

SPM初歩講習会

－ 走査型プローブ顕微鏡の原理と応用－

*Powerful Tool for Nanometer-Scale Observation
and Measurement of Surface*

分子科学研究所 機器センター

中本 圭一

本日の講習内容

走査型プローブ顕微鏡の
分類と動作原理

AFMの観察手順



AFMによる
表面形状観察と解析方法

AFMによる
測長の確からしさ

AFMでの
アーティファクト

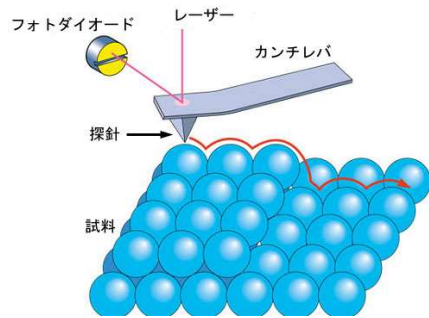
走査型プローブ顕微鏡の

分類と動作原理

SPMとは？

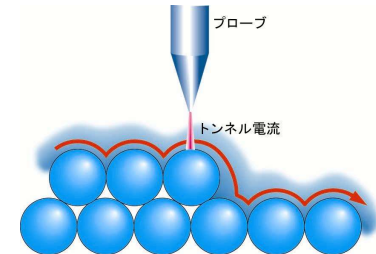
Scanning Probe Microscopyの略

プローブ（探針）を用いた顕微鏡の**総称**



AFM: 探針と試料間に作用する力を一定にして探針を走査

STM: 探針と試料間に流れるトンネル電流を一定にして探針を走査



Contact モード



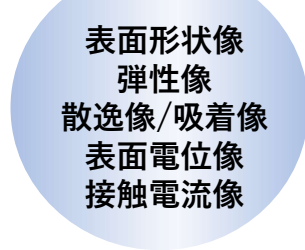
すべての装置

Tappingモード
DFM、ACモード



すべての装置

Peak Force Tapping
モード



Bruker
Oxford

Non Contact モード



島津製作所
日本電子

探針と試料との間に働く力によって

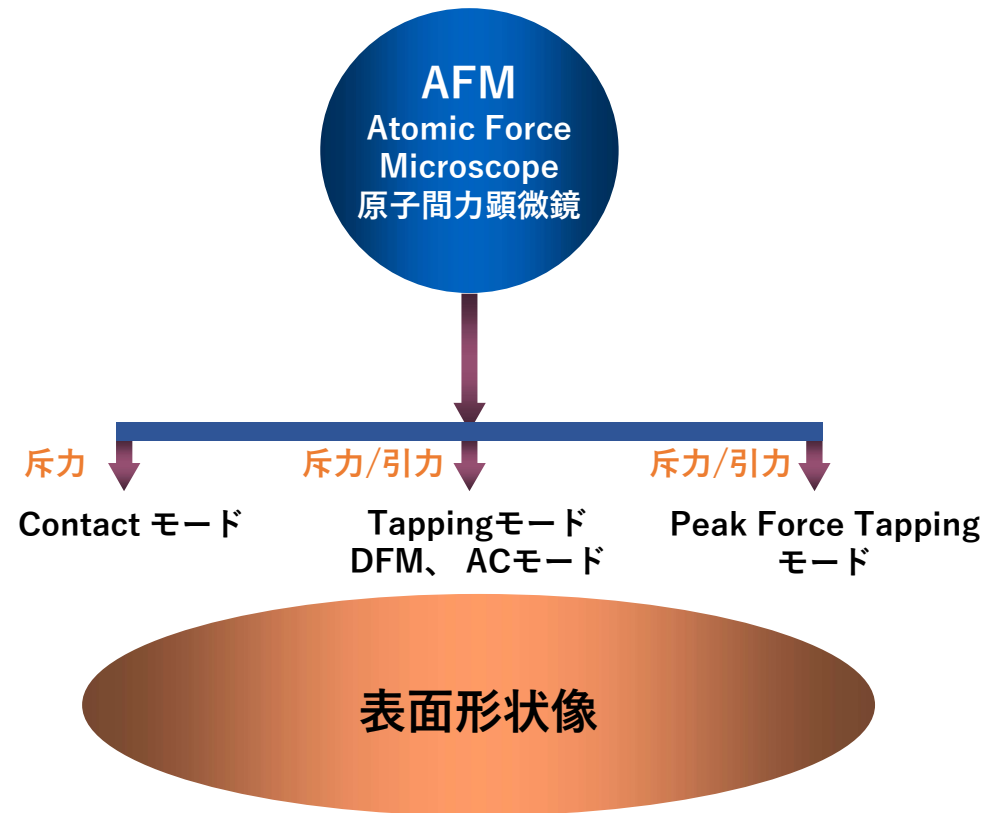
Contact
Tapping
Peak Force Tapping
Non Contact

に区別される

うわ！複雑！

本日のSPM初歩講習会内容

- AFM（原子間力顕微鏡）のみ
- 測定モードは、Contact Tapping, Peak Force Tapping について解説
- 形状観察のみ



何の像ですか？

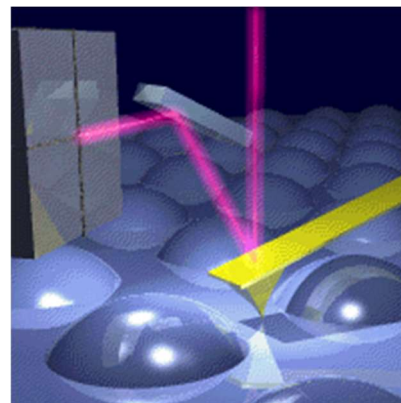
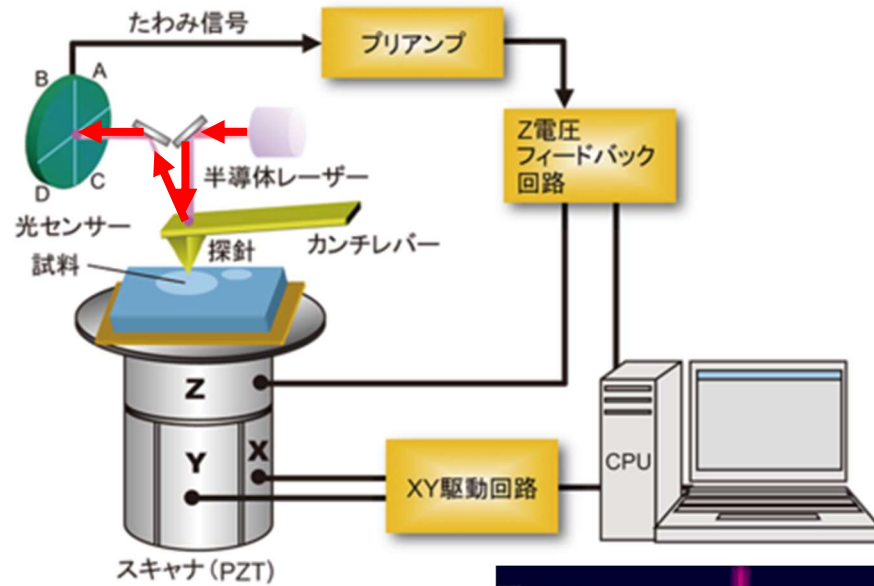
Point 

AFM（原子間力顕微鏡）のTappingモードで観察した表面形状像という表現が正しい。

SPM像です！ →よくわからない

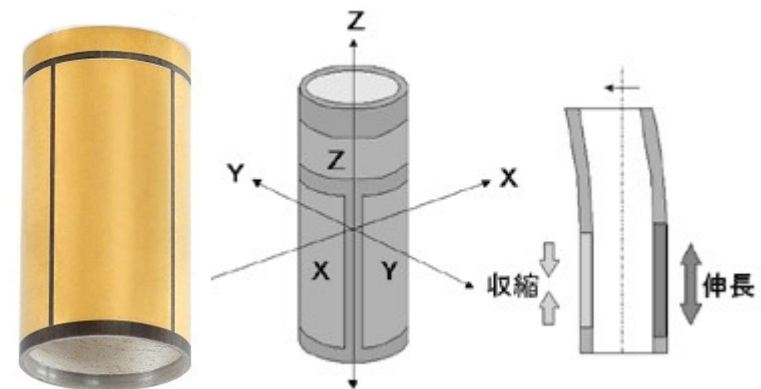
AFM装置の原理図

光てこ法



スキャナ (PZT)

圧電セラミックスを使用したチューブ型スキャナがほとんどの装置で使用されている。



試料のXY方向の走査と、
試料-探針間の距離Zを駆動する。

**セラミックスなので、衝撃を与えると破損する恐れがある。
落としたり、ぶつけないように注意が必要。**

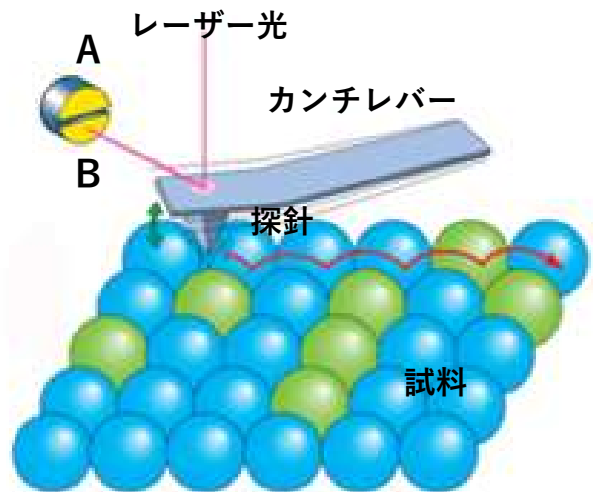
日立ハイテクサイエンスホームページより

Contactモード動作原理

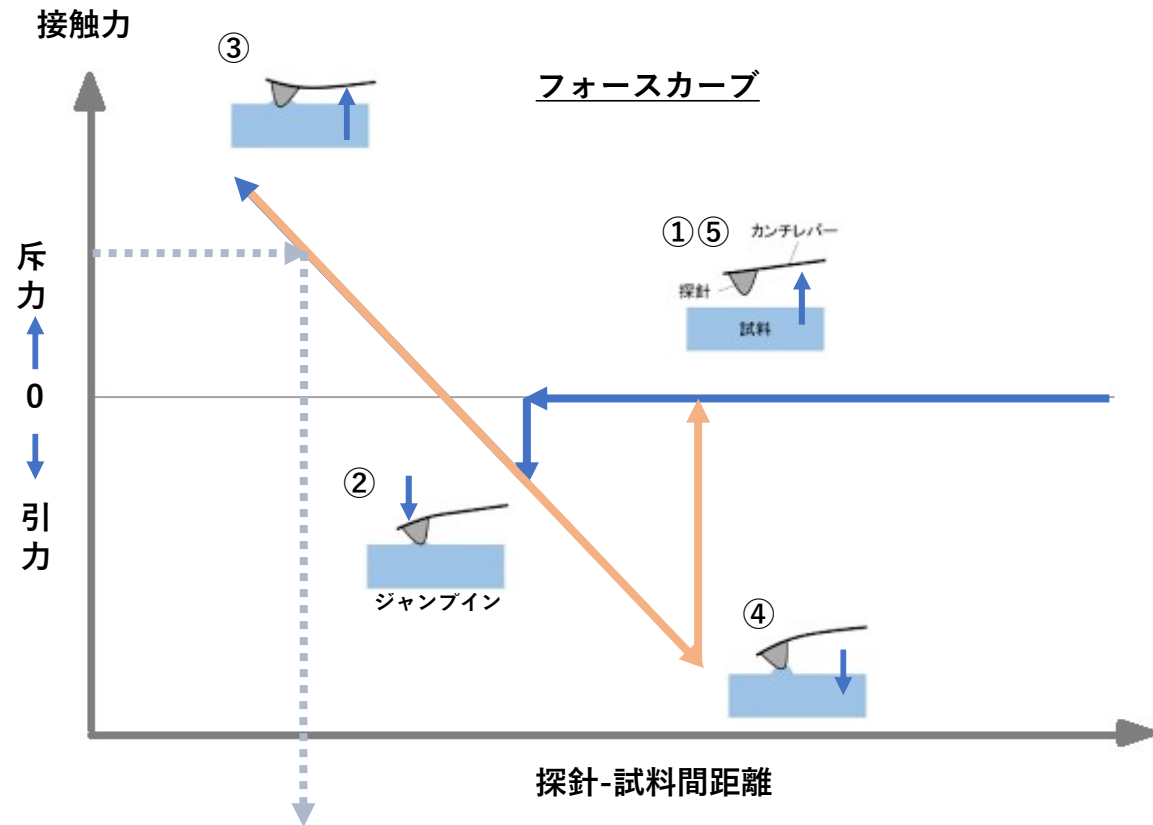


摩擦像、粘弾性、接触電流測定時に使用される。

フォトディテクター



A-B: カンチレバの傾きを検出
→探針と試料との接触力



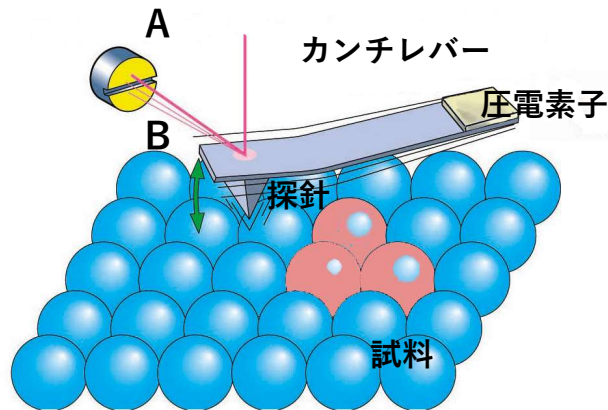
試料探針間に働く 斥力が一定となるように 試料表面を走査する。

Tappingモード動作原理 DFM, ACモード



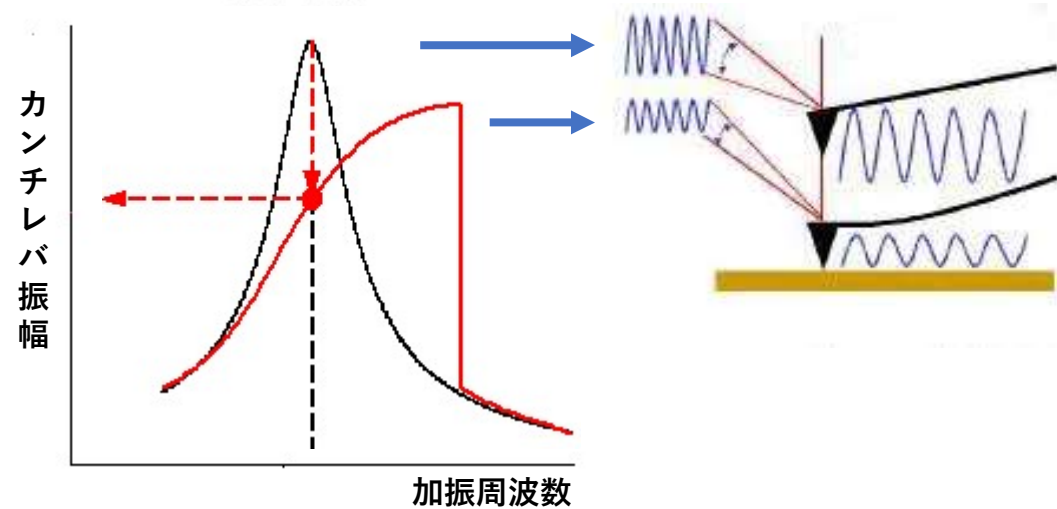
広く表面形状像の観察、位相像、KFM、MFM等に使される

フォトディテクター



カンチレバを圧電素子で共振周波数で振動させると、A-Bの振幅が最大となる。

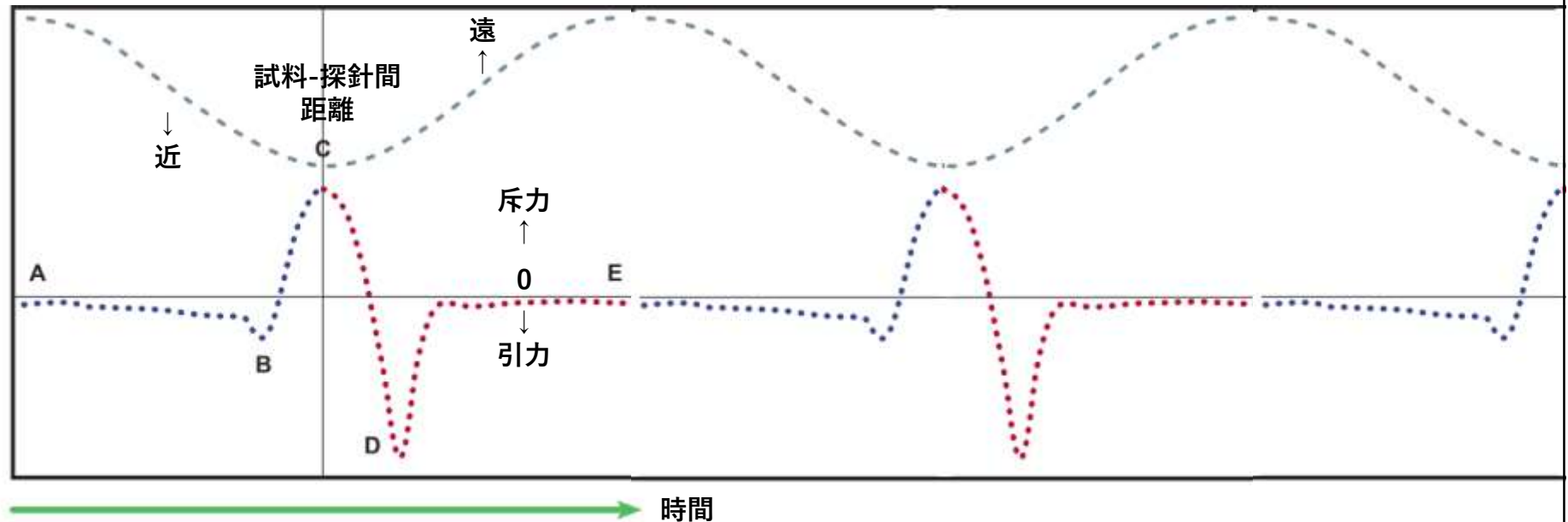
Qカーブ



カンチレバが試料表面をタッピングするようになると、カンチレバの振幅が減少する。
この振幅が一定となるように試料表面を走査する。

Peak Force Tapping の原理 →

広く表面形状像の観察、弾性像、KFM等に使される。
Bruker、Oxford社Asylum researchのSPMに搭載。

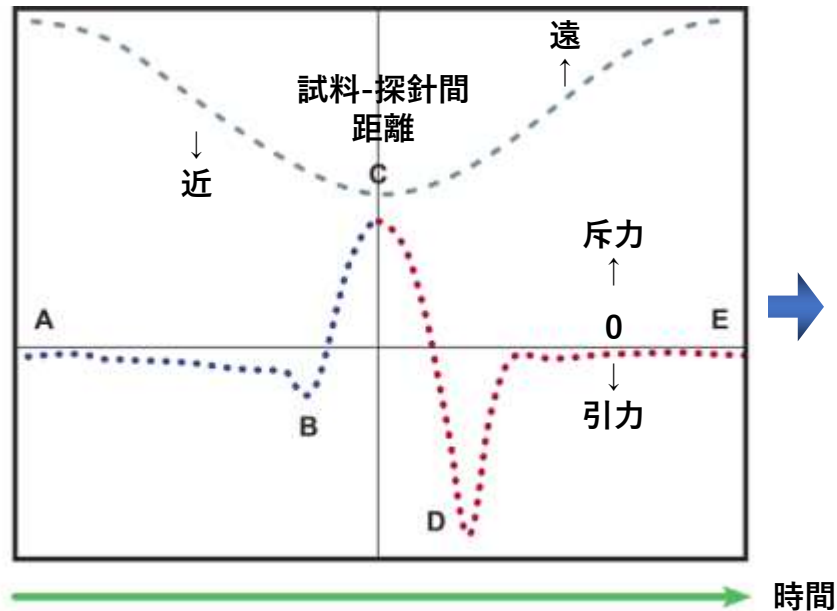


フォースカーブを取りながら走査を行う。
※フォースカーブの取り込みは、**カンチレバの共振**
周波数ではない。 2kHz<

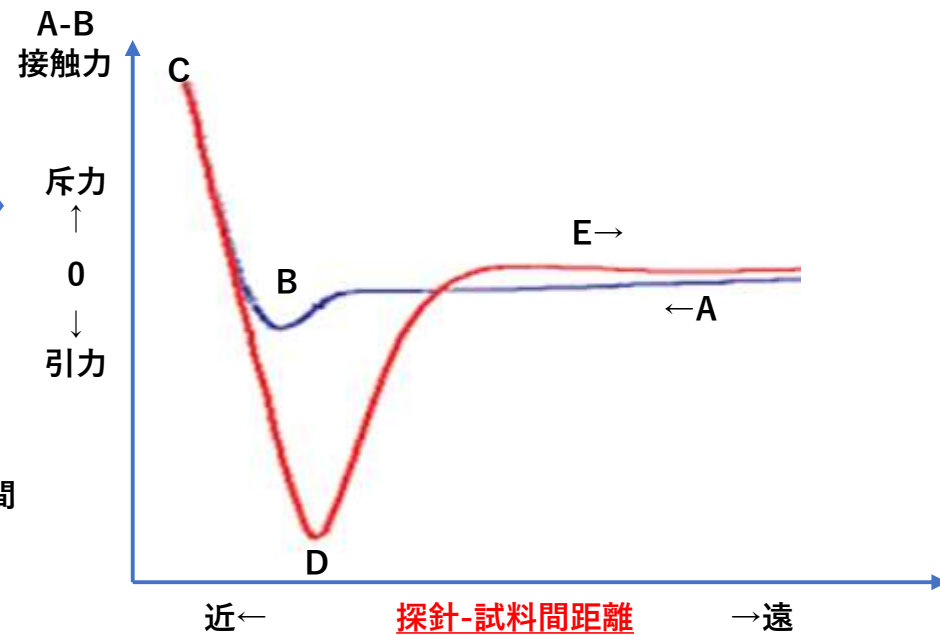
Brukerホームページより

Peak Force Tapping の原理 →

広く表面形状像の観察、弾性像、KFM等に使用される。
Bruker、Oxford社Asylum researchのSPMに搭載。



Peak Force Tapping フォースカーブ



フォースカーブを取りながら走査を行う。
※フォースカーブの取り込みは、**カンチレバの共振周波数**ではない。2kHz<

Cの時の斥力 (Peak Force) が一定となるように試料表面を走査する。

Brukerホームページより

AFMの利点

1. 大気・真空・液体中での試料表面観察 測定環境を選ばない
2. 蒸着のような試料前処理を必要としない
3. 高分解能（高さ方向の分解能が特に高い）
水平方向 0.1nm 高さ方向 0.02nm
4. 試料表面の摩擦、粘弾性、磁性、表面電位、導電性等の物理特性マッピングが可能

表面形状

物性測定
→中級講座で！

AFMの欠点

1. 低倍率での観察に時間がかかる（最大で $100 \times 100 \mu\text{m}$ 程度）
2. 表面の凹凸が大ききなものは観察しにくい（最大で数 μm 程度）走査サイズの10%以下
3. 元素分析はできない（化学特性）

Point



目安として、卓上SEMで分解能が足りない場合にAFMが有効。

観察前に確認すべきこと

どこを観察するのか？

光学顕微鏡であらかじめあたりをつける。

SEMはチャージアップや汚染が起こるためなるべく使用しない。



AFMの観察手順



手順① カンチレバの取り付け

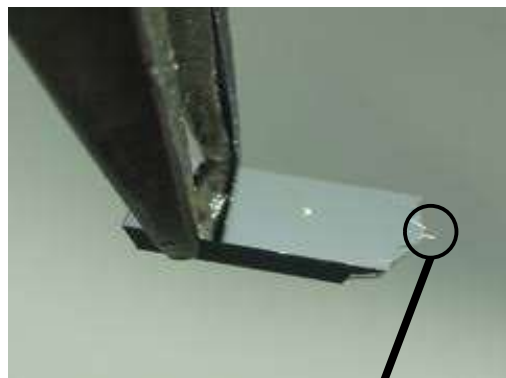


市販されているカンチレバー
50本入りゲルパッケージ

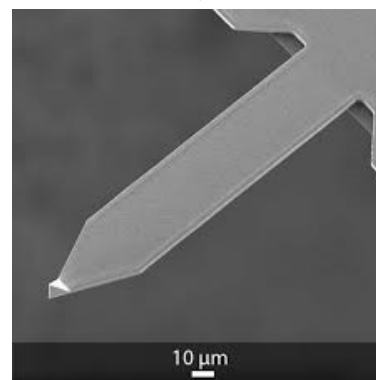
測定モードによって装置メーカーが
推奨しているカンチレバを選択する。



本日後半の講習で解説



ピンセットにより取り出し



カンチレバSEM写真
(片持ち梁)



カンチレバホルダへの取り付け

手順② カンチレバホルダの取り付け



ヘッドの取り外し

カンチレバホルダの取り付け

スキャナはヘッドに内蔵。衝撃を与えると破損する恐れがある。ヘッドを落としたり、ぶつけないように注意が必要。

手順③ 試料の取り付け

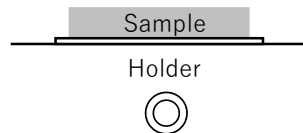


グリップシート

<https://youtu.be/uSP46VsSsnQ>



貼り付け時に押さえすぎないこと。ドリフトの原因となる。



両面テープ



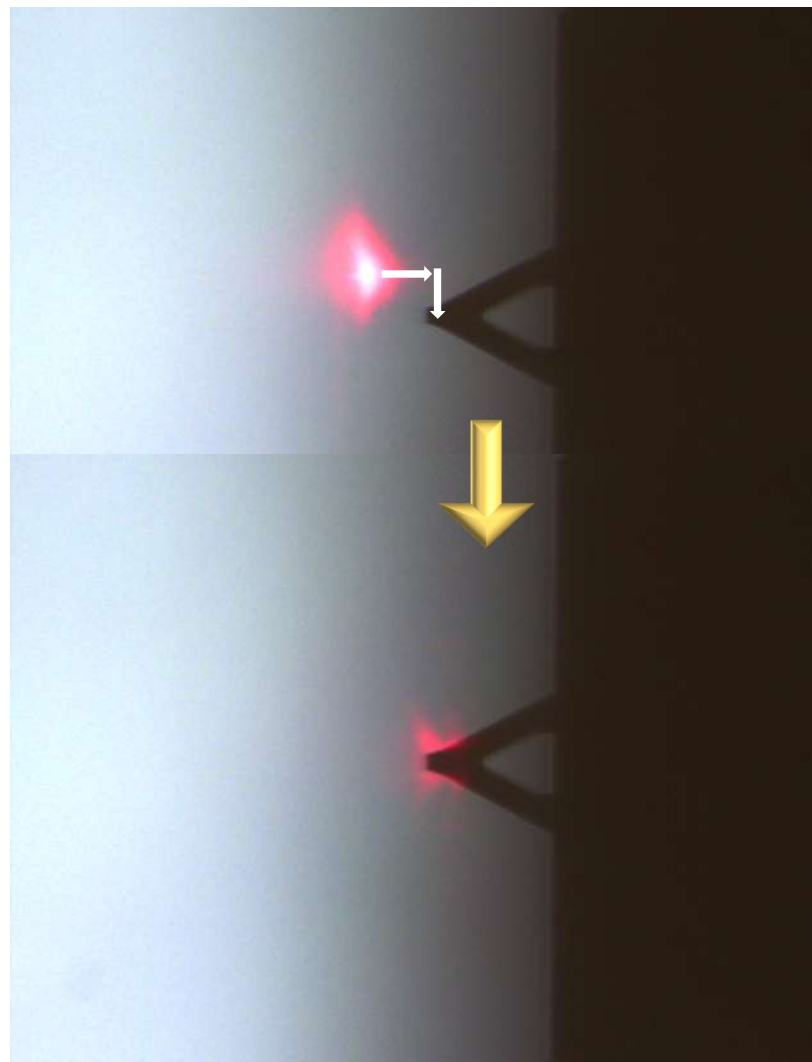
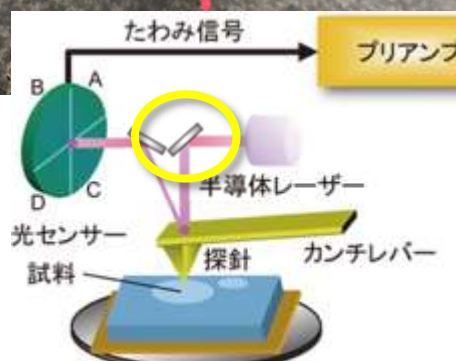
試料ホルダをステージに設置

手順④ レーザー光のカンチレバへの位置合わせ

レーザー光位置合わせノブ

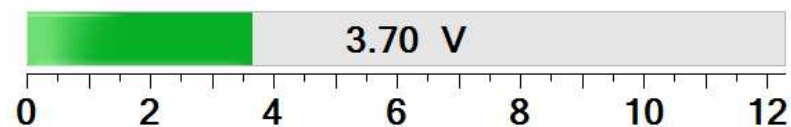
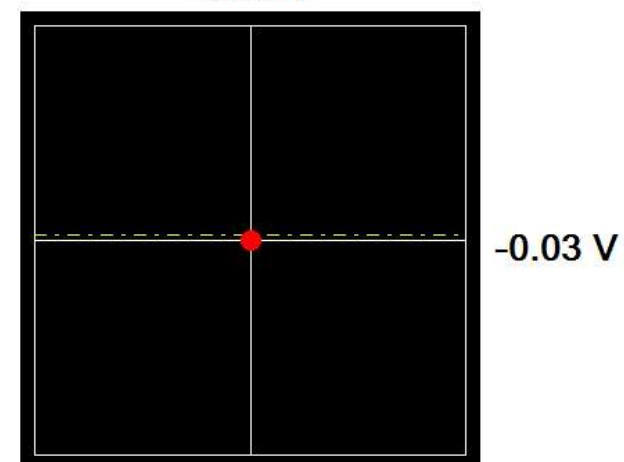
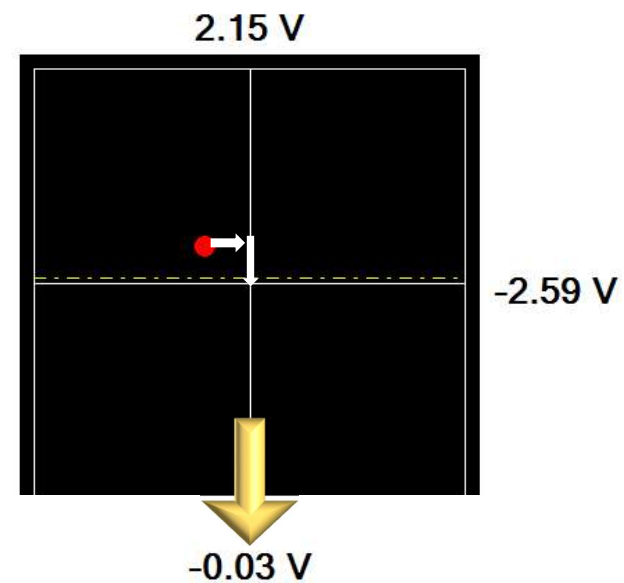
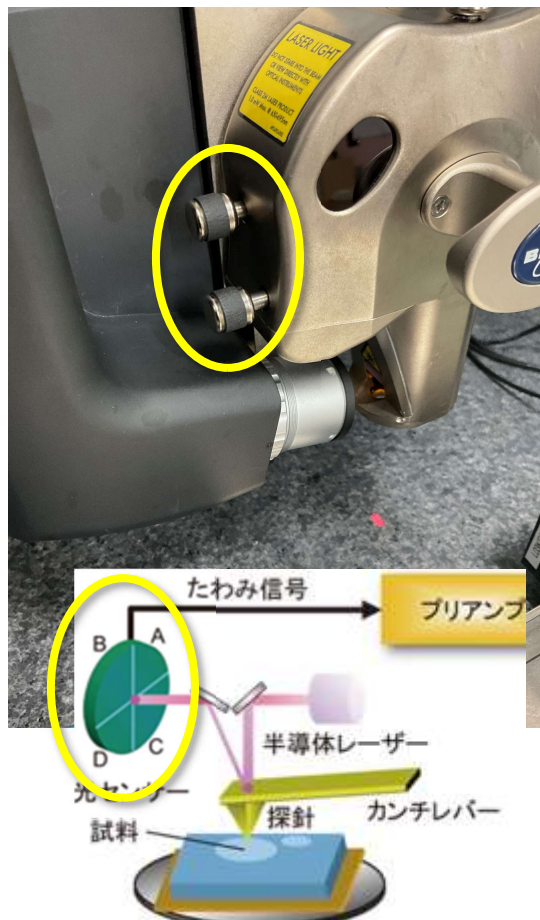


ビデオ
カメラ



手順⑤ フォトディテクターの位置合わせ

フォトディテクター位置合わせノブ



手順⑥ パラメータの設定、アプローチ、走査開始

設定しなければならない
パラメータ



- Scan Size 走査領域
- Scan Rate 走査速度

Scan	
Scan Size	5.00 μm
Aspect Ratio	1.00
X Offset	0.000 nm
Y Offset	0.000 nm
XY Move Tip Pos	Surface
Scan Angle	0.00 °
Scan Rate	1.00 Hz
Tip Velocity	10.0 $\mu\text{m/s}$
Zoom in at Constant	Scan Rate
Samples/Line	128
Lines	128
Slow Scan Axis	Enabled
Scan Single Frame Number	1
Idle Depolarize Threshold	5 %
Idle Depolarize Warning Time	7200 s
Idle Depolarize Withdraw Time	18000 s
Rounding	0.00
Auto Adjust Rounding	No
XY Closed Loop	Digital
Bidirectional Scan	Disabled
Calibrate Scan Line Shift	Off
Feedback	
SPM Feedback	Deflection
Lateral 16x Gain	Disabled
Integral Gain	2.000
Proportional Gain	5.000
Deflection Setpoint	0.3000 V
LP Deflection BW	2.500 kHz
LP Friction BW	2.000 kHz
Setpoint Units	Volts
Z Slew Rate Limit	0.00 $\mu\text{m/s}$

Point

どのくらいの視野サイズで？
迷った場合は、2 μm □、5 μm □で走査
1~2Hz程度の走査速度。

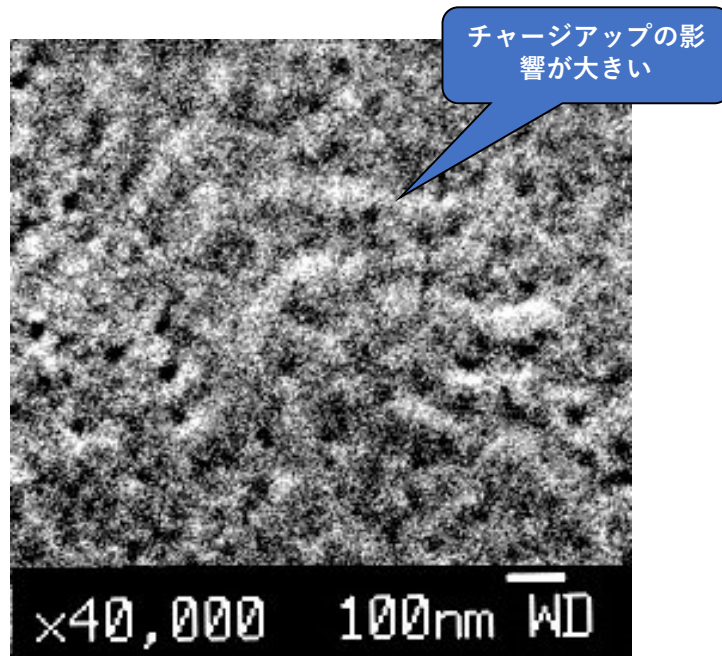
P Gain, I Gain -> 自動設定される機種もある。それ以外は推奨値を入力。

Setpoint -> 自動設定される場合が多い

AFMによる

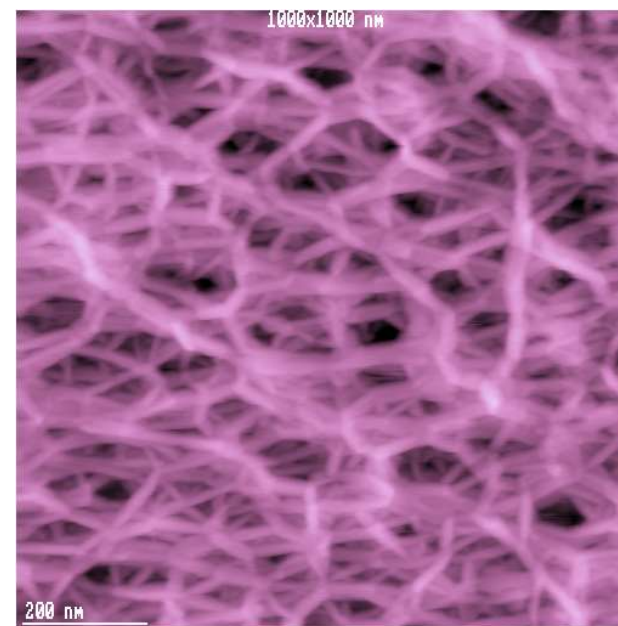
表面形状観察と解析方法

ポリプロピレンシート観察例



FE-SEM無蒸着観察像

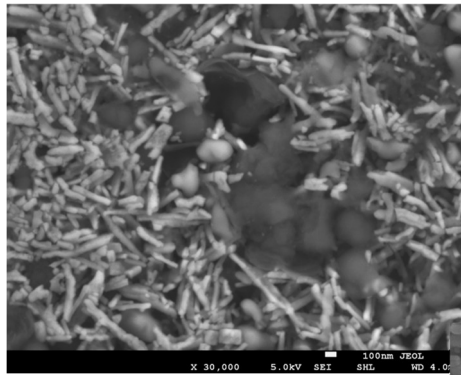
FE-SEMの低真空モードを用いて、
チャージアップを低減させて観察しても難しい。



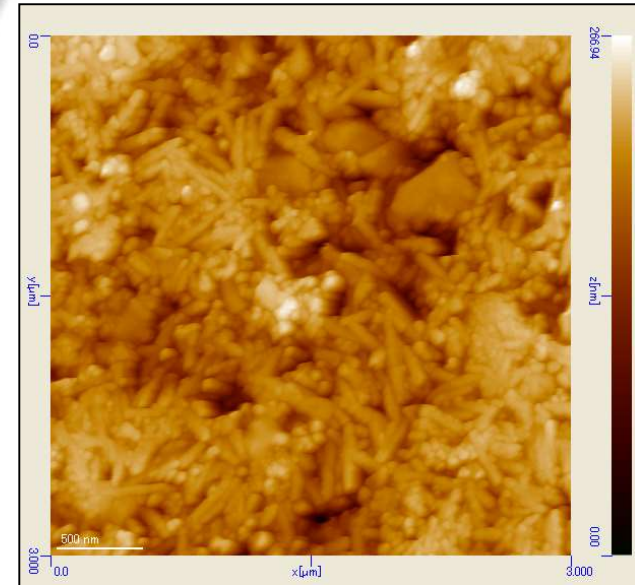
AFMコンタクトモード表面形状像

AFMでは、未処理、大気中で簡単に高分解能観察が行える。

フロッピーディスク観察例

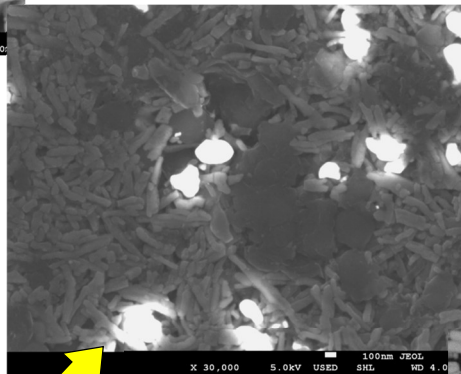


FE-SEM観察例
チャージアップを防ぐために
様々な手法が考案されている
検出器の違いによる見え方の違い
色々見えるが... 解釈は？



二次電子検出器

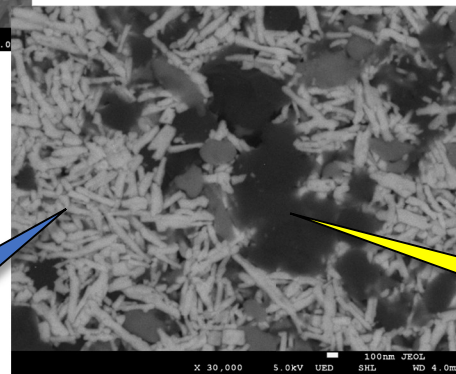
加速電圧：5 kV
倍率：x30,000
(3画面同時観察)



上方二次電子検出器



磁性粒子

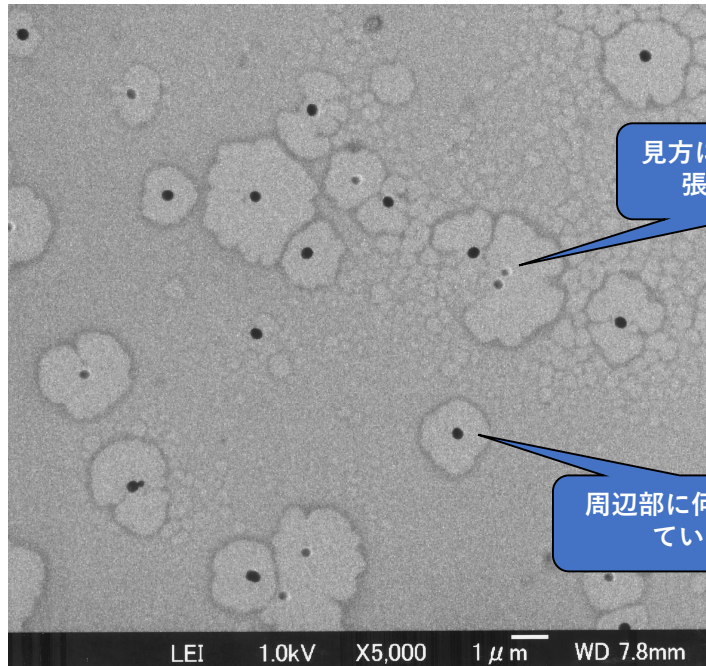


上方検出器
(高角度反射電子)

AFM ACモード
表面形状像 3μm□
高さ情報のみ
明るいところが高い

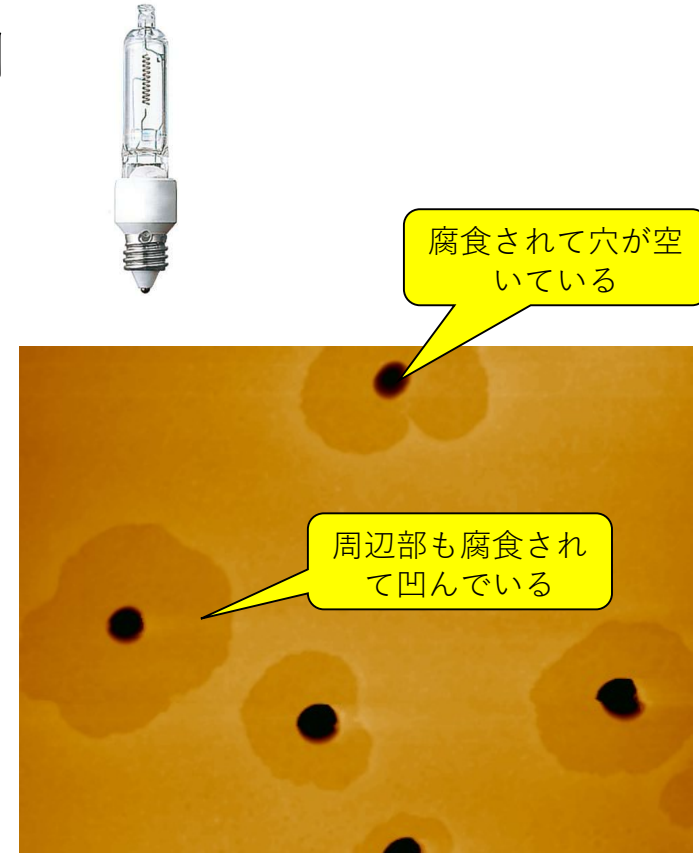
バインダー

ハロゲンランプ石英ガラス腐食状態の観察例



FE-SEM無蒸着観察像

FE-SEMでの観察では、同一視野での長時間観察は、チャージアップのため困難であった。



AFM ACモード (Tapping mode) 大気中観察表面形状像

AFMの表面形状像では、高さが高いところが明るく表示される。

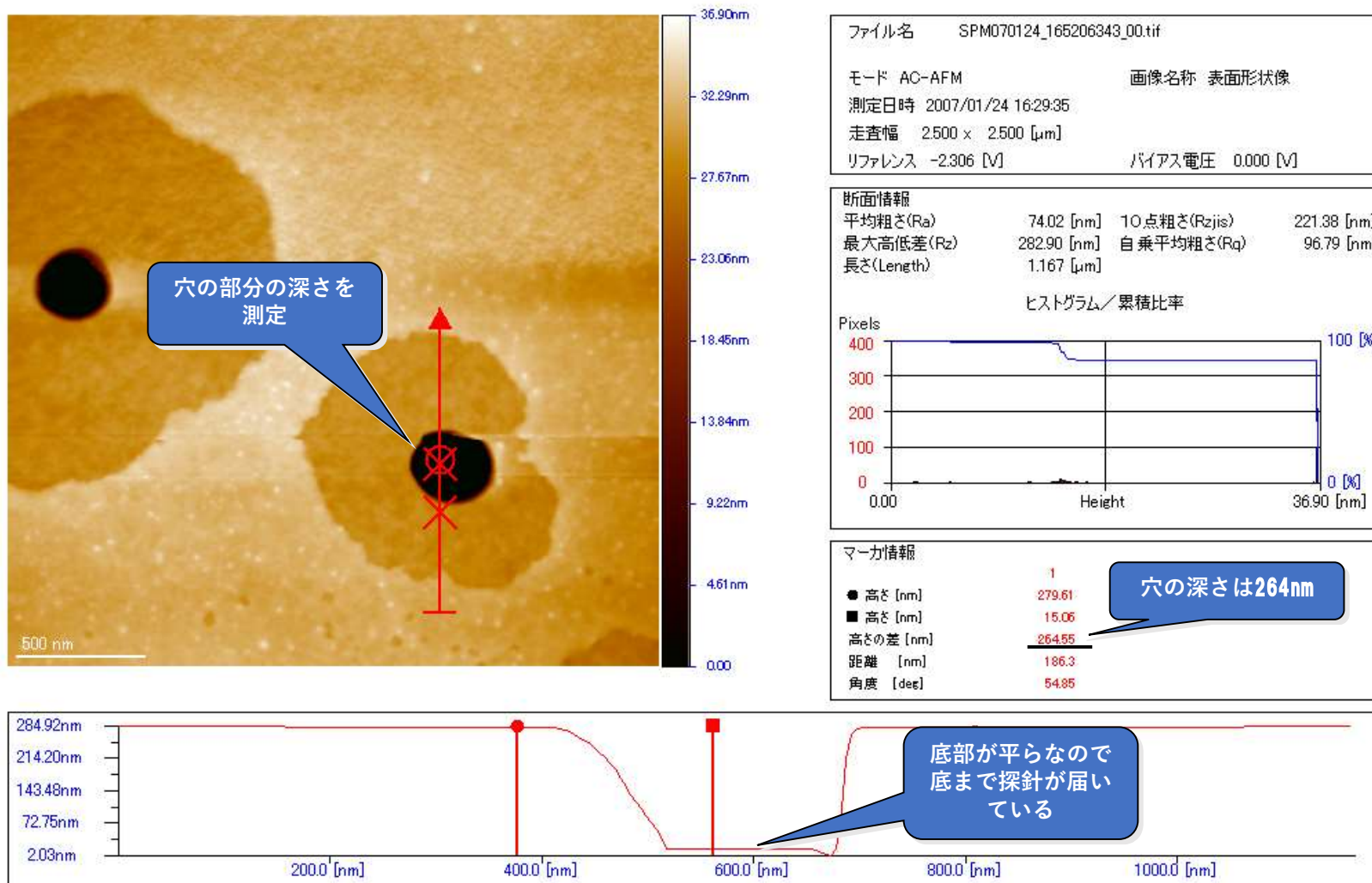


画像取り込み後数値的に解析が可能

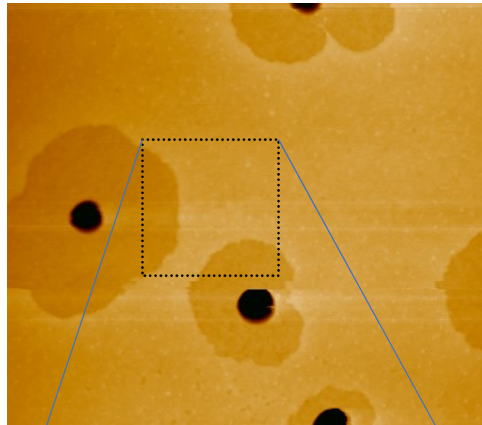
高さ情報を得る

ラインプロファイル機能は、解析ソフトには必ず搭載されており、試料の高さ情報を得られる重要な機能。

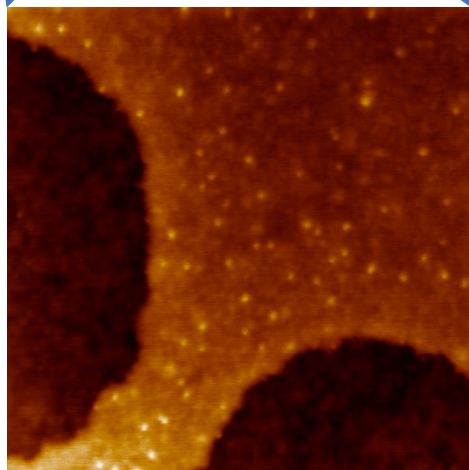
断面解析 シングルプロファイル



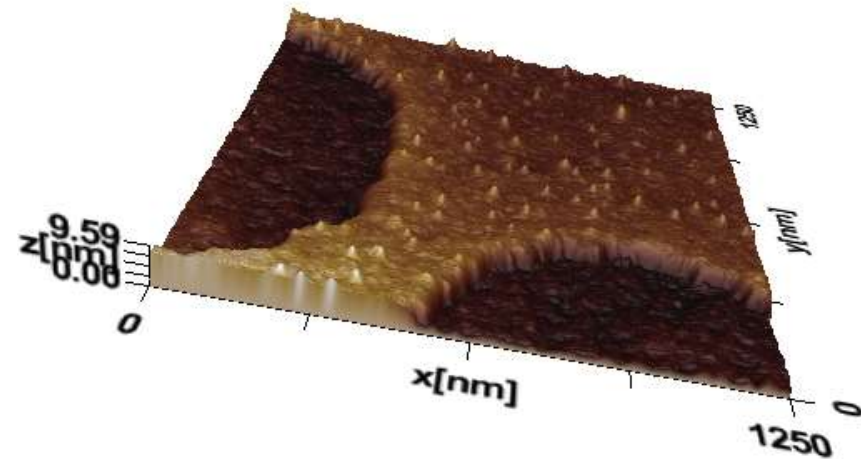
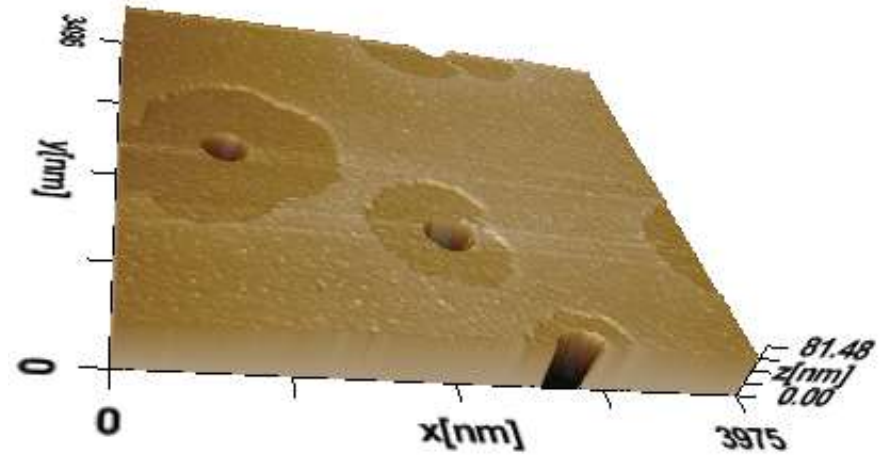
3次元表示でさらにわかりやすく



拡大



取り込み 2次元表面形状像

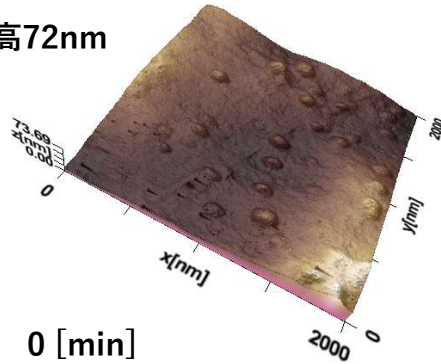


AFMの表面形状像は、高さ情報を正しく持っているため
3次元表示が可能

3次元表示で複数画像を比較する場合は高さを統一する

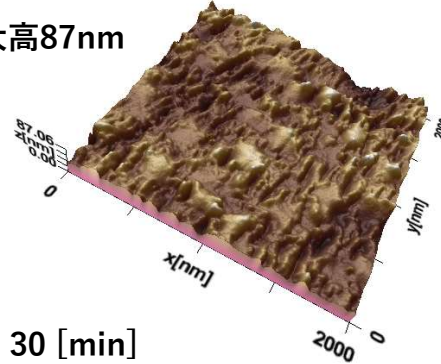
PMMAシートのクラスターエッチングによる表面粗さ測定

最大高72nm



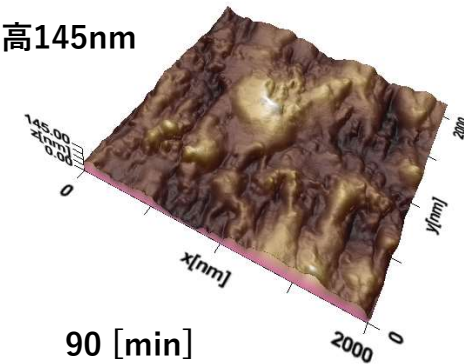
0 [min]

最大高87nm



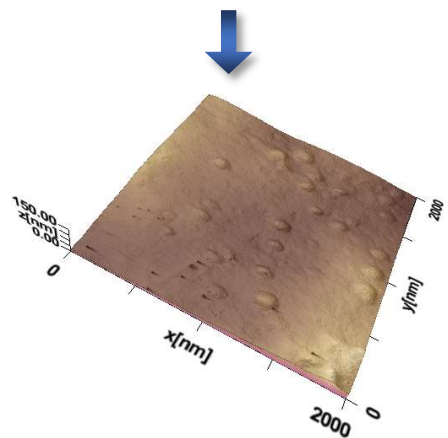
30 [min]

最大高145nm

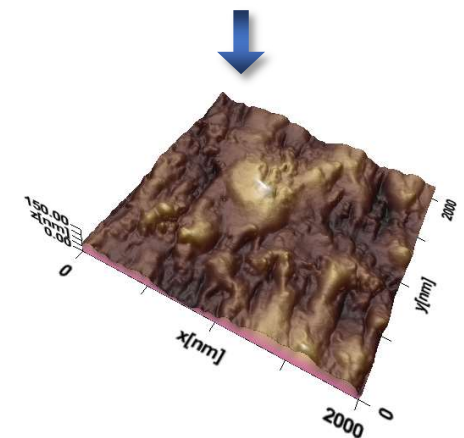
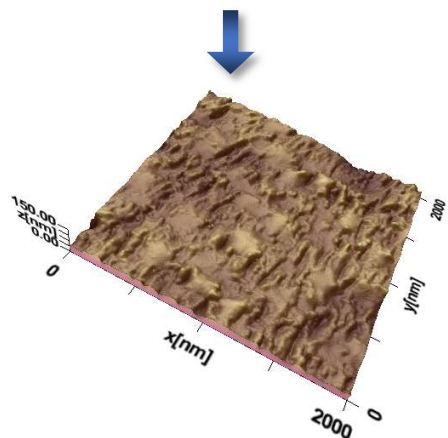


90 [min]

取り込まれた画像は、正規化(最もコントラストがつくように)されるので、比較時には高さを合わせる。



最大高を150 [nm]に統一



Point

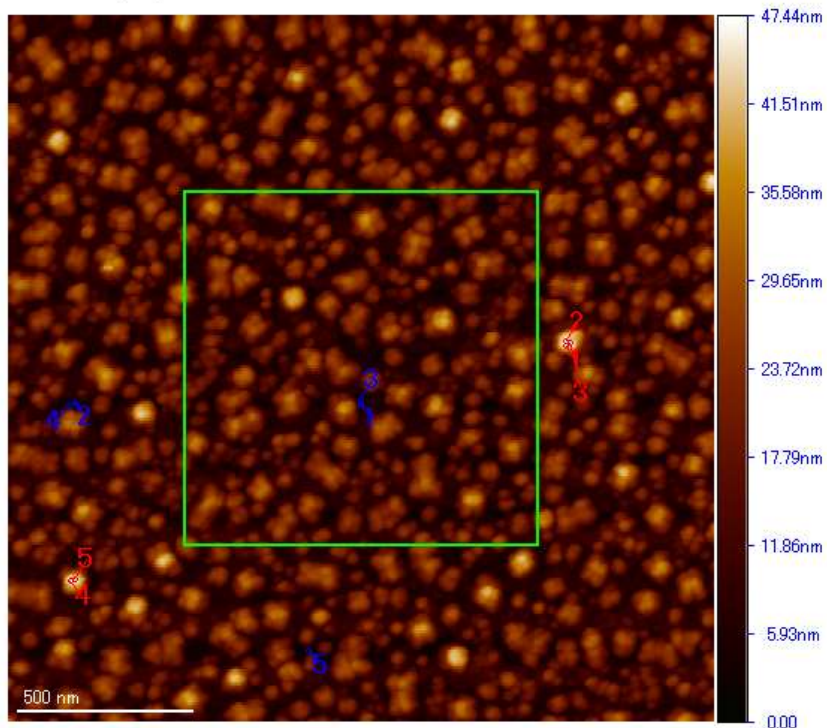


3次元表示で、複数の画像を比較する場合は、高さを統一させておくと、視覚的にわかりやすい。

表面粗さで定量解析

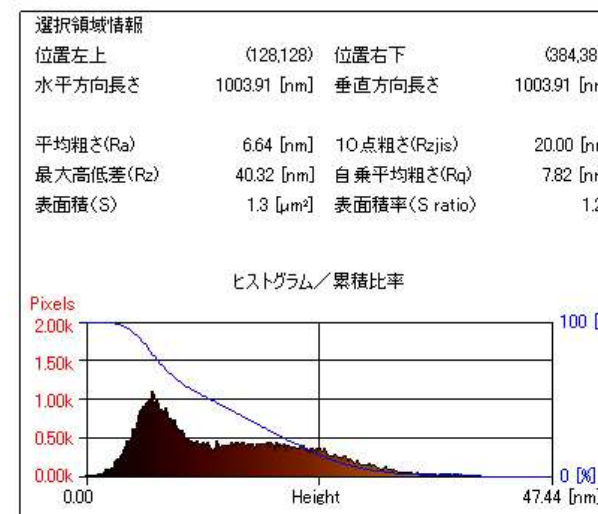
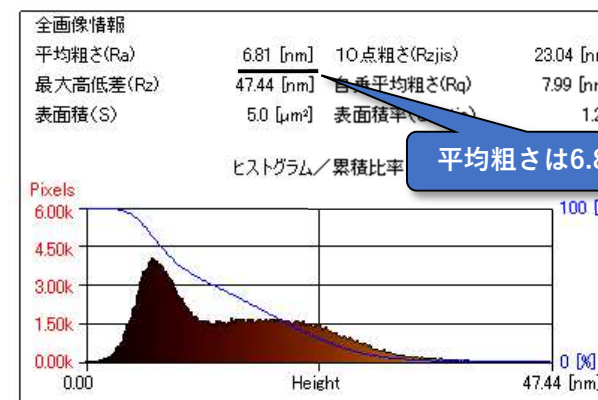
表面粗さ解析機能も、ソフトには必ず搭載されており、試料の粗さ情報を得られる重要な機能。

表面粗さ解析



ファイル名	SPM090807_103034018_00.tif		
モード	AC-AFM	画像名称	表面形状像
測定日時	2009/08/07 10:30:34		
走査幅	2.000 × 2.000 [μm]		
リファレンス	-3.899 [V]	バイアス電圧	0.000 [V]

ガラス基板上のARコート膜の表面形状像



JEOL

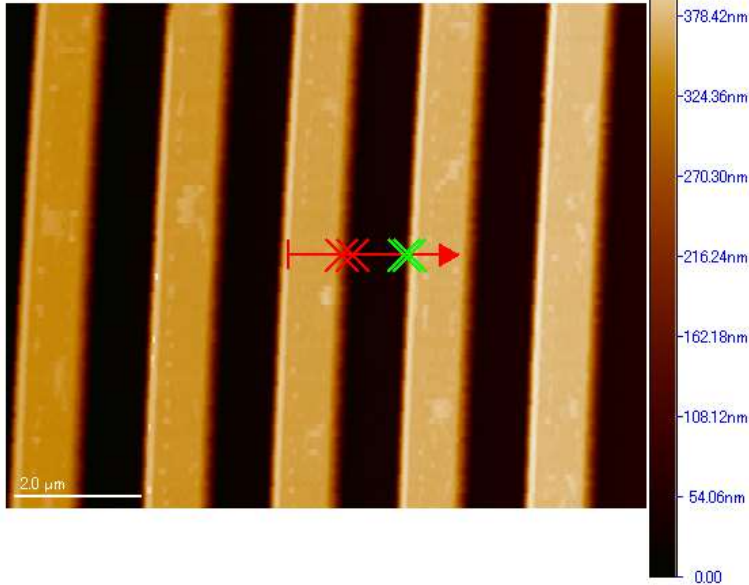
表面形状取り込み後、オフラインで解析ができる。

AFMによる

測長の確かからしさ

横方向の測長はあてになるのか？ ①

ライン&スペース基準試料 3 μm



断面解析 シングルプロファイル

ファイル名 SPM080909_141754057_00.tif

モード AC-AFM 画像名称 表面形状像

測定日時 2008/09/09 14:17:54

走査幅 10.000 × 7.852 [μm]

リファレンス -3.904 [V] バイアス電圧 0.000 [V]

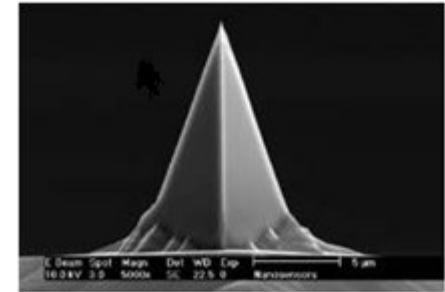
断面情報

平均粗さ(Ra)	143.92 [nm]	10点粗さ(Rzjis)	331.58 [nm]
最大高低差(Rz)	375.56 [nm]	自乗平均粗さ(Rq)	152.84 [nm]
長さ(Length)	2.695 [μm]		

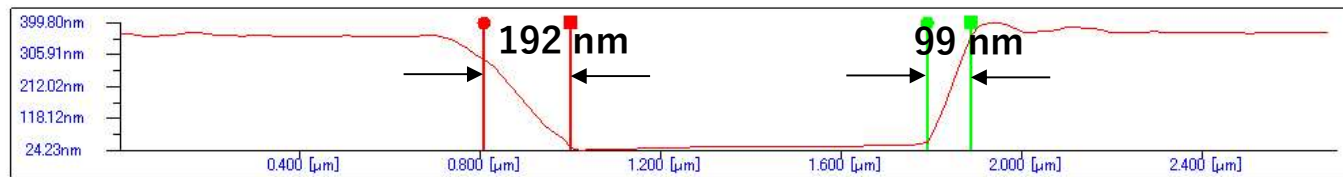
ヒストグラム/累積比率

マーカー情報

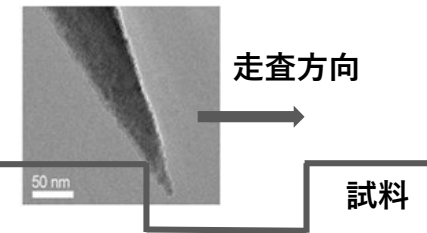
	1	2
● 高さ [nm]	289.66	46.36
■ 高さ [nm]	29.39	960.39
高さの差 [nm]	260.26	314.03
距離 [nm]	192.5	99.3
角度 [deg]	53.51	72.46



使用したカンチレバ
Nanosensor NCHR



JEOL

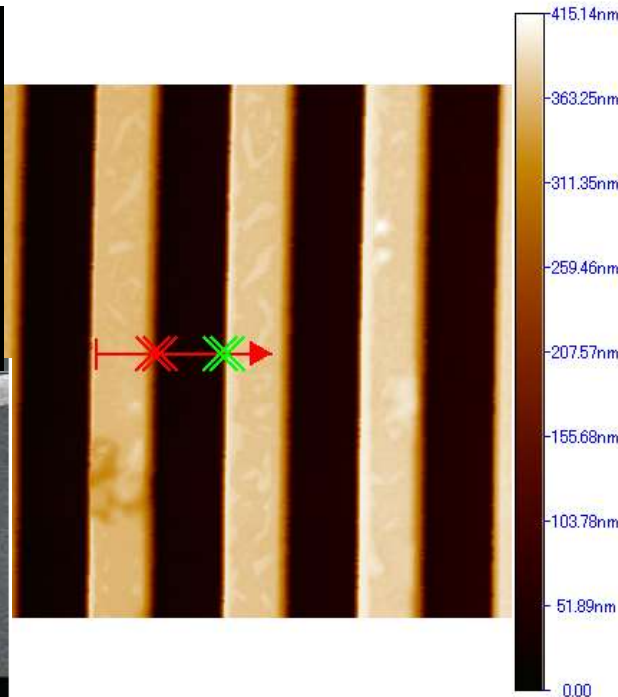
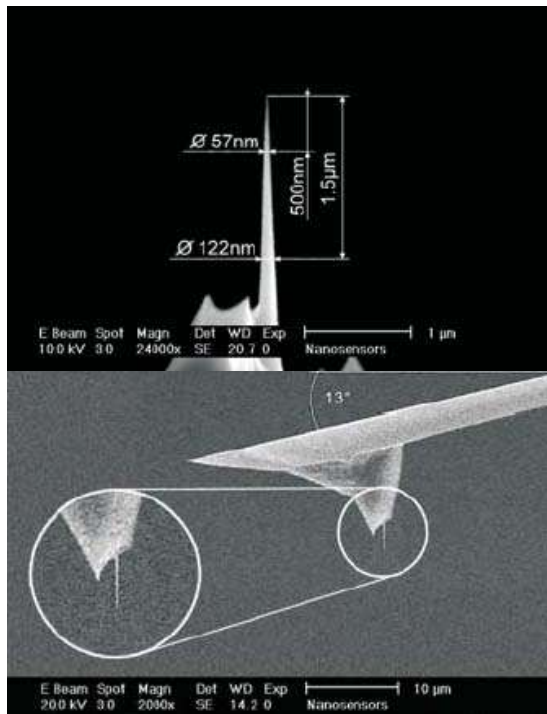


問題点

- ① カンチレバの傾きのため、左右の傾斜が違う。
- ② 側壁はカンチレバの形状を反映した形となる。

市販されている測長用のカンチレバを使用してみる

断面解析 シングルプロファイル

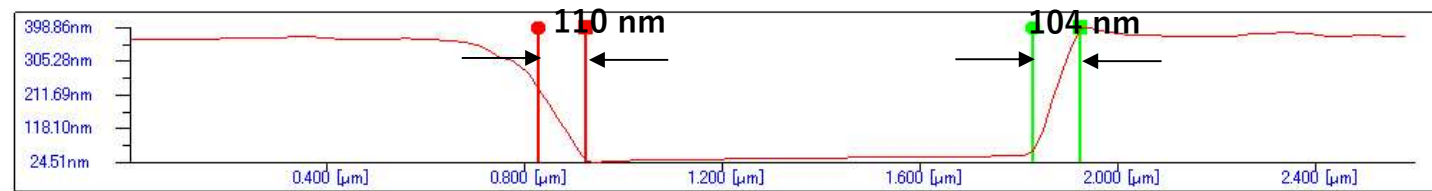


ファイル名	SPM080909_145327060_00.tif		
モード	AC-AFM	画像名称	表面形状像
測定日時	2008/09/09 14:53:27		
走査幅	10.000 x 7.852 [μm]		
リファレンス	-3.901 [V]	バイアス電圧	0.000 [V]

断面情報			
平均粗さ(Ra)	152.61 [nm]	10点粗さ(Rzjis)	339.77 [nm]
最大高低差(Rz)	374.35 [nm]	自乗平均粗さ(Rq)	158.56 [nm]
長さ(Length)	2.598 [μm]		



マーカ情報		1	2
● 高さ [nm]	227.32	53.42	
■ 高さ [nm]	27.85	398.86	
高さの差 [nm]	199.47	345.44	
距離 [nm]	110.2	104.4	
角度 [deg]	61.09	73.19	

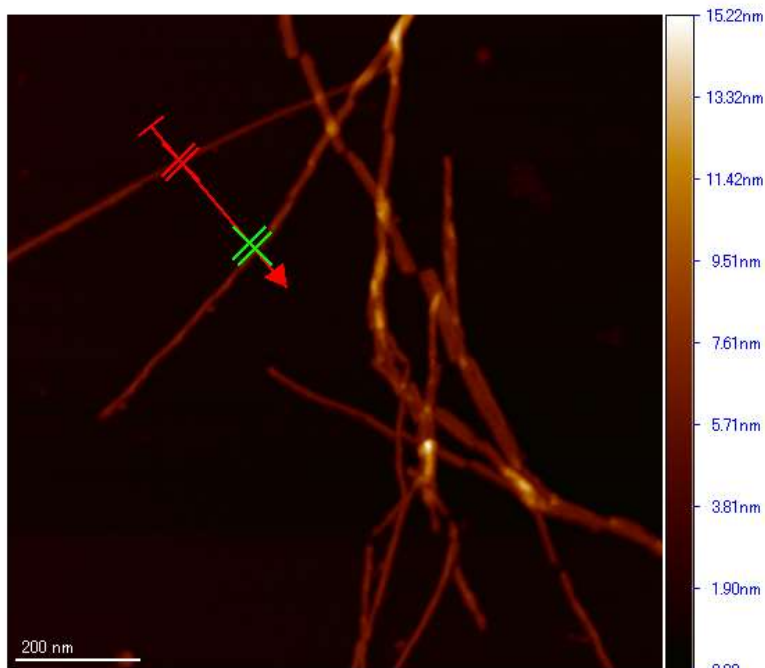


結果



- ① 走査方向にもよるが左右の非対称性は完全には取り切れていない。
- ② 側壁の形状は、改善はされているがカンチレバ形状の影響はある。

横方向の測長はあてになるのか？ ③



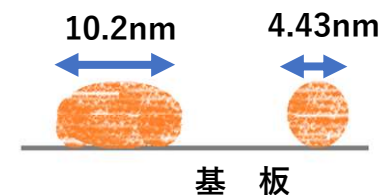
断面解析 シングルプロファイル

ファイル名	SPM090410_095802042_00.tif		
モード	AC-AFM	画像名称	表面形状像
測定日時	2009/04/10 9:58:02		
走査幅	1.036 × 1.036 [μm]		
リファレンス	-3.900 [V]	バイアス電圧	0.000 [V]

断面情報			
平均粗さ(Ra)	0.44 [nm]	10点粗さ(Rzjis)	2.61 [nm]
最大高低差(Rz)	4.77 [nm]	自乗平均粗さ(Rq)	0.86 [nm]
長さ(Length)	337.3 [nm]		



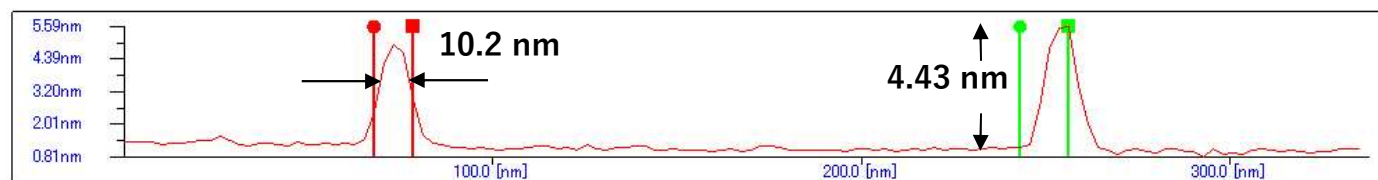
マーカ情報			
● 高さ [nm]	1	2	
■ 高さ [nm]	2.45	1.15	
高さの差 [nm]	2.85	5.59	
高さの差 [nm]	0.40	4.43	
距離 [nm]	10.2	12.8	
角度 [deg]	2.28	19.11	



Point



AFMの横方向の測長は、カンチレバの形状を考慮する必要がある。



マイカ上に展開したアミロイドβ繊維表面形状像

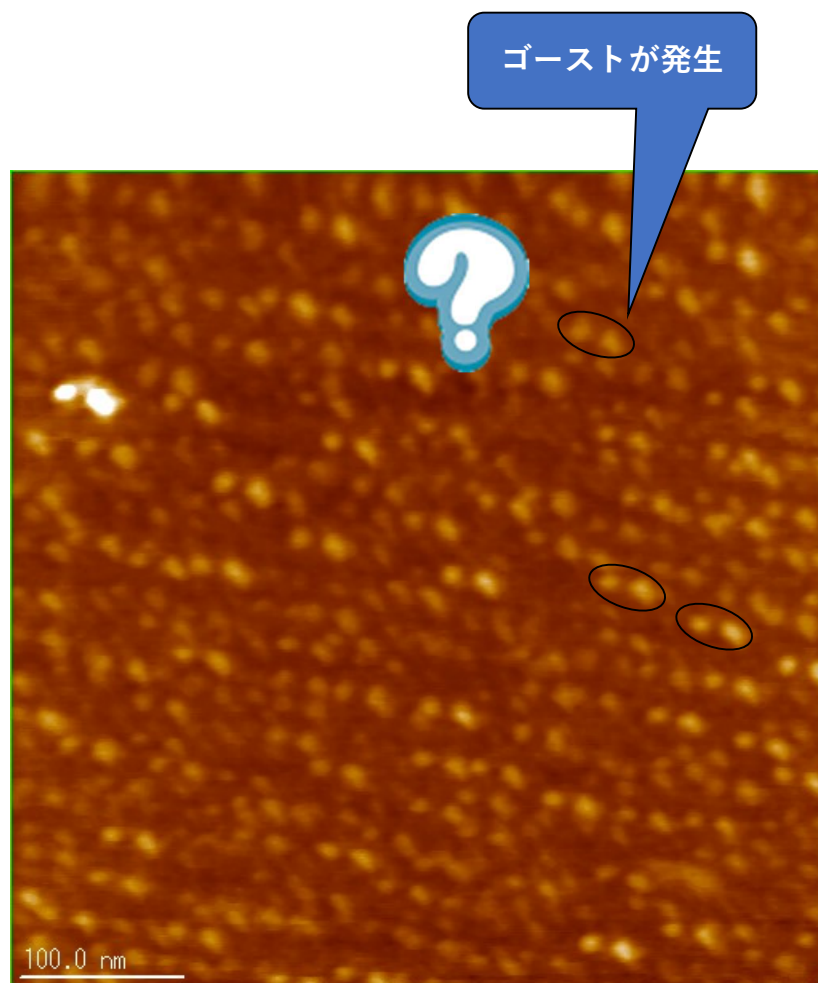


問題点

- ① 繊維高さ4.43 [nm]に対して、横方向は半値幅で10.2 [nm]となっている。

AFMでの アーティファクト

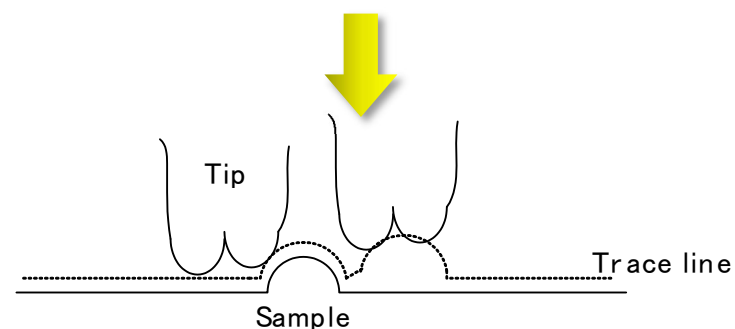
探針の劣化によるアーティファクト ①



微粒子のAFM Tappingモード 表面形状像

現象

- ・ 観察像の全面にゴーストが現れる。
- ・ 左右だけでなく、上下にも現れることもある。



原因

カンチレバ探針の先端にいくつかの突起が生じている。 (マルチチップ)

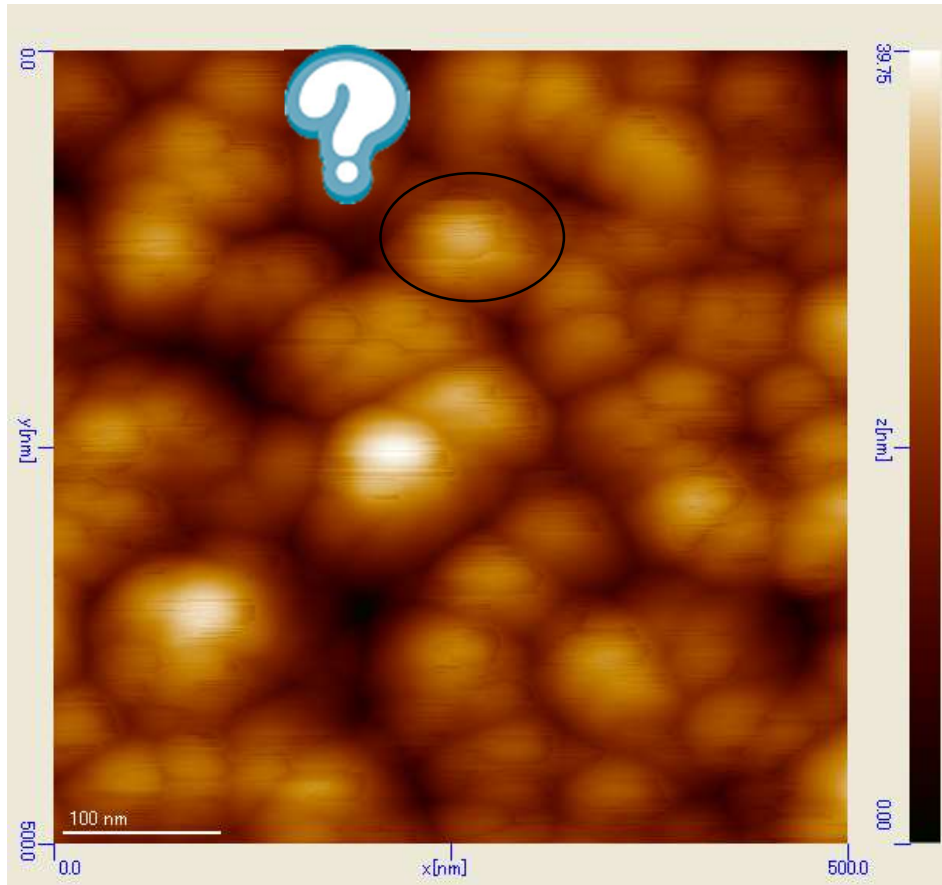
対処方法

カンチレバを交換する。

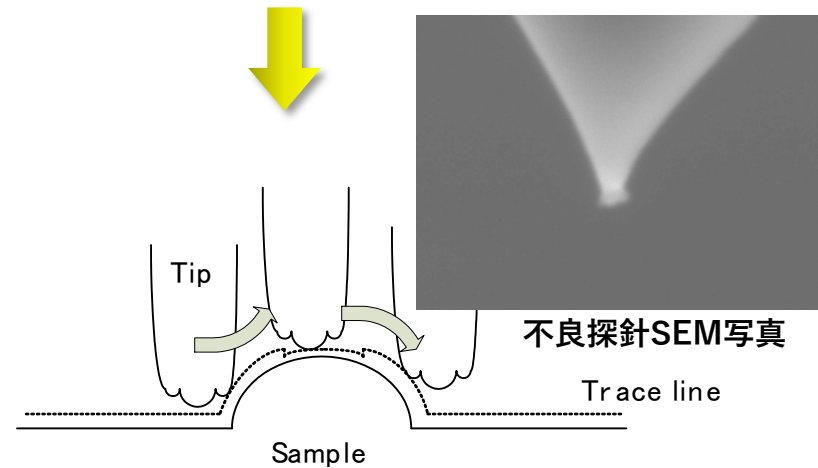
探針の劣化によるアーティファクト ②

現象

- ・ 粒子の上側が殻を剥いたような画像が出る。



蒸着粒子のAFM Tappingモード 表面形状像



原因

カンチレバの先端が上のような形状になっている。

対処方法

カンチレバを交換する。

AFMによる表面形状観察のまとめ

- 走査型プローブ顕微鏡について分類、動作原理について概要を説明した。
- 表面形状観察では、AFMのTappingモードやPeak Force Tappingが良く使用されている。
- 取り込まれた表面形状観察結果に対して次の解析が良く行われている。

断面解析	ラインプロファイル解析 試料の高さの解析
粗さ解析	試料粗さの数値計測ができる
三次元表示	直感的に表面形状を理解しやすい 複数画像比較の場合は、高さの統一が重要

- 表面形状の解釈では、横方向およびアーティファクトに注意が必要。