

最近の技術から

ニアフィールド顕微鏡の最新技術

岡崎 敏

愛媛大学理学部化学科 〒790 松山市文京町 2-5

1. はじめに

ニアフィールド顕微鏡 (NSOM) の構想は 60 年以上も前に提案されていたが、可視光領域での NSOM はまだ新しく、STM のマイクロ走査技術を利用して実現された。NSOM の発展には、理想的な微小開口とニアフィールド制御技術の開発が特に重要と考え、NSOM に係わる最近の技術的進歩について簡単に紹介する。

2. 微小開口の製作

NSOM で高分解能を得るためには、10 nm 程度の微小開口を持ち、かつ十分な照射強度を維持できる光学探針の開発が最重要課題となっている。

2.1 マイクロピペット型光学探針

Lewis ら¹⁾は、フィラメント加熱式プラー (puller) を用いて二段引きしたガラスマイクロピペットにアルミニウムを蒸着被覆して 50 nm 程度の微小開口を作成した。さらに、レーザー加熱式プラー (Sutter Instruments) の開発により 10 nm 以下の石英マイクロピペットの製作も可能であると報告している。また最近、Lieberman ら²⁾は、マイクロピペットの先端内部にアントラセンの分子結晶を生長させて、これにアルゴンレーザー光 (363.8 nm) を照射して生成する励起子 (exciton) によるエネルギー伝達機構を利用して、開口からの光の放射強度を増大する方法を報告している。アントラセン結晶を含む 0.5 μm 径のピペットでは空のピペットの場合よりも約 3 倍の増幅効果が得られているが、さらに、フォトンが自由に伝播できないような狭いチップ内でも励起子は自由に伝播できることから、極微小マイクロピペットでは相対放射強度の顕著な増大が期待される。また、生長させる有機分子結晶種の選択により、近紫外から近赤外までの広い波長領域で照射光を得ることも可能である。

2.2 石英チップ型光学探針

Pohl ら³⁾は石英ロッド、筆者ら⁴⁾はシングルモード石英光ファイバー (コア径 400 μm) の先端を鋭利に研磨

してアルミニウムを蒸着被覆、その先端にピンホールを開孔した石英探針を用いている。最近、Betzig ら⁵⁾は、シングルモード光ファイバーを CO₂ レーザー加熱式マイクロピペットプラーで加工して、先端まで均質なテーパで尖っていて、しかも先端が軸に直角な平面を持つ石英チップに成形、このチップに角度を付けてアルミニウムを蒸着してチップの側面だけを 100 nm 程度被覆する方法により、20 nm の微小開口を持つ石英探針を製作して $\lambda/43$ の分解能を得ている。この光学探針の特長は、開口への集光効率が非常によく、80 nm の開口から 50 nW のアルゴンレーザー光が放射されている。

3. ニアフィールド制御技術

これまでの NSOM の観測例は、金属薄膜のような平滑試料表面に限定されていたが、今後、生物試料などの観測へ応用していくためには、微小開口と試料表面間をナノメートルスケールで一定距離に制御できる適当なフィードバック技術の開発が待たれる。

3.1 STM 制御による NSOM 装置

図 1 に、筆者ら⁶⁾のトンネル電流による光学探針のニアフィールド制御を用いた NSOM 装置の構成を示す。ピエゾスキャナーには外側 4 電極のチューブ型ピエゾ素子を用いてその中心に照射光を通す構造となっている。また、STM 用金属探針と NSOM 用光学探針に互換性を持たせて、STM と NSOM の両測定機能を備えさせている。NSOM 測定で、試料表面が導電性を持つ場合には、STM のサーボ機構を働かせて、光学探針を試料表面の一定近接距離に保ちながら X-Y 二次元走査測定する。一方、試料表面が導電性を持たない場合には、試料をカバーガラス上に平坦に展開させた上で、定高度モードで光学探針を走査測定する。X-Y 走査用ドライブ電圧は、パソコンから D/A 変換器を通して X, Y ピエゾ素子に印加される。検出部では、Z ピエゾのフィードバック電圧 (STM モード) あるいは光電子増倍管の出力電圧 (NSOM モード) が A/D 変換されて画像処理ボードに入力され、高速リアルタイムでモニターに表示され

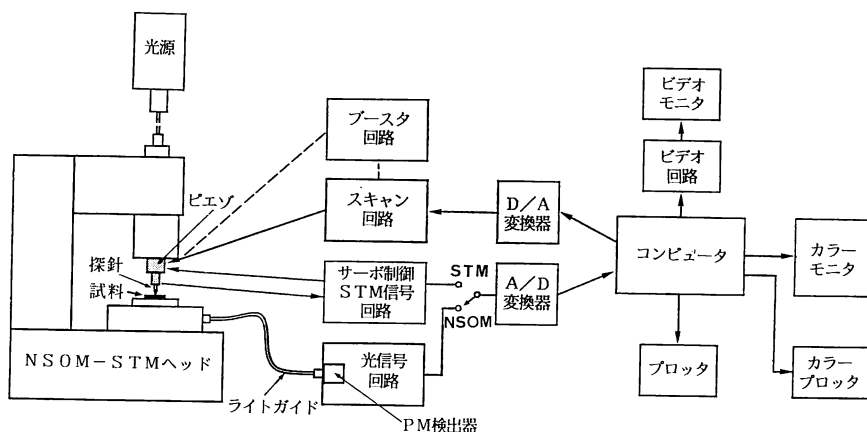


図1 STM制御ニアフィールド顕微鏡構成図

る。通常 STM 測定は狭域 ($20 \times 20 \text{ \AA}^2 \sim 2000 \times 2000 \text{ \AA}^2$) 測定モードで行い、生物試料などの NSOM 測定にはブースター回路を用いて広域 ($100 \times 100 \text{ nm}^2 \sim 10 \times 10 \text{ \mu m}^2$) 測定モードで行う。また、Z 軸サーボ範囲も広域モードでは最高 1000 nm まで制御できる。最高走査速度は 1 画像 (512×512 画素, 256 階調) 当たり 10 秒である。X-Y ステージには粗動用マイクロメータが取り付けられているので、スコープを覗きながら光学探針の粗動接近および測定位置設定を手動で行う。

アルゴンレーザー光源からの入射光は直接またはシングルモード石英ライトガイド (コア径 400 \mu m) を通して非球面レンズで光学チップの先端に効率よく集光され、ピンホールから試料表面に照射される。試料の蛍光や透過光は対物レンズで効率よく集光されて、石英ライトガイド (コア径 200 \mu m) で光電子増倍管に伝送されて検出される。

光学探針のピンホール開孔は、STM-NSOM 双機能を利用して簡単にできる。まず、アルミニウム被覆石英ファイバーチップをピエゾスキャナーにセットして、STM モードで導電性ガラス面に接近させる。ついで、NSOM モードに切り換えて、探針を導電性ガラス表面に軽く衝突させる。この時、先端のアルミニウム被膜にピンホールが開いて、探針先端からレーザー光がわずかでも漏れると、NSOM サーボ機構が働いて自動的に導電性ガラス面から離れて開孔作業は終了する。

3.2 新しいフィードバック技術開発への期待

生物試料などの非導電性試料表面の NSOM 観測に有効なフィードバック技術として、原子間力顕微鏡 (AFM) や Hansma ら⁷⁾ のイオン伝導度顕微鏡 (SICM) の応用が期待される。特に、AFM 制御技術開発への期待は大きく、すでに AFM 制御用マイクロピペット⁸⁾ も

開発されてきているが、実現にはまだまだ技術的な問題が多い現状である。SICM は、電解質溶液を満たしたマイクロピペットと電解質溶液中の試料との間に微小電圧を印加しながら、開口を流れるイオン電流を測定してイメージングを行う方法である。つまり、開口が試料表面にきわめて接近した時、開口を通るイオンの流れが制限されるので電気抵抗が高くなる。このイオン電流をフィードバック信号に利用してニアフィールド制御を行いながら、同時に入射光をマイクロピペットを通して照射すれば NSOM 測定が可能になると考えられる。また、一対のマイクロピペットを用いて、一方でイオン電流を検出制御しながら、他方で NSOM 測定を行うことも可能であろう。

以上、いわゆるピンホール型ニアフィールド顕微鏡に係わる最新の技術について紹介したが、その他、ホトントンネリング顕微鏡⁹⁾ と呼ばれる走査型全反射顕微鏡が開発されているので原報を参照されたい。

文 献

- 1) A. Lewis and K. Lieberman: *Anal. Chem.*, **63** (1991) 625 A-638 A.
- 2) K. Lieberman, S. Harush, A. Lewis and R. Kopelman: *Science*, **247** (1990) 59-61.
- 3) U. Durig, D. W. Pohl and F. Rohner: *J. Appl. Phys.*, **59** (1986) 3318-3327.
- 4) S. Okazaki, H. Sasatani, H. Hatano, T. Hayashi and T. Nagamura: *Mikrochim. Acta* (Wien), **III** (1988) 87-95.
- 5) E. Betzig, J. K. Trautman, T. D. Harris, J. S. Weiner and R. L. Kostelak: *Science*, **251** (1991) 1468-1470.
- 6) 岡崎 敏, 長村俊彦: *精密工学会誌*, **57** (1991) 19-22.
- 7) C. B. Prater, P. K. Hansma, M. Tortonese and C. F. Quate: *Rev. Sci. Instrum.*, **62** (1991) 2634-2638.
- 8) J. M. Guerra: *Appl. Opt.*, **29** (1990) 3741-3752.

(1992年7月7日受理)