

2023/5/2更新

原子間力顕微鏡(AFM) 簡易マニュアル

光電子分光分析研究室

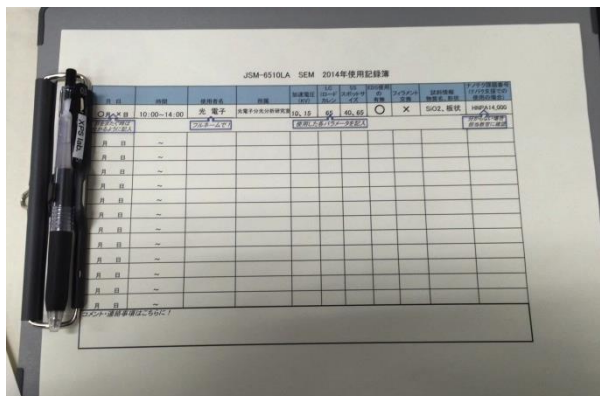
連絡先 鈴木啓太
吉田すずか 内線6882

装置利用のルール

以下の項目を必ず守って下さい

- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁
- 装置の故障・不具合を見つけたらすぐに職員に連絡する
- 装置を乱暴に扱わない
- 一人で装置を使用する者は必ず職員から初回講習を受ける
- 研究室の物を勝手に持ち出さない
- 貴重品の管理は各自です
- ソフトウェア・ハードウェア上のパラメータなどを変更した場合、後で必ず設定を元に戻す
- 分析装置PCに直接自分のUSBなど記録メディアを差し込まない。研究室専用のUSBを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す
- 試料は専用のシャーレセルに載せる
- シャーレセルを汚したら、必ず洗浄する
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。予約時間からずれ込む場合は予約を事前する
- 深夜早朝祝休日に使用してトラブルがあった場合、研究室入口ドアの横の緊急連絡先まで連絡し、職員の指示を仰ぐ
- 装置使用中の故障・トラブルは全て貴研究室が責任を負う事
- 学生は装置利用について自分の指導教官に必ず知らせておく
- 大きすぎる試料、重すぎる試料を勝手にステージに載せない。心配な試料は事前に職員に相談する事

装置使用の前に



使用記録簿に名前や開始時刻等を記入。使用後に終了時刻等を記入。予約時間とずれ込む場合は必ず先に予約を変更して下さい

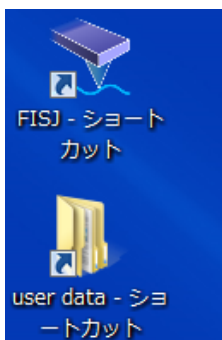
装置PCへ置かれているデータの保障はしませんが保管する場合はデスクトップ上の「**user data**」フォルダの中に研究室単位でまとめて管理する事。データの取り出しはデータ移動用USBを使い、装置PCから隣のデータ移動用PCに経由させ、各自の記録メディアに保存して下さい。**装置PCに各自のUSBを差し込む事は禁止です**



データ移動用PC



データ移動用USB



必要な道具は**AFM box**に入っています。**AFM・DFMカンチレバーホルダー**と**スキャナー**はそれぞれのケースに入っています

カンチレバーは1本単位で販売していますのでご相談下さい

装置の立ち上げ



メイン電源

コンセントタップのメイン電源をON
SPI3800Nの電源スイッチをON
ステージランプ、装置PC、モニタ電源をON



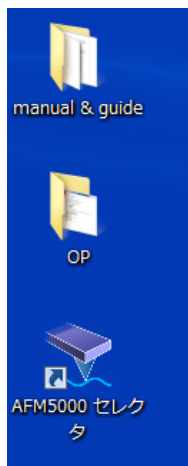
SPI3800N電源

PCが立ち上がったらデスクトップ上の「**AFM5000 セレクタ**」を起動。ウィンドウが出たら使用する測定モードを選択し、OKをクリック

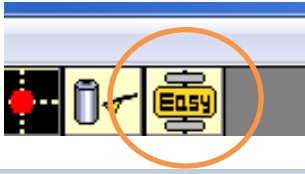


ステージランプ電源

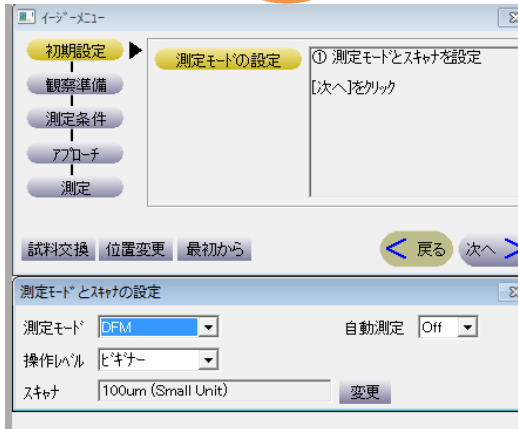
デスクトップ上の「**manual & guide**」にはメーカーのマニュアルやAFMについての詳しいガイド資料があります。参考になるのでぜひ読んでみてください。コピーは禁止です



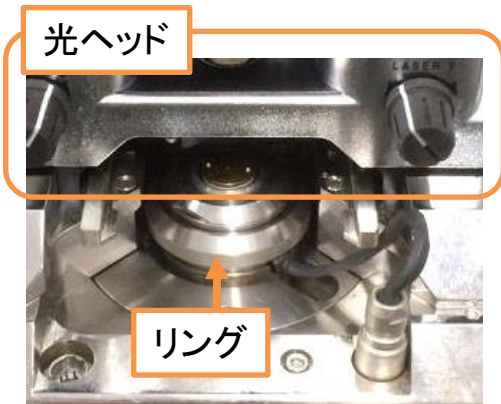
測定(Easyメニュー、初期設定)



測定の手順を指示してくれるEasyメニューを利用します。アイコンの「Easy」をクリック



初期設定として、測定モードを選択します。自動測定をOnにします。使用するスキヤナのタイプを「**20 μ m (Small Unit)**」か「**100 μ m (Small Unit)**」から選択し、次へをクリック



20 μ m : 可動範囲 20 μ m角 \times 1.5 μ m高さ
制御分解能 0.3nm(XY)、0.023nm(Z)

100 μ m : 可動範囲 100 μ m角 \times 15 μ m高さ
制御分解能 1.5nm(XY)、0.23nm(Z)

必要に合わせてスキヤナは自分で変更してください



- ① 光ヘッド部を後退させる
- ② スキヤナを締めているリングを外す
- ③ コネクターを外す(慎重に！壊れます！)
- ④ スキヤナを取り外して交換。コネクターとリングを付け直す(スキヤナ本体はケースに戻す。慎重に扱って下さい。スキヤナに**衝撃を与えると故障します！**)



測定(Easyメニュー、観察準備)

試料のセット

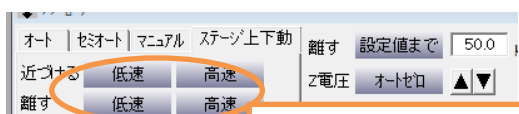
光ヘッドを後退させて、ステージを安全な位置まで下げてから試料をセット

試料はシャーレセルの上に載せる。不安定なもの、小さいもの、導電性のないものは銀ペーストなどを使用して固定しましょう。ご相談下さい
試料サイズは厚み10mmまで。横幅はシャーレセルに安定して置けるサイズまで



シャーレセル

試料を載せた時、試料高さがこの縁の高さを超えないようにステージを下げる

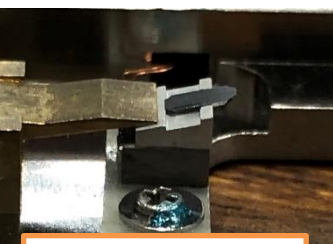


ステージ上下動



光ヘッド固定ネジ2個

CCDカメラフォーカス



カンチレバーのお尻を段差のところとピタリと合わせる



静電気除去ブロー

光ヘッドを前進させてユニットに固定し直します。CCDカメラのフォーカスを調整して試料を観察し、シャーレセルを動かして測定位置を大まかに調整してください

カンチレバーのセット

カンチレバーホルダー(AFM用 or DFM用)にカンチレバーを固定します。カンチレバーを取り扱う際は、静電気除去ブローを使用して下さい

光ヘッドを再度後退させ、ホルダーをユニットに設置。光ヘッドを再度前進させ、ネジで固定

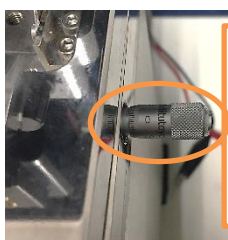
カンチレバーの種類を設定

測定(Easyメニュー、観察準備)



DIF・FFM
つまみ

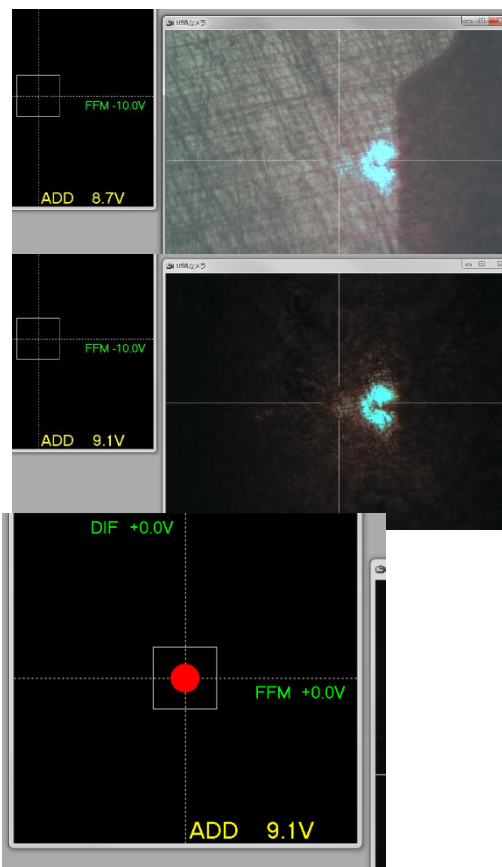
レーザー
XYつまみ



光ヘッド位置調整
マイクロメーター
(ユニット左側と奥側にある)

光ヘッド固定後、目視で試料がカンチレバーにぶつからない程度にステージを近づけます。さらにCCDカメラの映像でフォーカスをカンチレバー(の少し下)に合わせ、「低速で近づける」でギリギリまでステージを上げます。また改めて測定箇所がカンチレバーの先端に来るよう、光ヘッドの位置を微調整します

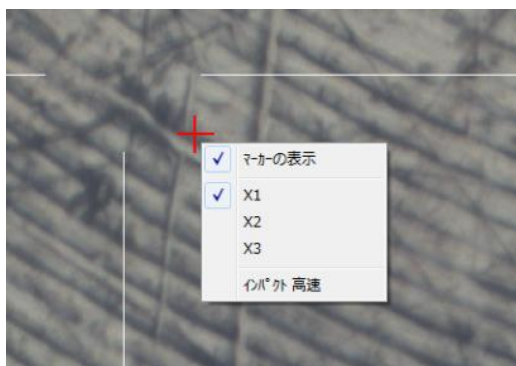
光ヘッド位置調整マイクロメーターの回し過ぎ注意。空回りしたら戻して下さい！



光軸調整

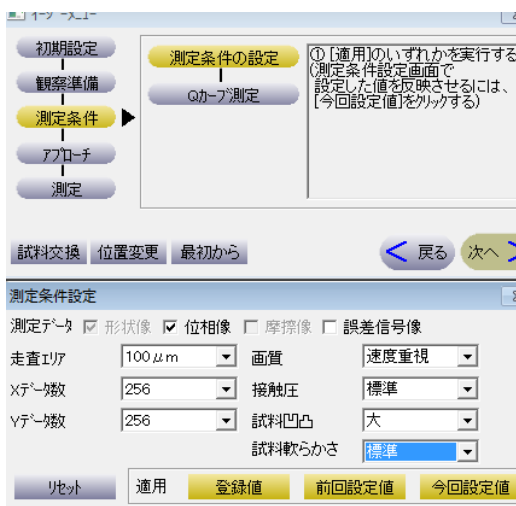
- ① レーザー光をカンチレバーの先端より少し後ろ辺りに来るよう、XYつまみで調整
- ② ライトを消す
- ③ レーザー位置モニタのADD電圧値が最大値になるよう、XYつまみを微調整
- ④ レーザー位置モニタの赤丸をADD値が落ちない方向にDIF・FFMつまみをそれぞれ回して、センター枠内に収める
- ⑤ 防音カバーをゆっくり締める

測定(Easyメニュー、測定条件)



CCDカメラ映像について

画像上を右クリックでマーカーを表示したり、表示倍率を変える事が出来ます。位置を細かく指定したい場合使います(CCDの倍率はx1の全画面表示で約180倍)



測定条件の設定

測定データ、走査エリア、試料タイプなどについて設定し、今回設定値をクリック(登録しておいて呼び出す事も可能)

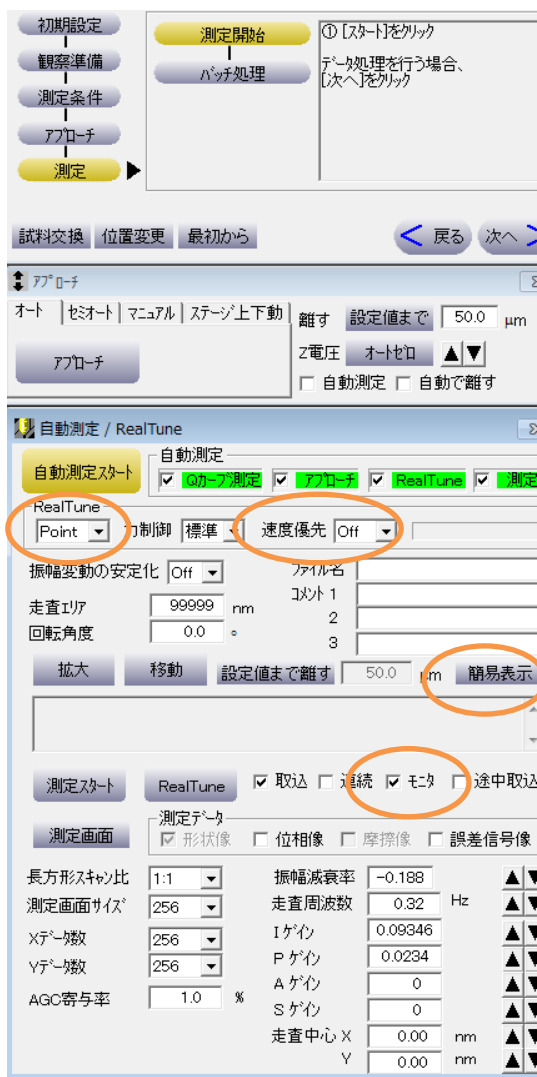
位相像：DFM測定時、試料表面の吸着や粘弾性を反映したカンチレバー振動の位相のズレの分布を表現。形状は同じでも組成の違いがあるとコントラスト差が見える
誤差信号像：カンチレバー振幅の変化を表現。形状像を微分化したような像でエッジが際立って見える



Qカーブ測定(DFMのみ)

自動的にQカーブ測定が始まります。現れる黄色いグラフが比較的対称性の良いピークなら問題ありません。ピークがおかしい場合はカンチレバー付け直し

測定(Easyメニュー、自動測定)



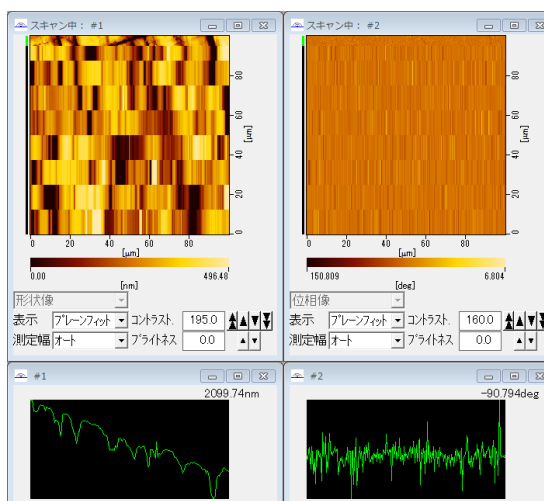
自動測定

自動測定の場合、RealTune機能で各種ゲインなどの最適値を見つけられます。RealTuneの精度は「Point」より「Area」の方が良いですが時間が掛かります。速度優先は**On**に変更。**詳細表示**をクリックすると各種パラメータが確認出来ます。

自動測定スタートでQカーブ測定、アプローチ、RealTune、測定を実行します

測定は初めにエリア内で8つのダミースキャンを実行してから本スキャンが始まります。モニタにチェックをつけておくとスキャンしたラインのモニターが出来ます。画像はコントラスト・ブライトネスを調整して見やすい色合いして下さい

試料交換、測定位置タブを押すと必要な手順に戻ります。**試料移動等は必ずカンチレバーを十分離して行う事**



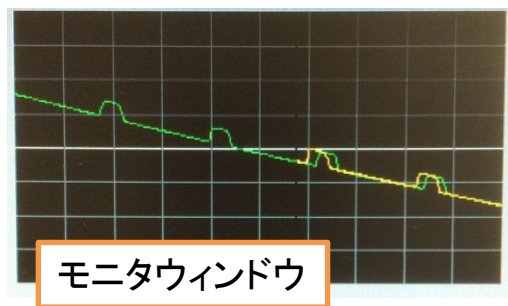
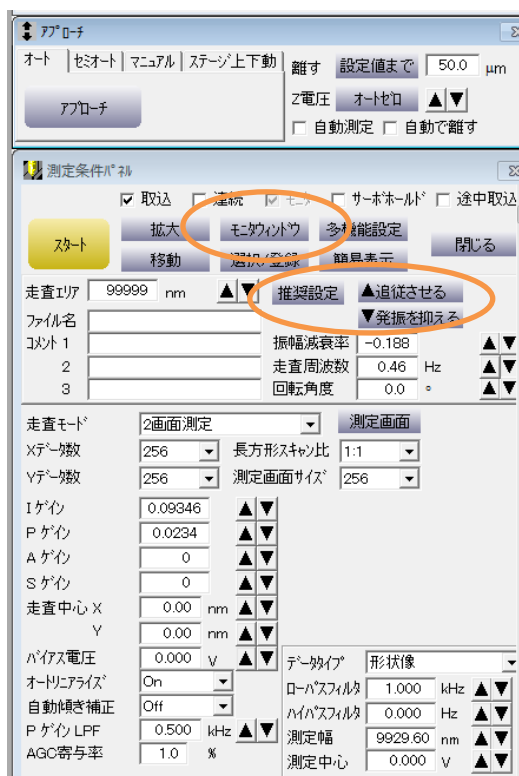
測定(Easyメニュー、手動測定)

手動測定

自動測定Offの場合、各種ゲインなどの調整を自分で行います

- ① Qカーブ測定後にオートアプローチ実行
- ② アプローチ後、測定条件パネルのモニタウィンドウを開き、スタートをクリック
- ③ スキャンが継続して行われます。スケール等は見やすいよう調整し、緑と黄色のライン走査の形状が一致するようにゲインを調整します。「推奨設定」をクリックし、推奨値から始めて「追従させる」で形を追従させ、ラインが発振してきたら「発振を抑える」で発振しないよう調整します

詳しくは「manual&guide」フォルダのQuickGuideを参考にしてください



走査エリアと走査周波数等の目安(20 μm スキャナ利用、表面凹凸が数十nm程度のサンプルの場合)

走査エリア(nm)	200	500	2000	10000
走査周波数(Hz)DFM時 AFM時は倍の値を推奨	3	2	1	0.5
Iゲイン	0.15	0.20	0.30	0.40
Pゲイン	0.05	0.10	0.15	0.20

測定が上手く行かない場合

詳しくは「manual&guide」フォルダのUser's Guide参照

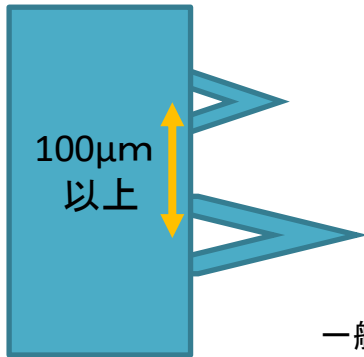
- 光軸調整が上手く行かない。どこにレーザー光があるか分からない
レーザー光が出ていない場合、セットアップメニューから出す。目視でレーザー光が大体どこに当たっているか確認。試料の高さがカンチレバーから離れすぎている場合レーザー光が発散して見えます、もっと近づけましょう。ステージランプが明る過ぎるとその反射光でADDの電圧値がMAXになります、暗くしましょう。
- Qカーブが歪
カンチレバーを交換。静電気対策。カンチレバーホルダーのカンチレバーを置く台付近を綿棒とエタノールを使って洗浄する
- そもそも上手く測定出来ているかどうか分からない
測定範囲や回転角度や走査周波数を変えて整合性のある像が測定出来ているか確かめる
- 走査途中から全く形状が取れなくなった
振幅減衰率を負に大きくして再測定。または静電気対策をする。それでもダメな場合は凹凸が大きすぎます。スキャナを100 μ mに変更
- 像に周期的なノイズが現れる
除振台が浮いているか確認し調整する。または静電気対策
- 微小領域を測定中、画像左端がひずむ
走査の往復運動が原因で起きるので避けるのが難しい症状です。クリップ機能でカットしてください
- 特定の方向に伸びたような画像、またはダブった画像になる
サンプルの固定が不十分か、カンチレバーにゴミが付いています(交換必須)。
固定にペーストなどを使っている場合は完全乾燥させる。カンチレバーは新品を使う



除振台(浮いている)

カンチレバーについて(補足)

AFMのカンチレバー
(SN-AF03)

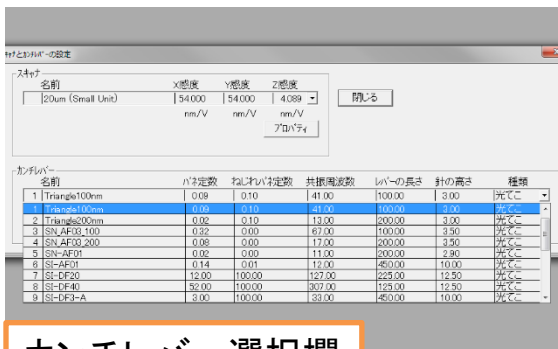


← SN-AF03-100 短い針

← SN-AF03-200 長い針

一般的には硬いサンプル向けの短い針(SN-AF03-100)推奨
軟らかいサンプルの場合は長い針(SN-AF03-200)推奨

バネ定数 SN-AF03-200 < SN-AF03-100

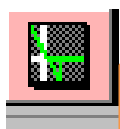


カンチレバーの種類の選択肢の中に使用したいカンチレバーの種類がない場合は、追加することが出来ます

その場合はスタッフを呼び、指示に従って追加してください

カンチレバー選択欄

フォースカーブ測定



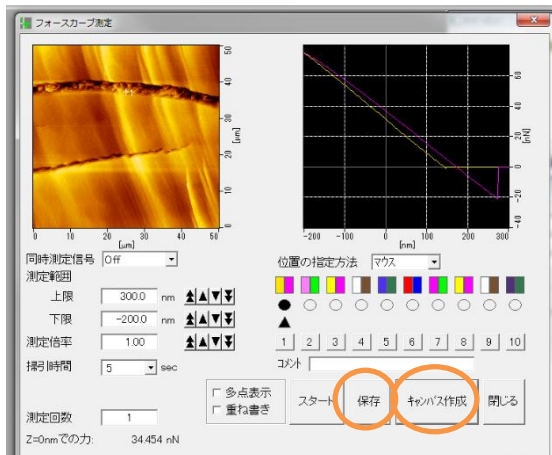
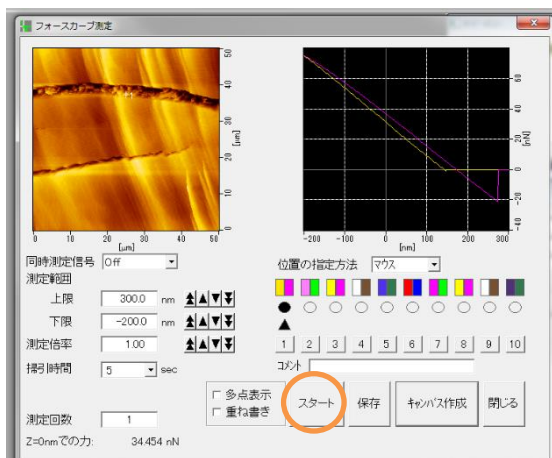
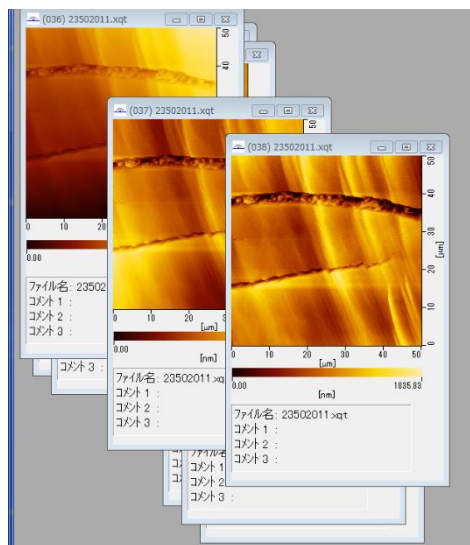
フォースカーブ

スキャナを上下動させ、探針・試料間距離とカンチレバーに働く力（たわみ量）との関係をプロットした曲線をフォースカーブと呼び、探針・試料間に作用する吸着力や、試料の硬さに関する情報が得られます。

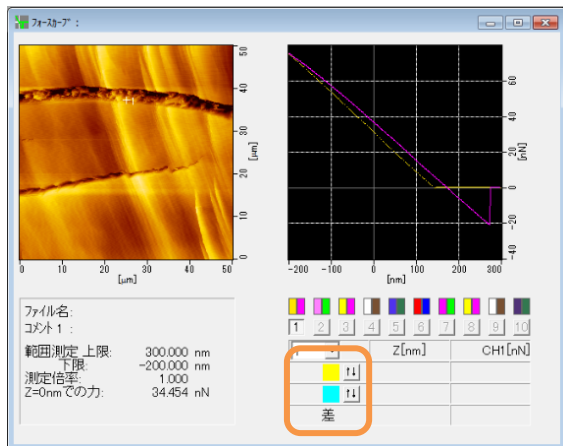
AFM測定後にフォースカーブを実行

フォースカーブの測定時のカンチレバーは短針推奨

- ① AFM測定後、測定条件パネルのモニタウィンドウを閉じ、フォースカーブのアイコンをクリック
- ② フォースカーブのウィンドウを開いたら測定したい箇所をマウスで指定
- ③ 次に測定範囲の上限・下限など状況に応じて設定する
- ④ スタートを押す
- ⑤ 測定終了後に保存を押して、オリジナルデータを保存してからキャンパスを作成する



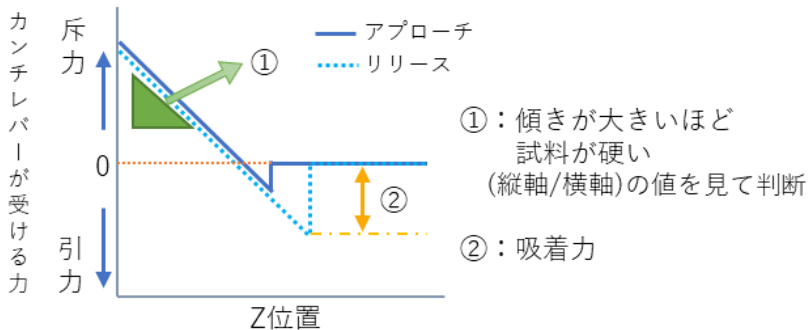
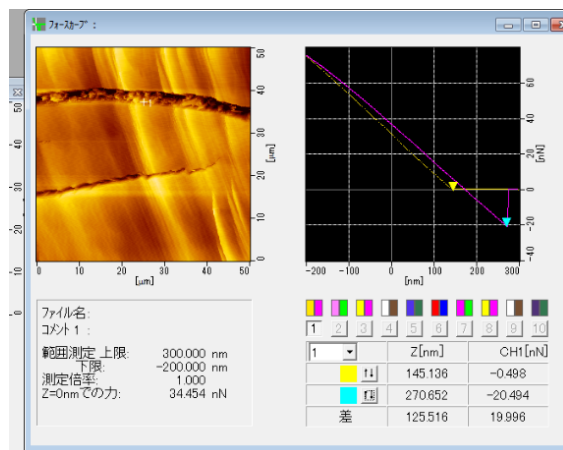
フォースカーブ測定(キャンパス)



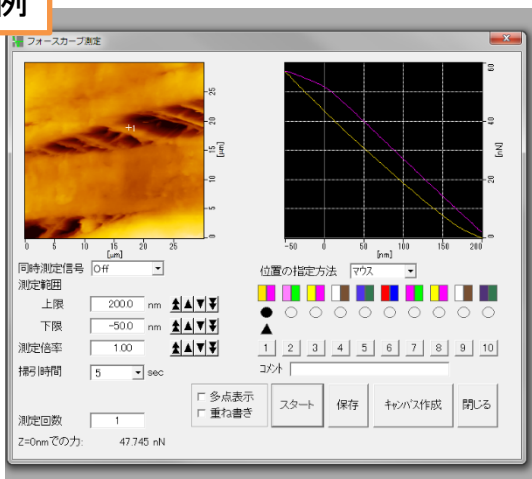
⑥ フォースカーブのキャンパス上の黄色または水色のアイコンを押すと差を出ることができる

詳しくは「manual&guide」フォルダ

のQuickGuideを参考にして下さい



悪い例

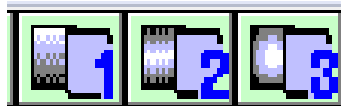


- ・形が歪
- ・吸着力が見られない
- ・ノイズが走っている

など

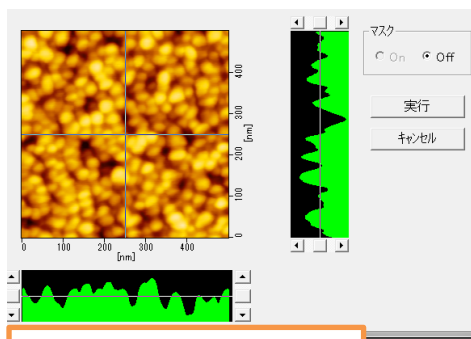
データ処理1

詳しくは「manual&guide」フォルダのUser's Guide参照

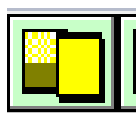


・1次～3次傾き補正

広い領域で測定すると試料自体の傾きやスキャナの運動に基づく傾きがデータに載ります。必要に応じて処理して下さい。メニューの【ツール】からは【エリア指定傾き補正】や【マニュアル傾き補正】なども実行出来ます

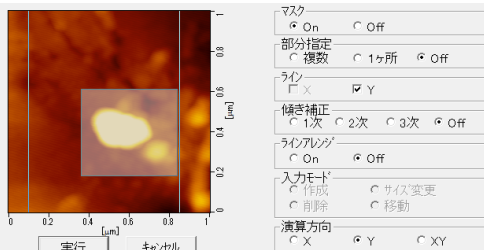


マニュアル傾き補正



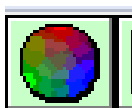
・フラット処理

1ラインごとのバラついた傾きについて補完してくれます。突起や穴の形状があると逆に画像が歪む場合があるので必要に応じて処理する事。

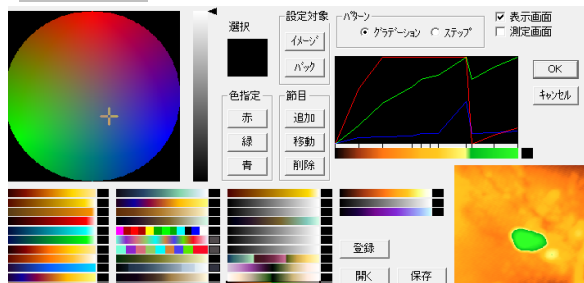


補完する為に使うデータ位置を調整したり(2つの縦のラインの位置を変える)、【ツール】の【マスク】機能で予め処理から除外するデータ範囲を指定しておく事で上手く行く場合があります

マスクをOnにしたフラット処理

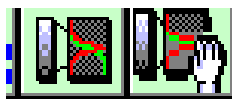


・カラー選択 好きなカラーバーを作成する事が出来ます。



特定の高さだけを色分けするなどの指定が出来ます

データ処理2



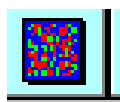
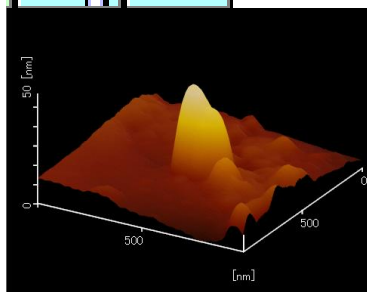
- ・ トーン調整

Z高さへの表示色の割り付けを自動・手動で変更出来ます



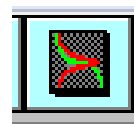
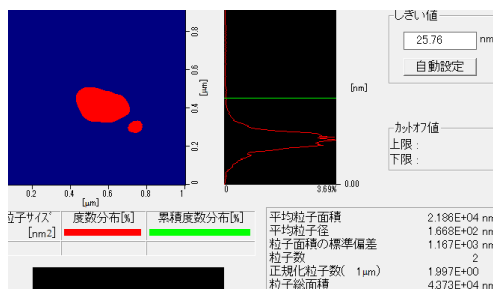
- ・ 描画条件の設定

形状像の3次元描画の設定をし、実行ボタンで描画出来ます



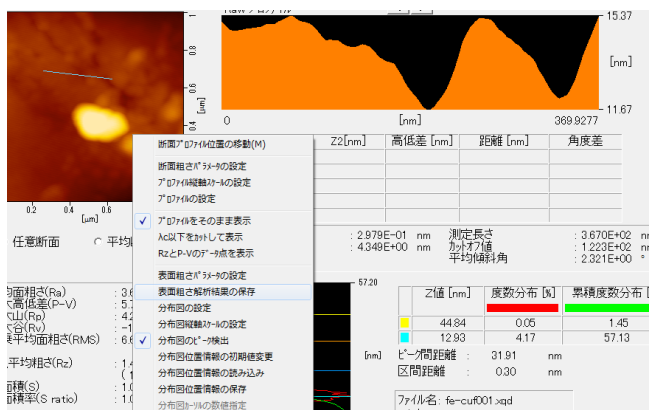
- ・ 粒子解析

Z高さに閾値を設定して粒子を認識させ、各種の統計量を解析できます



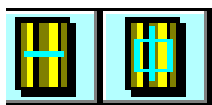
- ・ 表面粗さ解析

面粗さについての各種解析結果が見れます。任意断面や平均断面についても解析データを確認出来ます。プロファイル上で高低差や距離を確認出来ます。右クリックすると解析エリアを設定出来たり、結果テキストの保存が出来たりします

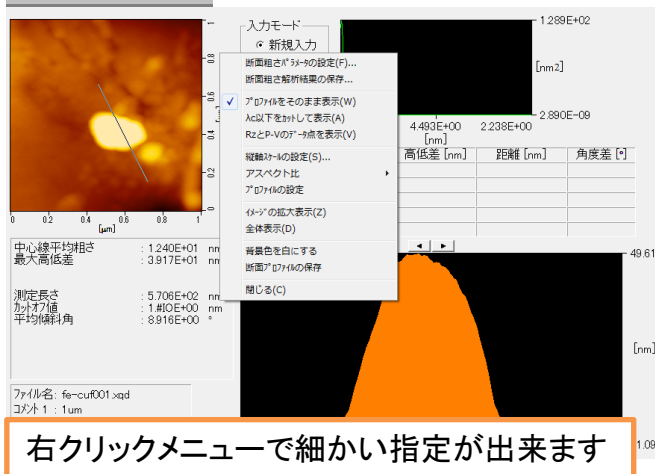


右クリックメニューで細かい指定が出来ます

データ処理3



- ・任意断面、平均断面プロファイル



指定した断面のプロファイル、または指定した領域内の指定した方向の平均断面のプロファイルを得る事が出来ます。各種断面粗さのパラメータも確認出来ます。右クリックで各種表示の切り替えや保存などが可能です

- ・その他ツール内メニューについて

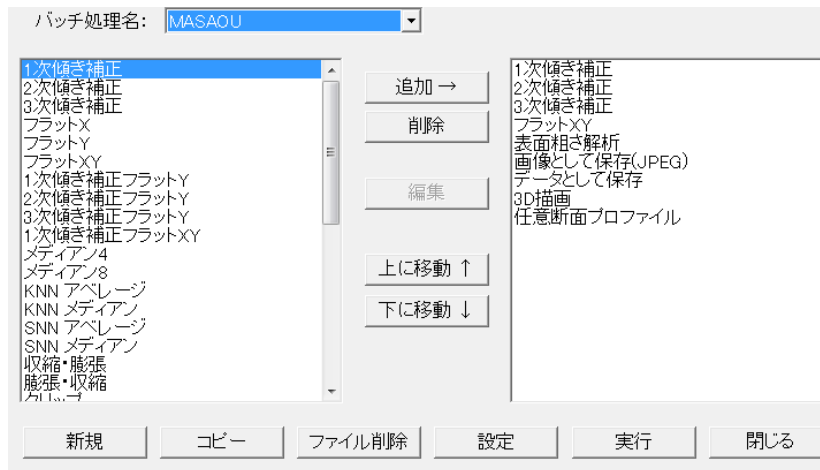
【FFT】：原子像測定の際に使います。指定した周波数範囲の信号を選択的に抜き出したり、カットする処理が出来ます

【ローカルフィルタ】：ノイズ除去やスムージングなどの処理が可能

【クリップ】：取り込んだ画像のトリミングや拡大表示が出来ます

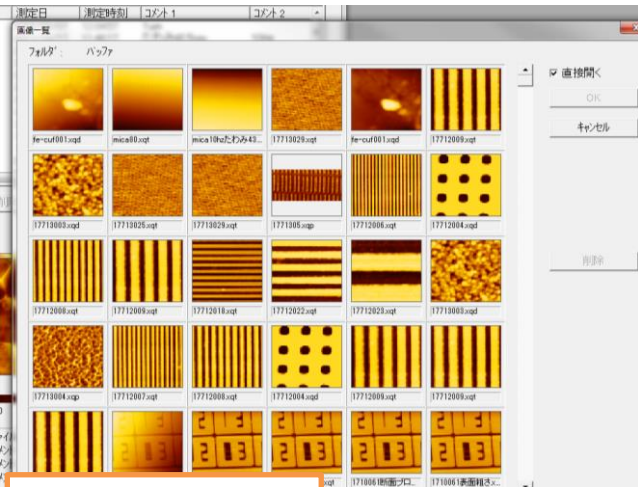
【ラインエディット】：走査方向に現れたノイズなどを上下のラインデータから補間します

【プレーンエディット】： unnecessary Z高さのデータをカットします

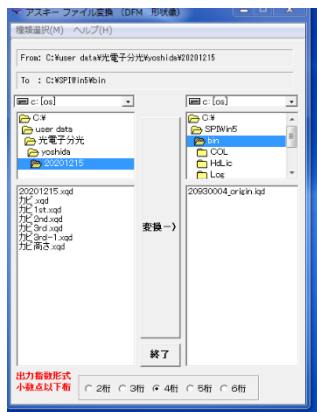
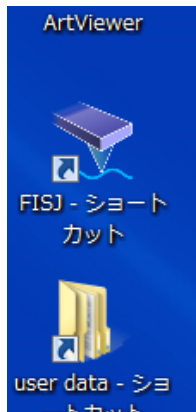


・バッチ処理について
メニューのバッチで、各種データ処理についてのバッチを作成出来し、実行する事が出来ます

データ保存



バッファ画像一覧

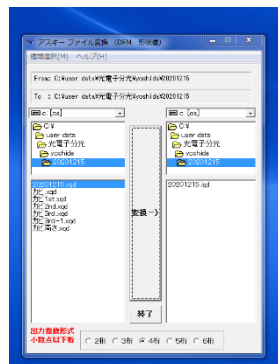
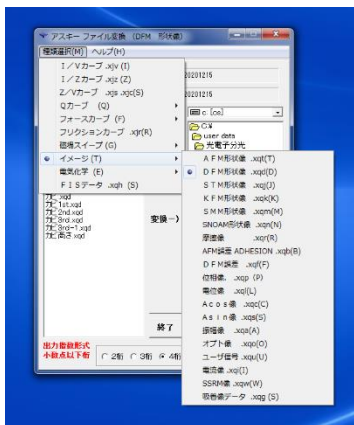


データの保存はデスクトップ上の「user data」フォルダの中に研究室単位でまとめて管理して下さい。画像(.tifなど)と元データ(.xqtなど)を、行ったデータ処理内容が分かるようにそれぞれ保存しておくが良いです。バッファから取得したデータの一覧が見れます

デスクトップ上にあるアスキー変換プログラム【FISJ】を使うと、画像データやカーブデータをテキストファイルに変換する事が出来ます

変換したいファイル(右側)とファイルの保存先(左側)を選び、種類選択(上側)で変換したいファイルの種類を選択します

変換したい小数点の桁数を下段で選んだら変換ボタンを押して、出力して保存します



終了手順

- ① Easyメニューを終了します(×ボタンクリック)
- ② 【ファイル】メニューからSPIWinの終了を選択。保存しなかったデータについて保存するか確認されます
- ③ 保存パラメータについて確認されます。スキャナ感度とカンチレバー情報だけで終了します。
- ④ ステージZ軸が下がり始めます。適当なところ(5秒ぐらい)まで下げてから停めます
- ⑤ 防音カバーを開けて、光ヘッドを外して後退し、カンチレバーホルダーとサンプルを回収。カンチレバーを外したらカンチレバーホルダーはケースに片づける。シャーセルは汚した場合洗浄してからboxに戻す
- ⑥ 光ヘッドを前進させ、ユニットに付け直し(ネジ固定しなくて良し)、防音カバーを再び閉じる
- ⑦ データ移動用USBでデータ回収後、装置PCはシャットダウン。ディスプレイOff。ステージランプOff
- ⑧ SPI3800N電源Off。コンセントタップのメイン電源Off
- ⑨ ログノートに終了時間等を記入。机周りを整頓確認