

走査型力顕微鏡探針のねじれ固有振動振幅マッピング

Mapping of lateral vibration of the tip at a sub-atomic level in contact mode atomic force microscopy

河 岸 孝 昌*・加 藤 篤*・星 泰 雄*・川 勝 英 樹*

Takayoshi KAWAGISHI, Atsushi KATO, Yasuo HOSHI and Hideki KAWAKATSU

1. はじめに

接触式走査型力顕微鏡において短冊形カンチレバーと光てこ変位検出機構を用いる場合、カンチレバーのたわみとねじれが光りてこ機構の4分割フォトダイオードから検出される。カンチレバーがフリースタンディングの場合、たわみとねじれのそれぞれの方向に、それぞれのモードに対応した固有振動数での振動が検出される。たわみモードに関しては、試料との接触に伴い、その周波数は増加し、その振幅は小さくなる。これに対し、ねじれモードに関しては、周波数はほとんど変化せず、その振幅は試料によって異なる。異なる試料に対して、このねじれ固有振動振幅が変化することが観察されたので、試料のxy方向への走査に伴う振幅の変化をマッピングした。その結果、シリコンと酸化シリコンのあいだでコントラストが得られ、グラファイトの場合、数nmのステップを含む領域で明確なコントラストが得られた。この可視化手法を説明し、コントラストメカニズムについて論じる。

2. 実験装置

一般的な光てこ式走査型力顕微鏡において、光てこ検出機構のフォトダイオードアンプにDC-800 kHz (-3 dB)を用いた。カンチレバーのねじれ信号に含まれるねじれ固有振動の周波数は、カンチレバーの寸法(幅のみ)により、250 kHz(幅; 40 μm)および450 kHz(幅; 20 μm)であった。このねじれ固有振動振幅を求めるために、図1に示すように、ねじれ信号をバンドパスフィルター及びロックインボルトメータに通し、その結果得られる振動振幅の走査に伴う変化をマッピングした。ロックインボルトメータには、発信器から固有振動数(250, 450 kHz)に相当する参照信号を与えた。ロックインボルトメータは通常、数

kHzからGHzまでの入力信号の振幅計測が可能であるため、この用途に適している。ロックインボルトメータ以外に両波整流器とローパスフィルタ、もしくは自乗和回路などを用いることも可能である。

3. 実験結果

図2にマイカとグラファイトを観察した場合の、探針走査中のねじれ信号を示す。いわゆるスティックスリップを反映した鋸波状の信号が観察される。グラファイトの場合、鋸波状信号にカンチレバーのねじれ固有振動数に対応した正弦波状信号が重畳している。信号のサンプリング時間間隔に対し、450 kHzのねじれ信号は早すぎるため、デジタイジングエラーが生じている。そのため、上側2個のデータに見られるピーク状のノイズは、実際は正弦波信号の一部である。ここで特記すべき点は、両方の試料において、フォトダイオードのねじれ信号の電気的フィルタリングが同様であるという点である。つまり、グラファイトとマイカで見られる、ねじれ固有振動振幅の差は、電気的要因によるものではなく、探針先端、試料、コンタミネント、水分等の影響で生じていると考えられる。図3にシリコンと酸化シリコンからなる試料の観察結果を示す。この試料は、酸化シリコン層が60 nmのSIMOX(separation by implanted oxygen)基盤を用いて作製した。酸化シリコンの段差は60 nmである。試料の走査方向は、カンチレバーの長軸と一致する方向に設定した。

図3(a)はトポグラフィー像、図3(b)はねじれ固有振動振幅像(以下、振幅像)である。シリコンと酸化シリコンでは、酸化シリコンの領域でより振幅が小さいことが確認された。これは酸化シリコンが親水性であり、試料表面の水分により固有振動振幅がダンピングされた為と考えられる。なお、時間経過に伴い、シリコンの親水性が増加することはシリコン上の水球の形状により肉眼でも確認されるため、この試料はフッ酸でシリコン表面の酸化層を除

*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

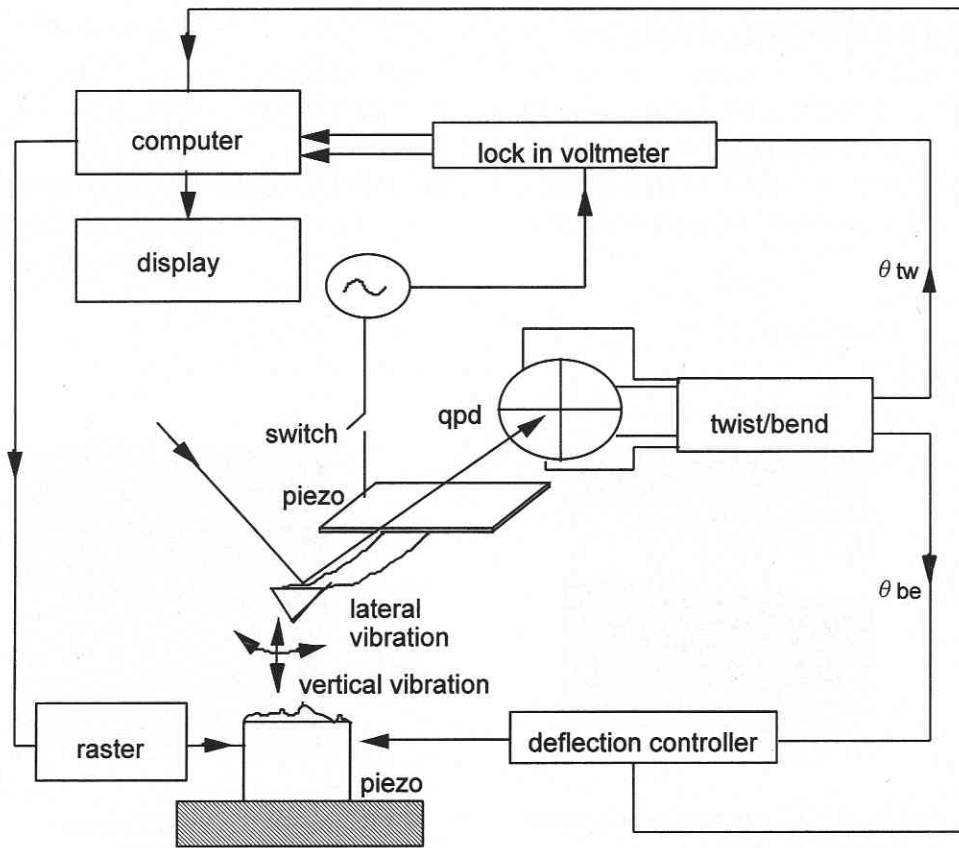


図1 振幅マッピング法のブロック図

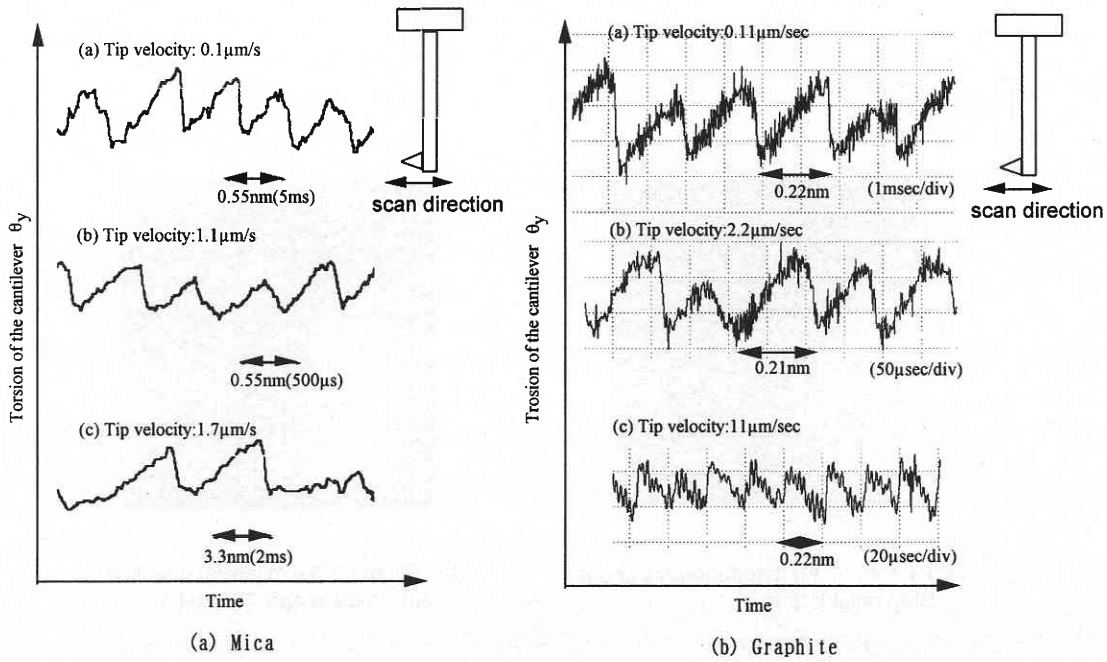


図2 雲母とグラファイト観察時のカンチレバーねじれ信号

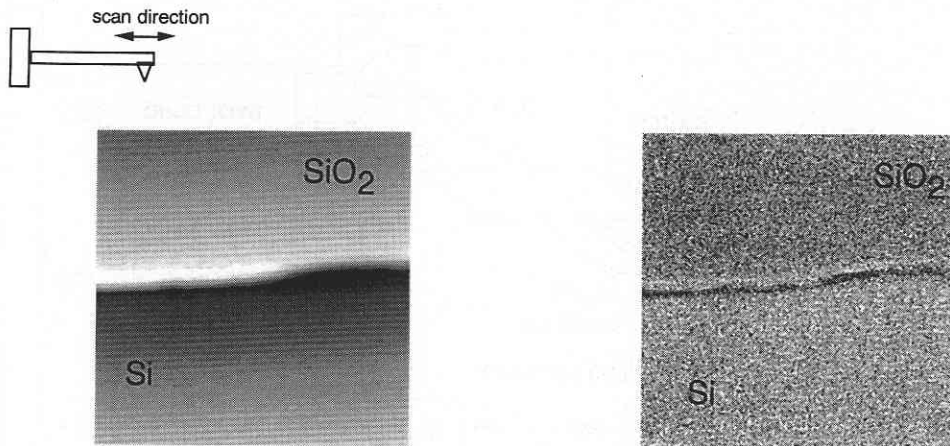
研究速報

去した後、直ちに実験を行った。図4にグラファイトの試料で、2 nmの段差を含む範囲を観察した結果を示す。この領域に関しては、複数回走査しても安定して振幅像にコントラストが確認された。観察領域を変化させた場合、段差があっても、コントラストの明確に得られる場合と、そうでない場合が観察された。コントラストの得られた場合の、各領域の原子分解能での観察や、結晶方位の確認はまだ行っていない。

4. 考 察

現在、振幅像のコントラストメカニズムを証明出来る段階には至っていない。以下に検討すべき事項と、問題点、改善点を列挙し、コメントを加える。

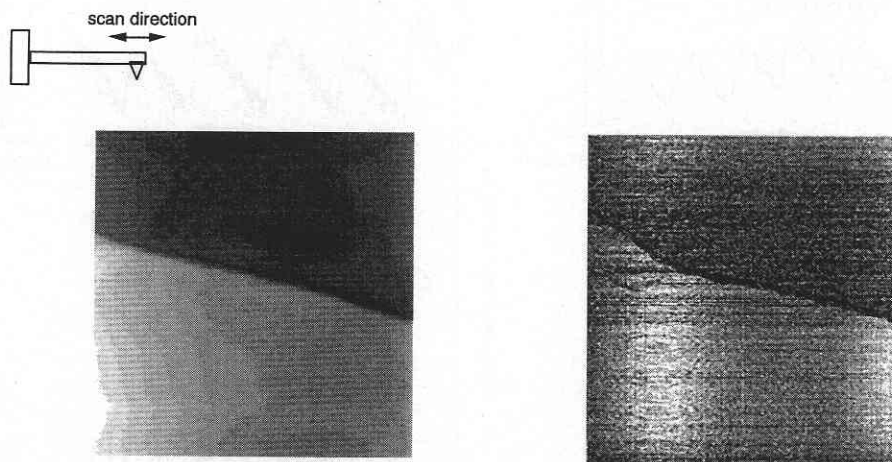
- 親水性と疎水性による振幅差の可能性
 今までの実験では、親水性の試料でねじれ振動振幅がより小さい。探針と試料の間を取り巻く水のダンピ



(a) 1.1 μm × 1.1 μm topographic image
 Step height: 60 nm.

(b) 1.1 μm × 1.1 μm lateral vibration
 amplitude image (250 kHz)

図3 シリコンと酸化シリコンの領域を含む試料のトポグラフィー像とねじれ固有振動振幅像



(a) 1.1 μm × 1.1 μm topographic image
 Step height: 2 nm

(b) 1.9 μm × 1.9 μm lateral vibration
 amplitude image (250 kHz)

図4 高さ2 nmの段差を含む領域のグラファイトのトポグラフィー像とねじれ固有振動振幅像

ングが考えられる。

● 結晶方位による振幅差の可能性

観察領域を見失わずに試料を回転させ、コントラストの明暗の反転が生じるか否か、カンチレバーの主軸に対する各領域の結晶方位の関係と明暗の関係を調べる。

● その他、コントラストのつく原因

段差通過時、カンチレバーが定常的にねじれを生じ、探針先端の、試料へのあたり方が変化することになる。この原因のみで振幅像にコントラストがついているとは思われないが、注意を要する。

● 探針先端が振動しているのか、探針が先端を中心にピボットしているのか

光てこ1個の信号のみからでは、判断が出来ない。そこでマイクロ並行バネ支持機構とレーザ干渉系を用

いた並進変位の検出を行う必要がある。

● 探針の振動と、試料の探針近傍の振動

試料の探針近傍の変位について観察の対象とすべきである。

● 高分解能で振幅像を観察する意味と問題点について

スティックスリップによって、ねじれ信号は格子周期でジャンプを起こすため、振動振幅演算回路がこのジャンプによってアーティファクトの原因となる結晶周期のうねりを出さないよう確認が必要である。

(2000年6月30日受理)

参 考 文 献

- 1) H.Kawakatsu, Y.Hoshi, T.Kawagishi, abstracts of Nanotribology, April 2000, Bali.