなければならない。電流電圧変換抵抗はSN比を上げる目的で100MΩと大きくして、変換効率を大きく取り、SN比を上げた。我々の装置では10MΩや50MΩを用いた場合よりSN比が上がった。抵抗が大きい程誘導ノイズが入りやすいので、シールドを確

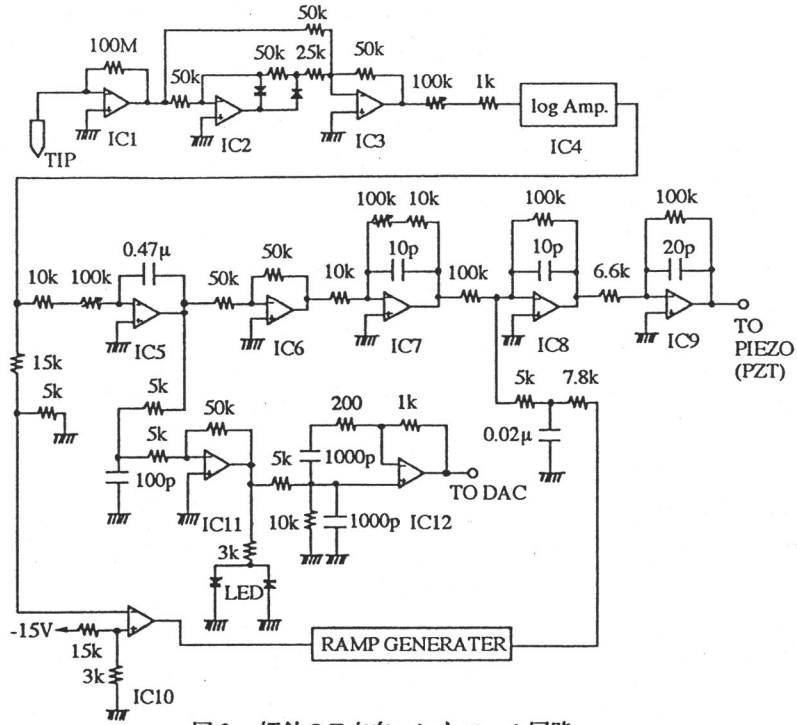


図3 探針のZ方向コントロール回路

実にした。

IC2, 3, 6, 7, 8, 10, 11はBurr-BrownのOPA37を使用した。IC2, IC3はオフセット調整を行った。IC5はOPA111である。IC9は高耐圧のオペアンプ(圧電素子ドライバ)はApex Microtechnology Corp.のPA38Aを使用した。IC10はボルテージコンパレーターLM161でトンネル電流を検知し、ランプゼネレーターへ電圧掃引停止信号を送る。ランプゼネレーターの出力は0~10Vである。積分器の出力は分岐され(一般には試料の画像信号は圧電素子のZ信号が取られるが、ICのノイズを考えると、なるべく前段から取る方がSN比が大きいと思われる)、ローパスフィルターへ送られる。ローパスフィルターは集積回路で発生するノイズの高周波領域(100kHz以上)をカットする。IC11の出力側の発光ダイオード(LED)は積分器の動作点を見る為のもので、トンネル電流が得られた後、2つのLEDが無点灯状態(積分器の出力が0V近傍)になるようにランプゼネレーターの出力を手動で微調整する。IC12はインピーダンス変換でその出力はアナログ/デジタル変換回路へ送られ、その信号はマイクロコンピューターへ送られて、画像処理が成される。

この探針制御回路の操作は探針の微小接近と走査に於いて違った時定数で使用した。探針の微小接近に於いて、ONE TOUCH(探針が瞬間的に試料に接触する)があれば、探針の多くの原子からトンネル電流が流れ、分解能が落ちる。グラフィット試料だと畳状の像に成る。ONE TOUCHしれければニッパーで切った曲率半径が大きい探針

でも、トンネル電流は試料に一番近い原子から主に流れるので優れた分解能を示す（試料の凹凸が著しくないグラファイト上の有機物等では探針はニッパで切った状態で充分である）。ONE TOUCHを避ける為には制御回路の応答時間を短くする必要があるように思われるので、微小接近には、積分回路の時定数を小さく、可変増幅器の増幅度を大きく、探針走査には積分回路の時定数を上げ、可変増幅器の増幅度を下げた。

3. コンピューター画像処理

STMデータの取り込み、ディスクへの保存、そして画像処理に用いるコンピュータプログラムはPC-9801（データ取り込み用I/Oボードを装備）上で動作する。ソースプログラムは、高速性の要求される画像取り込み部がアセンブラ言語で、他はC言語で記述した。

本プログラムでは、STMの基本像としてのトンネル電流値の大小による色分け（濃淡）、等高線による2次元表示や立体表示、更に断面表示が可能である。また、サンプルの傾きを取り除き原子・分子による探針の動きのみを見るための平面差引、画像の平均化、2次元高速フーリエ変換(FFT)を用いた波数解析やデジタルフィルタリングなどの画像処理も可能である。

4. 測定例

我々が製作したSTMで観測した高配向焼結グラファイト（HOPG）のCRTモニター上の画像写真を図4に示す。一般に、HOPGは容易にへき開し、空気中でもその表面は酸化されず正常である為、STMに対する標準試料と考えられている。この意味からも、図4に示したSTM像は市販品の添付データを含め今まで報告されているものの中でも、我々が知る限り、最高品位のものであり、今回試作したSTMシステムはきわめて高性能であると判断してよいであろう。

次に、この装置を用いて有機分子を測定した例を紹介する。図5はHOPG上に蒸着したn-paraffin($n\text{-C}_{33}\text{H}_{68}$)のSTM像である。all-transのコンフォーメーションで整然と凝集した分子集団が原子レベルの分解能で観測されている。こうした（2次元）分子結晶の核形成過程を示唆

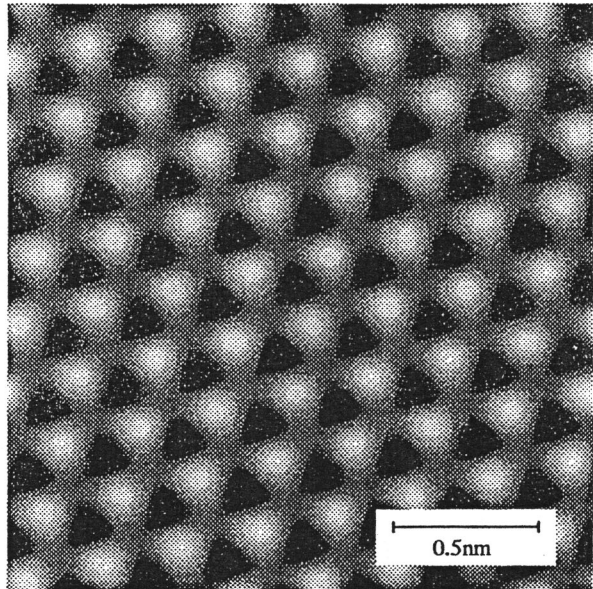


図4 高配向焼結グラファイト

する一連のSTM像も得ている。更に、双極子を分子軸と平行または垂直方向に有する極性液晶分子のSTM観測も行っており、その成果の一部は現在論文を投稿中である。

5. まとめ

今回試作したSTM装置は測定例が示すように、極めて高い分解能と高SN比を有することが実証できた。なお、このシステムに使用した集積回路の数は、100個程度である。そして製作費は、機械部分の材料費が15万円程度、エレクトロニクス部品代が55万円程度（米国製ICの一部は、当時滞米中の知人を通し低価格で購入した）で、コンピューターを含めた総額が100万円程度である。この装置は初作のものであり、ハード部分はSTMの基本的部分の製作にとどめた。回路部分は機能別にいくつかのケースに納められているので拡張は可能である。現在は、高真空・温度可変型試料セルを作製中である。また、STMの探針を利用した分子1個または数個の操作（分子ナノテクノロジー）に関する研究も遂行中である。

最後に、このSTM製作に際し、種々コメントを頂いた新技術事業団国武プロジェクトの佐野正人博士、およびその初期に於いてご協力いただいた九州工業大学情報工学部の高嶋授氏に謝意を表します。

参考文献

- 1) G.Binnig and H.Rohrer, *Helv. Phys. Acta* 55 (1982) 726.
- 2) D.P.DiLella, J.H.Wandass, and R.J.Colton, *Rev. Sci. Instrum.*, 60 (1989) 997.
- 3) G.W.Stupian and M.S.Leung, *Rev. Sci. Instrum.*, 60 (1989) 181.
- 4) R.D.Cutkosky, *Rev. Sci. Instrum.*, 61 (1990) 960.
- 5) S.Hosaka, T.Hasegawa, S.Hosoki, and K.Takata, *Rev. Sci. Instrum.*, 61 (1990) 1342.
- 6) 瀧 正二、岡部弘高、松重和美、九州大学工学集報、64 (1991) 399.

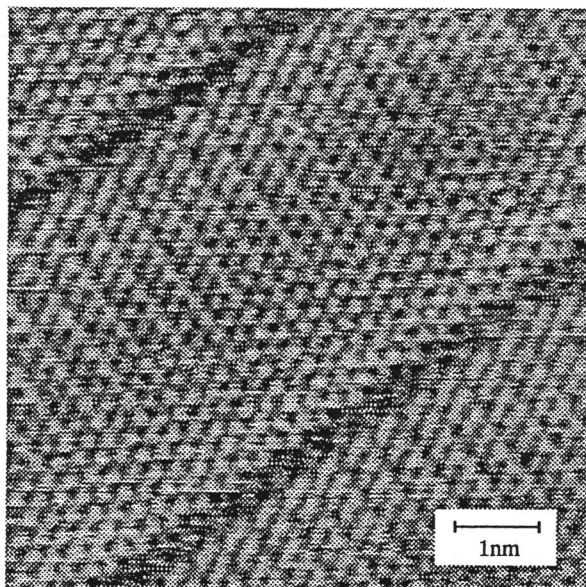


図5 n-paraffin(n-C₃₃H₆₈)のSTM像