

Title	極低温超高真空走査型プロ-プ顕微鏡の研究開発
Author(s)	菅原, 康弘
Citation	大阪大学低温センターだより. 102 P.2-P.7
Issue Date	1998-04
Text Version	publisher
URL	<a href="http://hdl.handle.net/11094/6580">http://hdl.handle.net/11094/6580</a>
DOI	
rights	
Note	

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/repo/ouka/all/>

# 極低温超高真空走査型プローブ顕微鏡の開発研究

工学研究科 菅原 康弘(内線7762)

E-mail:sugawara@ele.eng.osaka-u.ac.jp

## 1. はじめに

近年、走査型トンネル顕微鏡[1]や非接触原子間力顕微鏡[2,3]を用いて、表面の電子状態や表面構造、力学的相互作用などを原子・分子レベルで解明できるようになってきた。固体表面観察の最良の環境は極低温超高真空であるといわれる。これは、以下のような理由による。

- ① 原子や分子の拡散などの熱運動が抑えられ、常温では困難だったガスの吸着過程などの現象を捉えやすくなること。
- ② 低温特有の物理現象の発現すること。
- ③ 固体の格子振動が抑えられるので熱ノイズが減り、装置の高感度化が期待できること。
- ④ 極低温環境下では、顕微鏡本体の熱ドリフトが抑えられるので、測定したい場所を固定できること。

実際、極低温走査型トンネル顕微鏡を用いて、電荷密度波や磁化、超伝導、相転移などの研究が行われ、更に、原子や分子を操作する技術の開発などが進められている。他方、非接触原子間力顕微鏡を用いれば、表面に働く力の情報を得ることができ、原子・分子操作時に働く、探針試料間の相互作用の研究などに応用できると考えられる。ところがこの分野の研究は緒についたばかりで、極低温超高真空環境下で動作する非接触原子間力顕微鏡の開発例はない。本報告では、極低温超高真空環境下で、走査型トンネル顕微鏡及び原子間力顕微鏡の両方の顕微鏡動作のできる、走査型プローブ顕微鏡の開発状況について述べる。

## 2. 走査型プローブ顕微鏡の測定原理

走査型プローブ顕微鏡の動作原理は単純である。測定したい試料表面に対して探針であるプローブを近づけ、プローブと試料表面との間に働く相互作用を高分解に測定する。走査型トンネル顕微鏡の場合にはトンネル電流を、原子間力顕微鏡の場合には原子間力を測定する。図1に、我々の開発した極低温超高真空走査型プローブ顕微鏡装置の構成を示す。この装置は、試料を極低温・超高真空環境下で顕微鏡測定するための測定チャンバー、試料や探針の清浄化処理を行うための処理チャンバー、試料や探針を導入するための導入チャンバーからなる。各真空チャンバーは独立に排気され、試料や探針の交換時に測定チャンバーの真空度を劣化することなく測定が可能となっている。なお、長時間清浄な観察環境を保持するには真空度が重要なファクターであるが、測定チャンバー及び処理チャンバーは真空度  $6 \times 10^{-10}$  Torrが達成されている。

超高真空下では、顕微鏡本体を接触により冷却する必要がある。図2に試作した走査型プローブ顕微鏡本体を示す。低温部分は、図に示すように液体ヘリウムデュワー（10リットル）と液体窒素デュワー

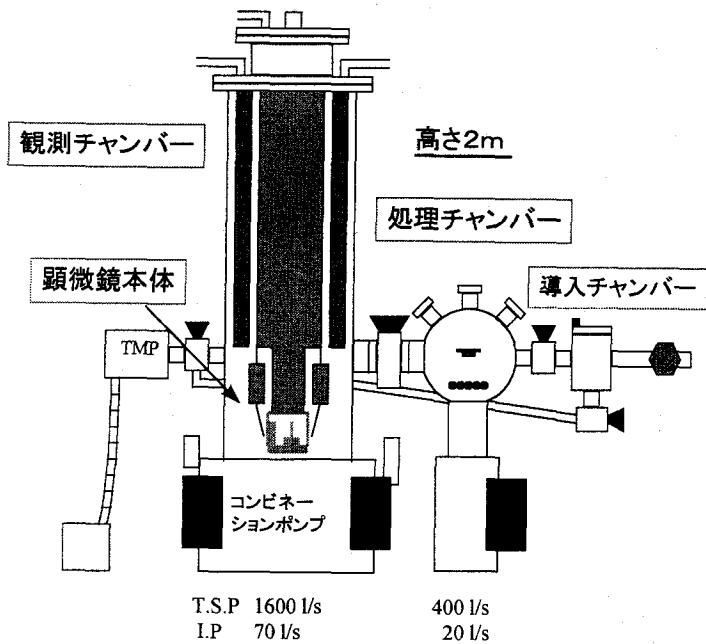


図1 極低温超高真空走査型プローブ顕微鏡装置の構成

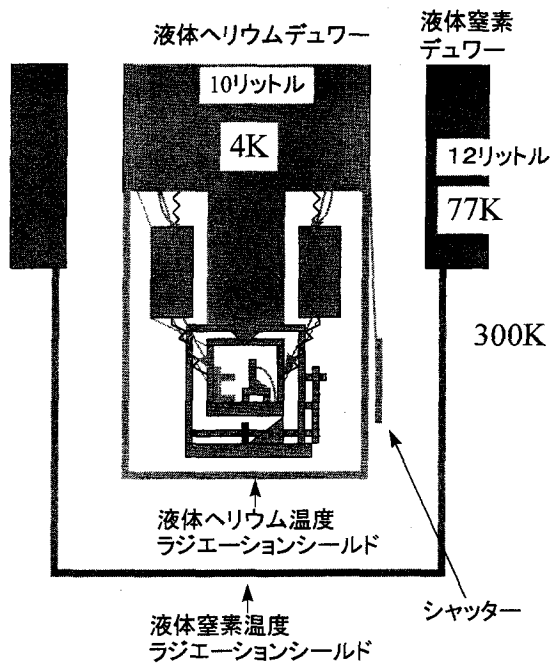


図2 顕微鏡本体と冷却機構

(15リットル)からなる。なお、液体ヘリウムデュワーの底は、ステンレス製ではなく熱伝導の良好な無酸素銅製の突状の部品が組み込まれており、この部品の底まで液体ヘリウムが入る構造となっている。顕微鏡本体は上下に移動可能であり、この無酸素銅の部品に顕微鏡本体を直接押しつけ、冷却する。冷却後は、顕微鏡本体を後述するバネで吊し、周囲への熱輻射により温度を保つ。この際、到達温度をできるだけ下げ、温度安定性を高めるためには、顕微鏡本体の周囲を冷えた壁で覆うことが要求される。そこで、液体ヘリウムデュワーや液体窒素デュワーには、顕微鏡本体や2段バネ吊り除振機構を同心円上に囲むように無酸素銅製のラジエーション・シールド（電解研磨後、Ni-Agメッキされ、放射率が低く抑えられている）が取り付けられている。また、ラジエーション・シールドの一部には、探針や試料を交換するためシャッター機構が取り付けられている。

原子・分子レベルの分解能を有する走査型プローブ顕微鏡にとって、防振技術[4]は極めて重要な要素技術である。振動の要因としては、機械的振動と音響的振動とがあげられる。音響振動は、顕微鏡本体を真空中に配置する事により除去できる。他方、機械振動は、真空チャンバーを上下及び横方向の優れた除振特性を有する空気バネ除振台に直接装着し抑えるとともに、除振性能の優れた2段バネ吊り除振（渦電流ダンパー機能あり）を真空チャンバー内に組み込み抑えた。

### 3. 顕微鏡本体と慣性駆動方式による移動機構

図3に顕微鏡本体の概要を示す。処理チャンバーから測定チャンバーへの試料や探針の搬送はすべて超高真空中で行える構成となっている。探針と試料表面とを接近させたり、引き離すための移動機構には、ミリメートルオーダーの移動距離をもち、しかも、オングストロームオーダーの位置決め精度が求められる。このような移動機構には様々な方式が開発されているが、我々は慣性駆動方式を用いた移動機構を採用した。図4に慣性駆動方式の移動機構の動作原理を示す。ずれモードの圧電体の上に試料ステージを載せておく。この状態で、圧電体に三角波状の電圧を印加する。印加電圧がゆっくりと上昇する①から②の領域では、静止摩擦力によって圧電体と試料ステージは圧電体の変位量と同じだけ移動する。印加電圧が急激に下がる②から③の領域では、大きな加速による圧電体の慣性力が、圧電体と試料ステージとの間の静止摩擦力を上回り、滑りが生じる。すなわち、瞬間的に圧電体を戻すと、試料ステージは圧電体の動きに追従できず動かない。①に比べて③では、試料ステージは滑りの分だけ移動する。この動作を繰り返すことにより、試料ステージは圧電体の上を滑りながら移動する。なお、試料ステージを単に圧電体の上に乗せただけでは外部振動によっても滑ることがあるので、磁力を用いて試料ステージをクランプする。なお、この慣性駆動方式によるアプローチ機構は、以下のような利点を持っている。

- ・発熱しないので、低温環境下でも動作する。
- ・機械的な接続を必要とせず、電氣的にコントロールが可能である。
- ・高精度な機械部品を必要としないので、製作が容易である。
- ・移動量の再現性がよい。
- ・小型軽量で、機械的共振周波数が高いので、外部振動の影響が入りにくい。
- ・真空環境下でも動作する。

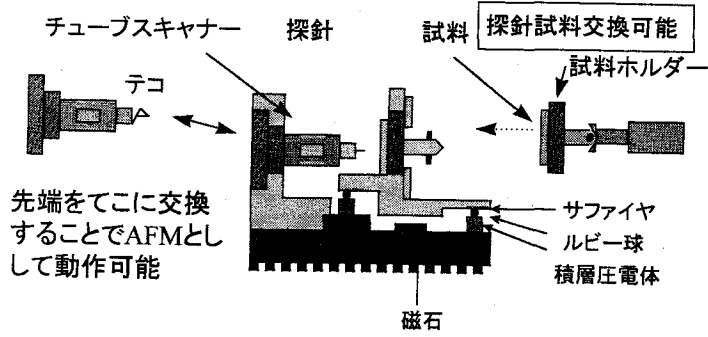


図3 顕微鏡本体の概要

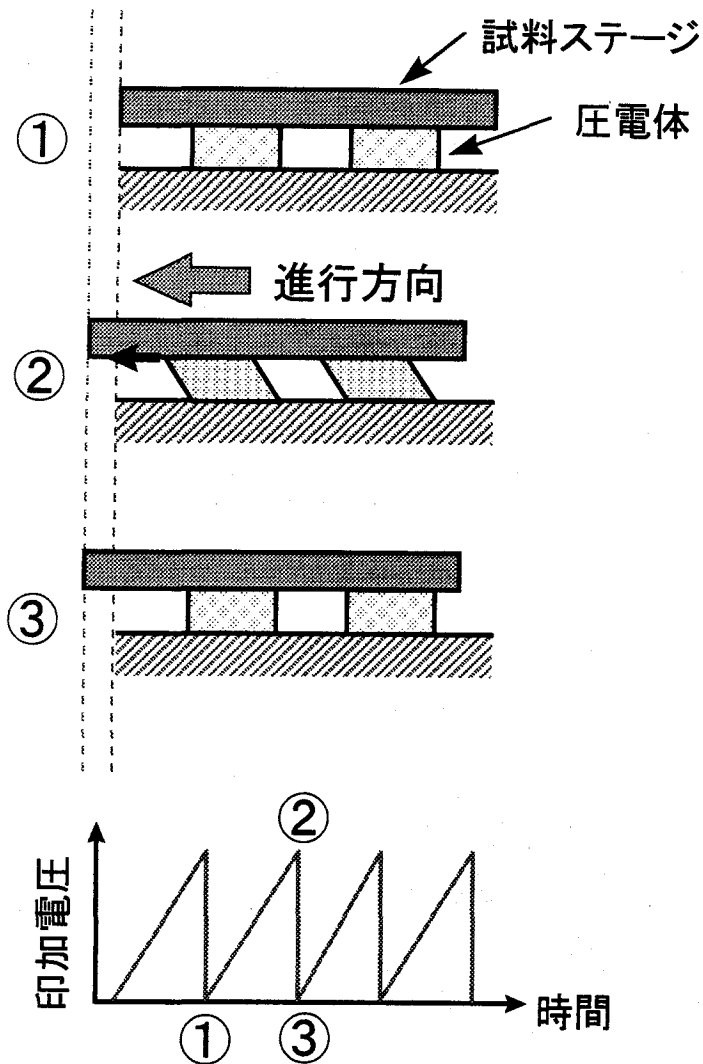


図4 慣性駆動方式による移動機構

#### 4. 測定例

図5に顕微鏡本体の冷却性能を評価した結果を示す。冷却手順としては、まず、顕微鏡本体を液体ヘリウムデューワーに接触した状態で、液体ヘリウムデューワーに液体窒素を入れ予冷した。次に、液体窒素を液体ヘリウムデューワーから追い出し、液体ヘリウムを入れた。顕微鏡本体が液体ヘリウムデューワーに接触している状態で、試料ホルダーの温度をモニターした。最低到達温度は15Kで、その状態を7.5時間保持できた。到達温度が高い原因は、液体ヘリウムデューワーや液体窒素デューワーとラジエーション・シールドとの熱接触が十分でないためと考えられる。

図6は、90Kで観察したグラファイト劈開表面の走査型トンネル顕微鏡 (STM) 像である。グラファイトは炭素原子からなる層状物質であり、層内では強い $\sigma$ 結合、層間では弱いファンデルワールス結合をしている。グラファイトには、第2層に炭素原子のある $\alpha$ サイトと炭素原子のない $\beta$ サイトに分類できる。トンネル電流はフェルミ面付近の局所的状態密度に強く依存し、 $\beta$ サイトでトンネル電流が流れやすい。このため、STM像では $\beta$ サイトが明るくなり、格子定数 $2.46\text{\AA}$ の3回対称な格子として観察される。図6を見て分かるように、ほぼ一致する構造が現れている。また、 $0.2\text{\AA}$ の凹凸が明瞭に分解されており、本研究で試作した顕微鏡が $0.1\text{\AA}$ 以上の除振性能を有することが分かる。

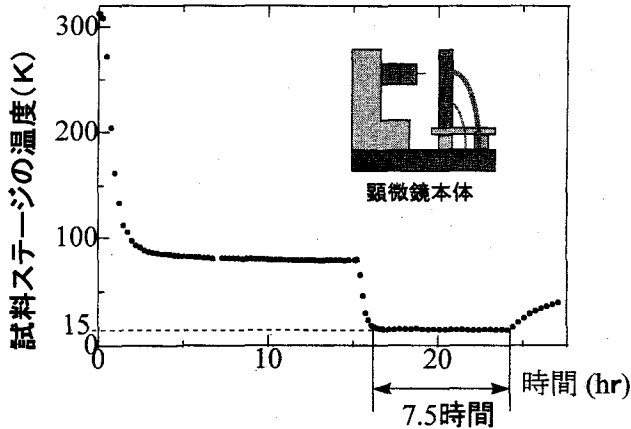


図5 顕微鏡本体の冷却性能測定結果

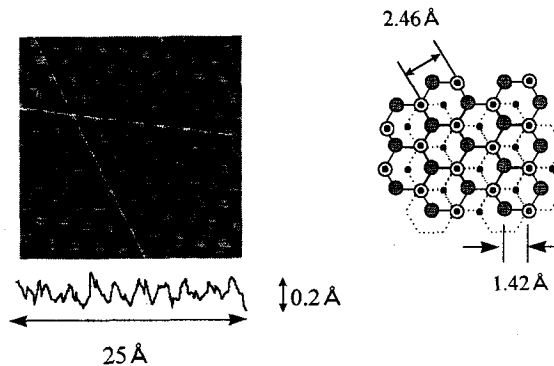


図6 グラファイト表面の走査型トンネル顕微鏡像(90K)

## 5. おわりに

以上、極低温超高真空環境下で動作する走査型プローブ顕微鏡の製作概要を述べた。液体窒素温度付近におけるSTM動作には成功しており、今後、液体ヘリウム温度（5 K）での動作を確認する必要がある。そのためには、ラジエーションシールドの強化と除振性能のさらなる向上が必要である。また、顕微鏡本体の一部を変更することにより非接触原子間力顕微鏡としても動作させ、原子レベルで試料表面に働く力の相互作用の解明につなげたい。

なお、本研究は、工学研究科の森田研究室において、森田清三教授のもと末平信人氏、杉山憲志氏、黒田康之氏とともに行ったものである。また、本研究を行うに当たり、顕微鏡本体の冷却に必要な液体窒素・液体ヘリウムを利用させていただいた大阪大学低温センターの皆様へ感謝いたします。

## 参考文献

- [1] G. Binnig, H. Rohre, C. Gerber and E. Weibel: Appl. Phys. Lett., 40, 178 (1982).
- [2] Y. Sugawara, M. Ohta, H. Ueyama and S. Morita: Science, 270, 1949 (1995).
- [3] T. Uchihashi, Y. Sugawara, T. Tsukamoto, M. Ohta and S. Morita: Phys. Rev. B, 56, 9834 (1997).
- [4] M. Okano, K. Kajimura, S. Wakiyama, F. Sakai, W. Mizutani and M. Ono: J. Vac. Sci. Technol. A5, 3313 (1987).
- [5] Y. Kuk and P. J. Silverman: "Scanning tunneling microscope instrumentation", Rev. Sci. Instrum. 60, 165 (1989).
- [6] D. W. Pohl, Rev. Sci. Instrum. 60, 54 (1987).
- [7] L. Howald, H. Rudin and H. -J. Guntherodt, Rev. Sci. Instrum. 63, 3909 (1992).