

カンチレバーの熱ゆらぎを用いた表面計測システムの研究

物質系専攻 56111 川浪 徹
指導教員：三尾典克（助教授）

キーワード：SPM，カンチレバー，熱ゆらぎ，信号処理

走査型プローブ顕微鏡（SPM：Scanning Probe Microscope）は、物質表面における光の波長以下のスケールの構造を観察するツールとして広く用いられている。とりわけ、SPM の一種で、原子間力によるカンチレバーのたわみを利用して原子間力顕微鏡（AFM：Atomic Force Microscope）は、力学測定を応用したものであり、試料が伝導体であるか否かを問わず観察することができることもあって、高分子や生体試料の観察などを含む広い応用分野に用いられている。

本研究室では、これまで数年にわたり、AFM を用いた力学測定に関する研究が、それぞれ独立な視点からいくつか行われてきた。そして、高橋¹⁾によるカンチレバーの熱ゆらぎの測定に関する研究や、大前²⁾による VE-AFM のカンチレバーの振動の位相変化に基づいた試料の弾性率の評価などによって、AFM のカンチレバーの力学特性や、その試料との相互作用についてある程度の知見を得ている。

本研究は、上記に挙げたようなこれまでの研究結果を踏まえ、カンチレバーの熱ゆらぎに着目し、これを用いて表面の構造を観察することを目指した。

1 理論

カンチレバーを用いて、カンチレバーの先についた非常に鋭い針、すなわちチップと試料表面との間に働く局所的な相互作用による力を測定する方法について考える。

カンチレバーをひとつの調和振動子とみなし（質点モデル）、チップの有効質量を m^* 、試料と垂直方向のたわみによるバネ定数を k_n とすると、運動方程式は次のようになる。

$$m^* \ddot{D} + \gamma \dot{D} = k_n(Z - D) + F(D) + F_{\text{drive}}(t) \quad (1)$$

ここで、 $F(D)$ は、図 2 に示すように、距離 D だけ離れたチップと試料表面の間に働く力であり、正の方向をチップと試料表面の距離を離す力とする。また γ は実効的な粘性係数であり、 $F_{\text{drive}}(t)$ はカンチ

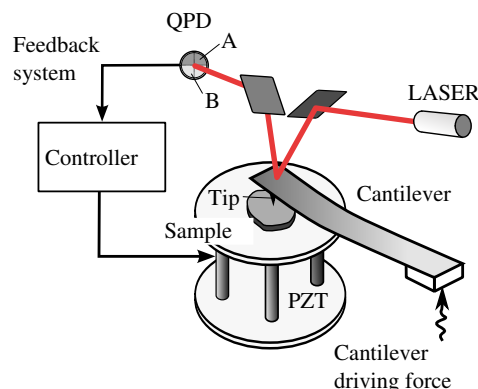


図 1: 原子間力顕微鏡

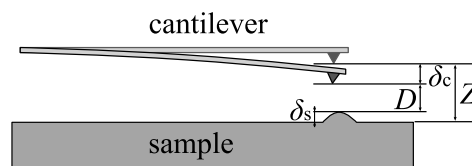


図 2: 試料表面とチップの位置関係

レバーに外部から加えられた振動力である。 $F(D)$ を考慮に入れないとき、式 (1) より、共振振動数 ω は

$$\omega = \sqrt{\frac{k_n}{m^*}} \quad (2)$$

となる。一方、 $F(D)$ を考慮に入れた場合は、大雑把ではあるが次のように考えることができる。 $F(D)$ は一般には複雑な関数なので式 (1) は非線形であるが、カンチレバーの振動振幅が十分小さいとき、これは線形化できて、

$$k_{\text{int}}(D) = - \left. \frac{dF(s)}{ds} \right|_{s=D} \quad (3)$$

$$F(D) = F(0) - k_{\text{int},n}(D)D \quad (4)$$

とおく事ができる。これを式 (1) に代入し、 D に依存する項だけをまとめると、式 (2) は

$$\omega_n = \sqrt{\frac{k_n + k_{\text{int},n}}{m^*}} \quad (5)$$

となる．上記の方法は，カンチレバーのたわみを考慮に入れたものであるが，ねじりを考えた場合も同様に

$$\omega_t = \sqrt{\frac{k_\phi + k_{\text{int},\phi}}{J^*}} \quad (6)$$

と考えることができる．ここで J^* は，カンチレバーの有効慣性モーメントである．もちろん，これらはカンチレバーの振る舞いの性質を大雑把に表現しているに過ぎず，厳密な議論は弾性体論による．

さて，式 (5)，式 (6) から分かるように，チップと試料表面の間に相互作用力が働くとカンチレバーの共振振動数は変化する．この共振振動数の変化は，多くの場合，チップが試料表面に触れていない非接触領域においては減少し，チップが試料表面に触れている接触領域では増加する．

接触領域における $k_{\text{int},n}$ ， $k_{\text{int},\phi}$ の値は Hertz 接触の問題を解くことによって求められる．すなわち，試料表面とチップの先端を平面と半径 R_c の球との接触とみなし，カンチレバーを通してかかっている力 F によって双方が変形し，接触面積は半径 a の円になる．このとき， a と，双方のひずみ δ は粘着力 F_{ad} を考慮に入れて次のように表される．

$$a = \sqrt[3]{\frac{4R_c}{3E^*}(F + F_{\text{ad}})} \quad (7)$$

$$\delta = \frac{a^2}{R} = \frac{4}{3E^*a}(F + F_{\text{ad}}) \quad (8)$$

ここで， E^* は実効的な弾性率，

$$\frac{1}{E^*} = \left(\frac{1 - \nu_s}{E_s} + \frac{1 - \nu_t}{E_t} \right) \quad (9)$$

であり， E_s ， E_t ， ν_s ， ν_t はそれぞれ試料とチップの弾性率とポアソン比である．また同様に剛性率は

$$\frac{1}{G^*} = \left(\frac{2 - \nu_s}{G_s} + \frac{2 - \nu_t}{G_t} \right) \quad (10)$$

で表される． $k_{\text{int},n}$ は $k_{\text{int},n} = F/\delta$ と式 (8) から分り， $k_{\text{int},\text{lat}} = k_{\text{int},\phi}/l_{\text{tip}}^2$ (l_{tip} はチップの長さ) と $k_{\text{int},\text{lat}} = G^*a$ から見積もることができる．物質の硬さなどが変化しないと仮定できる場合は，共振振動数の変化が一定になるように図 1 中の PZT をフィードバック制御をすることによって表面像を取得することができる．

多くの場合，共振は外部からカンチレバーの振動力を入力して実現する．しかしながら， $F(D)$ の測定感度はカンチレバーの振幅に依存していることに加え，非線形性やチップと試料の摩擦などの影響で大きな振幅で振動させることは好ましくないため，振

幅はできる限り小さくする必要がある．室温における振幅の下限を定めるのが熱ゆらぎである．熱ゆらぎのレベルの振動を用いるれば，非線形性などの影響は小さくなり，感度は高くなる．

カンチレバーの変位信号の周波数推定には，通常 FM 検波や周波数カウンタなどが用いられるが，本実験の場合，熱ゆらぎのように参照信号がなく，小さくて不安定な変位情報を観測するため，信号処理が必要となる．また，各点における周波数推定に時間がかかると像を取得するのに非常に時間がかかるので高速な方法が求められる．本研究では，最大エントロピー法³⁾やゼロ・クロス法などの周波数推定法を検証した．最大エントロピー法においては，次数を少なくし高速に推定することができ，また周波数シフト量を最小にする方法を検討した．しかしながら，高速フーリエ変換 (FFT) を改良した方法を最終的に採用した．

m 点 DFT の計算結果から，信号の周波数を入力したときの，周波数 F_b と F_{b+1} の絶対値 $|f_b|$ ， $|f_{b+1}|$ はそれぞれ解析的に求めることが出来る．ただし，求めたい信号の周波数 F_β は F_b から F_{b+1} の間に入っているとすると．解析的に求めた $|f_b|$ ， $|f_{b+1}|$ から β を求めると

$$\beta = \frac{m}{\pi} \tan^{-1} \left(\frac{\sin(\pi/m)}{(|f_b|/|f_{b+1}| + \cos(\pi/m))} \right) + b \quad (11)$$

で与えられる⁴⁾．このような三角関数補間法は Buneman の周波数推定アルゴリズムと呼ばれている．

2 実験

以上の考察のもと，実験を行った．図 3 に実験装置の構成を示す．カンチレバーには MikroMasch 社製の V 字型カンチレバー CSC11(A) (バネ定数と共振周波数の公称値 0.35 N/m，28 kHz) を用いた．カンチレバーの Q 値を高めるため，実験は真空中で行った．試料は，マイカのへき開面の上に塩化ナトリウムの結晶を薄く成長させたものを用いた．

カンチレバーの最初のねじれモードの共振が 80 kHz 付近に見られたが，これを試料に押し当てることによって 119 kHz に変化した．60 kHz の正弦波と掛算してダウンコンバートし，200 kSPS で A/D 変換して PC に取り込み，64 点分のデータの周波数を前述の Buneman の推定アルゴリズムを用いて推定した．周波数の推定値は先の 2 回分を平均して変化をなだらかなものにし，この周波数データを SPM

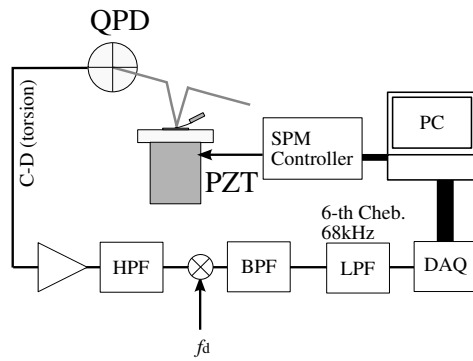


図 3: 実験の構成

コントローラーに送って、カンチレバーの共振周波数が 95 kHz 付近で一定になるようにフィードバック制御した。

3 結果と考察

熱ゆらぎを用いた制御により得られた凹凸像を図 4 に示す。比較対照として、同じ領域を通常のコンタクトモード AFM によって測定した結果を図 5 に示す。どちらも形状は同じ傾向を示しており、熱ゆらぎを用いて表面像を取得することができたといえる。

しかし、熱ゆらぎによって得られた凹凸像はコンタクトモードによって得られた像の 10 倍程度の高低差があり、真の凹凸像が得られていない。フィードバック制御が上手くかかっていないことも原因として考えられるが、更なる理解を得る必要がある。また、 256×256 点の像を得るのに、650 秒かかっており、コンタクトモードの 10 倍以上の時間を費やしている。これは、より高速な周波数推定を行うことによって改善できる。

4 まとめ

熱ゆらぎレベルのカンチレバーの振動を用いた SPM 実験は Stark ら⁵⁾をはじめとして、何例か見出すことができるが、熱ゆらぎレベルのカンチレバーの振動の共振振動数を制御することにより 2 次元像を得た例はいまだ見つからない。本研究でカンチレバーの熱ゆらぎを用いた表面計測システムの可能性を示し、実際にカンチレバーの熱ゆらぎを用いて表面像を取得することができた。また、他の方法により高さを制御しながら熱ゆらぎレベルの振動の共振周波数のマッピングを行うことができれば、粘弾性像も得ることができると考えられる。

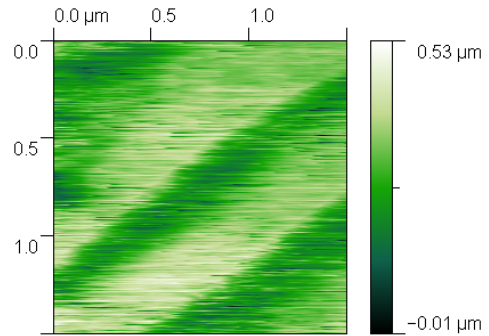


図 4: 熱ゆらぎを用いた制御による表面像

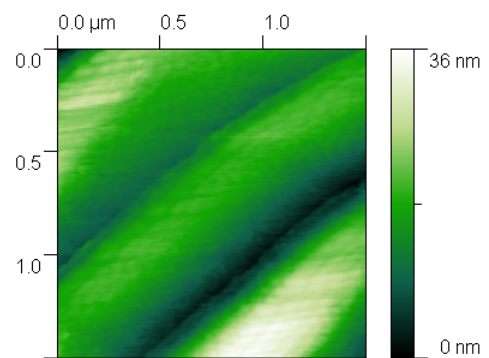


図 5: コンタクトモードによる表面像

参考文献

- 1) 高橋優樹: 原子間力顕微鏡用カンチレバーの熱揺らぎの精密測定, 卒業論文.
- 2) 大前宣昭: プローブ顕微鏡による制振材料の粘弾性測定, 卒業論文.
- 3) 日野幹雄: スペクトル解析, 朝倉書店 (1977).
- 4) D.H. Bailey and P.N. Swartztrauber, SIAM Review **33**, 3, 389–404 (2006).
- 5) Robert W Stark and Wolfgang M Heckl, Phys Rev B **64**, 4, 045401 (2001).