

走査型プローブ顕微鏡のフロンティア

Frontier of Scanning Probe Microscopy

藤 田 大 介

Daisuke Fujita

(独)物質・材料研究機構先端の共通技術部門

キーワード：走査型プローブ顕微鏡，原子間力顕微鏡，走査型トンネル顕微鏡，放射光，フェムト秒

1986年 は高分解能顕微鏡法に携わる者にとって特別な年である。フリッツ・ハーバー研のルスカ (Ruska) が電子顕微鏡の開発と電子光学の基礎的研究に関する業績でノーベル物理学賞を受賞した。ルスカとクノール (Knoll) が電子顕微鏡を発明したのは1931年であり、実に55年後の受賞である。1986年のノーベル物理学賞が電子顕微鏡法に携わる者のみならず、当時の私のような表面科学の研究者にとっても特別であったのは実は同時受賞した二人である。IBM チューリッヒ研のビーニッヒ (Binnig) とローラー (Rohrer) は走査型トンネル顕微鏡 (STM) の設計開発の業績によりルスカと同時にノーベル賞を受賞した。STM 発明は1982年とされており、本年、2012年はSTM 誕生30周年の記念すべき年である。ノーベル賞の発表は例年10月に行われるが、私が参加した1986年秋のアメリカ真空学会ではSTM セッションでホットな議論が交わされたことを思い出す。一方、1986年はSTM から派生し、絶縁体表面を観察できる原子間力顕微鏡 (AFM) がビーニッヒ、クエート (Quate)、ゲルバー (Gerber) により発明された年でもある。

STM と AFM の発明後、様々な走査型プローブ顕微鏡 (SPM) 法が開発され、多元的計測が可能な先端的なナノスケール顕微鏡法として大きく発展した。対象は無機固体材料のみならず有機物質、分子、生体物質など多岐にわたる。SPM はナノスケールのみならず、真の原子分解能に到達した顕微鏡法であり、多様な環境に対応できる。ナノテクノロジーの進展に伴い、計測技術へのニーズが高度化するにつれ、形状、物性、機能をナノスケールで計測できる SPM への期待は益々高まっており、現在でも新しい SPM 手法の開発が進んでいる。本特集では「走査型プローブ顕微鏡のフロンティア」と題して、最先端 SPM 技術の最近の展開について第一線研究者の方々に執筆していただいた。

最初に、インレンズ方式の冷陰極電界放射走査電子顕微鏡 (FE-SEM) に組み込む小型の SPM (ペンシル型 SPM) の開発と応用事例について富取氏に紹介していただいた。試料ホルダー自体に SPM 機構を組み込んだことにより FE-SEM としての優れた空間分解能 (0.5 nm) を保持しつつ、同一表面の SPM 観察を実現するイノベーションである。EDX による元素分析機能や高温加熱機構も有しており、様々なナノマテリアルの多元的その場評価手法として実用化が期待される。

一方、ナノサイエンスの進展に伴い、量子過程などのダイナミクスの詳細な理解が求められており、ナノスケール空間分解能のみならず時間領域においても優れた分解能を有する SPM へのニーズが高まりつつある。最近、開発に成功したフェムト秒領域の時間

分解能を有する遅延時間型 STM の概要と応用事例について吉田氏らに紹介していただいた。STM の有する原子～ナノスケール分解能を保ちつつ、パルス光幅にのみ制限される優れた時間分解能で現象可視化できる新たなナノプローブ顕微鏡としてナノ物性解析への展開が期待される。

SPM の有する高空間分解能を保持しつつ、元素分析機能を兼ね備えることが出来れば、ナノスケール表面分析顕微鏡を実現できる。近年、このような究極の顕微鏡となる可能性を有する放射光励起走査トンネル顕微鏡 (SR-STM) の開発が進められており、放射光のエネルギー可変性を利用して内殻準位電子励起に起因する吸収スペクトルの測定が可能になり、ナノメートルスケールでの元素分析イメージングが実証された。開発の概要と今後の展望について江口氏らに紹介していただいた。非破壊かつ高分解能の顕微表面分析法として今後の進展が期待される。

高効率の有機薄膜太陽電池や極微電子デバイスの開発に伴い、表面の電位や電荷のナノスケール解析法が求められている。SPM の計測機能の多元性の一つとして、表面電位や電荷分布、接触電位差 (CPD) を顕微イメージングできる静電気力顕微鏡 (EFM) やケルビンプローブフォース顕微鏡 (KPFM) が挙げられる。特に KPFM は定量的な表面電位測定が可能であり、その測定原理、高感度測定法、応用事例について菅原氏に紹介していただいた。今後、高分解能化が進展するにつれ、原子分解能での表面電位や電荷分布の知見が得られ、表面反応、薄膜成長、電荷移動プロセス等の物理化学過程の理解に寄与するものと期待される。

SPM の優位性の1つとして、真空中や大気中のみならず液中での測定が可能であることが挙げられる。特に DNA に代表される生体超分子試料は液中での高分解能顕微計測が求められる。このようなニーズに対応して、近年、周波数変調 AFM (FM-AFM) により液中原子分解能が達成された。ここでは、大気中・ガス雰囲気中・液中などの多様な環境場において原子・分子スケールでの高分解能計測が可能な FM-AFM の開発の概要、応用例について粉川氏に紹介していただいた。高分解能観察に真空を要しないことから、実用化と多様な応用展開が期待される。

このように SPM は装置自体を研究者が設計・試作することが研究開発の主体となる分野である。研究者の独創性が主導する新しいコンセプトの顕微鏡法のなかから優れた性能を有する市販装置が企業と共同で開発され、新たな顕微鏡マーケットの開拓につながる。そのような日本発の SPM が実用化され、世界中に広まることにより、ナノテクノロジーやナノサイエンスの発展に寄与することを期待したい。