

原子間力顕微鏡(AFM:Atomic Force Microscope)マニュアル

AOI Laboratory 2010.07.10

0. AFM(原子間力顕微鏡;Atomic Force Microscope)とは

0.1 原子間力顕微鏡;Atomic Force Microscope とは

[SPM(走査型プローブ顕微鏡;Scanning Probe Microscope)]

試料表面に微小なプローブ(探針)を近づけて走査し、探針・試料間に働く物理量(トンネル電流、原子間力、摩擦力、磁気力等)を検出して、微小領域の表面形状観察および物性分析を行う顕微鏡の総称。代表的な SPM として、STM(走査型トンネル顕微鏡)、AFM(原子間力顕微鏡)がある。

[STM(走査型トンネル顕微鏡;Scanning tunneling Microscope)]

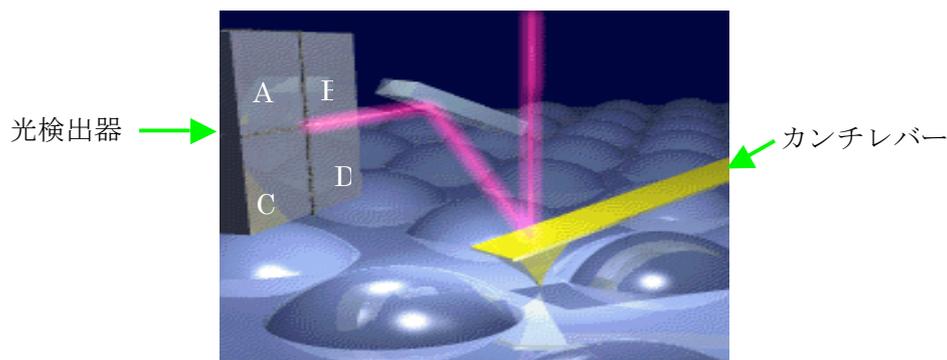
導電性探針・試料間に流れる微小なトンネル電流を利用して、探針・試料間の距離を制御しながら走査することで、表面形状を原子分解能で画像化する SPM の一種。

[AFM(原子間力顕微鏡;Atomic Force Microscope)]

カンチレバー先端の探針を試料表面に微小な力で接触させ、カンチレバーのたわみ量が一定になるように探針・試料間の距離を制御しながら走査することで、表面形状を画像化する SPM の一種。

0.2 原理

カンチレバーの背面にレーザー光を照射し、反射光の位置の変化(光路の変化)を光検出器によって検出することにより、カンチレバーのたわみ量(DIF 信号)やねじれ量(FFM 信号)を検出し、カンチレバーの変位を求め、表面状態を観察する。



- DIF 信号:カンチレバーの上下方向の変位に対応した信号。光検出器の上下領域に入る光量に対応する信号の差 $[(A+B)-(C+D)]$ で表される。
- FFM 信号:カンチレバーの横方向の変位に対応した信号。光検出器の左右領域に入る光量に対応する信号の差 $[(A+C)-(B+D)]$ で表される。

1. システムの起動

- SPI3800 のフロントパネル中央の電源スイッチを ON
- パソコン(Dell OPTIPLEX GX280)とディスプレイの電源を ON
(「AFM_USER_by_AOI_LAB」のユーザーを選択する)
- ディスプレイ下の CCDColorCamera、ディスプレイ裏の光学顕微鏡(光顕)の電源を ON
- デスクトップの[Spisel32]をダブルクリック→[SPI3800 プログラム選択]表示
- [SPA300/400]の中の[AFM]を選択→

1. 試料、カンチレバーのセット

2.1 試料のセット

- 除振台の4隅を押して、浮いていることを確認
- スキャナを交換する場合、スキャナを交換する
 - ①20 μ m スキャナを固定しているリングを緩めて、取り外す
 - ②20 μ m スキャナにつながっているコードを抜く
 - ③20 μ m スキャナを取り外し、試料台を取り外す。
 - ④150 μ m スキャナに試料台を取り付ける。
 - ⑤スキャナをセットし、コードを挿し込む。
 - ⑥スキャナを固定するリングを取り付ける。

※スキャナから試料台を取り外しするとき、試料台近くの細い線に触れないように注意すること。

- ⑦→から、使用するスキャナ (150um Scanner(400)) を選択する。カンチレバーはそのまま。

- 試料を試料台の上に(なるべく真ん中)に載せる

2.2 カンチレバーのセット

- カンチレバーをユニットにセット(セットするときにカンチレバーが試料と接触しないように)もし接触しそうな場合、→で離すこと(高速または低速)!

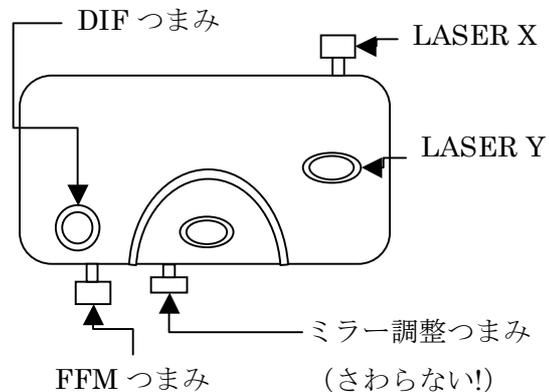
3. 補助パラメータの設定

- →を選択
- 以下に示す条件に設定すること
 - プリスキャン数:8
 - ダミースキャン数:4
 - アプローチ停止電圧:-1.000V
 - ステージ停止量:50.0 μ m
 - アプローチ後の戻しパルス数:0
 - フィードバック制御の極性:ポジティブ

4. レーザーの調整

4.1 CCD の準備

- ・ **セットアップ** → **CCD 像モニター** を選択する。
- ・ CCD 像を見ながら試料表面に焦点を合わせ、測定位置を確認。
- ・ CCD 像を見ながらカンチレバーに焦点を合わせる。
- ・ **測定** → **アプローチ** を選択
- ・ 近づける ([低速]か[高速]) でカンチレバーに試料を近づけ、約 1mm になったら停止させる。(スキヤナが上下に動き始めたあと、画面上のどこかでクリックすると、マウスポインタの位置が**中止**のところ動く。つまり、スキヤナを動かしたあと、ダブルクリックすればアプローチがとまる。必ず試料がカンチレバーに接触しないように目視すること!!)
- ・ マイクロメータ X、Y を回し、カンチレバーを測定する位置に移動させる。マイクロメータ X、Y が動く範囲が限られるので、移動できないとき、アプローチの**離す**で試料とカンチレバーを離れたのち、カンチレバーユニットを取り外し、ピンセットなどで試料の位置を動かす。

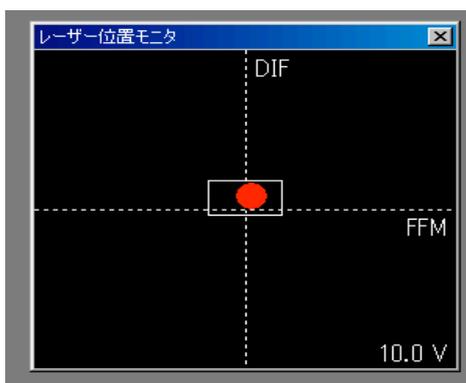


4.2 レーザーの調整

- ・ [アプローチ] を閉じる。
- ・ 光ヘッド部 (ネジが 5 つ付いている黒い箱) を試料台の上に載せる
- ・ CCD 像を見ながら光頭を再調整し、カンチレバーに焦点を合わせる
- ・ AFM 前面の表示信号切り替えスイッチを [ADD] に合わせる
- ・ CCD 像を見ながら LASER X、LASER Y を回し、レーザー光をカンチレバーに当て、ADD 値が最大値 (8~13V) になるように調整。まず、X のみを動かして最大値をとり、そのあと Y を動かして最大値をとればよい。

4.3 フォトディテクタの調整

- 光頭照明を OFF
- **セットアップ** → **レーザー位置モニタ** を選択
- 調節つまみ FFM、DIF を回しスポット(●)が[レーザー位置モニタ]の中央の枠内に入れる。(FFM、DIF つまみを動かして ADD の値が減少する場合、つまみを動かす方向が反対である。スポットが枠内に収まっても、ADD 値が低ければ意味がないので注意すること。)
- [レーザー位置モニタ]を閉じる



5. イメージを測定

5.1 測定領域にアプローチ

- **測定** → **イメージ** を選択
- [測定条件パネル 1]のパラメータを以下のように設定する
走査モード:2 画面測定
たわみ量:-1.0
I ゲイン:0.3000
P ゲイン:0.0500
A ゲイン:0
- **スキャナ Z 電圧**で Z 電圧値が-50V になっていることを確認し、**アプローチ**の[測定領域まで近づける]を選択(自動で停止します)(もし 200V になっていれば DIF 値を確認し、必要なら再調整)
- [測定条件パネル 2]の[DIF 感度]の**自動設定**を選択(20 μ m スキャナるとき、10~30mV/nm 程度。150 μ m スキャナるとき、30~40mV/nm 程度。何度か**自動設定**をクリックし、値がおおよそ安定していればよい。不安定るとき、[アプローチ][測定条件パネル 1][測定条件パネル 2]を閉じ、[レーザー位置モニタ]を開く。このとき、スポットが激しく動いていると試料台を下げ、再度 FFM、DIF を調整したのち、測定領域まで近づける。繰り返す)

返しても、ダメなときは測定を諦めた方がいいかもしれない。その日によって状態が変わるので、後日行うとうまくできることがある。)

5.2 イメージの測定

- [測定条件パネル 1]のパラメータを設定する。設定値はスキャナや測定範囲によって異なる。したがって、そのときの条件に従ったパラメータを設定する。

(例) 20 μ m スキャナで測定範囲 10 μ m(10000nm)のとき

たわみ量:-1.0

I ゲイン:0.40

P ゲイン:0.15

A ゲイン:0

走査エリア:10000

走査周波数:0.8

(例) 150 μ m スキャナで測定範囲 150 μ m(150000nm)のとき

たわみ量:-1.0

I ゲイン:0.30

P ゲイン:0.10

A ゲイン:0

走査エリア:150000

走査周波数:1.0

- スタート を選択

※画像を取ったときに、周期的に細かい波が出ることもある。これは I ゲイン、P ゲインが正しくないことを示しているので、パラメータを再調整する。

5.3 拡大

- [測定条件パネル 1]の 拡大 を選択後、拡大したい部分をドラッグし、変化した走査エリアに対応するパラメータを以下の表より設定する。(このパラメータは 20 μ m スキャナのときである。150mm スキャナのとき、この値を参考にして、入力する)

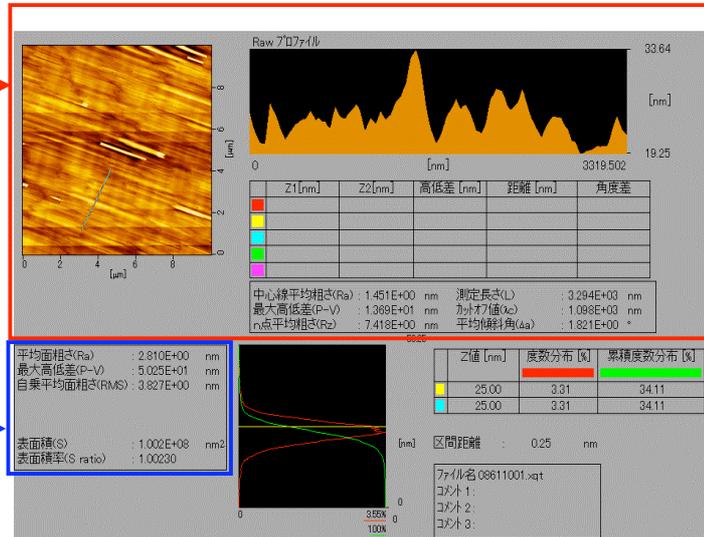
走査エリアと走査周波数の目安				
走査エリア(nm)	200	500	2000	10000
走査周波数(Hz)	4	3	1	0.8
I ゲイン	0.15	0.20	0.30	0.40
P ゲイン	0.05	0.05	0.10	0.15

- スタート を選択

6.解析

6.1 自乗平均面粗さ(roughness of root mean square : RMS)

- ・ 解析→表面粗さ解析を選択
- ・ 任意の場所に線を引くとその場での結果が表示される
- ・ 自乗平均面粗さ(RMS)表示



6.2 立体での描画

- ・ **描画**→**描画の設定**を選択
- ・ **実行**を選択

7.保存

- ・ 保存したいウィンドウをアクティブにする
- ・ **ファイル**→**保存**を選択
- ・ フォルダ選択
- ・ ファイル名を入力し、保存を選択し、保存する(.bmp と.tif の2種類で保存する)

8.終了

- ・ [アプローチ]、[測定条件パネル 1]を閉じる。
- ・ **ファイル**→**SPIWin の終了**を選択(保存していない画像に対して保存するか聞いてくるが、すでに必要なものは保存しているので**全消去**を選択)。
- ・ 保存パラメータは何もチェックせず **OK**を選択(自動でカンチレバー、試料間が離れるので止まるまで待つ)。
- ・ Windows の**スタート**から **Windows の終了**を選択。
- ・ パソコンとディスプレイ、CCDCColorCamera の電源を OFF。
- ・ SPI3000 の電源を OFF。
- ・ ユニットからカンチレバー、試料を外す。スキャナを交換した場合、20μm スキャナに交換しておく。
- ・ 使用記録に記入して終了