

光学顕微鏡および走査プローブ顕微鏡による観察

03-190697 高松周平

2019 年 5 月 24 日

1 実験の目的

光学顕微鏡と原子レベルで表面を観察できる走査プローブ顕微鏡を実際に使うことで原理や使用方法などの基礎を理解する。

2 原理

2.1 光学顕微鏡

今回用いるものは、サンプルを照明し主に対物レンズと接眼レンズの2つのレンズで拡大された像を観察する光学顕微鏡の中でも対物レンズがサンプルの上に位置する正立型顕微鏡である。観察の方法は主に三種類存在し明視野観察、暗視野観察、微分干渉観察とある。明視野観察はサンプルに均一に光をあて、反射、透過した光を観察する方法。そして暗視野観察はサンプルに斜めに光をあてその反射した光を観察するもので全体的に暗くなるがその分小さいものや凹凸が観察しやすい。最後の微分干渉観察は、凹凸によって生じる光路差の違いを強調して観察することができるものでより微小な凹凸などを観察できる。

2.2 走査プローブ顕微鏡

AFM(atomic force microscopy) はプローブと呼ばれる先端が尖った三角錐がついたカンチレバーを観察したいサンプルの表面上に動かすことで、サンプルから受ける引力や斥力によるカンチレバーのたわみを計測し表面の凹凸を観察することができる。カンチレバーの動かし方はいくつかあり、表面をなぞるように普通に動かすコンタクトモードやプローブを上下に振動させながら動かすサイクリックコンタクトモードなどがある。カンチレバーのたわみを測定する方法で最も一般的なのは光テコ法がある。カンチレバー先端の変異 δz は傾きの変化 $\delta\theta$ を用いて $\delta z = \frac{3L\delta\theta}{2}$ と表せる。カンチレバーが $\delta\theta$ 傾くとレーザーの反射角は $2\delta\theta$ 変わるののでレーザーの距離を D 、レーザースポットの直径を d とするとレーザースポットの位置の変化 δd は次のように δz で表せる。

$$\frac{\delta d}{d} = \frac{4D\delta z}{3Ld}$$

3 方法

3.1 光学顕微鏡による試料の観察

- 倍率 50 倍と 1000 倍でオブジェクトメータを撮影する
- 膜厚 (5nm, 10nm, 20nm, 50nm, 100nm) の SiO_2/Si 基板を 50 倍と 100 倍でそれぞれ明視野、暗視野、微分干渉観察を行う
- ステンレス鋼 SUS304 の試験片 A、B をそれぞれ 50 倍の明視野観察を行う
- 観察画像に 5 本の直線を引き、結晶粒界と交わる点をきめて各線分の長さを測定する
- オブジェクトメータの画像を印刷して紙面上の長さを実際の長さを比較し総合倍率を求める。また、求めた倍率より結晶粒径の平均サイズと標準偏差を求める
- CD、DVD の表面も同様に倍率 1000 倍で明視野、微分干渉観察を行う
- 待ち時間に生物プレパラートのクイズに答える

3.2 原子間力顕微鏡による試料の観察

- AFM のサイクリックコンタクトモードを用いて Si 基板上的の SiO_2 薄膜パターン五種と深堀 Si 基板三種を測定する

4 実験結果と考察

4.1 オブジェクトメーター

50 倍は現実で 13mm で 0.1mm だったので 130 倍であるとわかる。

1000 倍は現実で 27mm で 0.01mm だったので 2700 倍であるとわかる。

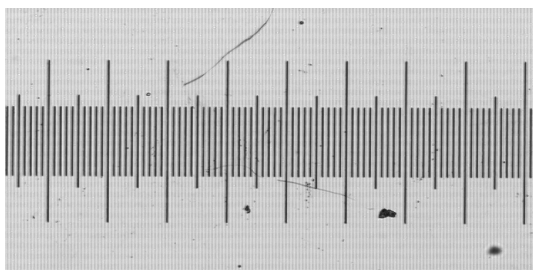


図 1 50 倍

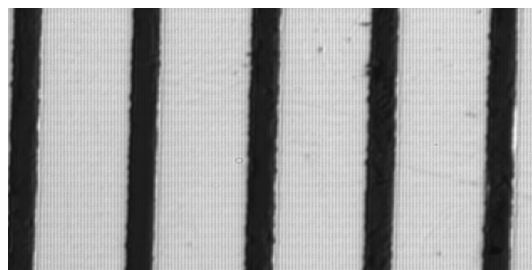


図 2 1000 倍

4.2 SiO_2/Si 基板

下の図のように膜厚が厚ければはっきりと観察できるが薄くなるに連れて観察しにくくなり、最終的に全く観察できなくなる。

また、明視野は高低がはっきりわかり、暗視野は境目の段差がはっきり見え、微分干渉観察は段差が立体的に観察できている。

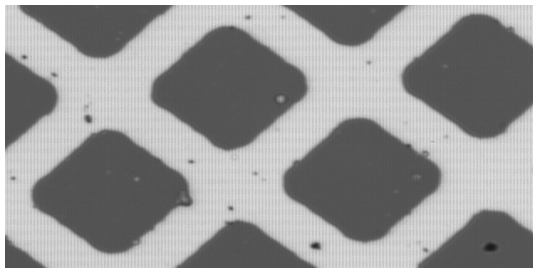


図 3 SiO₂100nm1000 倍 明視野

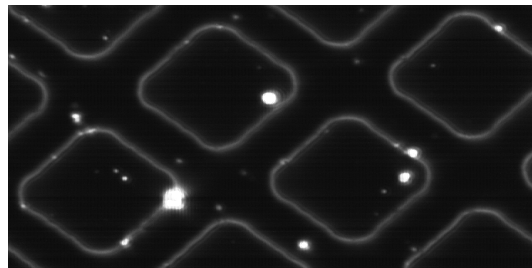


図 4 SiO₂100nm1000 倍 暗視野

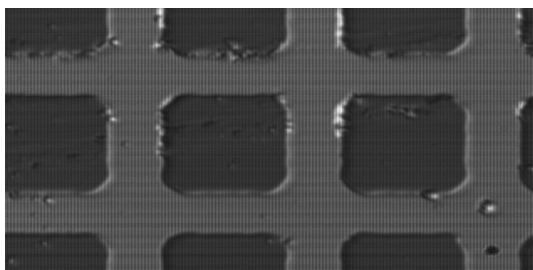


図 5 SiO₂100nm1000 倍 微分干渉観察

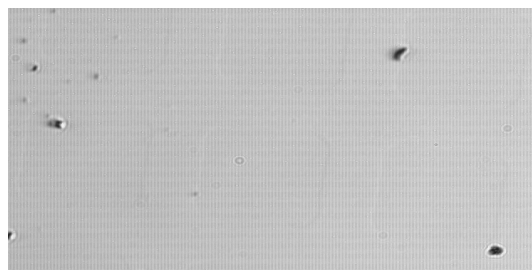


図 6 SiO₂5nm1000 倍 明視野

4.3 ステンレス鋼

下記の画像を印刷し直線を引き、結晶粒径を求めた。
また低温なほど結晶粒は大きくなり高温だと結晶粒は小さくなることわかる。

表 1 結晶粒径	
A[10 ⁻⁵ m]	B[10 ⁻⁵ m]
4.0	0.8
4.8	0.6
3.6	0.4
3.2	0.6
4.2	0.5
3.96(±0.54)	0.58(±0.13)

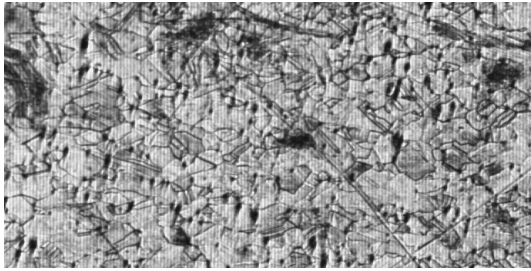


図 7 SUS304 A

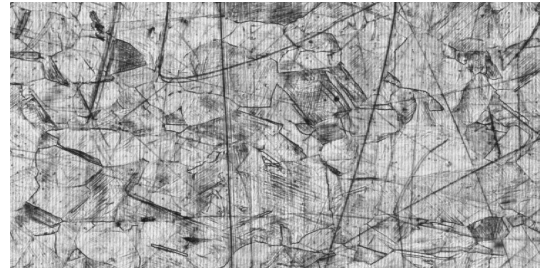


図 8 SUS304 B

4.4 CD/DVD

CD と DVD はデータが書き込まれている様子が確認できる
 BL についても観察を行ったが小さすぎて特に観察できなかった
 またこれらは BF で観察したものであり、DIC ではほぼ観察できなかった。
 CD のビットが大体 $10^{-6}m \times 2 \cdot 10^{-6}m = 2 \cdot 10^{-12}m^2$ なのでその逆数は $5.0 \cdot 10^{11}$
 DVD のビットが大体 $5.0 \cdot 10^{-7}m \times 10^{-6}m = 5 \cdot 10^{-13}m^2$ なのでその逆数は $2.0 \cdot 10^{12}$
 CD が 0.65GB, DVD が 4.7GB で約 8 倍に対し逆数は 4 倍なのでオーダーはあっている。これは目視の計算誤差だろう。



図 9 CD 1000 倍

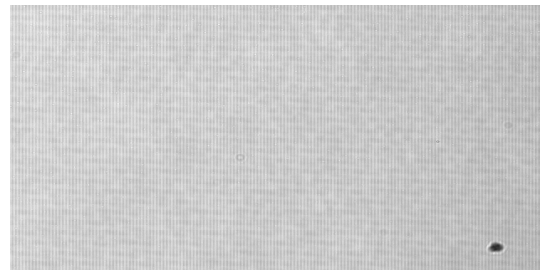


図 10 DVD 1000 倍

4.5 原子間力顕微鏡による試料の観察

4.5.1 SiO_2

AFM による SiO_2 の観察の結果は表 2 のようになる

4.5.2 Si

同様に深堀 Si 基板の観察の結果は表 3 のようになる
 以下の表よりエッチングが長いほどより溶けて彫りが深くなり高低差が大きくなるとわかる

表 2 SiO₂の膜厚 [nm]

5nm	10nm	20nm	50nm	100nm
7.867	18.03	34.81	72.10	99.05
8.152	15.48	34.14	71.15	98.62
9.485	18.08	33.58	72.81	97.79
3.473	15.59	33.26	71.43	98.11
10.60	17.91	34.85	72.47	96.07
7.915	17.02	34.13	71.99	97.93

表 3 Si の膜厚 [nm]

2sec	10sec
1584	2759
1671	2703
1586	2686
1531	2713
1656	2719
1606	2716

参考文献

- [1] 教科書
- [2] 光 の 当 て 方 の 違 い で 、 こ ん な に 変 わ る ! <https://www.olympus-lifescience.com/ja/support/learn/01/014/>
- [3] 安藤敏夫 高速バイオ原子間力顕 <http://biophys.w3.kanazawa-u.ac.jp/AFM-text.pdf>