

論文の内容の要旨

論文題目 ダイナミックフォース顕微鏡の高周波化の研究

氏名 川井 茂樹

1. はじめに

1986年に原子間力顕微鏡(AFM)が開発された。その後、1995年に初めてFM検波法を用いたダイナミックモード非接触型原子間力顕微鏡(DFM)によりSi(111) 7x7の原子分解能撮像を行うことに成功した。今日までに、様々な試料表面の原子分解能を取得できること報告されてきた。しかし、DFMにより原子分解能を取得することは一般的には困難であり、撮像する者の技能に強く依存しているのが現状である。このことは、DFMが研究段階の装置であることの証である。DFMは、自励発振している長さ150 μ m程度のカンチレバーを力検出素子として使用する。その先端にある探針と試料表面間に働く相互作用力により、発振周波数が増加する。この周波数変化を制御対象にして試料表面を撮像することが出来る。相互作用力には、ファンデルワールス力や静電気力などの長距離力と化学結合力などの短距離力がある。通常、原子コントラストをもたらすのは短距離力であり、長距離力は単にバックグラウンドの力となる。短距離力が働く距離は、数オングストローム程度である。しかし、一般的なDFMに用いる振幅は10nm程度であり、短距離力が働く距離と比較して随分と大きい。したがって、カンチレバーの振動の一周期中で極僅かな時間のみ短距離力を検出することになる。よって、DFMは原理的に低感度な顕微法である。

検出感度を向上させるためには、低振幅化を実現し短距離力を検出している時間を長くすれば良い。低振幅化に伴い、カンチレバーの振動エネルギーが減少する。一方、探針と試料間で散逸するエネルギー量が、この振動エネルギーと比較して無視できないほど大きくなってしまうと安定した自励振動を維持することが不可能になる。よって、低振幅撮像では、バネ定数の高いカンチレバーを用いることにより振動エネルギーを大きくすることが必要である。ある一定の長さを持つカンチレバーの場合、バネ定数が高くなるということは、高周波化を示している。一方、DFMの最小検出力勾配は、自励発振しているカンチレバーの熱雑音により決まる。これによると、共振周波数が高い程、検出できる力勾配は小さくなる。よって、この二つの理由よりDFMに使用するカンチレバーの共振周波数の高周波化を行うことにより、DFMの性能を向上させることが可能である。

本研究の目的は、DFMの検出感度を向上させることが目的である。そのために、共振周波数が高いカンチレバーを用いることが出来るDFMを開発する。また、開発製作したDFMにより低振幅観察を行い、その有用性を示す。

2. 装置開発

高真空(HV)DFM と超高真空(UHV)DFM の 2 機種を装置開発した。変位計と自励発振フィードバックループはどちらの装置にも使用することができる。

. HV-DFM

カンチレバー変位計(ヘテロダインドップラー干渉計)の光プローブユニットの焦点をカンチレバーの背面に位置決めするために、せん断ピエゾによる 3 軸の移動機構を有している。本装置は、大気から 10^{-4} Pa 程度の高真空下で動作することができる。

. UHV-DFM

HV-NC-AFM 同様、光プローブの位置決めに 3 軸の移動機構を有している。また、カンチレバーを試料表面にアプローチさせるために 1 軸の移動機構を有し、合計 4 軸の移動機構を有している。また、高感度検出のために走査範囲の狭いスキャナーを採用した。本装置は、 10^{-8} Pa より良い真空度を維持することが出来、清浄表面を観察することが可能である。

. ヘテロダインドップラー干渉計

カンチレバーの振動を計測するために、ヘテロダインドップラー干渉計を用いた。この干渉計は、測定物の速度を検出するため、ある一定の振幅で振動しているカンチレバーの場合、高周波化に伴い信号強度が強まる。よって、高い共振周波数を有するカンチレバーを測定するのに適している。干渉計のビート信号の周波数を 1.08 GHz と高いものを採用することで測定帯域を 100 MHz まで延ばした。また、比較的共振周波数の低いカンチレバー用にビート周波数が 80 MHz のものを用いた。これらの干渉計のノイズレベルが、測定帯域 1kHz 程度の DFM 観察で使用するのに必要なノイズレベルを達成した。

. 自励発振フィードバック回路

カンチレバーの共振周波数が、数 100kHz から 100MHz と非常に幅が広いため、スーパーヘテロダイン回路を用いた自励発振フィードバック回路を製作した。これにより、あらゆる共振周波数のカンチレバーの振動信号を一旦中間周波数に変換することにより、自励発振に必要な信号処理が一定の周波数で行うことが可能である。中間周波数は、10,700,000Hz を用いた。また、その中間周波数で狭帯域の位相同期ループによりカンチレバーの共振周波数を復調する回路を製作した。測定帯域と信号帯雑音比(S/N)は相反する関係である。本研究では帯域を 1 kHz と観察するのに必要な帯域まで絞ることにより、高い S/N を実現した。

3. 撮像

開発した装置の性能を示すために撮像を行った。

. 超低振幅撮像

撓み二次共振を使用することにより、低振幅撮像をできることを証明した。低振幅撮像を実現するためには、バネ定数の高い(1000N/m 以上)カンチレバーが必要である。撓み

二次は一次と比較して 120 倍程度高くこの条件を満たすことに着目し、使用した。撓み一次のバネ定数は 40 N/m 程度であるため、撓み二次のバネ定数は 5000N/m 程度と見積もられる。Fig. 1 は、共振周波数 1.6MHz 振幅 0.12nm で撮像した Si(111) 7x7 表面上の超低振幅 DFM 像である。単位ユニット内のアドアトムが鮮明に観察されている。この観察は UHV-DFM で行った。

.急冷 Si(111)表面の観察

急冷 Si(111)表面には、様々な準安定相が存在する。また、その表面には再構成できなかった多くの Si クラスタが存在する。これらのクラスタと表面の吸着エネルギーが低く、熱振動などにより簡単に移動してしまう。このことは、探針と試料間の相互作用力を利用して撮像する DFM には不利な試料であるといえる。しかし、本研究で実現した超低振幅撮像により検出感度を向上させることができたため、比較的低い相互作用力でも原子分解能を取得できることがきる。Fig. 2 は急冷 Si(111)表面上の Si クラスタを含む c(2x8)構造の一定周波数シフト像である。Fig. 1と同様に撓み二次振動を利用して、0.6nm の振幅で撮像した。この様な面でも小振幅撮像により安定した撮像が行えた。

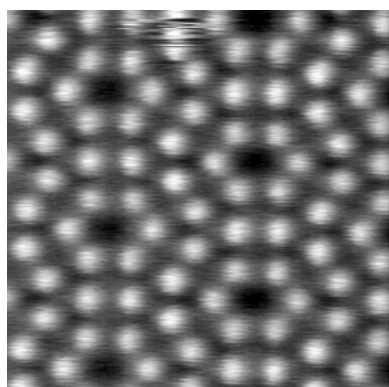


Fig.1 撓み二次を使用した Si(111)7x7 表面一定周波数シフト像

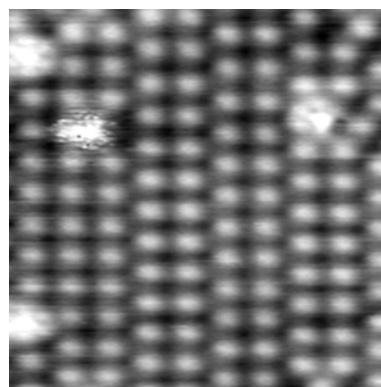


Fig.2 撓み二次を使用した Si(111)c(2x8) 表面の一定周波数シフト像

.接触領域でのダイナミックラテラル力顕微鏡

開発した DFM は高い共振周波数のカンチレバーを使用することができる。や で示した二次撓み共振以外にも、捩れ共振も使用することが可能である。捩れ共振では、探針先端は試料表面に対し水平に移動する。よって、探針と試料間の横方向の力を検出することが可能である。Fig. 3 は捩れ共振周波数で発振させているカンチレバーを試料表面に接触させ、発生した周波数シフトを制御パラメータにして HOPG の表面を撮像したものである。大きな段差は単原子ステップに対応する。Fig. 3(a)の左下に見える薄いステップ(Fig.3 (b)中の点線)は、原子ステップ以下の高さであり、2層目以下の欠陥を検出したことを示している。この観察は、HV-DFM で行った。

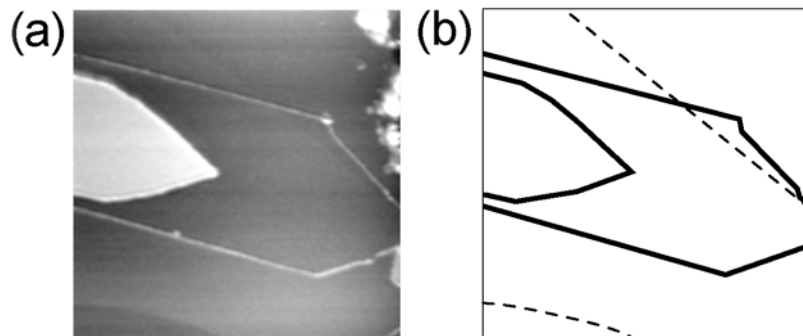


Fig. 3. (a)HOPG 上の一定擦れ共振周波数シフト像。(b)取得した像の特徴を抽出したもの。

.原子分解能ダイナミックラテラル力顕微鏡

使用したカンチレバーの撓み方向のバネ定数は 40N/m 程度あり、試料表面に近づけても突然の吸着`Jump-to-Contact` が起きない。この状態で、と同様に擦れ振動を励起して、ラテラルフォースを検出した。Fig. 4 は、この手法で撮像した Si (111) 7x7 表面であり、ダイナミックラテラルフォース顕微法により取得した初めての原子分解能像である。探針の動きによりアドアトムが連結されて観察された(Fig. 4(b))。この観察は UHV-DFM で行った。

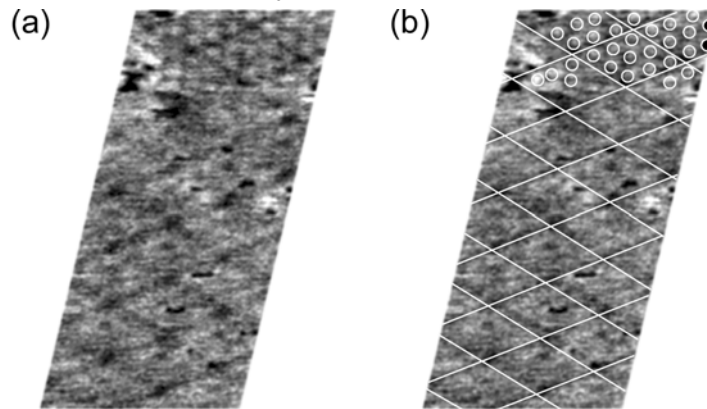


Fig. 4. (a)Si (111)7x7 上の一定擦れ共振周波数シフト像。(b)図中の特徴を抽出したもの。

4 . おわりに

本研究により、MHz 帯に共振周波数をもつカンチレバーを使用できる DFM が実現した。これにより、高感度高分解能化のための超低振幅撮像を実現した。また、擦れ共振を利用した、原子分解能を有するラテラル顕微法を実現した。

以上のように、DFM の高周波化の有用性を装置開発およびそれを使った撮像により示した。