



操作手順書

PeakForce QNM™

<対応システム>
Dimension™ Icon
MultiMode®8
BioScope-Catalyst

ソフトウェア: Version 8.1 以降
コンピュータ OS: Windows XP

ブルカー・エイエックスエス株式会社
ナノ事業部 アプリケーショングループ
2011年1月

はじめに

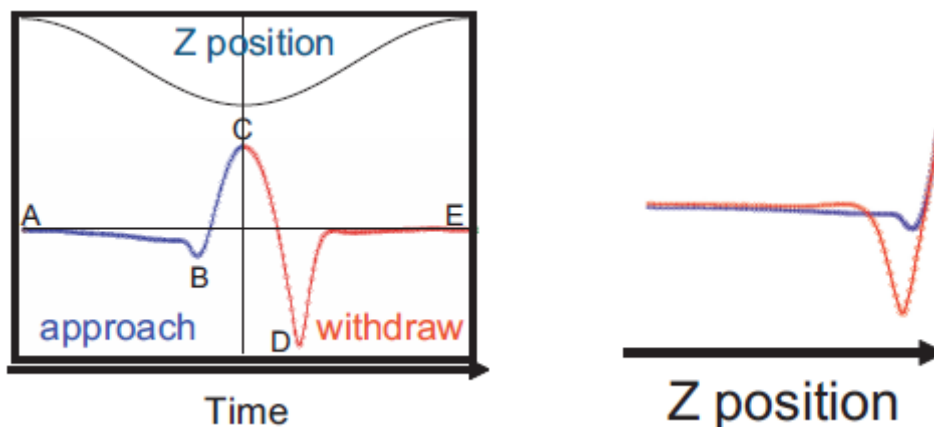
この手順書は、「Dimension™ ICON」あるいは「MultiMode®8」システム（ソフトウェア Version 8.1 以降）において、Scan Asyst モード測定の実行方法を対象に記述されています。ScanAsyst モード測定の詳細については、「ScanAsyst モード簡易操作マニュアル」をご参照ください。

このほか、PeakForceQNM モードに関しては、英文マニュアル
004-1036-000_PeakForceQNM_UserGuide
が納品されています。本手順書より詳しい資料となりますので、ご参照ください。

測定原理

ScanAsyst モードや PeakForce QNM に共通の要素技術は Peak Force Tapping です。その動作原理の概要を説明します。測定チャンネル（Modulus、Adhesion、Dissipation、Deformation）については、p12 PeakForce QNM チャンネルについて をご覧ください。

PeakForceTapping モードは、イメージ中のすべてのピクセルでかなり高速にフォースカーブを描き、フォースカーブごとの最大インタラクションフォース（相互作用力）がイメージングのフィードバック信号として使われます。PeakForceTapping モードは、Z ピエゾを Icon、Multimode では約 2kHz、Catalyst では約 1kHz の周期で、150nm の振幅（デフォルト）で振動させます。フォースカーブデータの解析はプローブがサンプルから離れ宙に浮いている間に実施され、形状像と同じ分解能で複数の機械特性が同時にマッピングできます



測定手順

数値算出のためには、プローブのキャリブレーションが必要です。
キャリブレーション方法は 2 種類あり、詳細は p15 をご覧ください。

1 システムの起動

2 測定モードを選択

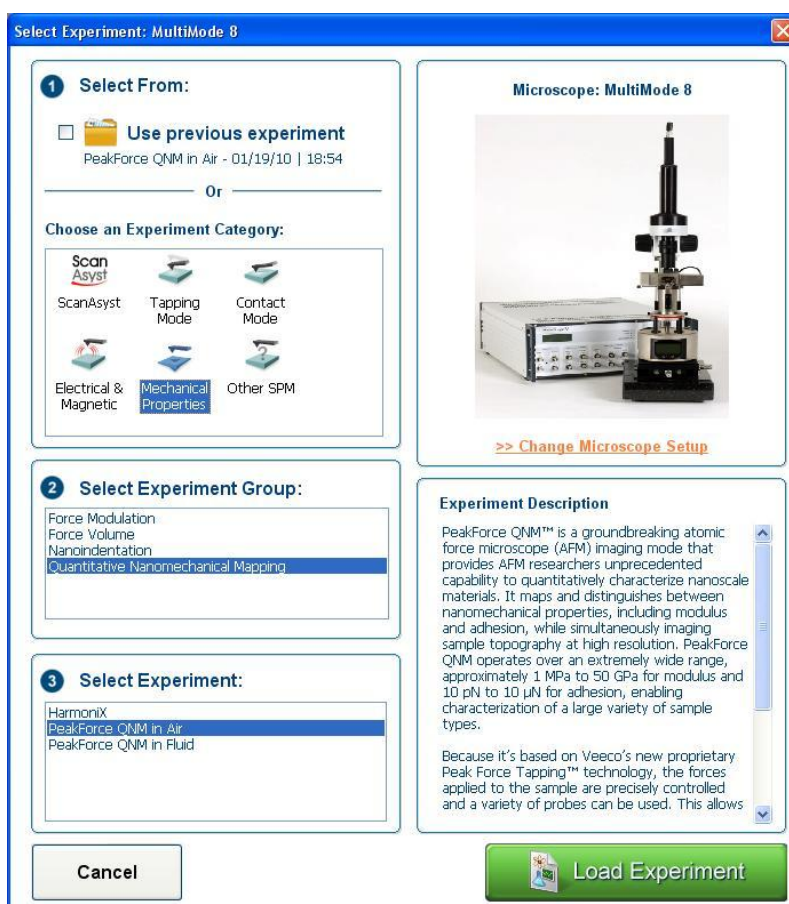
2.1 Select Form→Mechanical Properties を選択

2.2 Select Experiment→Quantitative Nanomechanical Mapping

2.3 Select Experiment→PeakForce QNM in Air (液中で行う場合は in Fluid を選択する)

2.4 Load Experiment ボタンをクリックする

→ソフトウェアが起動し、Parameter、image 画面などが表示されます。



3 必要に応じ、スキャナファイルを再選択

Tools/Select Scanner でダイアログボックスが表示されます。使用するスキャナファイルを選択し、OK ボタンを押します。→2 に戻り、再度 QNM を選択する。

4 プローブの選択

QNM 測定で弾性率を評価する際、プローブの選択が重要となります。

弾性率を適切に測定するためには、サンプルを必要量変形する必要があります。その荷重を与えるために、プローブは、サンプルの弾性率に応じて選択する必要があります。

下表は Bruker で推奨するプローブです。これに限らず他の種類のプローブをお使いいただくことも可能です。PeakForceTappingモードでは、カンチレバー裏面に反射膜コートが付いているプローブをお使いいただくことをお勧めします。

Sample Modulus (E)	Probe	Nominal Spring Constant (k)
1 MPa < E < 20 MPa	ScanAsyst-Air	0.5 N/m
5 MPa < E < 500 MPa	Tap150A, P/N MPP-12220-10	5 N/m
200 MPa < E < 2000 MPa	Tap300A (RTESPA), P/N MPP-12220-10	40 N/m
1 GPa < E < 20 GPa	Tap525A, P/N MPP-13120-10	200 N/m
10 GPa < E < 100 GPa	DNISP-HS	350 N/m

プローブ詳細は、BrukerProbes、<http://www.brukerafmprobes.com/> をご覧ください。

5 プローブの取り付け

大気中用のフォルダに取り付けます。

タッピングモード用のフォルダ内蔵のピエゾ素子は使わないので、コンタクトモード用のプローブフォルダもお使いいただけます。

6 レーザ調整

6.1

通常通り、レーザスポットがカンチレバーの先端に照射されるように調整します。

V字タイプのカンチレバーでは、総受光量 (SUM) が最大になるように調整を行うとよいでしょう。

6.2

レーザスポットが光検出器の中央に照射されるように調整します。

・MultiMode®8 の場合は、ベースのモード切り替えスイッチは AFM&LFM にします。

7 サンプルの固定、Engage 前の準備

7.1 ハードウェア側

通常通りサンプルをセットし、MultiMode の場合はチップとサンプルの距離を近づけます。Icon の場合は、Align と Navigate コマンドを使い、調整を行います。

7.2 パラメータ側

Engage 初期パラメータを設定するときの、ポイントをまとめます。

●Scan タブ

ScanSize: 小さな値。0nm あるいは 100nm など。

ScanRate: 0.5~1Hz

●Other タブ

PeakForceEngageSetpoint: 0.15V (typical)

場合によっては、下げてもよいです。Engage 中、サンプル表面を検出する Setpoint をこのパラメータで決めるため、数値を小さくするとフォルスエンゲージの確率が増えます。

●Feedback タブ

ScanAsyst Auto Control: ON

測定中に Individual、OFF に変更することができます。

必要に応じて、PeakForce Setpoint、Feedback Gain はマニュアルで設定するとよいでしょう。

●Channel タブ

Channel	1	Scan	Man	Scale	50.00 nm	RT Plane Fit	Line
Data Type	Height Sensor	Direction	Retrace	Center	0 nm	OL Plane Fit	None
Channel	2	Scan	Man	Scale	0.2000 V	RT Plane Fit	Offset
Data Type	Peak Force Engr	Direction	Retrace	Center	0V	OL Plane Fit	None
Channel	3	Scan	Man	Scale	128.0 Arb	RT Plane Fit	None
Data Type	DMT Modulus	Direction	Retrace	Center	0 Arb	OL Plane Fit	None
Channel	4	Scan	Man	Scale	32.00 log(Arb)	RT Plane Fit	None
Data Type	LogDMT Modulus	Direction	Retrace	Center	0 log(Arb)	OL Plane Fit	None
Channel	5	Scan	Man	Scale	500.0 mV	RT Plane Fit	None
Data Type	Adhesion	Direction	Retrace	Center	0V	OL Plane Fit	None
Channel	6	Scan	Man	Scale	101.1 nm	RT Plane Fit	None
Data Type	Deformation	Direction	Retrace	Center	0 nm	OL Plane Fit	None
Channel	7	Scan	Man	Scale	16.00 Arb	RT Plane Fit	None
Data Type	Dissipation	Direction	Retrace	Center	0 Arb	OL Plane Fit	None

Adhesion、DMT Modulus、LogDMT Modulus、Deformation、Dissipation は、オフセット等でフィッティングしていない生データが必要となるため、OL Plane Fit は None にします。RT Plane Fit は測定中に見やすいように調整してください。

8 測定開始

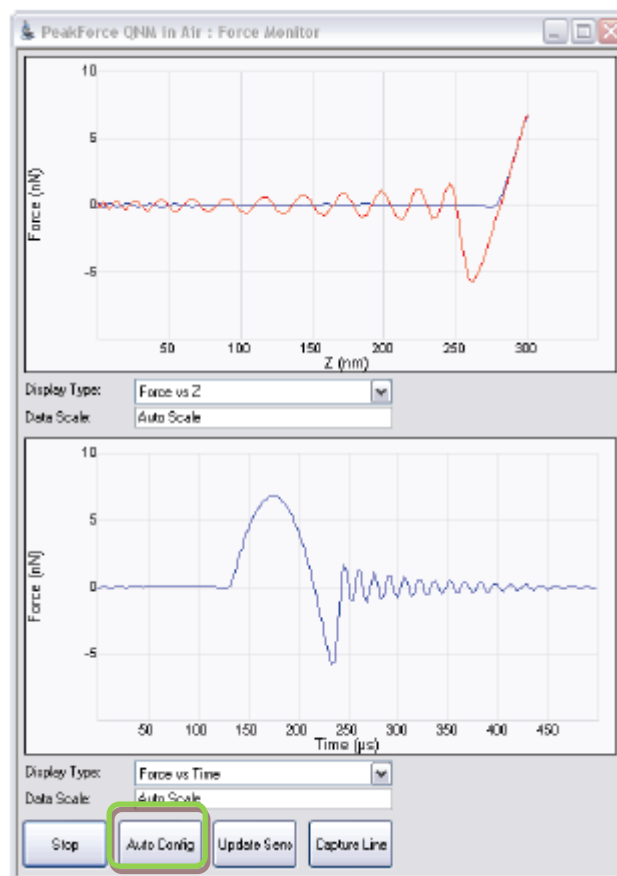


Engage アイコンをクリックし、測定を開始します。

サンプル表面を検出するとビーブ音となり、Force Monitor にグラフが表示されます。ここで表示されるフォースカーブを元に、Modulus、Adhesion などの数値を計算しますので、どのような波形が測定されているかが重要なポイントとなります。

まず始めに、表面をトラッキングし、形状が適切に測定できることを確認します。
そののちに、押し込み量を調整し、必要な Modulus が得られるように調整します。

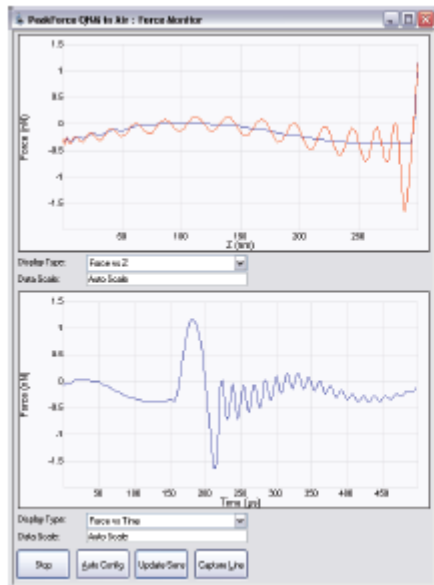
8.1 形状の測定



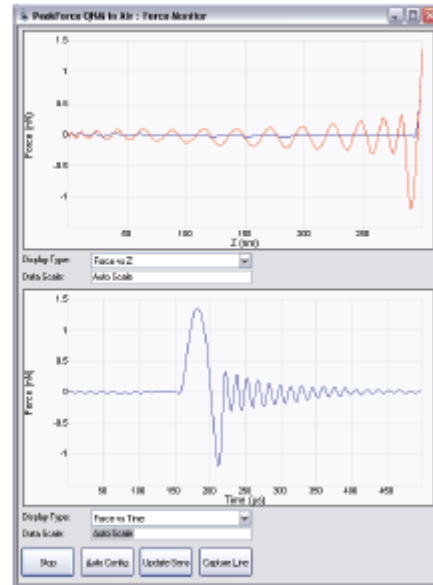
●表面のトラッキング

上記のようなグラフは、高い弾性率のサンプルを柔らかいカンチレバーで測定したときに見られる一般的な波形です。サンプルに接触した部分では、ほとんど押し込みがみられず、カンチレバーが反っているのがわかります。一方、このような波形が得られるときには、サンプル表面に適切にアプローチできており、表面形状は正確にトラッキングできています。

上記のような波形が得られない場合は、AutoConfig ボタンをクリックします。フォースカーブを検出するタイミング(ノイズフィルタの調整など)を取り直し、波形が変化します。



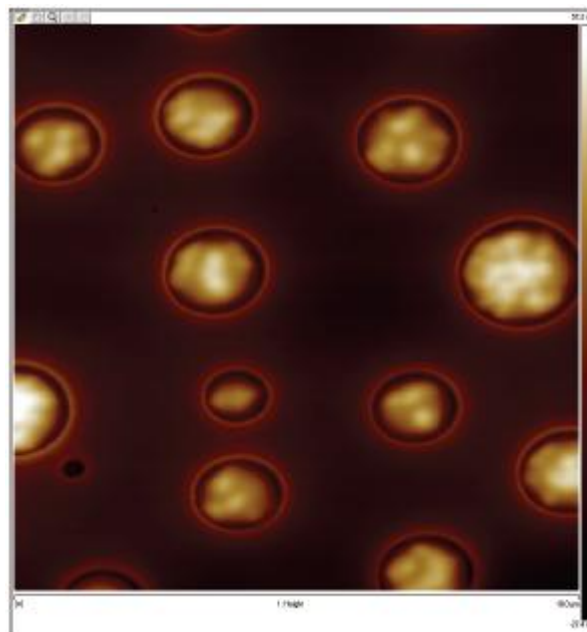
AutoConfig 前



AutoConfig 後

- * AutoConfig を実行する際、ScanSize を小さくしておこなうと、結果が安定します。
- * 小さい PeakForce Setpoint (20mV 以下) で AutoConfig を実行すると、サンプル表面と接触する点がフォースカーブからずれて、表面に追従することができなくなります。AutoConfig を実行するときには、PeakForce Setpoint を比較的大きな数値を入力することをお勧めします。実行後、必要に応じて PeakForce Setpoint を下げてください。

例 : PS-LDPE サンプルの形状測定例



8.2 QNM 測定のためのパラメータ調整

弾性率算出のためには、PeakForce Setpoint を適切に調整する必要があります。下記緑線内の部分と Deformation の数値を参考にしながら調整を行います。

- おもに調整するパラメータ

Feedback タブ : PeakForce Setpoint、Feedback Gain

Scan タブ : ScanSize、ScanRate

Limit タブ : Force Limit (Adhesion と PeakForce チャンネルに影響します)

Dissipation Limit (Dissipation チャンネルに影響します)

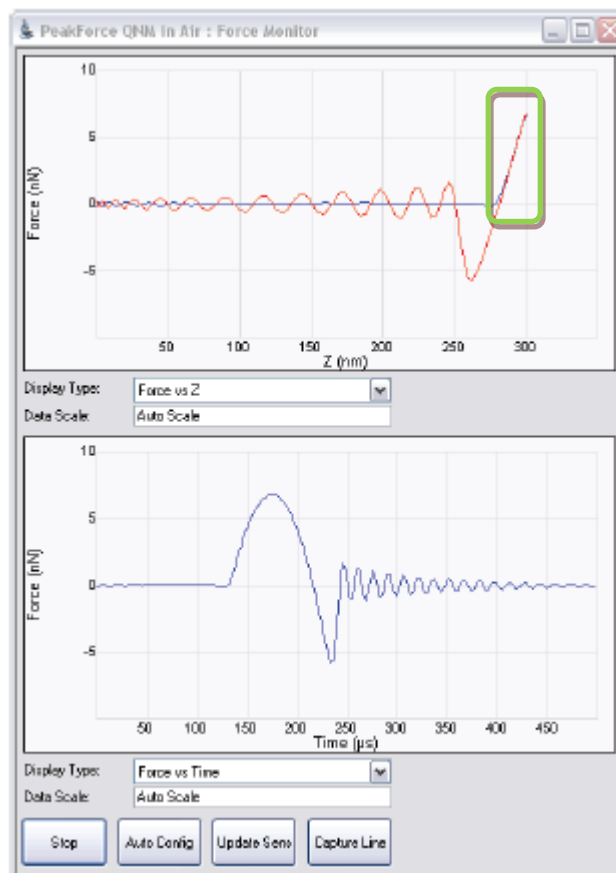
DMT Modulus Limit (DMT Modulus チャンネルに影響します)

log DMT Modulus Limit (log DMT Modulus チャンネルに影響します)

log DMT Modulus Offset (log DMT Modulus チャンネルに影響します)

Deformation が 3-30nm 程度になるようにパラメータを調整すると、良いでしょう。

パラメータ調整のコツは p23 もご参照ください。

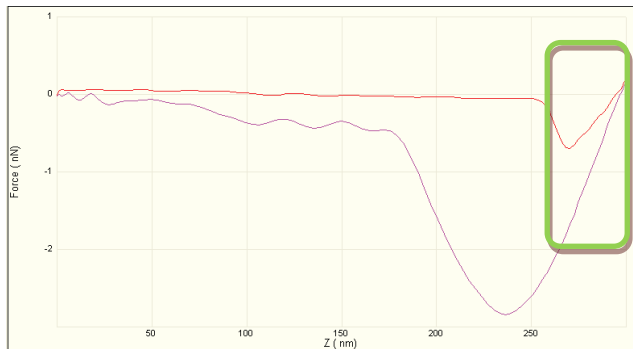


例 1 : PDMS-Soft-1

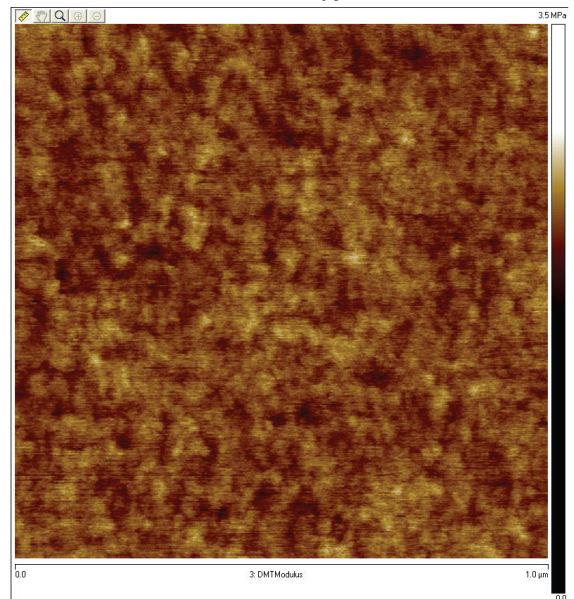
概算値:2.5MPa (偏差 0.7MPa)

推奨プローブ ScanAsyst-Air

典型的なフォースカーブ



DMT Modulus 像

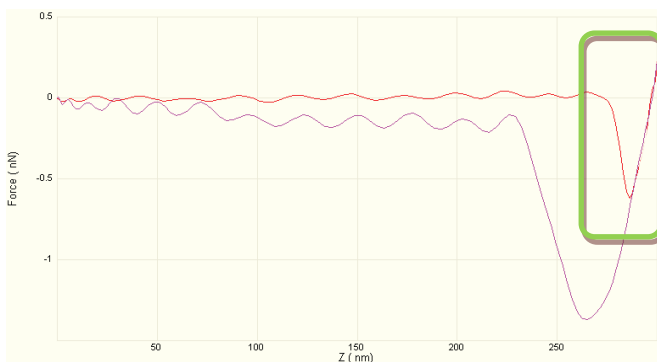


例 2 : PDMS-Soft-2

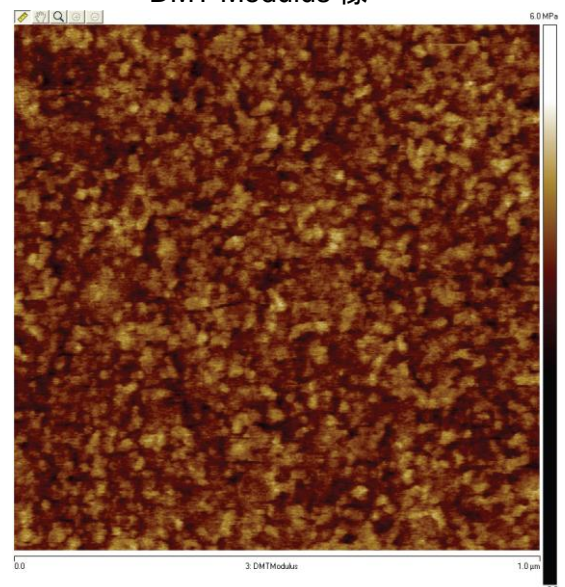
概算値:3.5MPa (偏差 0.5MPa)

推奨プローブ ScanAsyst-Air

典型的なフォースカーブ



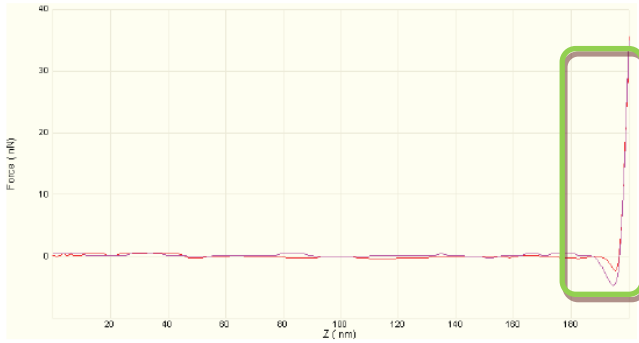
DMT Modulus 像



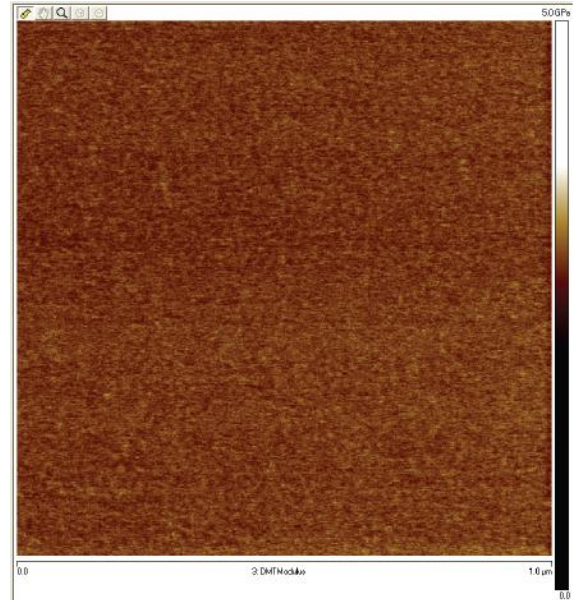
例 3 : ポリスチレン

概算値:2.7GPa (偏差 0.2MPa)
推奨プローブ TAP525A、TESPA

典型的なフォースカーブ



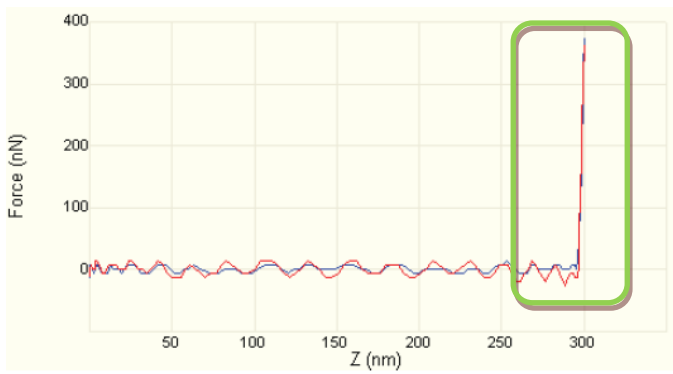
DMT Modulus 像



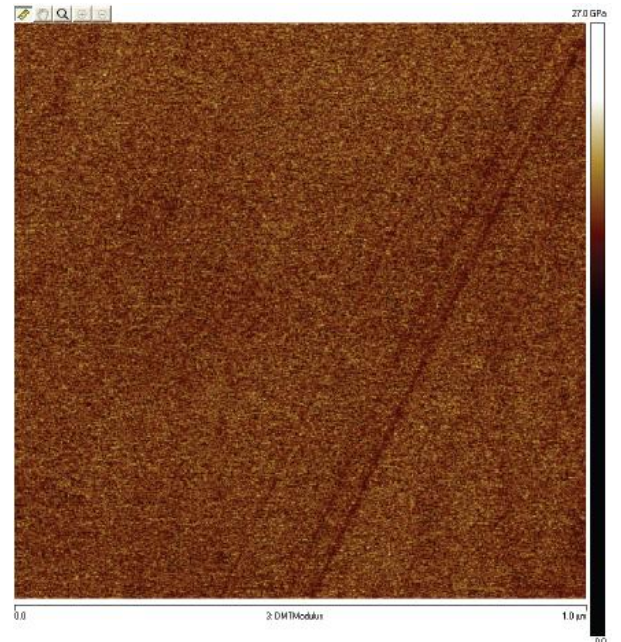
例 4 : HOPG

概算値:18GPa (偏差 2MPa)
推奨プローブ TAP525A、ダイヤモンドプローブ

典型的なフォースカーブ



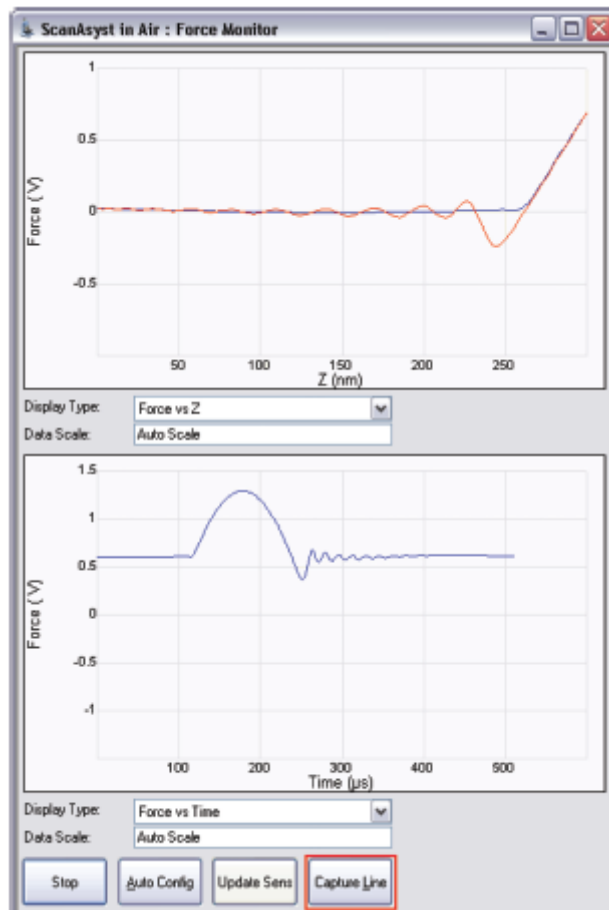
DMT Modulus 像



8.3 Force Monitor の Capture Line ボタン (Force Curve の保存)

Force Monitor ウィンドウ上のキャプチャーボタンは、NanoScope オフライン解析ソフトウェアで開くことができるデータを収集できます。

- (a) ScanAsyst/PeakForce タッピングイメージを収集し始めます。
- (b) 興味のある領域にスキャンがさしかかったら、Capture Line ボタンをクリックし、スキャンラインキャプチャーを行います。



- (c) High Speed Data Capture ウィンドウが表示され、データがキャプチャーされると Status が変わります。Capture したデータをパソコンにデータを Upload します。キャプチャーLine がこの方法で使われると、イメージ中のスキャンラインと、HighSpeed Data Capture で取得されたデータを正確に関連付けることができます。



(d) UploadData ボタンをクリックし、コンピュータにキャプチャーしたデータを転送します。データを転送している最中、スキャンしているイメージデータは粗悪(画質が落ちる)になります。これは、DSP が PeakForceQNM データの計算と、データ転送とに分配されて使われているためです。

取得したデータの解析方法については、別途 PeakForceQNM_UserGuide をご覧ください。

PeakForce QNM チャンネルについて

各チャンネルで表示される機械特性値 (Adhesion、DMT Modulus、Dissipation、Deformation) の算出について概略を示します。詳細は、英文マニュアル PeakForceQNM_UserGuide をご参照ください。

1 DMT Modulus

減衰ヤング率, E^* , は、次式の Derjaguin、Muller、Toropov (DMT) モデルを使い、フォースカーブのリトラクト曲線にフィッティングすることで算出されます。

$$F_{tip} = \frac{4}{3} E^* \sqrt{Rd^3} + F_{adh}$$

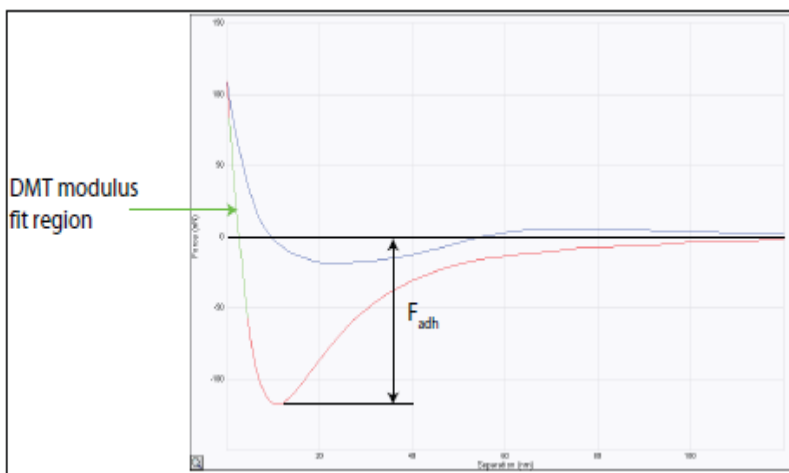
F_{tip} : チップで加えられた力

F_{adh} : 吸着力

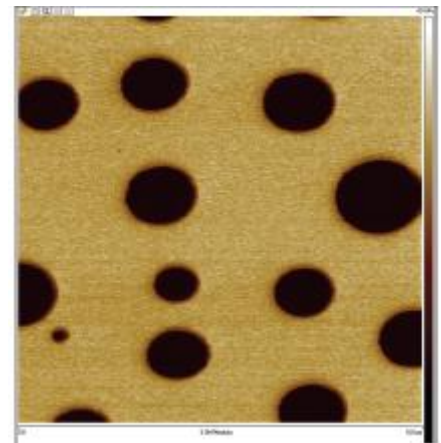
R: チップの先端曲率

D: チップ-サンプル間距離

フォース vs セパレーションの図



PS+LDPE ブレンドサンプルの DMT Modulus マッピング

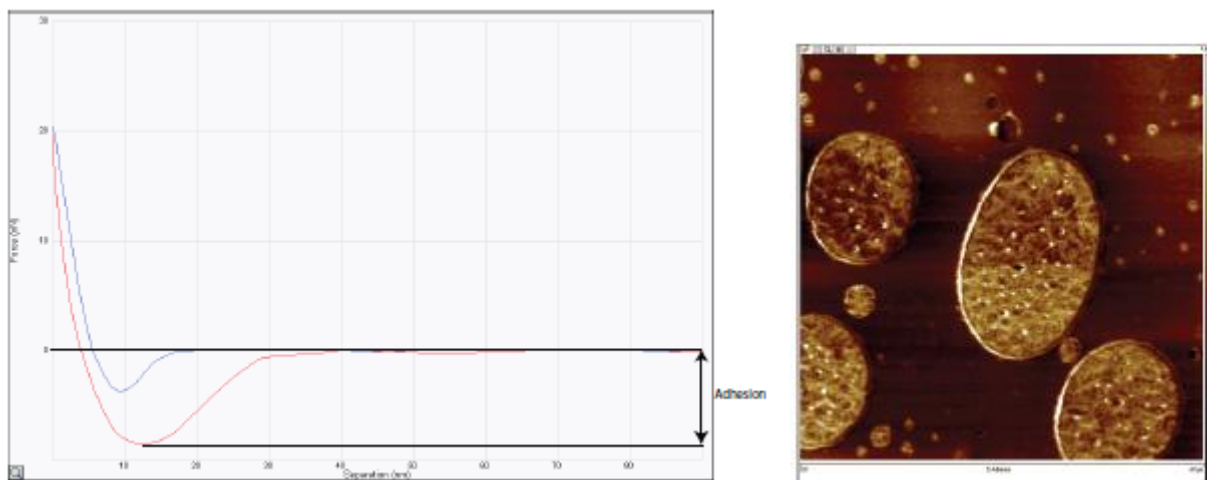


2 Log DMT Modulus

DMT モデルにより算出された弾性率のログスケール表示です。

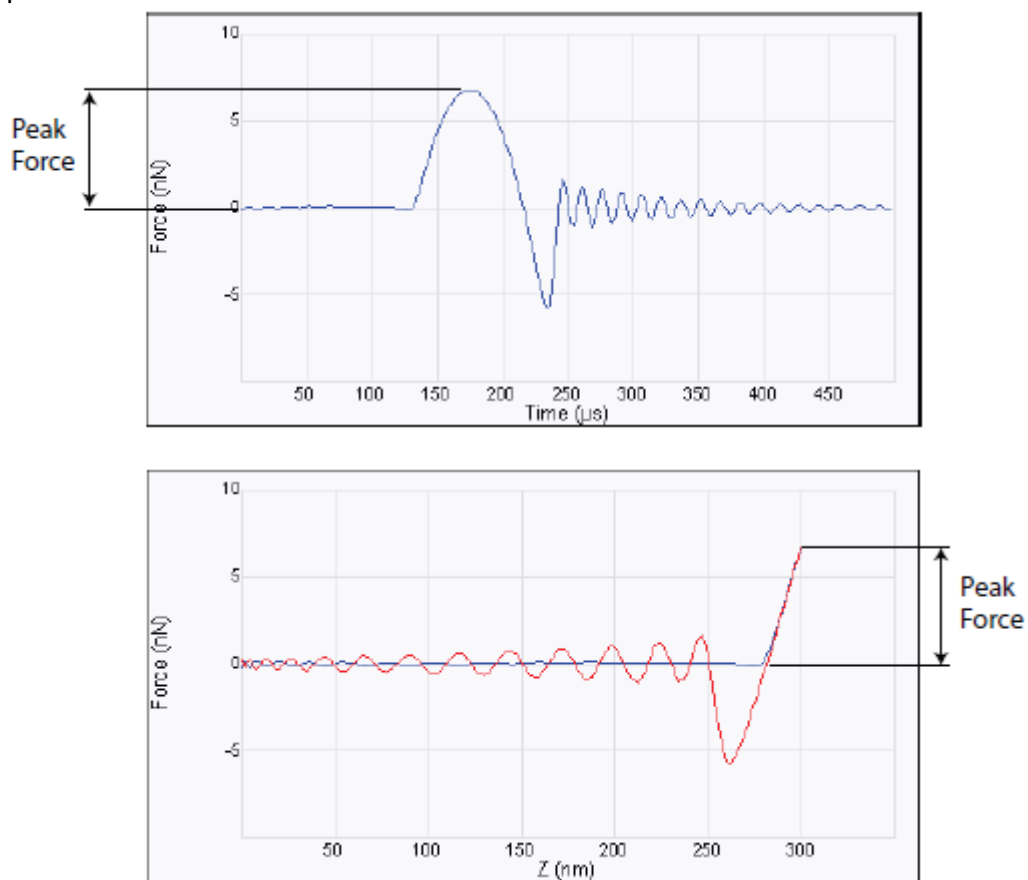
3 Adhesion(吸着力)

ベースラインより下のピークフォースが Adhesion(吸着力)です。
右図は PS+LDPE ブレンドの吸着力マッピング例です。



4 Peak Force

このデータタイプで表示されるマッピングは、スキャン中に測定された Peak Force です。よって、Feedback 信号として PeakForce の値を使うので、このデータタイプは本質的には、PeakForce Setpoint に Error を加えた量になります。図 2.5e と図 2.5f にピークフォースを示します。



5 Dissipation (散逸量)

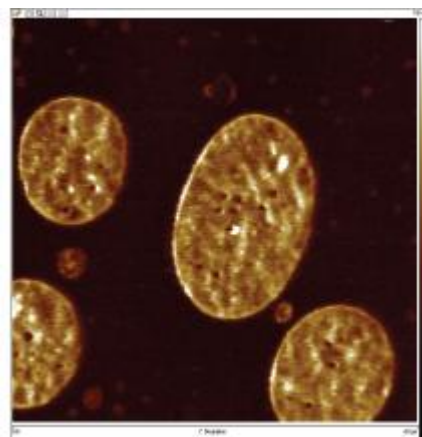
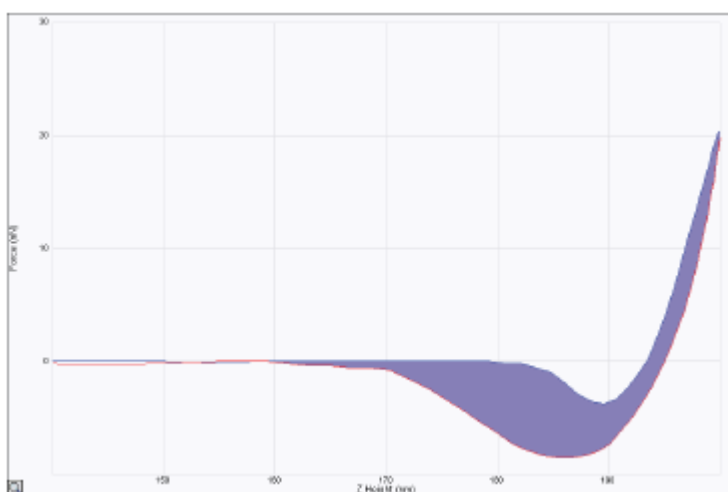
散逸エネルギー(W)は、速度と力をかけたものを、振動の一周期の間で積算することで与えられます。

$$W = \int_0^T \vec{F} \cdot \vec{v} dt = \int \vec{F} \cdot d\vec{Z}$$

F(力)は相互作用力のベクトルで、dZは変位量のベクトルです。よって、Z変異と速度は1周期の半分で反対方向に変わるので、もし、ロード、アンロードの曲線が完全に一致していれば、その積算は0になります。

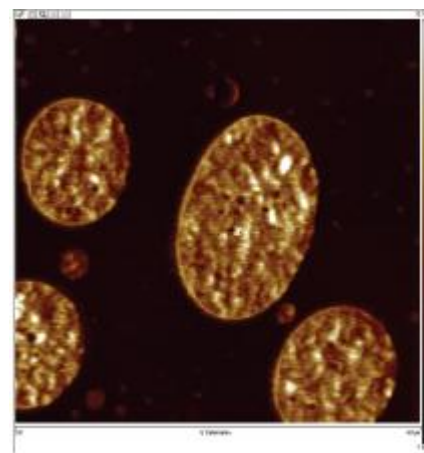
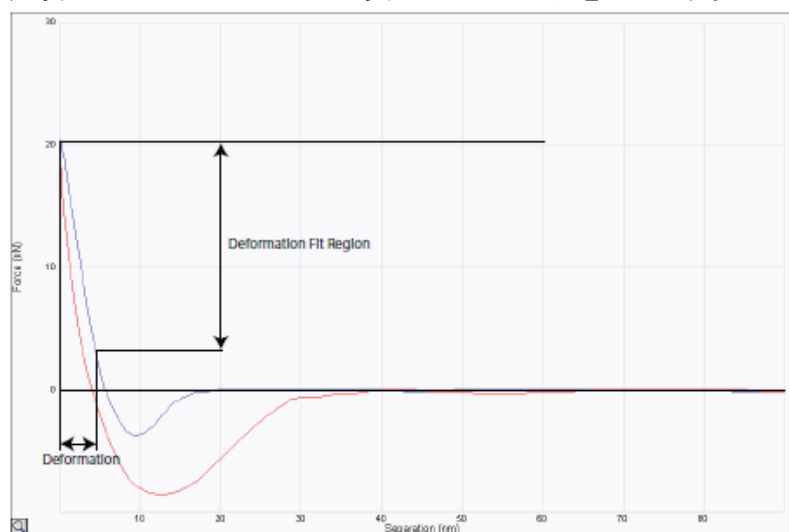
つまり、ロード、アンロード曲線のヒステリシス量が散逸エネルギーだといえます。純粋な弾性変形では、ヒステリシスがないので、非常に低い散逸量となります。散逸エネルギーはエレクトロンボルト(eV)の単位で表示され、1回のタッピングサイクルで消失した機械的エネルギーを表します。

このデータタイプで表示されるのは、Trace(ロードあるいは Extend)と Retrace(アンロードあるいは retract)の曲線間における領域を積算したもので、下図の青いエリアで示されます。



6 Deformation (変形量)

サンプルの最大変形量は、プローブによって引き起こされます。変形量の定義は、Deformation Fit Regionのベースポイントから、最大相互作用力点の距離です。図 2.5j と 2.5k にフォースカーブ上での定義と PS+LDPE ブレンドの変形量マッピングを示します。



キャリブレーション

PeakForce QNM で定量的な結果を得るためには、2 種類のキャリブレーション方法があります。一つ目の方法(相対的な方法)は、弾性率測定中の誤差が原因で誤差が蓄積されることを避けることができます。しかし欠点は、リファレンスサンプルと、アンノウ(未知の)サンプルを同じプローブで測定する必要があります。二つ目の方法(絶対的な方法)は、リファレンスサンプルを必要としませんが、探針先端の曲率半径と、バネ定数を正確に測定する必要があります。いずれの測定にも、硬いサンプルの上で測定したカンチレバーの反り感度を計測する必要があります。

2 つとも、プローブが、サンプルを十分に変形させることが重要であり、そのうえで、高い力感度が要求されます。

1 相対的な方法

相対的な方法は、弾性率が既知のサンプルを使って、バネ定数と探針先端曲率のルートの割合を算出します。弾性率を算出するために、反り感度(deflection sensitivity)を正確にキャリブレーションすることが重要です。この方法の概要を下記に示します。

- (a) 清浄で硬いサンプル(サファイヤ、シリコンなど。10GPa 以上のサンプルを使う)の上で、反り感度をキャリブレートします。方法は 10.3 反り感度のキャリブレーションを参照ください。
Adhesion や Dissipation データを定量する必要がある場合、カンチレバーのバネ定数を算出するためにサーマルチューン機能を使います(あるいは、プローブ製造元から示される概算値を使う)。サーマルチューンによるバネ定数の算出は 4.4 サーマルチューニング法を使ったバネ定数のキャリブレーションを参照してください。
- (b) PeakForce QNM を使って、リファレンスサンプルをイメージングし、Tip Radius パラメータを調整します。リファレンスサンプルの弾性率と測定した Modulus の数値が同じになるように Tip Radius を調整してください。
- (c) その後、未知のサンプルを測定します。その時に、変形量(deformation depth)が、リファレンスサンプルを測定した時と同じ量になるように PeakForce Setpoint を調整します。

2 絶対的な方法

絶対的な方法は、1 で示した相対的な手法に非常に似ていますが、下記2つの点で異なります。

- (a) バネ定数のキャリブレーション(step2)が必須である
- (b) リファレンスサンプルを使う代わりに、探針の先端曲率を測定する必要があります。TipCheck サンプル Bruker パーツナンバー:RS)を測定し、得られたイメージを解析して先端曲率を算出します。方法は p21 キャリブレーション 5 を参照してください。

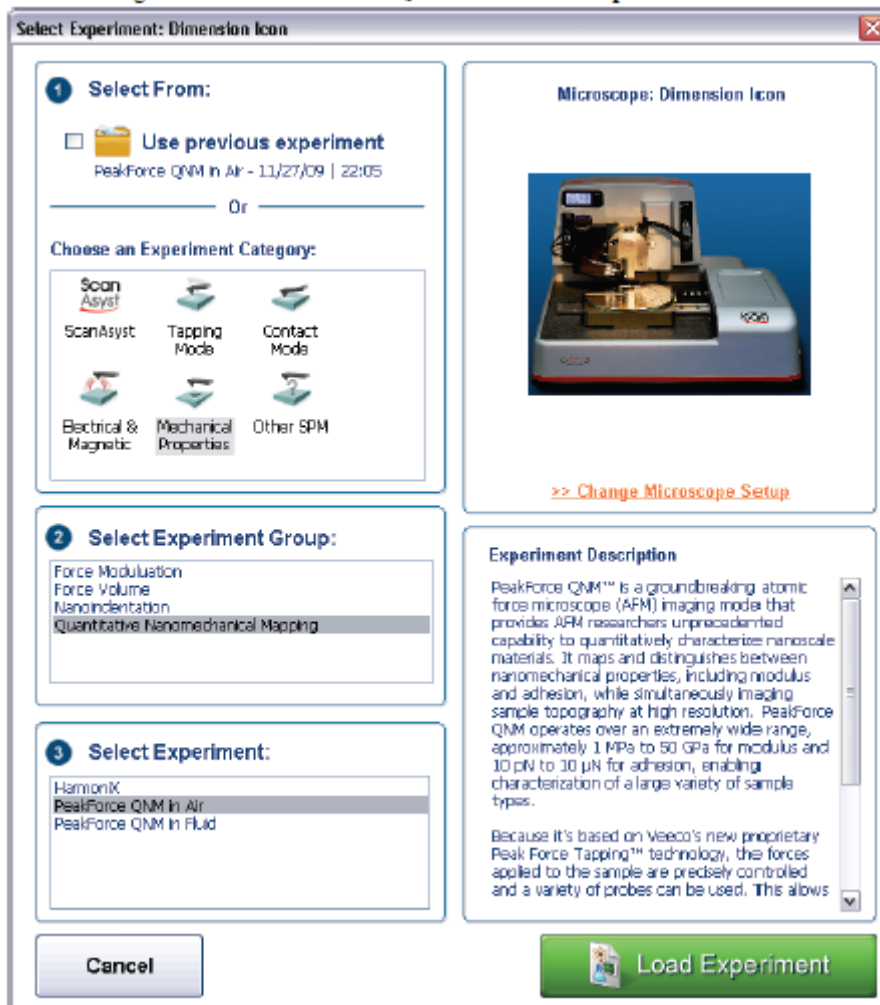
注意:絶対的な方法の利点は、リファレンスサンプルの弾性率に対する正確さや、経時変化、汚染などについて考慮する必要がないという点です。

3 反り感度 (Deflection Sensitivity) のキャリブレーション

PeakForce QNM モードでは Z piezo 使って常時フォースカーブを測定しているため、反り感度 (Deflection Sensitivity) を測定するために、通常のランプモードよりもいくつかステップが多くなります。

- (a) Select Experiment アイコンをクリックし、下図に示すように、Select Experiment ウィンドウを開きます。

PeakForce QNM in Air の Experiment ウィンドウ



- (b) Experiment Category パネル中の Mechanical Properties を選ぶ
(c) Select Experiment Group パネル中の Quantitative Nanomechanical Mapping を選ぶ。
(d) Select Experiment パネル中の PeakForce QNM in Air を選び、Load Experiment をクリックする。

- (e) Scan Size に 0nm を入力する
- (f) 清浄なサファイヤサンプル(バネ定数が 200N/m 以上の場合に必要)あるいはシリコンの表面上に PeakForce QNM モードを使って Engage する。
- (g) Workflow Toolbar 中の Ramp モードをクリックします。すると、システムは XY 方向の走査をやめ、プローブはイメージの中央の位置に移動します。
- (h) Ramp ParameterList パネル中の下記のパラメータに数値を入力します。
(あるいは、Ramp モードに入った時に既に入力されているデフォルト設定のまま行ってもよい)

Ramp パネル

Parameter	Setting
Ramp output	Z
Ramp size	100nm - 1.00 μ m
Scan Rate	1.00Hz
Number of samples	512

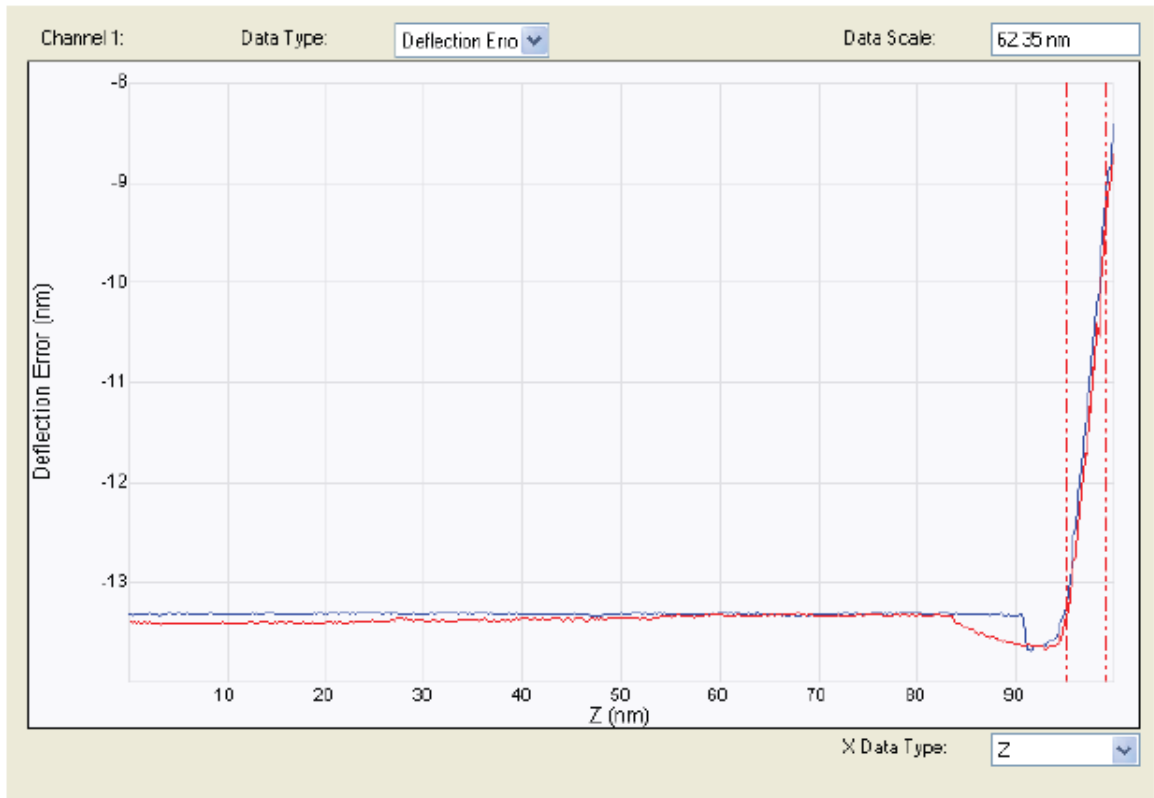
Mode パネル

Parameter	Setting
Trigger mode	Relative
Trig threshold	0.2V

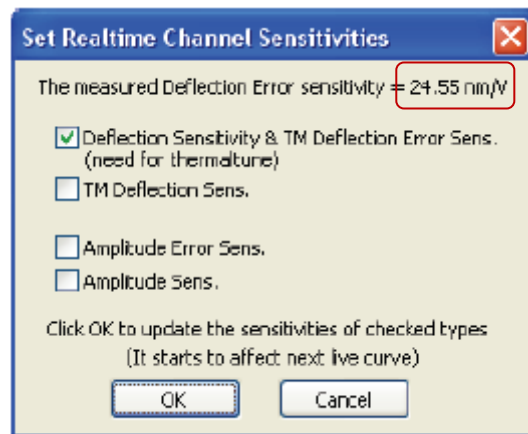
Channel 1 パネル

Parameter	Setting
Data Type	Deflection Error
X Data Type	Z
Display Mode	Deflection Error vs. Z

- (i) Ramp Single アイコンをクリック(あるいは Ramp>Ramp Single)する。
- (j) Deflection vs Z プロット画面状で、2つのカーソルを移動させる(下図)
- (k) グラフ中で、プローブとサンプルが接触している部分(角度が急な部分)にカーソルを合わせます



- (l) NanoScope ツールバー中の Update Sensitivity アイコン (あるいは、Ramp>Update Sensitivity) をクリックします。ソフトウェアが自動的に反り感度を計算し、下図のような Set Realtime Channel Sensitivity ウィンドウを表示します。

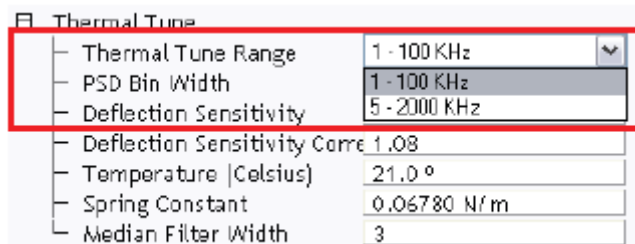


- (m) 表示されている反り感度が正しければ OK をクリックします。すると、自動的に Deflection Sensitivity パラメータが Update されます。

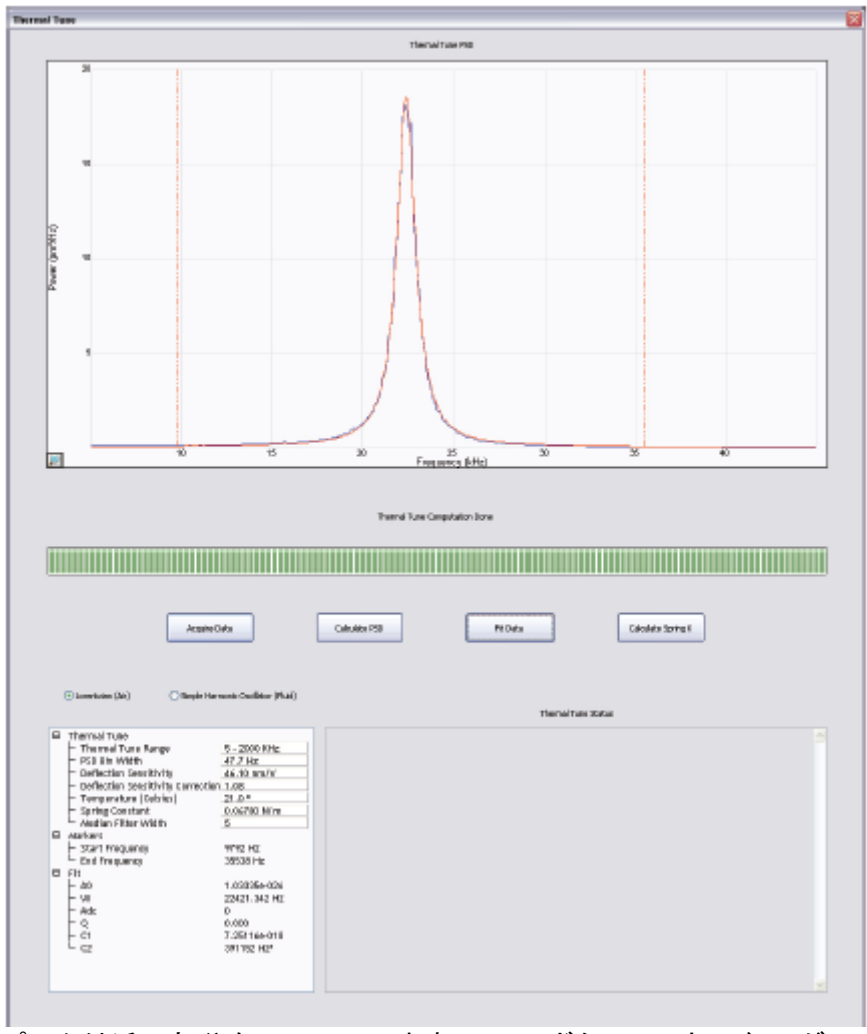
4 サーマルチューニング法を使ったバネ定数のキャリブレーション

注意: Bruker は、1N/m に等しい、あるいはそれ以下のバネ定数を持つプローブに対し、NanoScope ソフトウェア中に含まれるサーマルチューン法を推奨します。他の方法 (Sader、added mass、vibrometer、pre-calibrated probes) は、よりバネ定数が高いプローブに対して推奨します。これらのテクニックは、Bruker Application Note94 Practical Advice on the Determination of Cantilever Spring Constants に紹介されています。

- (a) Thermal Tune モードに入る前に、プローブはサンプル表面から十分離れている必要があります。大気中で自励発振しているときに、サンプルと相互作用を起こすべきではありません。
- (b) Calibrate > Thermal Tune あるいは Thermal Tune アイコンをクリックします。
- (c) カンチレバーの共振周波数を含む周波数帯域を選択します。を参照してください。硬いカンチレバーの場合は、5-2000kHz の帯域を選択します。



- (d) 必要に応じ、Defl Sens Correction Factor を設定します (V 型 1.140、I 型 1.106)
- (e) Thermal Tune パネル中から Acquire Data をクリックします。
- (f) 装置は、約 30 秒くらいでデータを取得します。



- (g) ピーク付近の部分を Zoom in します。(Ctrl ボタン+マウスドラッグ)
- (h) Lorentzian (Air) あるいは Simple Harmonic Oscillator (Fluid) のどちらかのボタンを選びます。それぞれの式で最小二乗法近似によりフィッティングカーブが表示されます。

Lorentzian, for use in air

$$A(v) = A_0 + \frac{C_1}{(v - v_0)^2 + C_2}$$

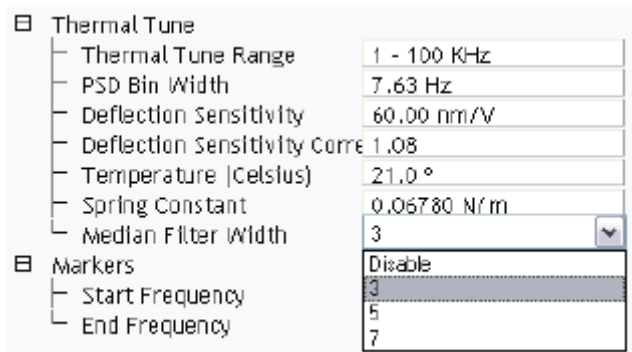
A(v) is the amplitude as a function of frequency, v
 A₀ is the baseline amplitude
 v₀ is the center frequency of the resonant peak
 C₁ is a Lorentzian fit parameter
 C₂ is a Lorentzian fit parameter

Simple Harmonic Oscillator, for use in fluid

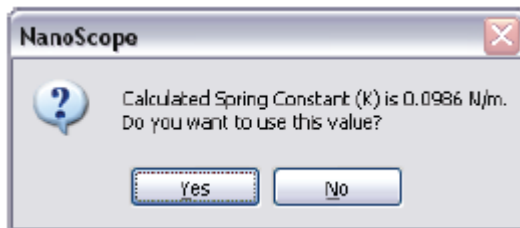
$$A(v) = A_0 + A_{DC} \cdot \frac{v_0^2}{\sqrt{(v_0^2 - v^2)^2 + \frac{v_0^2 v^2}{Q^2}}}$$

where: A(v) is the amplitude as a function of frequency, v
 A₀ is the baseline amplitude
 A_{DC} is the amplitude at DC (zero frequency)
 v₀ is the center frequency of the resonant peak
 Q is the quality factor

- (i) Median Filter Width を調整します。単独の狭いスパイクノイズを除去できます。周辺の n 個 (n=3,5,7) のデータポイントの中央値をデータポイントに置き換えます。



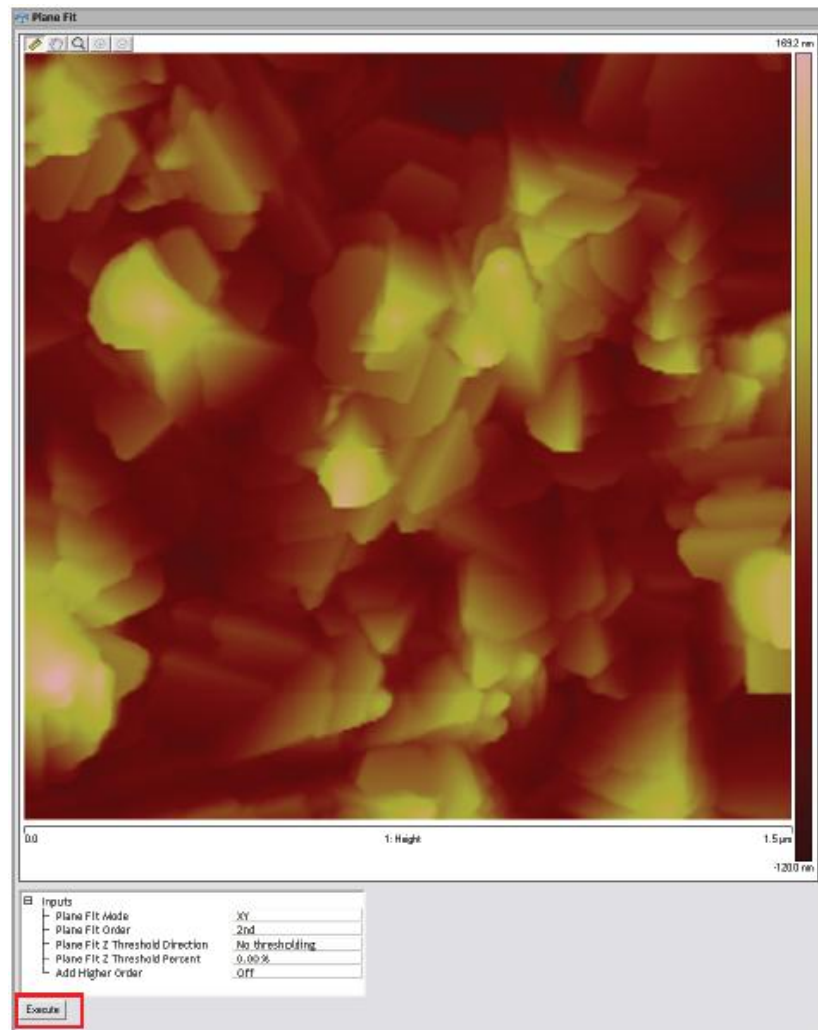
- (j) PSD Bin Width を調整して、平均化によりノイズを低減させます。
- (k) 図 4.4b のように、マーカーを画面の左(あるいは右)からドラッグにより表示させ、最適にフィッティングされた領域を十分含む領域をはさみこみます。
- (l) Fit Data をクリックすると、赤い線でフィッティングカーブが表示されます。必要に応じて、熱振動ピーク部分で最適なフィッティングとなるように、マーカー位置を調節し、フィッティングをします。
- (m) カンチレバーの温度を入力します。
- (n) Calculate Spring K をクリックします。
- (o) 下図のように、計算された値が、バネ定数として適応できるかを聞いてきます。Yes を押すと、ディスプレイに表示されているバネ定数の値が Cantilever Parameters ウィンドウに上書きされます。



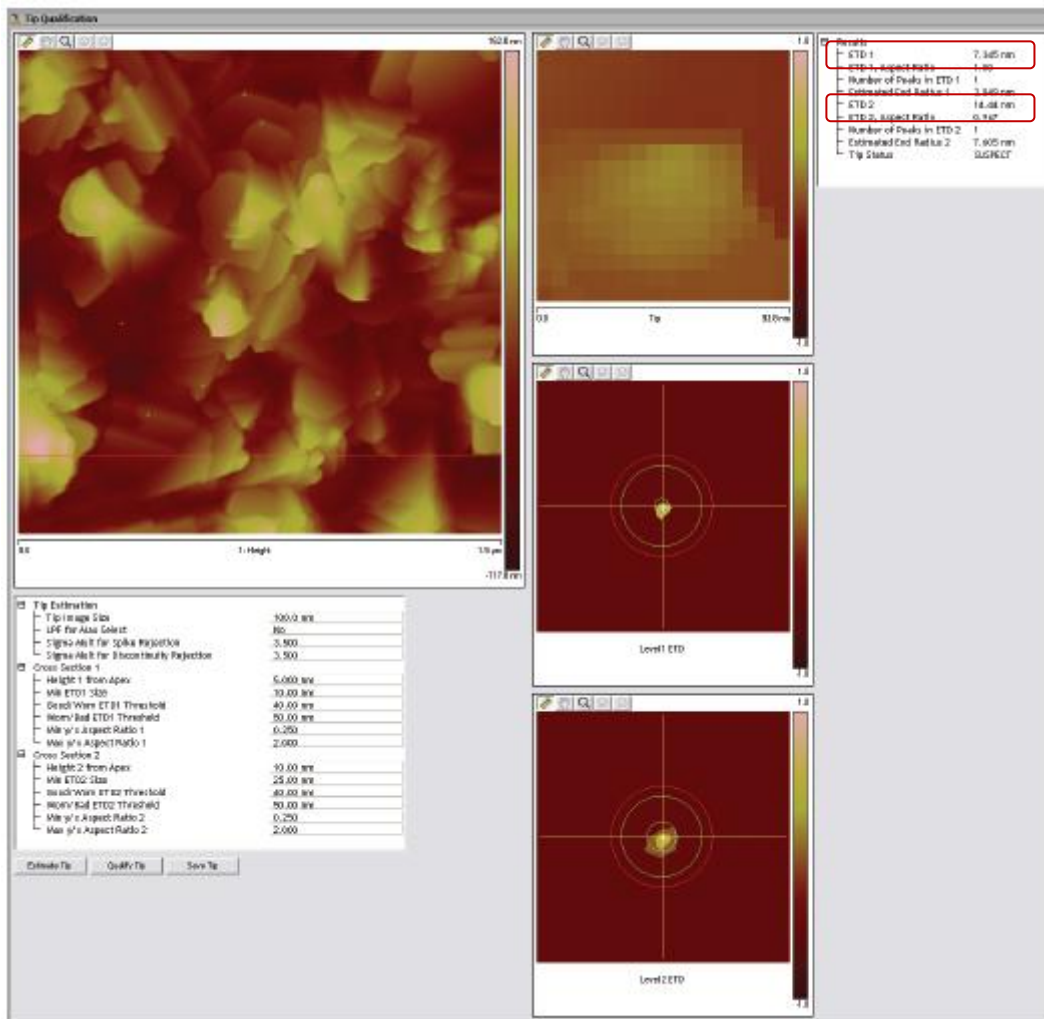
5 探針先端曲率の測定

先端曲率は、チップを特徴づけるサンプルの測定で得られたイメージを Tip Qualification 機能を使った NanoScope Analysis ソフトウェアで解析することによって測定できます。(NanoScope ソフトウェアは、曲率推定機能は含みません)

- (a) PeakForce QNM in Air モードでスキャンを行い、キャラクタライザーサンプル (QNM サンプルキット中の RS-15M) を測定します。スキャンサイズを約 1.5 μ m 程度にします。測定されたイメージは、イメージ上でのチップのサイズ、とその形状の密度という点で重要です。特徴的な形状を測定すると、チップ先端曲率を反映した鋭さでイメージングされ、そのピークが多ければ、その分チップ先端曲率の算出に使われます。
- (b) Samples/Line と Lines を 512 にします。
- (c) Aspect Ratio を 1 にします。
- (d) Scan Rate を 0.5Hz あるいはそれ以下にします。
- (e) これらの設定は、このサンプルが故意に粗い表面を持つサンプルであるため、測定中にプローブ探針がダメージを受けやすい状態にあります。ScanAsyst Auto Control=ON で測定する場合は、ScanAsyst Noise Threshold を 1.0nm に変更します。
- (f) 測定したイメージをキャプチャーします。
- (g) NanoScopeAnalysis ソフトウェアで保存したイメージを開き、Height チャンネルを表示します。
- (h) Plane Fit アイコンで得られたイメージを平坦化します。(Plane Fit Mode: XY、Plane Fit Order: 1st、Execute ボタンで実行)



- (i) NanoScope Analysis ツールバーの Tip Qualification ウィンドウを開き、Tip Qualification アイコンをクリックします。
- (j) Height 1 from Apex に平均変形量 (Deformation) を測定し入力します。
 注意: Height from Apex パラメータは平均侵入深さあるいは、フォースカーブ中の押し込み量と等しくなります。押し込み量はローディングカーブ中の最小のフォースから最大のフォースをかけたときの押し込み量を separation curve から算出します。多くのサンプルでは、押し込み量 (indentation) はサンプル変形量 (deformation) と非常に近い値になります。それゆえ、チップ先端曲率を推定するときに平均変形量を Height from Apex パラメータとして使うことができます。しかし、非常に柔らかいサンプル (20MPa 以下) では、吸着が非常に大きく、押し込み量と変形量では大きな差がある場合があります。このときは、押し込み量は、Force Monitor ウィンドウ中のフォースカーブから推測する必要があります。
- (k) Estimate Tip をクリックする
- (l) Qualify Tip をクリックする。下図のように、Estimated Tip End Radius が表示される。



6 PeakForce QNM のキャリブレーション

PeakForce QNM のキャリブレーションには 3 つの数値が必要です。

反り感度 (Deflection Sensitivity) 「3」を参照してください。

バネ定数 (Spring Constant) 「4」を参照してください。

探針先端曲率 「5」を参照してください。

4 つ目の数値として、減衰弾性率 E^* からサンプルの弾性率 E_s を算出するために、サンプルのポアソン比が必要です。減衰弾性率は、下記の式に従ってサンプルの弾性率から概算できます。

V_t と E_t はチップのポアソン比とヤング率で、 V_s と E_s はサンプルのポアソン比とヤング率です。われわれは、チップの弾性率はサンプルの弾性率に比べ非常に大きいため、サンプルのポアソン比を使ってサンプルの弾性率をおおよそ計算できると考えています。

ポアソン比は一般的に 0.2-0.5 (液体のように完全に圧縮しない場合) の範囲であり、減衰弾性率とサンプル弾性率との差によって与えられます。つまり、サンプルのポアソン比が知られていない場合、減衰弾性率が報告されます。このパラメータに 0 を適用すると、減衰弾性率を $E_s = E^*$ となります。ポアソン比の推奨値を下表に示します。

E_s	ν_s
$E_s < 100 \text{ MPa}$	0.5
$0.1 < E_s < 1 \text{ GPa}$	0.4
$1 \text{ GPa} < E_s < 10 \text{ GPa}$	0.3

6.1 カンチレバーのパラメータ

カンチレバーのバネ定数と探針先端曲率を測定したのち、NanoScope ソフトウェアウィンドウの Scan Parameters ウィンドウ中にある Cantilever Parameters パネルに入力します。可能であれば、サンプルのポアソン比も入力します。

☐ Cantilever Parameters	
└ Spring Constant	0.3000 N/m
└ Tip Radius	10.0 nm
└ Sample Poisson's Ratio	0.300

6.2 フィードバックのパラメータ

Peak Force Setpoint

Peak Force Setpoint が非常に高すぎると、サンプルにダメージを与えたり、探針を摩耗する結果になります。一般的に、可能な限り Peak Force Setpoint は小さい値が良いでしょう。しかし、正確な弾性率測定のためには、十分なサンプル変形が必要になります。よって、変形量が 2nm 以下の場合、Peak Force Setpoint を大きくし、十分なサンプル変形量を得られるように調整します。

相対的な方法では、リファレンスサンプルと測定サンプルの両者間で変形量が同じになるように、Peak Force Setpoint を調整する必要があります。

Feedback Gain

Feedback Gain を減少させると、測定データ中のノイズが低減することがあります。

もし、ScanAsyst Auto Gain を ON にしている場合、ScanAsyst Noise Threshold は 0.5nm かそれ以下にしてください。

以上

<お問い合わせ先>

SPM のオペレーションについて

ナノ事業部 アプリケーショングループ

nanoappl@bruker-axs.jp

03-3265-1193

装置の修理点検・移設などについて

ナノ事業部 サービスサポートグループ

customer.care.japan@bruker-nano.com

03-3265-1193

消耗品（プローブなど）、その他オプションなどのご購入

ナノ事業部 営業部

nanosales@bruker-axs.jp

03-3265-1193

ブルカー・エイエックスエス株式会社 ナノ事業部

<http://www.bruker.jp/axs/nano/index.htm>

東京営業所 〒102-0085

東京都千代田区 6 番町 2-8 番町 Mビル

Tel: 03-3265-1193

Fax: 03-3265-1198

大阪営業所 〒532-0004

大阪府大阪市淀川区西宮原 1-8-29 テラサキ第 2ビル

Tel: 06-6393-7822

Fax:06-6393-7824