

# 結晶格子を基準としたリニアエンコーダー

A linear encoder using a crystal as a reference

星 泰雄\*・河 岸 孝 昌\*・川 勝 英 樹\*

Yasuo HOSHI, Takayoshi KAWAGISHI and Hideki KAWAKATSU

## 1. はじめに

走査型プローブ顕微鏡 (SPM: scanning probe microscope) の技術は、物性の測定だけでなく原子・分子を操作する超微細加工技術への応用も盛んであり、半導体プロセスや生体分子を扱う研究者からも注目を集めている。このようなサブナノメータの観察・加工を再現性よく行うには、プローブと試料の相対位置を正確に把握する必要がある。現在はレーザー干渉計を用いる方法が一般的であるが、筆者らは比較的小さな機構ですむ方法として、結晶格子を基準として変位を測定するリニアエンコーダを検討している。基本構想を図1 (a) に示す。テーブルに結晶を貼付し、SPMにより検出する結晶の周期性から変位量を測定する。

本報ではSPMとして摩擦顕微鏡<sup>1)</sup>を用いている。これはカンチレバーの先端にプローブをつけ、カンチレバーの変形からプローブ-試料間に働く力を検出するものである。カンチレバーの変形は、レーザーをカンチレバーにあて、反射光を4分割フォトダイオードで受ける光テコにより、たわみおよびねじれとして検出する。カンチレバーのたわみはプローブを試料に押し付ける力を、ねじれはプローブ-試料間に働く摩擦力を表していると考えられる。

典型的なプローブの動きと、それに対応するねじれ信号を同図 (b) に示す。プローブ先端は試料上の一点に停留するため、走査につれてカンチレバーのねじれが増加してゆき、ある限界値を超えたとき急激な動きで次の停留点へプローブ先端が移動する。このジャンプは一方方向に走査しつづけている間はほぼ規則的に観察されるので、この信号を微分することにより結晶格子の周期性を反映するパルスを発生することができる。

摩擦顕微鏡のこのようなスティック・スリップ挙動は、発明者であるMateらが高配向性グラファイト (HOPG: high-

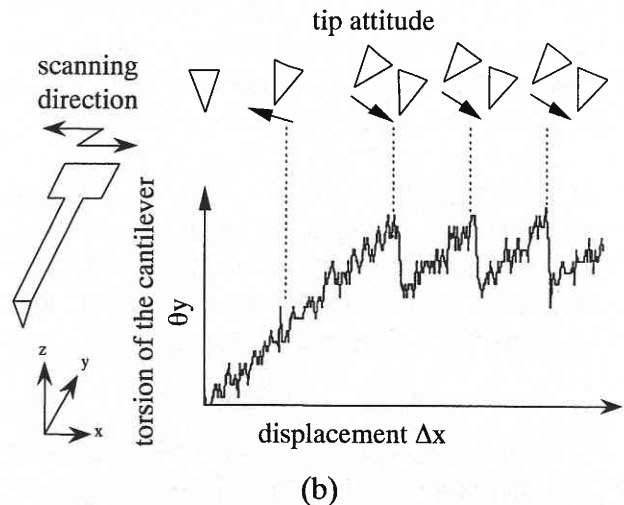
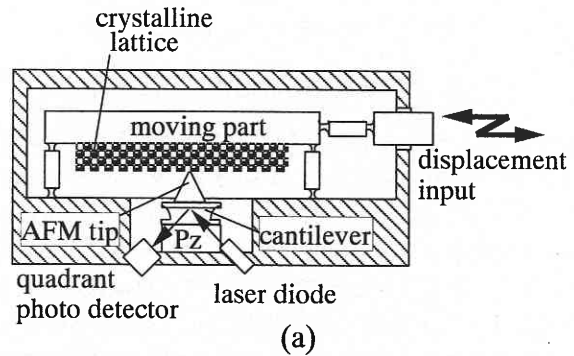


Fig. 1 (a) Schematic drawing of a linear encoder based on frictional force microscopy. (b) Regularity of a crystal is observed as a 'stick-slip' motion of the tip end. A big stick of the tip is observed just after the change in the scanning direction. However, in the rest part, good regularity of the saw-toothed signal is observed.

\*東京大学生産技術研究所 マイクロメカトロニクス国際研究センター

ly oriented pyrolytic graphite) で示したのを初めとして、さまざまな試料について報告されており<sup>2)~7)</sup>、理論的な解析も試みられている<sup>8)~9)</sup>。しかし、これらの検討は主にプローブを試料に押し付ける力の影響について論じられており、走査速度を上げた場合の挙動の変化について論じたものは少ない。Mate らは走査速度 4 nm/s から 400 nm/s までで観察を行い、観察像の速度依存性は特になかったと報告している。トライボロジーの分野では、摩擦顕微鏡を用いて数  $\mu\text{m/s}$  の走査速度で解析が行われているが<sup>10)~15)</sup>、主として摩擦力の大きさに注目しており、結晶格子レベルの分解能に対する速度の影響を検討した例はわずかである<sup>11), 15)</sup>。

本報では、摩擦顕微鏡の走査速度が  $1 \mu\text{m/s}$  を越えるような場合に、雲母および HOPG の結晶格子を大気中で観察できる速度限界について検討した。

## 2. 実験方法

主な実験条件を表 1 に示す。雲母および HOPG の劈開した表面を摩擦顕微鏡により大気中で観察した。通常の観察ではカンチレバーのたわみを一定に保つ制御を行なうが、ここではカンチレバーの変形を積極的に得るためほとんどこの制御はかけていない。観察に用いたカンチレバーは窒化シリコン製、幅  $20 \mu\text{m}$ 、長さ  $200 \mu\text{m}$  の短冊形であり、22 kHz のたわみ固有振動を持っている。カンチレバーの変形を検出する 4 分割フォトダイオードおよびアンプの帯域は DC ~ 800 kHz (-3 dB) なので、十分にカンチレバーの動きを捉えることができる。

## 3. 実験結果および考察

雲母の観察結果を図 2 に示す。走査速度が  $1.5 \mu\text{m/s}$  未満の場合は図 2 (a) および図 2 (b) に示すように雲母結

Table 1 Experimental condition. Cleaved mica and highly oriented pyrolytic graphite (HOPG) were observed using a friction force microscope. In all cases, the tip was brought into contact with the sample and very slow control of repulsive force was selected.

Cantilever width	$20 \mu\text{m}$
Cantilever length	$200 \mu\text{m}$
Cantilever material	$\text{Si}_3\text{N}_4$
Atmosphere	Room temperature In ambient
Tip velocity	$0.1\sim 1.6 \mu\text{m/s}$ for mica $0.1\sim 23 \mu\text{m/s}$ for HOPG

晶の周期性を反映する  $0.55 \text{ nm}$  間隔の規則正しい鋸波が観察される。しかし、走査速度が  $1.5 \mu\text{m/s}$  を超えるとこの周期性が不安定となる。図 2 (c) のように鋸波が観察される場合でも、その間隔は  $3.3 \text{ nm}$  であり、図 2 (a) および図 2 (b) で観察された周期性の「読み飛ばし」が起きていることを示している。筆者らはカンチレバーを押し付ける力が強すぎるのがこの原因の一つではないかと考え、押し付け力を  $10 \text{ nN}$  から  $100 \text{ nN}$  までの範囲で変化させて同様の実験を試みたが、「読み飛ばし」が始まる速度と押し付け力との明確な相関は見られなかった。また、押し付け力が  $100 \text{ nN}$  を超えると試料の磨耗が顕著となるため、それ以上の押し付け力では実験を行っていない。

以上の実験から、大気中の雲母結晶を摩擦顕微鏡で観察する場合は、プローブ-試料間の境界条件が走査速度の限界を決めることがわかった。雲母が親水性であることから、境界面に水分を含む吸着物がプローブの動きを拘束していると推察される。雲母を高速で観察する場合は、真空中で行なう等の配慮が必要である。

HOPG の観察結果を図 3 に示す。グラファイト結晶の周期性に相当する約  $0.22 \text{ nm}$  間隔の鋸波が走査速度  $10 \mu\text{m/s}$

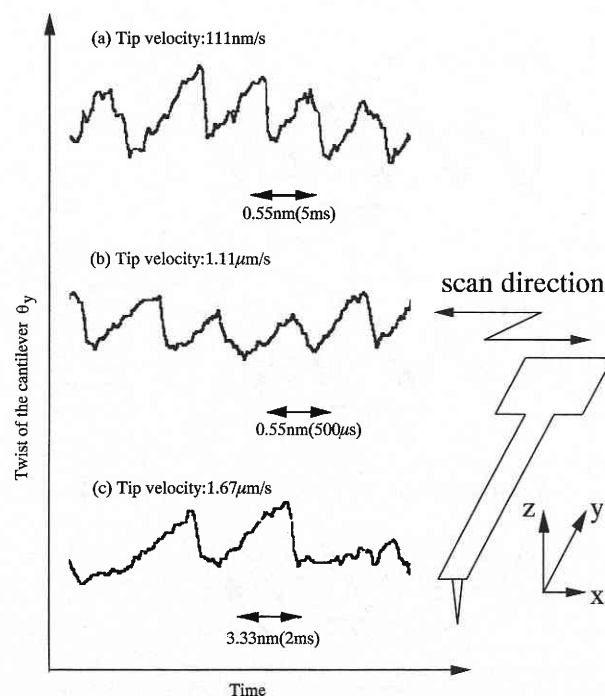


Fig. 2 Velocity dependence of a torsion signal in the cases of observing mica. The pitch of saw-toothed signal is about  $0.5 \text{ nm}$  corresponding to atomic periodicity of mica in cases where the tip velocity is (a)  $0.55 \mu\text{m/s}$  and (b)  $1.1 \mu\text{m/s}$ , and about  $3 \text{ nm}$  in the case where the tip velocity is (c)  $1.6 \mu\text{m/s}$ .

研究速報

以上でも観察される。雲母と異なりグラファイトは疎水性なので、プローブが試料表面に拘束されず比較的自由に動けるためと考えられる。図3(c)では、走査に起因する鋸波の上に約400kHzの周期的な信号を識別できる。これはカンチレバーのねじれ固有振動である。

カンチレバーの振動特性を調べた結果を図4に示す。試料接触時と非接触時で特性が変わるため、それぞれの場合についてたわみ信号およびねじれ信号の周波数特性を示している。たわみの共振周波数は非接触時には22kHzであるが、接触時には95kHzに変化する。一方、ねじれの共振周波数は接触時/非接触時も417kHzである。

プローブを走査しているときは、これらの信号に加え、観察している結晶格子の周期性を反映する周波数がねじれ信号の周波数特性に現れる。図5は走査速度が11μm/sおよび23μm/sの場合について、ねじれ信号の波形とたわみ・ねじれ信号それぞれの周波数特性を調べたものである。走査速度が11μm/sの場合、ねじれ信号に現れる試料の周期性は約50kHzであり(図5(c))、観察される波形もきれいな鋸波である(図5(a))。図5(c)の95kHz付近に観察される小さな盛り上がりはたわみ固有振動とねじ

れ信号との間に若干の相互干渉があることを示している。走査速度が23μm/sとなって試料の周期性がたわみ固有振動とほぼ等しくなると、ねじれ信号の波形はかなり乱れており、試料の周期性による加振がたわみ固有振動を増大させていることを推察できる。さらに走査速度を上げて試料の周期性がねじれ固有振動の417kHzに対応するまでの範囲で変化させたが、安定した鋸波は観察されなかった。

以上の結果から、HOPGを摩擦顕微鏡で観察する場合は、カンチレバーの機械的特性が走査速度の限界を決めることがわかった。走査速度をさらに上げるためには、共振周波数が高くバネ定数の小さいカンチレバーが必要である。例えば共振周波数が1GHzのカンチレバーを用いてHOPGを観察する場合、界面の影響がなければ走査速度を250mm/sまで上げられることになる。

4. ま と め

劈開した雲母及びHOPGを大気中で摩擦顕微鏡により観察し、次のような結果を得た。

- 1) マイカでは、走査速度が1μm/sを超えると結晶周期の読み飛ばしが始まる。

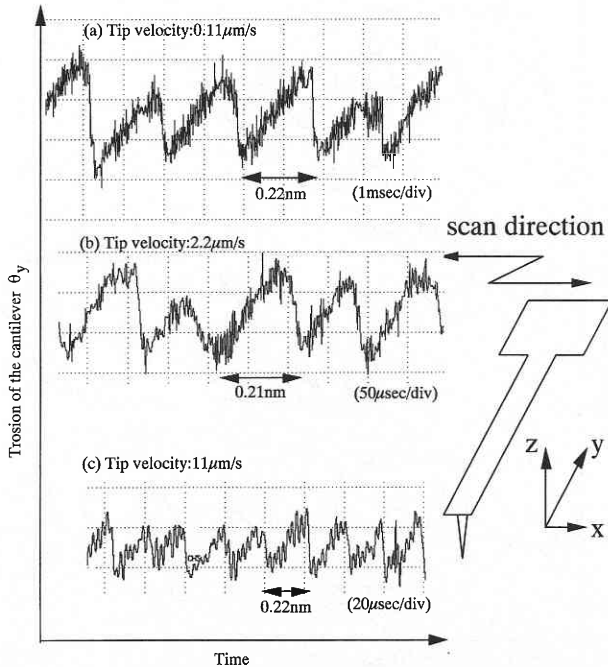


Fig. 3 Velocity dependence of a torsion signal in the case of observing HOPG. The pitch of saw-toothed signal is about 0.2 nm corresponding to atomic periodicity of HOPG in all cases. A small wave at about 400 kHz in frequency is recognized clearly at tip velocity of (c) over 10μm/s.

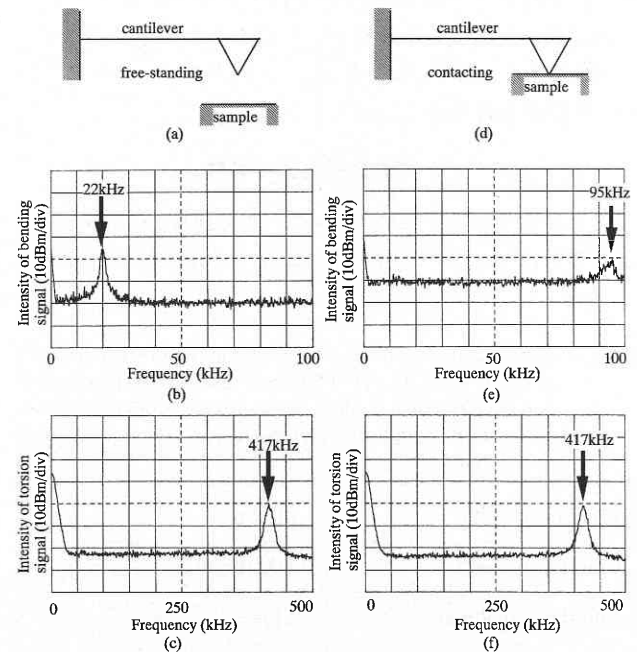


Fig. 4 Frequency characteristics of the cantilever. A peak at 22 kHz in freestanding condition was detected from the spectrum of the bending signal of the cantilever ((b)). The peak moved to about 95 kHz after contacting a sample((e)). The natural frequency in the torsion direction did not depend on the conditions and always stayed at around 417 kHz((c). (f)).

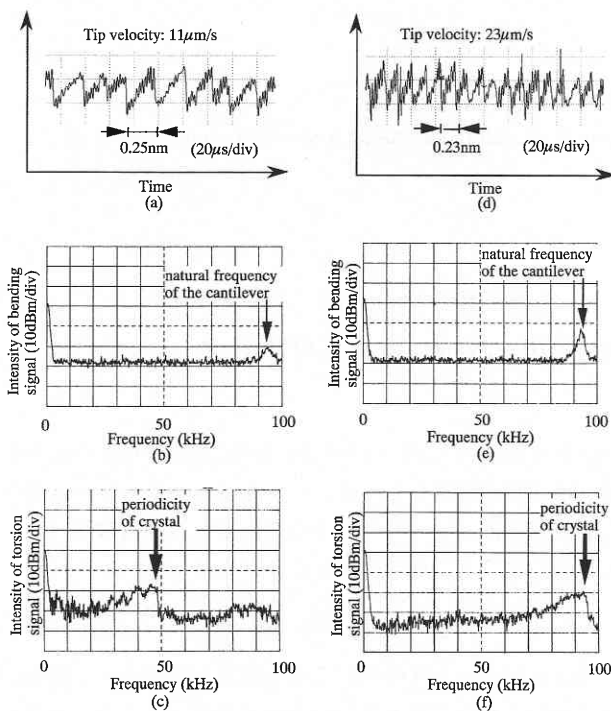


Fig. 5 Torsion signal, the spectrum of the bending signal and that of the torsion signal at tip velocities of  $11\mu\text{m/s}$  and  $23\mu\text{m/s}$ . In the case where the tip velocity was  $11\mu\text{m/s}$ , crystal periodicity of about 47 kHz was observed in the spectrum of torsion signal ((c)). The periodicity did not appear in the spectrum of bending signal ((b)). A small hillock around 95 kHz in (c) implies that there was interference between bending signal and torsion signal. At the tip velocity of  $23.3\mu\text{m/s}$ , the periodicity was still observed in (d). However, the higher frequency signal corresponding to the natural frequency of the cantilever in the torsion direction started to mask the sawtoothed wave as the scanning velocity increased.

- 2) HOPGでは、走査速度が $10\mu\text{m/s}$ 以上でも周期性を観察でき、カンチレバーの機械的特性が周期性観察の限界を決める。現状のカンチレバーでは100,000 counts/s, 約 $25\mu\text{m/s}$ が限界。
- 3) この相違は疎水性(HOPG)/親水性(マイカ)によるものと考えている。

今後の課題としては、共振周波数が高くバネ定数の小さいカンチレバーを開発すること、原子配列の方向と走査方向を合わせた状態での観察を行うことが挙げられる。

(2000年7月4日受理)

#### 参考文献

- 1) C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson and S. Chiang: Phys. Rev. Lett. 59 (1987) 1942.
- 2) R. Erlandsson, G. Hadziioannou, C. M. Mate, G. M. McClelland and S. Chiang: J. Chem. Phys. 89 (1988) 5190.
- 3) J.-A. Ruan and B. Bhushan: J. Appl. Phys. 76 (1994) 5022.
- 4) S. Fujisawa, E. Kishi, Y. Sugawara and S. Morita: Forces in Scanning Probe Methods ed. H.-J. Güntherodt et al. (Kluwer Academic Publishers, 1995) 313.
- 5) D. F. Ogletree, J. Hu, X.-D. Xiao, C. Morant, Q. Dai, R. Vollmer, R. Carpick and M. Salmeron: Forces in Scanning Probe Methods ed. H.-J. Güntherodt et al. (Kluwer Academic Publishers, 1995) 337.
- 6) S. Morita, S. Fujisawa, E. Kishi, M. Ohta, H. Ueyama and Y. Sugawara: Thin Solid Films 273 (1996) 138.
- 7) S. Fujisawa, Y. Sugawara and S. Morita: Jpn. J. Appl. Phys. 35 (1996) 5909.
- 8) N. Sasaki, M. Tsukada and K. Kobayashi: Micro/Nanotribology and Its Applications ed. B. Bhushan (Kluwer Academic Publishers, 1997) 355.
- 9) N. Sasaki, M. Tsukada, S. Fujisawa, Y. Sugawara, S. Morita and K. Kobayashi: Phys. Rev. B 57 (1998) 3785.
- 10) R. M. Overney, H. Takano, M. Fujihira, E. Meyer and H.-J. Güntherodt: Thin Solid Films 240 (1994) 105.
- 11) M. R. Sørensen, K. W. Jacobsen and P. Stoltze: Phys. Rev. B 53 (1996) 2101.
- 12) V. N. Koinkar and B. Bhushan: J. Vac. Sci. & Technol. A 14 (1996) 2378.
- 13) Teschke and E. F. Souza: Rev. Sci. Instrum. 69 (1998) 3588.
- 14) B. N. J. Persson: Micro/Nanotribology and Its Applications ed. B. Bhushan (Kluwer Academic Publishers, 1997) 555.
- 15) R. Bennewitz, T. Gyalog, M. Guggisberg, M. Bammerlin, E. Meyer and H.-J. Güntherodt: Phys. Rev. B 60 (1999) R 11 301.