

バイオサンプル観察のための原子間力顕微鏡の力制御の研究

Multi-Directional Force Control in Atomic Force Microscopy for Observation of Biological Samples

川 勝 英 樹*・ハネス プロイレル*・斉 藤 孝 史*・鴻 上 弘*
 ピエール ブラナルト*・川 合 稔**・渡 邊 道 仁*・西 沖 暢 久***

Hideki KAWAKATSU, Hannes BLEULER, Takashi SAITO, Hiroshi Kougami,
 Pierre BLANALT, Minoru KAWAI, Michihito WATANABE and Nobuhisa NISIOKI

1. 要 旨

近年、バイオサンプルや高分子などを原子オーダーで観察できる手法の1つとして、試料をカンチレバーの先端に固定された探針でなぞりながら走査する原子間力顕微鏡 (AFM) が注目されている。しかし、現段階では探針に作用する力の検出や制御の自由度が少ないことなどにより、力の制御性と像の正しさという点で改善が必要とされている。

本研究の目的は、

- (1) AFM の探針に作用する力を 3 自由度で独立に検出し、制御に用いることにより、従来のたわみ量の 1 自由度のみの制御よりも正確な像を取得する。
- (2) 検出されたカンチレバーの変形量を用いて、得られた像に対して探針先端の軌跡を求めることにより、実際の形状により忠実な像を得る。
- (3) AFM による試料のマニピュレーションや加工を実現する。などである。

現在、10nN オーダーの斥力モードで $4\mu\text{m}$ ピッチの $0.5\mu\text{m}$ の深さのグレーチングを試料として走査を行った場合に法線力と接線力の自乗和を一定に保つことができることや、雲母の結晶を観察し、得られた像に補正を行うことにより、探針先端が結晶の谷間をなぞることを確認している。

2. 緒 言

AFM では通常 $100\mu\text{m}$ 程度のアンチレバーの先端に探針を固定し、その探針先端で試料表面を走査することによ

て像を得ている。変位検出方法として本研究では光てこ式変位検出法^{1)~3)}を用いた。これはレーザー光を鏡面になっている探針の付け根にあて、その反射光の位置を検出することによりカンチレバーの変位を検出するものである。本研究で用いた AFM では図 1 のように x , y , z 軸を定める。通常はカンチレバーのたわみが x , y 方向のスキャン中に一定に保たれるように 2 分割フォトダイオードを用いて z 方向に変位する piezo 素子 (以下、 P_z) を制御する。ここで、試料を x , y , z 方向に動かすための piezo 素子 P_x , P_y , P_z に印加する電圧を V_{px} , V_{py} , V_{pz} として、座標 (V_{px} , V_{py} , V_{pz}) をプロットしたものが一般に試料の形状を表すものであるとされている。本研究ではこれを P_z 像とする。たしかに、このような検出機構を用いて原子分解能が確認されているが¹⁾、1 自由度のみの力制御では、図 2 に示すように、探針が試料を傷つけたり、観察範囲から掃き清めたりするという問題がバイオサンプルの観察で報告されている⁴⁾。さらに、このようにして得られた

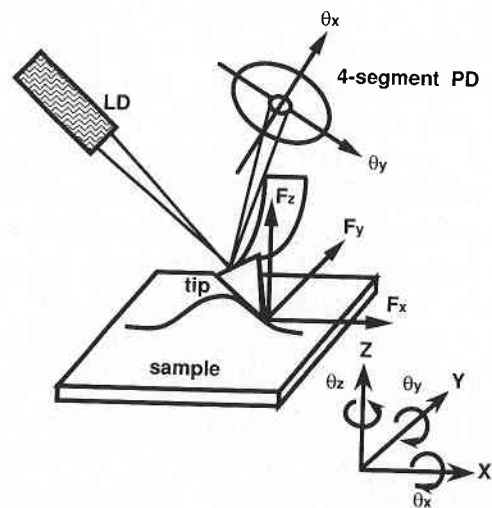


図 1 試料から探針先端が受ける力。

*東京大学生産技術研究所 第 2 部

**川崎製鉄(株)

***(株)ミットヨ

研 究 速 報

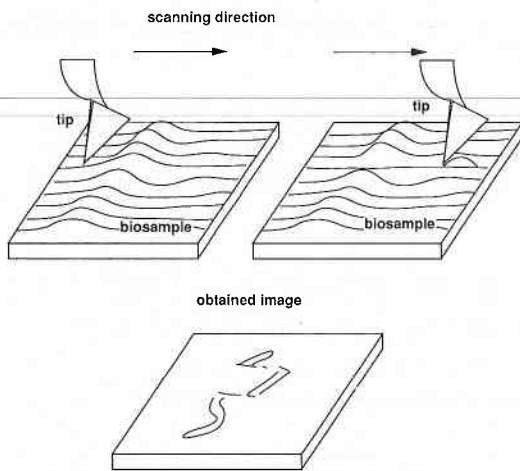


図 2 1 自由度のみの力制御の問題点.

Pz 像はカンチレバーの付け根が描いた軌跡であり、実際に探針の先端が辿った軌跡は、図 3 に示すようにカンチレバーのたわみやねじれによって、カンチレバーの付け根が描いた軌跡とはずれたものになる。

以上のような理由から探針に作用する力を 3 自由度で検出し、制御に用いる必要があると考えられる。

この他に、接線力を考慮した AFM の研究として、吸引力モード^{5)~10)}や、吸引力モードでカンチレバーを試料に対して法線方向に設置したもの¹¹⁾、ホッピングモード¹²⁾、タッピングモード¹³⁾などがある。

3. 基 本 構 想

試料表面と探針の先端に働く力は図 1 に示したように F_x , F_y , F_z の 3 成分に分解される。 F_x は接線力としてカンチレバーをねじるように働き (ねじれ量は θ_y)、 F_y のよるモーメントと F_z は共にたわませる力として働く (たわみ量は θ_x)。仮に、たわみ量 θ_x のみを制御対象にして試料を観察した場合には、 F_x が任意に変動することになり、上記のようなさまざまな問題が生じると考えられる。そのため、われわれは F_x , F_y , F_z の 3 つの力を独立に検出し、制御対象とすることが最終的な目標であると考えた。

今回は予備実験として、光てこ機構と 4 分割フォトダイオードを用いて θ_x と θ_y とを同時に検出し、それぞれの値と自乗して重み付け係数をかけて加えたものを一定にたもつような制御 (自乗和一定制御) と、得られた Pz 像にねじれ量 θ_y のみを考慮した像補正を行った。

なお、自乗和一定制御では、

$$|F| = \sqrt{a \times \theta_x^2 + b \times \theta_y^2} \quad (式 1)$$

のように $|F|$ を定義した。ただし、 a , b は重み付け係数

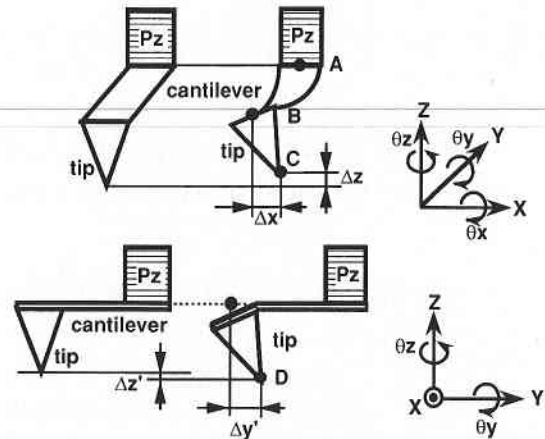


図 3 カンチレバーの変形による探針先端の位置のずれ。点 C が実際の試料との接触点であるのに対し、点 A の描いた軌跡を Pz 像として認識している。

である。

4. 実 験

4.1 自乗和一定制御

深さ $0.5\mu\text{m}$ 、ピッチ $2\mu\text{m}$ のグレーチングを (式 1) の重み付け係数 a , b を変化させて観察した。走査方向は x 方向である。係数 b の値を大きくするほど接線力 F_x を重視することになる。実験装置の概略を図 4 に示す¹⁴⁾。

図 5 に θ_y と θ_x のリサーチを示す。これは楕円の一部を描いており、自乗和一定制御がリアルタイムで実現されていることを意味している。図 6 は縦軸に走査のために

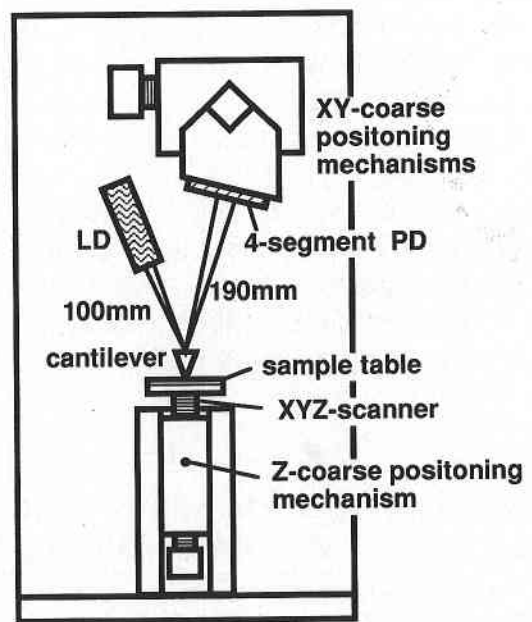


図 4 本研究で用いた実験装置の概略

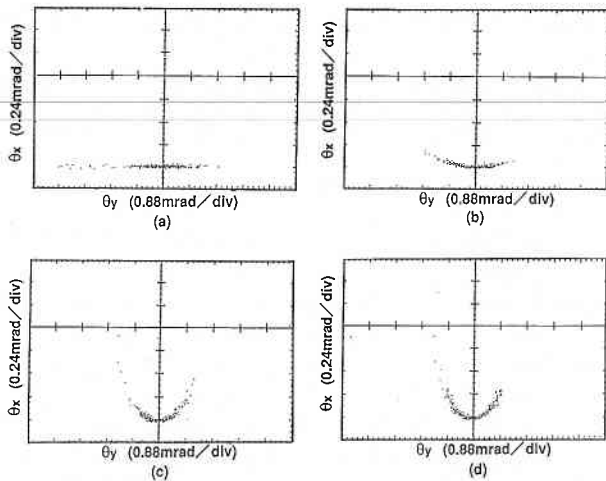


図 5 深さ0.5 μm のグレーチングを観察したときの θ_y と θ_x のリサージュ。軌跡が楕円の一部となっていることから、自乗和一定制御が実現されていることがわかる。a = 1 と固定して、(a)b = 0, (b)b = 1.0, (c)b = 4.2, (d)b = 5.2として、 θ_y の重み付け係数bを大きくするにつれ、 θ_y の変動が小さくなっている。

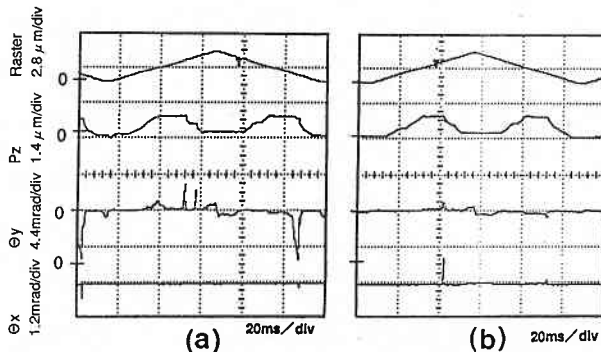


図 6 深さ0.5 μm のグレーチングを観察したときのPz, θ_y , θ_x の変化。a = 1 と固定して(a)b = 0, (b)b = 4.2とした。(b)では(a)と比較して、 θ_y の変動が低減している。

試料台をx方向に振った量、 θ_x , θ_y , Pzを、横軸を時間としたものである。走査範囲にはグレーチングの山1つが含まれる。これらの結果からbの値を大きくするにつれて θ_y の変動が小さくなることがわかる。なお、この実験では、b = 0にときにFz = 10nNとなる値を積分器の制御目標値とした。

4.2 探針先端の軌跡の把握

この実験では雲母のへき開面を θ_x を一定に保つように制御して観察した。y方向に走査し、制御目標値は1nNとした。

探針先端の軌跡は、Pz像とカンチレバーの姿勢の情報から求められる。今回の実験では図3に示す様な θ_y によるずれ Δx のみを考察の対象とした。補正量の算出方法を以下に述べる。まず、図3のモデルから、

$$\Delta x = k \times \theta_y \quad (式 2)$$

と仮定した。kの値の同定には、図7に示すx方向に走査した場合の θ_y データを用いた。図中のlの長さは探針先端が試料に張り付いている間にカンチレバーの付け値が動いた距離を表している。そのため、式3からkの値が求められる。

$$l = k \times \Delta \theta_y \quad (式 3)$$

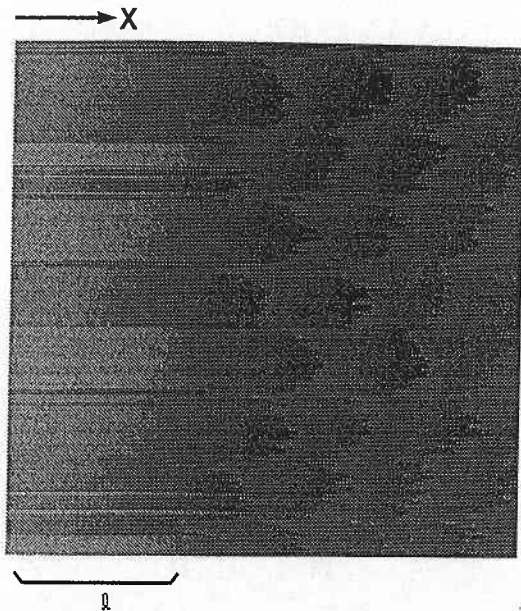


図 7 雲母の結晶格子をx方向に走査した場合の θ_y のデータ。色が濃いほど θ_y の値は大きい。

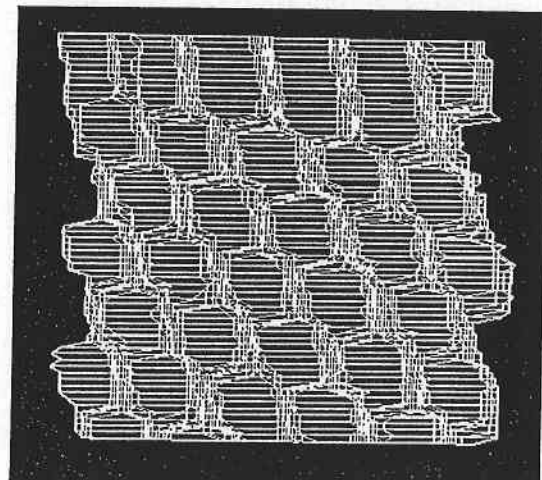


図 8 θ_y を考慮して得られた探針先端の軌跡。縦方向の曲線が θ_y を考慮して求められた探針先端の軌跡である。探針先端は結晶格子の山を避け、谷をなぞっていることがわかる。

研究速報

得られた k の値を用いて y 方向走査時の探針先端の軌跡を生成した (図8).

図8から, 探針先端は結晶格子の谷間をなぞっていることがわかる. この結果は, より正確な試料の形状を知るためには探針先端の軌跡を考慮に入れることの必要性を示している.

5. 結 言

探針先端に働く力を2自由度で検出し, $\sqrt{a \times \theta_x^2 + b \times \theta_y^2}$ の値を一定に保つように制御することで, θ_y の変動がおさえられることを確認した. この技術は, たとえば基板による補捉力の小さい試料の観察を可能にすることを示している.

探針先端の軌跡を生成する際にはカンチレバーの3次元の姿勢情報が必要であるが, 従来の光てこ方式ではカンチレバー先端における θ_x と θ_y のみしか検出できない. 今回の実験では, 雲母の結晶を従来の光てこ方式を用いて観察し, θ_y による相対変位 Δ_x のみを考慮して探針先端の軌跡を生成した. その結果, 探針先端は結晶格子の谷間をなぞっていることがわかった. 今後の課題として, 光学系の見直しを行い, カンチレバーの姿勢情報を得ることにより試料のより正しい形状を求める. さらに得られたカンチレバーの姿勢情報から F_x , F_y , F_z をそれぞれ独立に求め, 制御に用いる.

謝 辞

本研究の実施にあたりご協力いただきました株式会社ミットヨの山口靖之氏, オリンパス光学株式会社の戸田明敏氏, ニコン株式会社の藤井透氏, インパクトドライブ機構

の御指導を受けた東京大学工学部樋口俊郎氏にお礼申し上げます.

本研究の研究費の一部は, 科学研究費補助金, 選定研究費によって賄われています. (1993年10月12日受理)

参 考 文 献

- 1) G. Meyer and N.M. Amer, Appl. Phys. Lett. 53, 1045, (1988).
- 2) S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P.K. Hansma, J. Appl. Phys. 65, 164 (1989).
- 3) R.C. Barret and C.F. Quate, J. Vac. Sci. Technol. A8, 400 (1990).
- 4) B. Drake, C.B. Prater, A.L. Weisenhorn, S.A.C. Gould, T.R. Albrecht, C.F. Quate, P.K. Hansma, Science, V243, 1586 (1989).
- 5) G.M. McClelland, R. Eraldson, and S. Chiang, Rev. Prog. Quant. Nondestruct. Eval 6, 1307, (1987).
- 6) Y. Martin, C.C. Williams, and H.K. Wickramasinghe, J. Appl. Phys. 61, 4723, (1987).
- 7) Y. Martin and H.K. Wickramasinghe, J. Appl. Phys. Lett. 50, 1455, (1987).
- 8) D. Rugar, H.J. Mammin, P. Guthner, S.E. Lambert, J.E. Stern, I. Mcfdyen, and T. Yogi, J. Appl. Phys. 68, 1169, (1990).
- 9) J.E. Stern, B.D. Terris, H.J. Mammin, and D. Rugar, Appl. Phys. Lett. 53, 2717, (1988).
- 10) B.D. Terris, J.E. Stern, D. Rugar and H.J. Mammin, Phys. Rev. Lett. 63, 2669, (1989).
- 11) P.C. Yang, Y. Chen, and M. Vaez-Iravani, J. Appl. Phys. 71, 2499, (1992).
- 12) M.H. Jerico, J. Appl. Phys. 65, 5237, (1989).
- 13) Digital Instrument, Nanoscope.
- 14) 川勝英樹, 川合稔, 渡邊道仁, 西沖暢久, 生産研究45巻6号, 444, (1993.6).