

技術報告

走査型プローブ顕微鏡のステージ改良と制御方法

木村昌弘

(株)ジャパンエナジー分析センター

335-8503 埼玉県戸田市新曽南 3-17-35

E-Mail:kimuro@j-energy.co.jp

(1999年5月18日 受付, 1999年5月22日 掲載決定)

走査型プローブ顕微鏡(SPM)は手軽に原子分解能が得られるが、像が三次元的に歪むことも知られている。その対策として、試料ステージを改良し、プローブを試料表面に対して垂直に角度補正する方法を検討した。試料ステージは圧電素子で制御することとし、角度の検出には、a)4分割プリスキャン法、b)z軸振動法の二つを考案した。a)は高速処理が可能であるが、局所的な凹凸に対応できない。b)は測定点ごとに角度を調節できるため、将来 SPM が分析顕微鏡に進化したときにも有効であるが、処理に時間がかかる。本手法によって、より正確な表面構造を取得することが原理的に可能となった。

Improvement and Control Method of the Sample Stage on the Scanning Probe Microscope

M. Kimura

Japan Energy ARC. Co., Ltd.

3-17-35 Niizo-Minami, Toda, Saitama 335-8503, JAPAN

E-Mail: kimuro@j-energy.co.jp

(Received May 18, 1999; Accepted May 22, 1999)

It is very easy to get the atomic resolution by using the Scanning Probe Microscope (SPM). It is, however, also well known that the obtained surface image is usually distorted. Therefore, we proposed the improved sample stage and the probe control method, which are very useful to get the non-distorted images. The sample stage is controlled by the piezoelectric device. There are two methods to detect the stage angle to the probe as following, a) pre-scanning method and b) z-axis vibration method. By using this method, it has become possible to get more accurate surface information than before.

1 緒言

走査型プローブ顕微鏡 (scanning probe microscope, SPM) は、先端の十分鋭い探針 (プローブ) を用い、プローブ-試料間距離に敏感な物理量の僅かな変化を画像化することで表面を観察する顕微鏡[1]である。中でも、原子間力顕微

鏡 (scanning atomic force microscope, AFM) は原子オーダーの空間分解能を持ち、トンネル顕微鏡 (scanning tunneling microscope, STM) よりも観測対象が広範であるため、現在、SPM の標準として用いられている。

SPM は、表面観察装置として安定した分解能

をいつでも出せるよう次々と改良されてきた。しかしそれは、常に装置の共振周波数（剛性）を高め、振動を抑えることで安定した分解能が得られるよう開発され続けてきた。そのため、市販の装置は試料ステージとして視野変更の機構だけしか有しておらず、角度調節のできる機構は備えていない。

しかし、AFMに限らず、SPMは、一般に表面走査に用いる圧電素子の電圧応答特性、試料の熱ドリフト、帰還制御回路の位相遅れなどの影響で像が三次元的に歪むことが知られている[2]。表面構造をより正確に評価する上で、歪みの原因を追究し、なくすことは非常に重要である。また、STMの派生技術として盛んに研究が行なわれている走査型トンネル分光法（scanning tunneling spectroscopy, STS）[3]では、トンネル電流の距離依存性をもとに探針-試料間の距離を制御して走査し、微小領域の表面分析を行なうため、歪みが残っていると、STS最大のメリットともいわれる空間分解能が生かされないことになる。

そこで、本研究では、SPMの代表としてSTM、AFMを取り上げ、その評価性能を向上させることを目的として、試料ステージの改良と、その具体的な制御方法を検討することにした。

2 実験

2.1 SPM像の歪み

SPM像に含まれる歪みの主な原因として、先に挙げたように、表面走査に用いる圧電素子（走査用圧電素子）の電圧応答特性、試料の熱ドリフト、帰還制御回路の位相遅れが有名である。しかし、この3つ以外にも像が歪む原因がある。それは、プローブ軸が観測視野に対して垂直になっていないときに引き起こされる。今回、次のような思考実験をすることによってSPMの持つ原理的な弱点を明らかにし、対応策を考案した。

プローブ（あるいは試料）が傾いていると、段差の部分で、プローブの側面が原子間力を受ける

ことになる。その結果、プローブ先端はFig.1の破線に沿って動き、偽構造が観察される。ここに記したような切り立った構造では、プローブ自体が傾いていなくても同様の現象は起こり得るが、プローブが傾いているとその度合いはさらに大きくなる。また、プローブが表面に対し垂直になっていれば、プローブ先端の形状から逆演算によって真の構造を推察することもできるが、現在の装置ではプローブを垂直に取り付けることは不可能であり、また、どの程度傾いているのか知ることができない。これでは、データ処理による補正も不可能である。

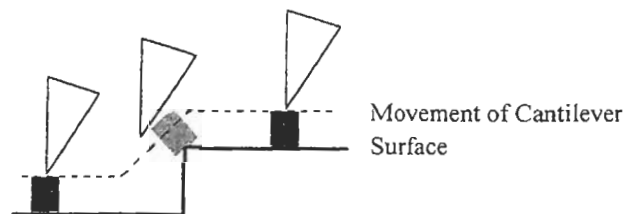


Fig.1 Artificial Structure by using the tilted Cantilever

このように、SPMは、原理的にトンネル電流・原子間力といった物理量の距離依存性を利用するために、プローブのz軸方向が試料表面の法線方向とわずかにずれていると、それが偽構造や歪み、あるいはピンぼけなどの原因となる。

2.2 分光法に与える影響

SPMでは観測された物理量（原子間力・トンネル電流など）を演算処理することによって表面構造を知る。しかし、物理量の変化が距離変化のみによるという近似を用いているため、表面の凹凸を見ることはできても、そこにあるものが何なのか分析することはできない。

しかし、本来、SPMが取得する情報には表面分子あるいは原子に特有な情報が含まれていることが多い。例えば、STMで用いるトンネル電流には、電子軌道に関連した情報が含まれている。

この化学情報を元に表面の分析を試みているのがSTSと呼ばれる技術である[3],[4]。STSはSTMと同等の空間分解能を持つため21世紀の表面分析法として大いに期待されている。特に、仕事関数(トンネル障壁の高さ)を局所分析するI-z特性の測定[4]にとっては、探針のz軸方向の絶対移動距離が非常に重要な役割を果たすこととなる。

例えばFig.2に示すように、プローブの軸が観察視野と垂直になっていない($90-\theta$)°場合、探針が実際に移動した距離(d)とプローブ-表面間の距離変化($d \cdot \cos \theta$)がずれる($d \geq d \cdot \cos \theta$)ことになり、物理量の変動分を正確に評価できない。これでは、同じ表面を観測しても、測定するときのプローブの角度が異なれば異なった結果になるのは明らかである。また、観察位置も水平方向に移動する($d \cdot \sin \theta$)ことになり、観測位置すら特定できなくなる。これは、STS技術の最大のメリットである空間分解能まで生かされないことを意味する。

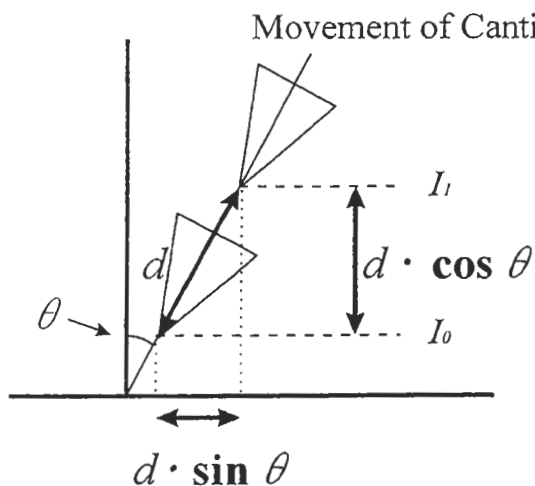


Fig.2 Tilted Probe and the Surface

このように、プローブ軸が鉛直方向からずれていると、表面構造を正確に取得できないばかりか、将来のSTS技術にも大きな影響を与えることが分かった。したがって、今この時点で試料-プローブ軸の角度について詳細に検討しておくこと

が重要である。両者の角度を90°に制御することで、AFMの場合にはフォースカーブの取得に対し、STMの場合にはI-z特性の測定に対して正確な Δz (プローブ移動量)を与えることが可能になり、この分野の大きな発展が期待できる。

2.3 装置

セイコー電子工業株式会社製SPI3700を架空の装置として設定した。以下の記述は、装置の改良、検討事項など、思考実験によるものが多いが、実現可能性については十分検討した。

2.3.1 ハードウェア

走査型プローブ顕微鏡の試料ステージ下部に、角度補正のための圧電素子を取り付ける(Fig.3)。この際、x, -x, y, -yの4極をそれぞれ試料台に固定する。ただし、4点で平面を支持することになるため、x, -x, y, -yは絶対値の等しい正負両電極で駆動して試料台に局所的な力がかからないようにする。

原子間力顕微鏡などのように、平面走査のための圧電素子が既に同位置にある場合、大きい円筒型圧電素子を用いて外側を覆う。

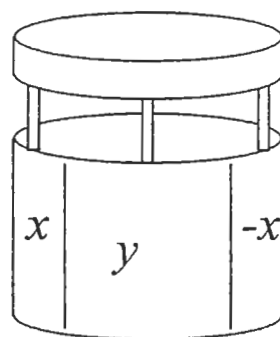


Fig.3 Assembled Piezoelectric Device

2.3.2 ソフトウェア

ソフトウェアとして、ステージをある範囲内で任意に傾ける機能が必要になる。さらに、帰還制御を一時的に無効にする機能、プローブ位置を平

面内のある一点で固定する機能、z 軸方向に沿って一定距離移動させつつ物理量をモニタする機能が同時に要求される。試料ステージを制御する際、機械的、電気的な雑音の入ることが予想されるので、制御時にはプローブを表面から遠ざける安全機構も必要となる。

2.3.3 制御法

以上のハードソフト両ウェアを次のように組み合わせる。プローブを試料表面に近づけ、観察できる状態にする。この状態でプローブを平面内に固定する。ここで帰還制御を切ることによって、プローブをz軸方向に動かすことが可能となる。プローブをz軸方向に一定距離移動させ、物理量の変化を取得する。圧電素子をx軸方向に動かして試料台を段階的に傾け、上記の測定を繰り返す。

物理量は先程の $d \cdot \cos \theta$ に応じて変化するから、物理量の変化が最大になったときが $\theta = 0$ と判断できる。この方法で試料表面とプローブ移動軸が垂直になっていることを確認できる。

3 考察

3.1 制御アルゴリズムについて

3.1.1 4分割プリスキャン法

あらかじめ観察領域を走査し、得られた像を Fig.4 のように A から D に 4 つの領域に分割する。それぞれの領域で高さの平均値を算出し、試料平面がプローブの軸に対して、x,-x 軸方向と y,-y 軸方向にどれだけずれているかを算出する。いったん探針をトンネル領域内より退避させ、先程算出した値を用い、角度調節用圧電素子で試料表面角度を補正した後に、再度探針を接近させ観察を行なう。歪みが少なく、鮮明な STM 像が得られると期待される。

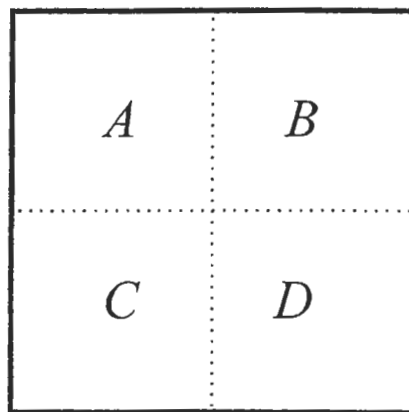


Fig.4 Pre-Scanning Method

本手法をもちいることで、一般的に行なわれているソフトウェアによる補正が不要となる。また、段差周辺の構造をより正確に取得できるため、生データの信頼性が上がる。1回の予備走査で補正できるため処理は高速で、面全体を補正するのに適しているが、局所的な凹凸の影響が無視されることが考えられる。

3.1.2 z軸振動法

それに対して、z軸振動法では、複数の格子点位置において、例えば次の一連の測定を行なう。Fig.2のように、まず1nAのトンネル電流が流れるまで探針を近づけ、その後に、圧電素子を50mV分縮ませる（探針を試料から遠ざける）。その際、トンネル電流の減衰分を記録する。この減衰分は $d \cdot \cos \theta$ に対応するため、 θ の関数として表される。圧電素子の x,-x 電極に段階的な電圧をかけ、試料ステージを動かす。トンネル電流が最も減衰するポイントで圧電素子(x,-x 電極)を固定する。しかる後に y,-y 電極にかかる電圧を決定する。本手法は何度か作業を繰り返して垂直を決定するために、プリスキャン法と比較して、処理自体は遅くなるが局所的な角度を調節する場合には最適である。

また、STMにおけるI-z特性や、AFMにおけるフォースカーブを議論する際、プローブの絶対移動量が分かるため、従来は不可能だった正確な

議論が可能となる。

それぞれの手法を比較検討した結果、SPM 像の取得には 4 分割プリスキャン法を、各種分光測定を行なう場合は z 軸振動法を用いるのが最適と思われる。

3.2 角度分解能について

ここで、z 軸振動法の項で述べた物理量が実際に検出可能かどうか議論する必要がある。例えば、探針を垂直から 1° 傾けた状態で 2.0nm 遠ざけたとすると、垂直の状態に比べて、

$$3.0 \times 10^{-4} \text{nm}$$

の差がある ($d - d \times \cos 1 = 2.0 - 2.0 \times \cos 1 = 3.0 \times 10^{-4}$)。トンネル電流の場合、電流は指数関数 (0.1nm の距離変化で 1 桁変わる) で近似される [5] ので、トンネル電流の近似式

$$I_t = A \cdot V_B \cdot \exp(-B \cdot \phi^{1/2} \cdot s) \dots \dots \dots (1)$$

- I_t : トンネル電流
- V_B : バイアス電圧
- ϕ : トンネル障壁
- s : 探針-試料間距離

に、モデルとして適当な値を代入して

$$I_t = 10 \times \exp(-23 \times x)$$

とおけば、

$$\begin{aligned} x = 0.0 \text{nm のとき、} & I_t = 10.0 \text{nA} \\ x = 0.1 \text{nm のとき、} & I_t = 1.003 \text{nA} \end{aligned}$$

のトンネル電流が流れることになる。この式に、先ほどの $3.0 \times 10^{-4} \text{ nm}$ を代入すると、

$$x = 3.0 \times 10^{-4} \text{ nm のとき、} I_t = 9.931 \text{nA}$$

となり、トンネル電流に 70pA 程度の差が生じることが分かる。これは、現在の電気回路で十分検出可能であるため、角度の最小分解能を 1° とし

て問題ない。

3.3 日常分析への応用について

本機構を用いることで、回折格子など、試料表面に斜面を持つ表面がより観察しやすくなることが期待される。AFM では、カンチレバー上面で反射するレーザー光を検出してプローブ-試料間の距離を測定するが、その際、試料表面に一定角度のピッチが刻まれていると、検出器に試料表面で反射したレーザーが入光する (Fig.5)。

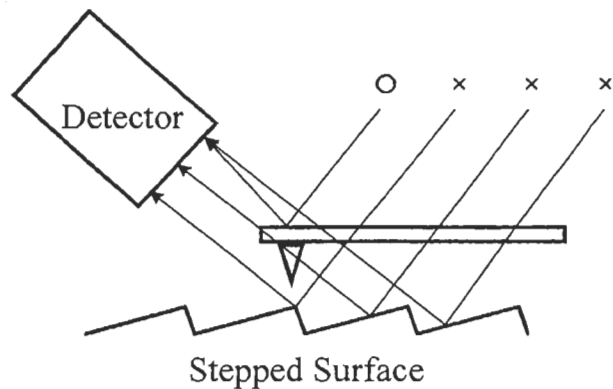


Fig.5 Reflected Light from the Sample Surface

カンチレバー上面で反射する光と試料表面で反射する光では、後者の強度が圧倒的に強いため、Fig.5 で示したような特殊な試料 (フレネルレンズなど) では、カンチレバーの位置が検出できず、AFM 観察できないことがあった。この場合、光学系調整後に試料を隙間からセットするといった特殊な手法をとる必要があるが、この方法では視野を選択できない上、試料及びプローブを破壊する危険が非常に高い。本機構を用いて意図的に試料角度をずらすことによって、カンチレバーから反射される光を選択的に検出でき、光軸調整が容易に行なえる。測定時に試料を水平に戻す作業も安全である。

更に、個々の斜面をより正確に評価したい場合にも各々の斜面が水平になるよう角度を調節す

ることができるため、試料の全体的な特性をSPMで評価することも可能となる。

4 結言

以上、試料ステージに角度調節機能をもたせ、適当なプログラムによって制御することでプローブの移動量を正確に評価できるようになり、その結果、より正しい実際の凹凸を見積もることができることが分かった。

この技法を用いることで、AFMではより正確なフォースカーブが取得できることとなる。さらに、トンネル分光法(STS)においては空間分解能が向上し、I-z測定のz方向の正確な変位量(方向と大きさ)を正確に見積もることができることになる。

5 参考文献

- [1] G. Binnig and H. Rohrer : *Helv. Phys. Acta.*, **55**, 726, (1982).
- [2] 御子柴宣夫ら : 走査型トンネル顕微鏡
- [3] P. K. Hansma, et al. : *Plenum Press. N.Y.*, (1982).
- [4] 木村昌弘 : 博士論文 : トンネル電流による有機分子のキャラクタリゼーション
- [5] J. G. Simmons : *J. Appl. Phys.*, **34**, 1793, (1963).

査読者との質疑応答

査読者 : 井藤浩志 (電総研)

査読者 : 走査型トンネル分光法(STS)に関して、I-z特性についてしか述べられておらず、狭義のSTS(I-V特性)と混同する恐れがあります。

著者 : 今回報告した試料ステージの改良では、STSの中でも特にI-z特性の向上に大きな期待がもたれるため、こちらを重点的に記述することとなりました。誤解を招きやすいので

該当箇所の表現を改めました。

査読者 : 探針を試料表面に垂直にして分解能を上げる試みは面白いと思います。特に、I-z測定の際に正確に垂直方向に探針を移動できるのは重要な発展だと思います。しかし、現実のSTMやSTS(狭義のSTS, I-V測定)においては、空間分解能の目立った向上を狙うのは難しいのではないのでしょうか。探針先端の曲率によって分解能はほぼ決まってしまうと思います。DRAMのトレンチ構造のようなアスペクト比の高い試料の場合は、本手法の応用として、探針と試料の角度を調節する(必ずしも垂直だけではなく、測定しやすい方向を選ぶなど)のが有効ではないのでしょうか。

筆者 : ご指摘の通り、探針の先端形状は分解能を大きく左右します。ただ、分解能を上げるために理想的な空間配置を実現することも非常に重要と考えています。また、角度調節機能をうまく利用すれば、これまで観察が困難だった特殊な試料に対して応用範囲が広がると思われれます。局所的なI-z測定にも、十分威力を発揮するものと期待しています。

査読者 : 試料の角度の検出方法として「z軸振動法」という表現がありますが、「振動法」といった名称からは、ACモードAFMのように、探針を適当な周波数で振動させるといった誤解を生じるかも知れません。内容からすると、「z軸変位法」といった名称が適当であると思えますが。

筆者 : これもご指摘の通りだと思います。さらに次のステップとして、探針を高周波で振動させ、変動する原子間力あるいはトンネル電流をロックイン検出して角度制御することも有効かと考えており、「振動法」という名称は、こちらの方がよりふさわしいと思われれます。表現については、今後、内容をよく現すものに変更したいと思います。