

走査型プローブ顕微鏡

SPMの新しい測定方法 ZXY測定の確立
— 苦手な測定を克服 —

A. Kogure, K. Yamasaki, T. Fujii

キーワード：SPM-9700：ナノ3Dマッピング、SPM-8100FM：ZXY測定、広い視野 50 μm以上、やわかい試料、細胞、凹凸が大きい試料、凹凸1 μm以上、対象：SPMユーザー、レーザー顕微鏡ユーザー、高分子、生体試料

■ 要旨

SPMのデータ取得方法は、探針 - 試料間相互作用が一定になるよう試料表面をなぞる『XY測定』が一般的です。このXY測定は、走査が速く、高い平面分解能をもち、様々な測定モードの基本となっています。しかし同時に『広い視野』・『やわかい試料』・『凹凸が大きい試料』の測定が苦手といったSPMの短所も持ち合わせています。

我々は、これらの短所を克服できる『ZXY測定』の実用化に成功しましたので報告します。

■ XY測定とZXY測定

図1に従来方法のXY測定と、新方法のZXY測定について示します。XY測定はSPMで最も利用されており、動作原理は探針-試料間相互作用力が一定になるよう常に探針が試料近傍に位置し試料表面をなぞります。得られる画像はX・Yの2次元情報で、表面形状像は凸が明、凹が暗のコントラストで表示されます。測定は速く、高い平面分解能をもち、様々な測定モードの基本となっています。その一方で、探針と試料が常に接近した状態であるため、探針と試料が強く接触しダメージが発生してしまうリスクがあります。そのため、次に示すような問題があります。

- ・ 広い視野の測定
→ 走査面積が大きくなるため走査時間が長くなる
- ・ やわかい試料の測定
→ 探針で試料を引きずり、走査方向へ変形させる
- ・ 凹凸の大きい試料の測定
→ 探針が凹凸に追従できない

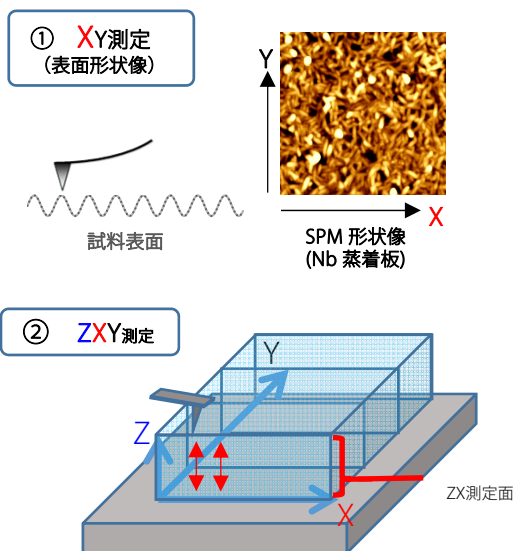


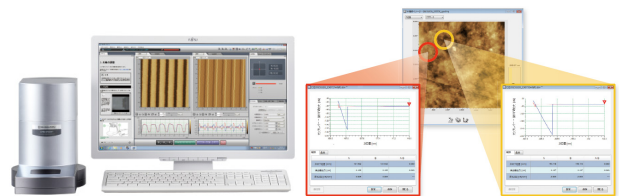
図1 XY測定とZXY測定

一方、新方法であるZXY測定はフォースカーブ測定がベースの測定です。フォースカーブは、探針と試料間の距離 (Z) を大きく上下に変化させながら (アプローチとリリース) その際に探針が受ける力を測定します。これをX方向へ連続測定してまずZX測定面を作成し、次にこのZX測定面をY方向に連続して測定することでZ・X・Yの3次元情報をもつZXY測定面を形成します。

この測定は、探針が試料近傍に位置する時間が短く、かつ、そのタイミングで走査方向に探針が動作することがないため、XY測定由来の苦手を生じさせません。さらには、一度測定したZXY測定データから『高さ像』『ZX像』『吸着力像』などをデータ解析によって描画することができます。これらの特長を実例を用いて説明します。

■ 装置

図2にZXY測定に対応可能な装置を示します。SPM-9700シリーズではオプションのナノ3Dマッピングソフトウェアが必要です。SPM-8100FMではZXY測定モードにて測定します。



SPM-9700シリーズのナノ3Dマッピングソフトウェア



SPM-8100FM

図2 SPM-9700HT™とSPM-8100FM

■ 広い視野の測定

図3に市販の伸縮性フィルムの高さ像を示します。走査範囲XYは100 μm、高さZは1.5 μmほどありました。従来のXY測定では、カンチレバーの振幅や走査速度、各種ゲイン等の調整が必要でしたが、本測定ではこれらの調整は必要なく測定することができます。また、XY測定では40分以上かけて測定することがありますが、この画像は256×256画素でおおよそ25分で測定しています。

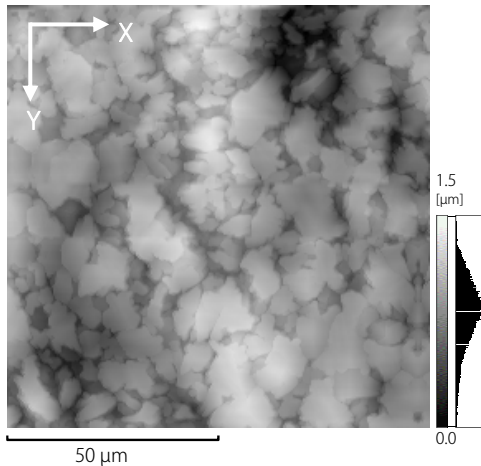


図3 市販の伸縮性フィルム 高さ像

■ やわらかい試料の測定

図4に生きたHeLa細胞の測定例を示します。通常、生きた細胞はとてもやわらかいため、探針が試料を走査方向に引きずってしまい、正しい測定を行うことが難しい試料です。しかし、ZXY測定では変形なく細胞形状を測定することができます。走査範囲は50 μm、高さは7 μmあります。図(a)の矢印位置におけるZX像を(b)に示します。ZX像は試料を断面方向から見た画像で、ここでは試料の変形量を知ることもできます。これらの詳細はアプリケーションニュースS38に記載しています。

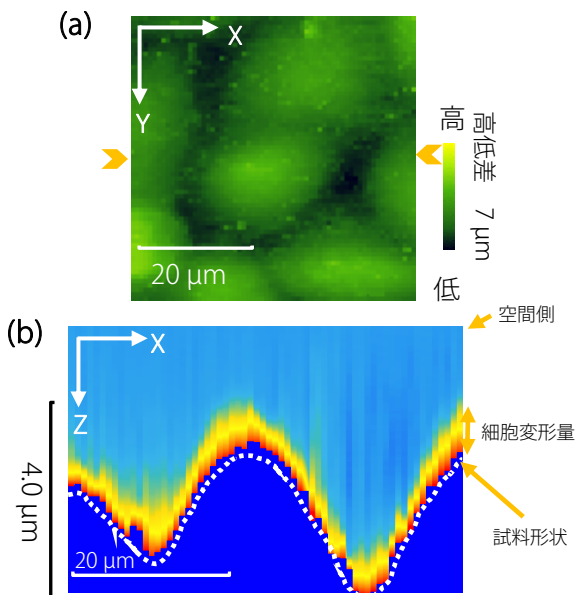


図4 生きたHeLa細胞 (a) 高さ像 (b) ZX像

■ 凹凸が大きい試料の測定

図5に市販の消しゴム破断面測定例を示します。走査範囲XYは50 μm、高さは5 μm、かつ2~3 μmの急峻な凹凸が存在しています。通常のXY測定では急峻な段差を探針が越えることができず、大きなノイズが出てしまいます。場合によってはこの凹凸によって探針が大きなダメージを受けてしまいます。しかし、ZXY測定ではこのような急峻な凹凸も問題なく測定することができます。さらにこのような凹凸が存在していても、吸着力分布を解析することができます。消しゴム中の添加剤の分散を知ることができます。

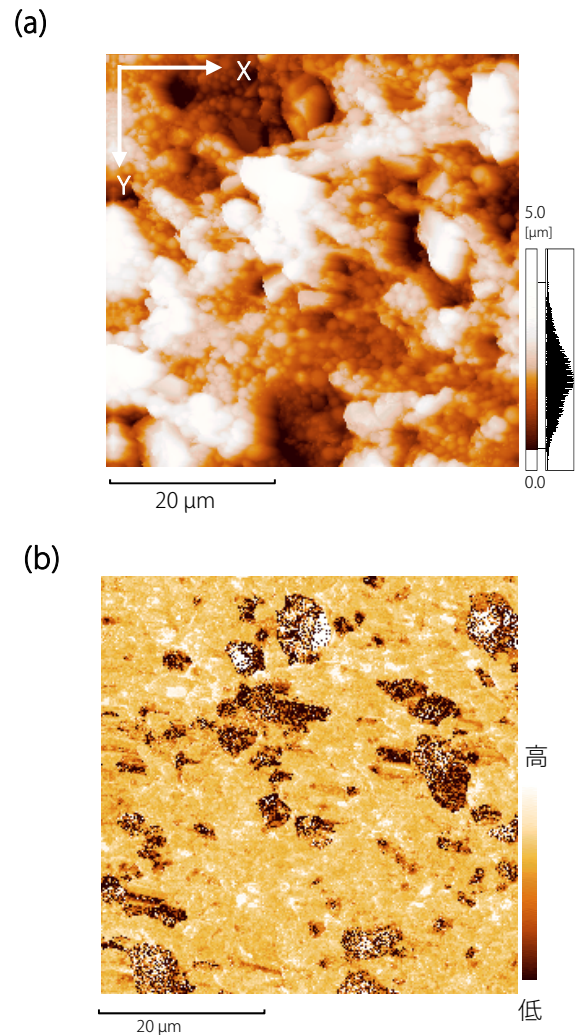


図5 市販の消しゴム破断面 (a) 高さ像 (b) 吸着力像

■ まとめ

ZXY測定は、従来のSPMが苦手としてきた『広い視野』・『やわらかい試料』・『凹凸が大きい試料』の測定を克服する新方法です。

SPM-9700HTは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。