

一般セッション(口頭講演) | 6 薄膜・表面：6.6 プローブ顕微鏡

■ 2025年9月9日(火) 13:30 ~ 17:30 | 金N307 (共通講義棟北)

[9p-N307-1~15] 6.6 プローブ顕微鏡

宮戸 祐治(龍谷大)、大江 弘晃(横浜市立大)、荒木 優希(金沢大)

13:30 ~ 13:45

[9p-N307-1] ヘテロダイン法による周波数変調型原子間力ポテンシオメトリの高空間分解能化に関する検討

○田次 詠一¹、Pado Gilbert¹、福澤 亮太¹、辨天 宏明¹、中村 雅一¹ (1.奈良先端大)

13:45 ~ 14:00

[9p-N307-2] 表面活性化接合法で作製されたn-GaN/n-GaN接合の断面上での二重バイアス変調静電引力顕微鏡観測

○水谷 航平¹、文 思翰¹、小林 大地¹、福澤 亮太¹、梁 剣波³、重川 直輝³、高橋 琢二^{1,2} (1.東大生研、2.東大ナノ量子機構、3.大阪公大工)

14:00 ~ 14:15

[9p-N307-3] Heterodyne Pump-Probe 位相変調 ケルビンプローブ力顕微鏡法を用いたPNパターンシリコンの計測

○向井 優斗¹、菅原 康弘¹ (1.阪大院工)

14:15 ~ 14:30

[9p-N307-4] 局在化3次元AFMのためのデータ処理アルゴリズム

○東 諒柊¹、今村 彩佳¹、平田 海斗²、福間 剛士¹、宮田 一輝¹ (1.金沢大、2.名工大)

14:30 ~ 14:45

[9p-N307-5] 3次元走査型力顕微鏡によるイオン液体/SrTiO₃界面構造のバイアス依存性の調査

○張 皓輝¹、炭 竈 享司¹、宮田 一輝¹、清水 直²、岩佐 義宏³、福間 剛士¹ (1.金沢大、2.富山県立大、3.理研CEMS)

14:45 ~ 15:00

[9p-N307-6] 散逸計測周波数変調原子間力顕微鏡と赤外振動分光の複合化II

○岡部 悠大¹、荒木 優希¹、富取 正彦¹、新井 豊子² (1.金沢大理工、2.北陸先端大)

15:00 ~ 15:15

[9p-N307-7] 洗浄条件によるシリカガラスの表面構造と物性の変化

○荒木 優希¹、湊 丈俊²、新井 豊子¹ (1.金沢大理工、2.分子研)

15:15 ~ 15:30

[9p-N307-8] 走査型イオン伝導顕微鏡による3次元電荷分布可視化法の開発とバイオフィルムの計測

○山本 聖真¹、高戸 萌花²、平井 信充²、中澤 謙太¹、岩田 太^{1,3} (1.静岡大工、2.鈴鹿高専、3.静岡大電研)

15:45 ~ 16:00

[9p-N307-9] 原子間力顕微鏡によるタマネギ表皮細胞の力学特性評価

○中村 翔吾¹、釣 優香^{1,2}、細川 陽一郎^{1,2} (1.奈良先端大物質、2.奈良先端大メディルクス)

16:00 ~ 16:15

[9p-N307-10] フッ素修飾プローブを用いた長時間t-SPEI 質量分析イメージング

○(M1)安田 賢生¹、加藤 匡²、大塚 洋一¹、豊田 岐聡¹ (1.阪大院理、2.阪大理)

16:15 ~ 16:30

[9p-N307-11] ナノ内視鏡AFMの高速化を目指した電子線堆積カーボン探針の先鋭化

○金井 諒弥¹、江原 睦¹、宮澤 佳甫^{1,2}、宮田 一輝^{1,2}、福間 剛士^{1,2} (1.金沢大、2.WPI-NanoLSI)

16:30 ~ 16:45

[9p-N307-12] BioLever AFM Probes: From Concept to Manufacturing

○サンドゥー アダルシュ¹、Takeshi Hayasaka²、内橋 貴之³ (1.電気通信大学、2.Applied NanoStructures Inc、3.名古屋大学)

16:45 ~ 17:00

[9p-N307-13] 探針増強ラマン分光用Au蒸着カンチレバー探針の作製と性能評価(3)

○李 碩磊¹、小林 圭¹ (1.京大工)

17:00 ~ 17:15

[9p-N307-14] 液中AFMで測定した電位分布像の長距離力除去補正を実現するリフテッドリトレーススキャン機能の実装

○西田 虎太郎¹、岡本 雅美¹、梶谷 彰謙¹、東 諒柊¹、宮田 一輝¹、福間 剛士¹ (1.金沢大)

17:15 ~ 17:30

[9p-N307-15] 液中オープンループ電位顕微鏡による分子配向検出実験に向けたHOPG基板上への鉛フタロシアニン薄膜作成条件の検討

○小川 大翔¹、炭竈 享司¹、福間 剛士¹ (1.金沢大)

ヘテロダイン法による周波数変調型原子間力ポテンシオメトリの 高空間分解能化に関する検討

Improvement of spatial resolution in FM-AFM potentiometry using heterodyne method

奈良先端大, [○](M2) 田次詠一, Pado Gilbert L., 福澤亮太,

辨天 宏明, 中村雅一

NAIST, [○]Eiichi Taji, Pado Gilbert L, Ryota Fukuzawa,

Hiroaki Benten, Masakazu Nakamura

E-mail: taji.eiichi.ti4@naist.ac.jp

原子間力顕微鏡ポテンシオメトリ (AFMP) では、探針が試料表面に接触した際のカンチレバー電位を、超高入力インピーダンスボルテージフォロア回路を用いて検出することで高分解能な電位像が得られる。しかし、安定な計測のためには、探針と試料とが接触状態または強い間欠接触状態にある必要があり、柔らかい電子材料への計測応用は困難であった。これまでに我々は、周波数変調 AFM (FM-AFM) による非接触動作下において、試料の交流的な電位変化を探針-試料間の静電容量結合を通して検出する FM-AFMP の開発を行ってきた[1]。しかし、探針-試料間の非常に大きな寄生容量により、空間分解能が乏しいという課題がある。今回我々は、寄生容量の影響を抑えるため、FM-AFMP 出力信号のうち探針の振動に伴う容量変化成分を検出するヘテロダイン法[2]によって高分解能化を試みた。

本実験では、市販の FM-AFM 装置をベースとした独自開発の FM-AFMP 装置を用いた (Fig.1)。カンチレバーが自励発振状態にある時、探針-試料間の電位差によって探針振動と同じ周波数 (f_1) の変位電流が生じると考えられる。試料に交流電圧 (周波数: f_2) が印加されると、その変位電流の振幅も周波数 f_2 で変調されるため、AFMP の出力信号に f_1 およびその側帯波の周波数 $f_1 \pm f_2$ 成分が現れると予想される。交流電圧印加によって側帯波成分が発生することを確認するため、Pt 両面コート Si カンチレバー (Multi75E-G) を用いて、引力領域 (周波数シフト: -155 Hz) 中で距離フィードバック制御をホールドし、AFMP 出力信号の周波数スペクトルを観察した。被測定試料には、ガラス基板上に成膜された Au 膜を用いた。交流電圧 ($f_2=1.0$ kHz, 1.0 V_{p-p}) 印加時と非印加時の AFMP 出力の周波数スペクトルを Fig.2 に示す。両者を比較すると、交流電圧印加により共振周波数 $f_1 = 65$ kHz に加え側帯波周波数 $f_1 \pm f_2$ 付近にピークが発生することが確認できる。この側帯波成分を検出することで、FM-AFMP の高分解能化が期待される。

講演では、電圧印加条件と側帯波の関係や、取得された AFMP 像についても議論する。

[1]濱尾他, 2023 年第 84 回応用物理学会秋季学術講演会 21a-P05-6. [2]Y. Sugiwar, et al., *Appl. Phys. Lett.* **100**, 223104 (2012).

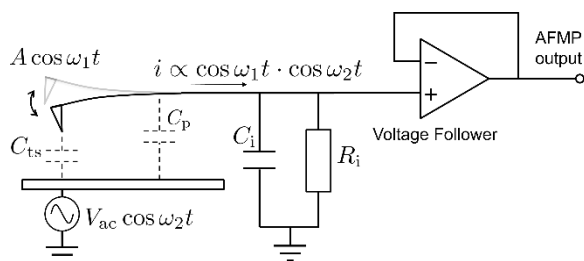


Fig.1 Equivalent circuit diagram of the AFMP.

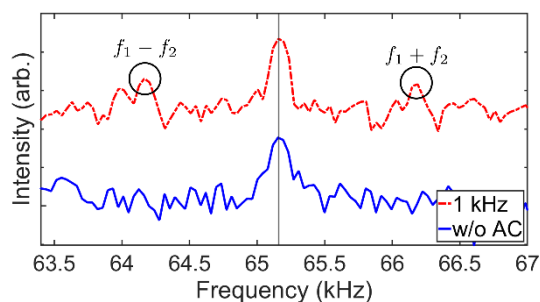


Fig.2 Frequency spectra of the AFMP signals.

表面活性化接合法で作製された n-GaN/n-GaN 接合の断面上での 二重バイアス変調静電引力顕微鏡観測

Dual Bias Modulation Electrostatic Force Microscopy

on Cross-section of n-GaN/n-GaN Junction Fabricated by Surface-activated Bonding

東大生研¹/ナノ量子機構², 大阪公大工³

○(M2)水谷 航平¹, 文 思翰¹, 小林 大地¹, 福澤 亮太¹, 梁 剣波³, 重川直輝³, 高橋琢二^{1,2}

IIS¹ / NanoQuine², Univ. Tokyo, Osaka Metropolitan Univ.³,

(M2)°Kohhei Mizutani¹, Sihan Wen¹, Daichi Kobayashi¹, Ryota Fukuzawa¹, Jianbo Liang³,

Naoteru Shigekawa³, and Takuji Takahashi^{1,2}

E-mail: khmz@iis.u-tokyo.ac.jp

二重バイアス変調静電引力顕微鏡 (DEFM) では、探針－試料間に周波数の異なる 2 種の交流電圧を印加した上でその差周波数での静電引力信号を検出することによって、局所的な静電容量の可変周波数測定が可能である[1]. 我々は、この手法を利用することで、表面活性化接合 (SAB) 法[2]により作製された半導体の接合界面の電気的特性やそれに対する熱アニール効果[3]を局所的に評価することを目指している。これまでに、SAB 法で作製された n-Si/n-Si および p-Si/p-Si 接合試料を利用して、界面近傍の状態の観察に DEFM 法が有用であることを確認している[4]. 本研究では、同様に SAB 法により作製された n-GaN/n-GaN 接合試料の断面上での DEFM 観測を通じて接合界面に沿った電気伝導の影響を評価し、接合界面の電気的特性について議論した。

n-GaN/n-GaN 接合の断面を露出させた後、その面上における接合界面付近にて観測された表面形状像および DEFM 信号像を Fig. 1 に示す。なお、同一領域での KFM 測定により、Fig. 1(a)の線 A-B が接合位置に対応する一方、その他の線状の構造は断面露出時の研磨痕であると推定している。Fig. 1(b)より、接合界面で DEFM 信号の増加が見られることがわかる。これは、接合界面以外では、探針－試料表面間の容量に加えて表面空乏層容量が DEFM 信号に影響しているのに対して、接合界面では欠陥等を介した電気伝導により空乏層容量の寄与が低下することで DEFM 信号が増加しているものと考えている[4]. 今後は、熱アニール処理を施した試料に対する DEFM 計測を通じて、同処理の効果についても議論を進める。

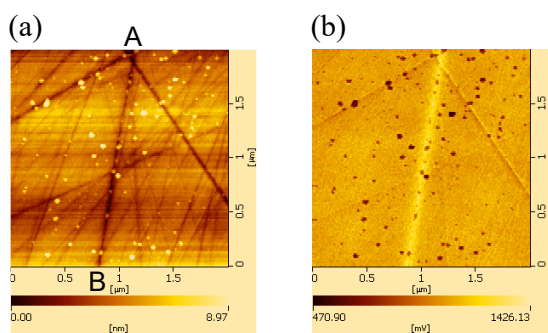


Fig. 1 (a) Topographic and (b) DEFM signal images on cross-section of n-GaN/n-GaN junction.

[1] R. Fukuzawa and T. Takahashi, *Rev. Sci. Instrum.*, **91**, 023702 (2020).

[2] H. Takagi, R. Kikuchi, R. Maeda, T.R. Chung, and T. Suga, *Appl. Phys. Lett.*, **68**, 2222 (1996).

[3] K. Sawai, J. Liang, Y. Shimazu, Y. Ohno, Y. Nagai, and N. Shigekawa, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **62**, SN1013(2023).

[4] D. Kobayashi, R. Fukuzawa, N. Shigekawa, J. Liang, and T. Takahashi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **64**, 04SP11(2025).

Heterodyne Pump-Probe 位相変調 ケルビンプローブ力顕微鏡法を用いた PN パターンシリコンの計測

Observation of PN patterned silicon by Heterodyne Pump-Probe Phase Modulation Kelvin Probe Force Microscopy

阪大院工 ○(M1)向井 優斗, 菅原 康弘

Graduate School of Engineering, Osaka Univ., ○Yuto Mukai, Yasuhiro Sugawara

E-mail:u673363b@ecs.osaka-u.ac.jp

【背景】ケルビンプローブ力顕微鏡(KPFM)は、原子間力顕微鏡(AFM)をベースとし、探針・試料間の接触電位差(CPD)を検出する装置である。しかし KPFM は高い空間分解能を持つ一方で時間分解能が低くダイナミクスの測定には不向きだという問題点があった。これを解決するために開発されたのが pump-probe KPFM である[1]。pump-probe 法を KPFM に応用したこの手法は、一瞬の電気的特性の変化を捉えることを可能にしたが、取得信号が小さく、ノイズの影響を受けやすいという課題があった。

【実験と結果】そこで、我々は、ノイズ低減のためにフィードバック方式に周波数変調方式ではなく位相変調方式を用いた。PLL の帯域制限を超えた高周波交流電圧を印加した測定を可能にするヘテロダイン変調方式を採用した[2-4]。測定試料としては、PN パターンシリコン試料を用いた。N 型領域はウエハーをリン(P)ドーピングして作製されており、密度は $n = 1 \times 10^{15} / \text{cm}^3$ である。P 型領域は BF_2 を 70keV で注入することで作成された。表面での B の密度は $p = 2 \times 10^{16} / \text{cm}^3$ である。N+領域は As+を 120keV で注入することで作製された。表面での As の密度は $n^+ = 5 \times 10^{19} / \text{cm}^3$ である。カンチレバーの材質はシリコンで、表面を PtIr コーティングされている。図 1 には PP-KPFM の模式図を、図 2(a)-2(d)には、実際に測定した pp-KPFM の画像を示す。

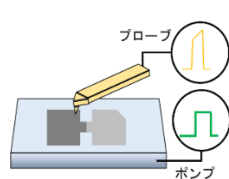


Fig.1 Schematic
diagram of PP-KPFM.

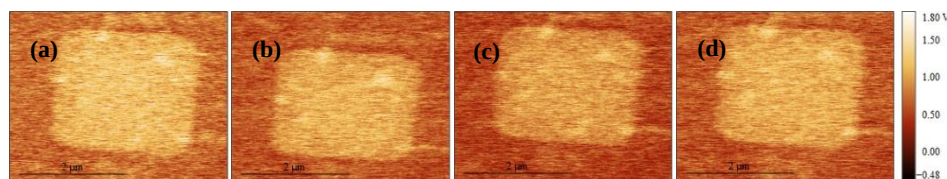


Fig.2 PP-KPFM images of patterned Si sample measured at (a) 0s,
(b) 41.67ns, (c) 83.33ns, and (d) 125ns, respectively.

【参考文献】

- [1] J. Murawski, T. Graupner, P. Milde, R. Raupach, U. Zerweck-Trogisch, L. M. Eng, J. Appl. Phys., **118**, 154302 (2015).
- [2] J. Yamanishi, Y. Naitoh, Y. J. Li and Y. Sugawara, Appl. Phys. Lett., **110**, 123102 (2017).
- [3] Y. Sugawara, M. Miyazaki, and Y.J. Li, J. Phys. Communications, **4**, 075015 (2020).
- [4] R. Izumi, M. Miyazaki, Y. J. Li and Y. Sugawara, Beilstein J. Nanotechnology, **14**, 175 (2023).

局在化 3 次元 AFM のためのデータ処理アルゴリズム

Data Processing Algorithms for Localization 3D Atomic Force Microscopy

金沢大¹, 名工大² [○]東 諒柊¹, 今村 彩佳¹, 平田 海斗², 福間 剛士¹, 宮田 一輝¹

Kanazawa Univ.¹, Nagoya Inst. Tech.², [○]Ryoshu Higashi¹, Ayaka Imamura¹, Kaito Hirata²,

Takeshi Fukuma¹, Kazuki Miyata¹

E-mail: ryoshu20010919@stu.kanazawa-u.ac.jp

近年の周波数変調原子間力顕微鏡 (FM-AFM) や 3 次元走査型力顕微鏡 (3D-SFM) の技術革新により、秒スケールでの 2 次元・3 次元サブナノ分解能計測が達成され、固液界面における原子レベルの動的な構造変化を捉えることが可能となった。このように液中原子分解能 AFM の計測技術は発展を遂げる一方で、その解析技術はガウシアンなどの画像フィルタや相関係数による平均処理など、従来の画像処理の延長にとどまっていた。このような状況の中で、近年、多数の高速 AFM 画像を用いて、各画像の凹凸のピーク位置を記録し重ね合わせることで従来の AFM の分解能を超えた画像を生成する局在化 AFM 技術が提案された。これにより、これまで捉えられなかった構造を可視化できるようになったことから、革新的な AFM 解析技術として注目を集める一方で、現在までに報告されている局在化 AFM は高速 AFM を用いた 2 次元データに限られている。

本研究では、局在化 AFM 技術を 3 次元 AFM へ適用する局在化 3 次元 AFM の実現を目指し、そのための最適なアルゴリズムの検討と評価を行った。従来の局在化 AFM では、ピクセル毎に周囲よりも高さが大きい位置をピークとして、ピーク位置とその高さ情報を含んだピーク高さマップと、その位置における揺らぎを考慮したガウス分布で構成される確率マップを生成する。これらを全データに対し抽出し重ね合わせることで高さ情報と確率情報のいずれも高くなる局所構造を強調できる。これを参考に、本研究では微分処理と 2 次微分フィルタを用いることで 3 次元データ中の水和・揺動構造に相当する力のピークを決定し、ピークマップと確率マップを生成することで 3 次元データの局在化処理を行った (Fig. 1a)。これにより、マイカ/水界面において得られた 3 次元 AFM 像の表面・界面構造のサブナノスケール構造が明瞭に描写されることを確認した (Fig. 1b,c)。今後は、局在化処理が効果的とされるゆらぎの大きな試料に対して局在化 3 次元 AFM を適用し、その実用性を検証する。

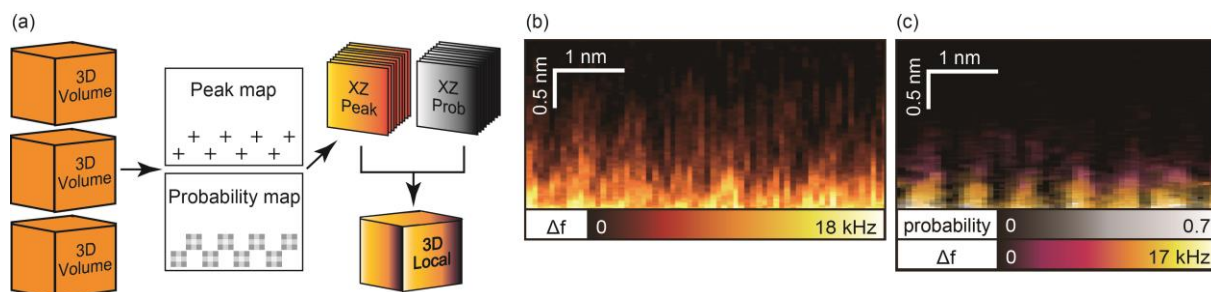


Fig. 1: (a) Overview of 3D localization AFM processing. (b) (c) High-speed 3D-AFM image of a cleaved mica surface obtained in PBS solution. (b) XZ cross section before processing and (c) XZ cross section after three-dimensional localization processing with 11 3D-AFM images.

3次元走査型力顕微鏡による イオン液体/ SrTiO₃界面構造のバイアス依存性の調査 Visualizing Bias-Dependent Changes in Ionic Liquid-SrTiO₃ Interface Structures by 3D scanning force microscopy

金沢大¹, 富山県立大², 理研 CEMS³

○張皓輝¹, 炭竈享司¹, 宮田一輝¹, 清水直², 岩佐義宏³, 福間剛士¹

Kanazawa Univ.¹, Toyama Prefectural Univ.², RIKEN CEMS³

○Haohui Zhang¹, Takashi Sumikama¹, Kazuki Miyata¹,

Sunao Shimizu², Yoshihiro Iwasa³, Takeshi Fukuma¹

E-mail: zhanghaohui1015@stu.kanazwa-u.ac.jp

近年、電界効果型トランジスタ (FET) の固体絶縁体の代替としてイオン液体 (IL) を用いた電気二重層トランジスタ (EDLT) が注目されている。EDLT では、IL/固体界面に形成される電気二重層 (EDL) によって、通常の FET に比べて数十倍高い電荷密度が実現可能である。この分子スケールでの機構およびデバイス機能を解明するため、我々はこれまでに簡易な金電極モデルを構築し、IL 中の Au(111)表面を対象に 3次元走査型力顕微鏡 (3D-SFM) による観察を行った。その結果、バイアス電圧に応じた界面構造の変化をサブナノスケールで可視化することに成功した [1]。しかし、実際の EDLT では SrTiO₃などの遷移金属酸化物がチャンネル材料として用いられ、IL と直接接する構造をとる。この IL/チャンネル界面構造とデバイス機能との相関は未だ十分に解明されておらず、また実デバイスの大きさや作製工程の複雑さが 3D-SFM 観察を困難にしていた。

本研究ではこの課題を克服するため、AFM 観察に最適化した独自設計の小型 EDLT を開発した。具体的には、SrTiO₃基板を 15 mm × 5 mm に縮小し、AFM 測定空間に適合させた。デバイス作製には、基板アニール、レジスト塗布、マスクアライナーによる UV 露光、金コートによる電極形成、およびレジスト除去・現像を行った。その結果、ソース・ドレイン・ゲート電極および SrTiO₃ チャンネル界面を露出させたコンパクトな EDLT が得られた (Fig. 1a)。このデバイスを用いて、ゲート電極に印加するバイアス電圧を変化させながら、DEME-TFSI と SrTiO₃との界面を 3D-SFM で観察した (Fig. 1b)。その結果、ゲートバイアスが正の場合に、SrTiO₃上に DEME-TFSI のイオンペアサイズ (0.78 nm) に相当する厚さを有する 3~4 層程度の多層構造が観察された (Fig. 1c(i))。一方で、負バイアスを印加するとそれらの多層構造が不鮮明になる様子が確認された (Fig. 1c(ii))。この傾向は、正バイアスによってチャンネル内に電子が蓄積し、負バイアスでキャリアが枯渇するという、EDLT の典型的な動作機構と整合するものである。今後は、分子動力学 (MD) シミュレーションによる詳細な界面構造解析を進める予定である。

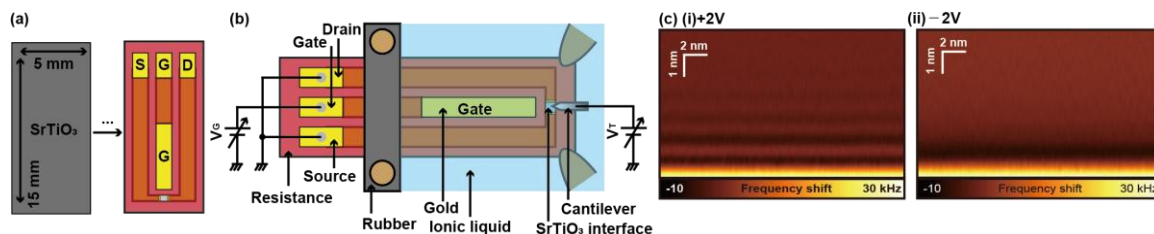


Fig. 1: (a)Before and after the EDLT fabrication. (b) Schematic of the measurement setup. (c) 3D-SFM images of DEME-TFSI-SrTiO₃ interface with (i) positive bias and (ii) negative bias.

[1] 張・五十嵐他、第 83 回秋季応物[21p-C201-3](2022)

散逸計測周波数変調原子間力顕微鏡と赤外振動分光の複合化 II

Combination of infrared vibrational spectroscopy with dissipation measurements using frequency modulation atomic force microscopy II

金沢大理工¹, 北陸先端大²

○(M1) 岡部悠大¹, 荒木優希¹, 富取正彦², 新井豊子¹

Kanazawa Univ.¹, JAIST², ○Y. Okabe¹, Y. Araki^{1,2}, M. Tomitori², T. Arai¹

E-mail: okbyt@stu.kanazawa-u.ac.jp

種々の材料の分析や構造解析では赤外振動分光法 (IR) が広く用いられている。ただし、その空間分解能は赤外光の回折効果によって 3-10 μm に限られる。現在、IR 法の空間分解能の向上を目指して様々な研究が進められている。そのような中、接触あるいは間欠接触型 AFM と IR を組み合わせた AFM-IR が開発され、応用が急速に広がっている。一方、AFM の空間分解を向上させる手法として周波数変調法 (FM) がある。FM-AFM では、探針-試料が非接触の状態で原子分解能を達成できる。そこで本研究室では、FM-AFM と IR を組み合わせた手法 (探針振動同期検波赤外分光法 (TS-IR)) を提案し、装置の構築と実験を進めている。TS-IR では、探針が取り付けられた力センサーをその固有振動で振動させ、探針が試料に接近した後の離反するタイミングで赤外パルス照射する。すると、探針-試料間の相互作用力の変化によって力-距離曲線にヒステリシスが生じる。すると、そのヒステリシスの応じたエネルギーが探針振動エネルギーから散逸される。TS-IR では、FM-AFM が持つ散逸エネルギー測定機能を使って IR スペクトルを得る (図参照)。本研究では、波長可変な赤外パルス光源として、量子カスケードレーザー (QCL) を使用した。装置は超高真空中で動作するようにし、赤外光は ZnS の集光レンズと窓を通して試料に照射できるようにした。試料は清浄な Si(111)面で、水素あるいは酸素を吸着させてその変化を見た。講演では原理の詳細と開発状況を報告する。

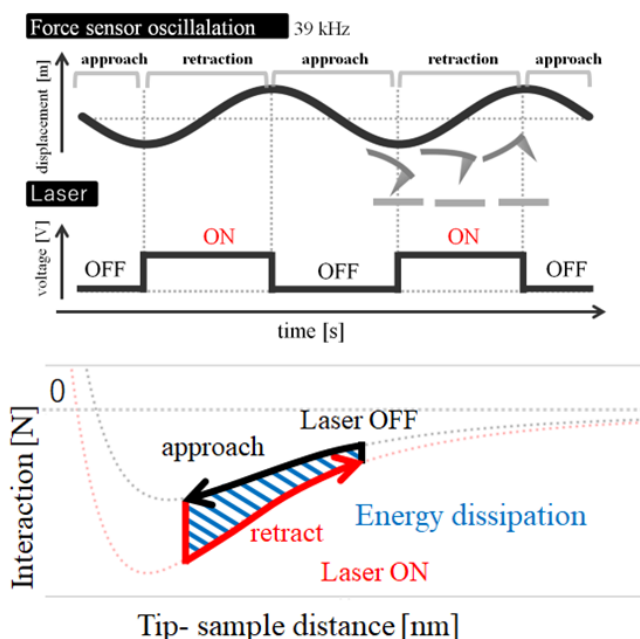


Fig 1: **Top:** Relation between laser irradiation timing and tip oscillation position.

Bottom: Hysteresis induced by laser irradiation.

洗淨条件によるシリカガラスの表面構造と物性の変化

Effect of Cleaning Conditions on the Surface Structure and Properties
of Silica Glass金沢大理工¹, 分子研² °荒木 優希¹, 湊 文俊², 新井 豊子¹Kanazawa Univ.¹, IMS², °Yuki Araki¹, Taketoshi Minato², Toyoko Arai¹

E-mail: y-araki@staff.kanazawa-u.ac.jp

シリカガラスは、優れた化学的・熱的安定性を有することから、光学デバイスやバイオテクノロジーなどで広く用いられている。一方で、その高い親水性に起因して、大気中における表面のぬれ挙動は複雑であり、環境条件に応じた表面構造や物性の変化を理解することが重要である。

我々はこれまでに、相対湿度の変化に応じて形成されるシリカガラス表面のナノ水滴やナノ液膜の形成過程に注目し、周波数変調型原子間力顕微鏡（FM-AFM、SPM-8000FM プロトタイプ機、島津製作所）およびピークフォースタッピング原子間力顕微鏡（PFT-AFM、Bruker Dimension XR Icon NanoElectrical）を用いた高分解能観察を通じて、その構造および物性の特徴を報告してきた[1]。これまでの実験で前処理として行ってきたピラニア液や紫外線による洗淨は、ガラス表面のOH 密度を変化させることが知られており、表面のぬれ性や水との相互作用に強く影響する可能性がある。そこで本研究では、これらの化学洗淨処理がシリカガラス表面の形状および物性に与える影響を明らかにすることを目的とした。ピラニア液洗淨+UV オゾン処理、ピラニア液洗淨のみ、UV オゾン洗淨のみ、エタノール洗淨のみの4種類の条件で処理したガラス試料を作製し、それぞれの表面を乾燥大気中、湿潤大気中、水中で観察した。ピラニア液洗淨は約80℃で10分間、UV オゾン洗淨は15分間とし、いずれの観察も25℃下で行った。その結果、ピラニア液洗淨を施したガラス表面では、他の洗淨条件と比較して粒状組織が顕著に認められた（図1）。発表では、観察条件に応じた表面変化について詳細な結果を報告する。

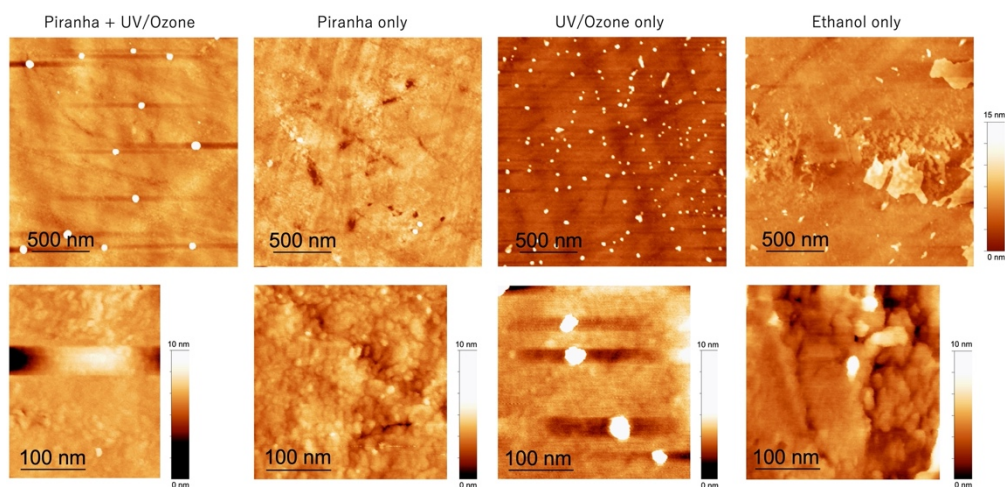


Figure 1. Surface topography of silica glass under each cleaning treatment in dry air. The lower images present enlarged views of the upper images.

[1] Y. Araki, T. Minato, and T. Arai (2024) *Sci. Rep.* **14**, 10693.

走査型イオン伝導顕微鏡による3次元電荷分布可視化法の開発と バイオフィルムの計測

Three-dimensional visualization of charge distribution of biofilms using scanning ion conductance microscopy

静岡大工¹, 鈴鹿高専², 静岡大電研³, [○](M1)山本 聖真¹, 高戸 萌花², 平井 信充²,
中澤 謙太¹, 岩田 太^{1,3}

Shizuoka Univ.¹, Suzuka Collage², RIE Shizuoka Univ³,
[○]S. Yamamoto¹, M. Takado², N. Hirai², K. Nakazawa¹, F. Iwata^{1,3},

E-mail: iwata.futoshi@shizuoka.ac.jp

1. はじめに

近年、細菌や微生物などの生体試料の形状および物性を液中環境で非接触・低侵襲で観察可能な走査型イオン伝導顕微鏡 (Scanning Ion Conductance Microscope: SICM) が注目されている¹⁻⁴⁾。我々は SICM を用いて、試料表面近傍の 3D イメージング法の開発し、固液界面の曖昧なバイオフィルム構造を立体的に可視化する手法を開発した⁵⁾。SICM は表面形状のみでなく、表面電荷分布も観察可能であることから、本研究では、電荷分布計測において試料表面近傍の高さ方向にも計測範囲を発展させ、3次元での試料の電荷分布を計測できる手法を開発した。本発表では、本装置を用いて細菌が3次元的に分泌、形成するバイオフィルムの構造及び電荷分布を計測した結果について報告する。

2. 実験方法および結果

本手法では、電荷分布取得のためピペット電極電圧を正負交互に切り替えた時のイオン電流を計測し演算することで構造と電荷分布を取得する。Fig. 1(a)に示すように PC 制御でのスイッチングによって正負電圧の切り替えを行う。また、Fig. 1(b)のようにバイオフィルム内部にナノピペット先端が侵入するとバイオフィルムの持つ帯電により、電極電圧によって異なったイオン電流変化 (アプローチカーブ) が生じる。各画素で取得した電流値を演算することで電荷分布を取得する。

開発した手法で海洋ビブリオ細菌 (*alivibrio fischeri* JCM18803, RIKEN) からなるバイオフィルムの計測を行った。Fig. 2 に計測によって得られたバイオフィルムの 3D 電荷分布を示す。水色で示す領域は負電荷を、黄色で示す領域は正電荷していることを示している。バイオフィルムの大部分は負電荷であるが一部正電荷を帯びていることが確認できる。

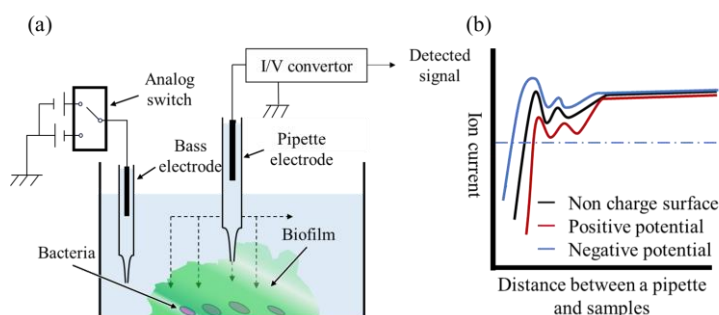


Fig. 1(a) Schematic diagram of SICM for observing biofilm
(b) Approach curve for biofilm

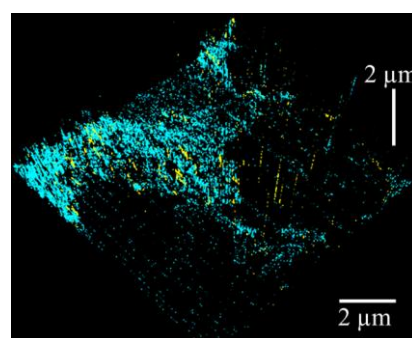


Fig. 2 Charge mapping of biofilm

- 1) P. K. Hamsma, *et al.*, *Science* **243** (4891) (1989) 641-643
- 2) F. Iwata, *et al.*, *Microscopy* **70** (5) (2021) 423-435
- 3) K. Nakazawa, *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **94** (7) (2023) 073705
- 4) F. Iwata, *et al.*, *Ultramicroscopy*, **273** (2025) 114149
- 5) 服部俊太ら, 2024 年度応用物理学会秋季大会, 17a-B4-8 (2024)

原子間力顕微鏡によるタマネギ表皮細胞の力学特性評価

Evaluation of mechanical properties of onion epidermal cells by atomic force microscopy

奈良先端大物質¹, 奈良先端大メディルクス² ○中村 翔吾¹, 釣 優香^{1,2}, 細川 陽一郎^{1,2}

Div. Mat. Sci., NAIST¹, MLC, NAIST², °Shogo Nakamura¹, Yuka Tsuru^{1,2}, Yoichiroh Hosokawa^{1,2}

E-mail : nakamura.shogo.nx6@naist.ac.jp

植物の成長や組織化のメカニズムを理解する上で、その構成要素である個々の細胞の機械的特性を評価することが必要である。細胞は、周囲の環境に対して柔軟に適応するために自身の構造を変化させる。そのため、細胞形状、細胞壁の弾性率、張力、膨圧などの力学構造の変遷を理解することが機械的特性評価の本質的な情報となる。我々は、原子間力顕微鏡（AFM）を用いて、生きた植物細胞の形状および細胞壁の弾性率 E と細胞内圧（膨圧） P を同時に推定する方法を提案してきた[1,2]。この方法では、細胞壁を細胞の殻とみなして弾性シェル理論を適用する。具体的には、トポグラフィーから細胞壁の曲率を、フォースカーブから見かけの剛性 k_{as} をそれぞれ求め、2つの方程式に基づいて P 、 E を推定する。2つの方程式のうち1つ目は、 k_{as} を P 、 E および曲率を変数として表した弾性シェル理論に基づく方程式である。2つ目は、 P 、 E 、曲率と細胞壁の張力の関係から導かれる方程式である。この連立方程式を解くことで、 P と E を同時に推定できる。本研究では、タマネギの成長段階によってサイズの異なる表皮細胞に対して、 E と P の関係について調べた。

5~10 mm 角の黄タマネギ (*Allium cepa* L.) の単層表皮試料をガラスボトムディッシュに接着剤で固定して測定試料を準備した。タマネギの表皮細胞は細長い多角形であり、伸長方向のサイズ (L_{major}) は成長段階（細胞の位置）に依存する傾向がある。本実験では先端付近の $L_{major} \sim 100 \mu\text{m}$ の表皮細胞 ($N = 7$) および根元付近の $L_{major} \sim 300 \mu\text{m}$ の表皮細胞 ($N = 7$) に対して、それぞれ細胞の形状（トポグラフィー）と細胞壁の外力応答（フォースカーブ）を測定した。これらの測定結果に基づき、弾性シェル理論を適用して E および P を推定した。Fig. 1 に L_{major} と E および P の関係を示す。伸長方向のサイズが大きいほど、 E は小さくなる傾向が見られ、根元付近の細胞の方が先端付近の細胞よりも柔らかいことが明らかになった。一方で、 P はサイズにほとんど依存していないことがわかった。

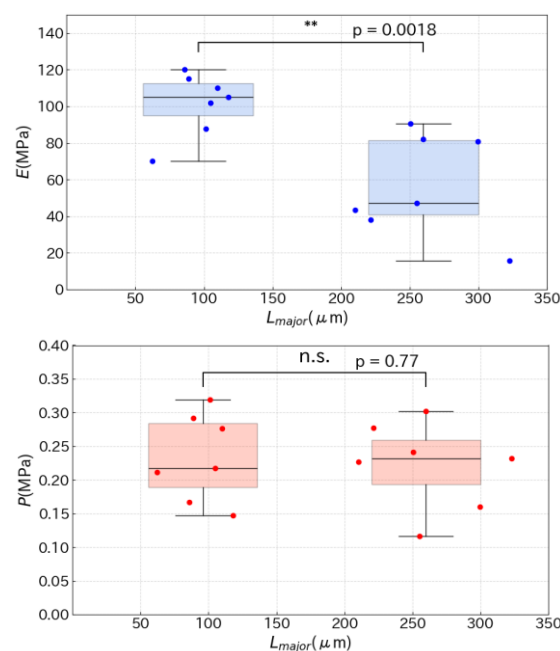


Figure 1 : Relationships of E and P with L_{major} .

[1] S. Tsugawa, et al., *Sci Rep*, **12**, 13044 (2022).

[2] Y. Yamasaki, et al., *Planta*, **262**, 19 (2025).

フッ素修飾プローブを用いた長時間 t-SPESI 質量分析イメージング

Long-Term t-SPESI Mass Spectrometry Imaging Using Fluorinated Probes

阪大院理¹, 阪大理² ○(M1)安田 賢生¹, (B)加藤 匡², 大塚 洋一¹, 豊田 岐聡¹

Graduate School of Science, Univ. Osaka¹, School of Science, Univ. Osaka², ○(M1)Takao Yasuda¹,
(B)Tasuku Kato², Yoichi Otuka¹, Michisato Toyoda¹

E-mail: tyasuda@mass.phys.sci.osaka-u.ac.jp

【背景】

疾患機序の究明のために、生体組織中の細胞の不均化を可視化する分析技術の実現が求められている。質量分析イメージング (MSI) は、生体組織の微小領域に含まれる成分をイオン化し、質量分析を行うことで、複数の試料成分の分布を一度の計測で可視化することができる。我々はこれまでに、タッピングモード走査型プローブエレクトロスプレーイオン化法 (t-SPESI) を開発し、生体組織の MSI を行ってきた^[1-4]。t-SPESI では、振動する石英製キャピラリープローブ (プローブ) を通じて、微量の溶媒を試料表面に供給し、試料成分を高速に抽出・イオン化する。

生体組織の細胞を可視化するために、ピクセルサイズを微小化すると、計測時間が増大する。従来法では、長時間の計測中に生体成分がプローブ先端の開口部に蓄積することで、流路が完全に閉塞し、計測が困難になるという課題があった。本研究では、撥水性・撥油性に優れたフッ素修飾プローブを作製し^[5]、長時間の MSI における有効性を評価した。

【方法】

レーザープレー (P-2000、Sutter Instrument) を用いて、プローブ (先端開口径 5 μm) を作製した。UV オゾン洗浄を施した後に、密閉したビーカー内でトリエトキシ (ペンタフルオロフェニル) シラン (PFPTES、東京化成工業) をプローブ表面に蒸着した。同様の手順で PFPTES を蒸着した石英基板、および UV オゾン洗浄を施した石英基板を作製し、表面自由エネルギーの測定を行った (CA-X、協和界面科学)。マウス脳切片をクライオミクロトームで作製した後に、スライドガラス上にマウントし、乾燥後に使用した。溶媒には、*N,N*-ジメチルホルムアミドとメタノールの混合溶液を使用した。MSI には、質量分析装置 (Xevo G2-XS、Waters) に接続した t-SPESI 計測システムを使用し、データ解析には HDI (Waters)、IMAGEREVEAL (島津製作所) を用いた。

【結果】

フッ素修飾プローブに溶媒を送液すると、先端に微量の溶媒が保持された (Fig. 1a 白矢印)。一方、未処理プローブでは、溶媒が側面に回り込む様子が確認された (Fig. 1b 白矢印)。また、フッ素修飾石英基板の表面自由エネルギーは、UV オゾン洗浄のみを行ったガラス基板と比較して減少した。これらの結果は、PFPTES の修飾によりプローブの表面自由エネルギーが低下し、溶媒がプローブ先端周辺に残留しにくくなることを示す。Fig.2 にフッ素修飾プローブを用いた、マウス脳の MSI (ピクセルサイズ 10 μm) の結果を示す。約 3 時間の計測において、プローブ先端への生体成分の顕著な蓄積と流路の閉塞が抑制された。

【参考文献】

[1] Y. Otsuka, et al., *Anal. Chem.* **93**, 2263 (2021). [2] Y. Otsuka, et al., *Anal. Bioanal. Chem.* **417**, 275 (2025). [3] Y. Otsuka, et al., *Commun. Chem.* **8**, 147 (2025). [4] 安田ら, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会 (2025). [5] Z. Tao, et al., *Tribol. Lett.* **21**, 1 (2006).

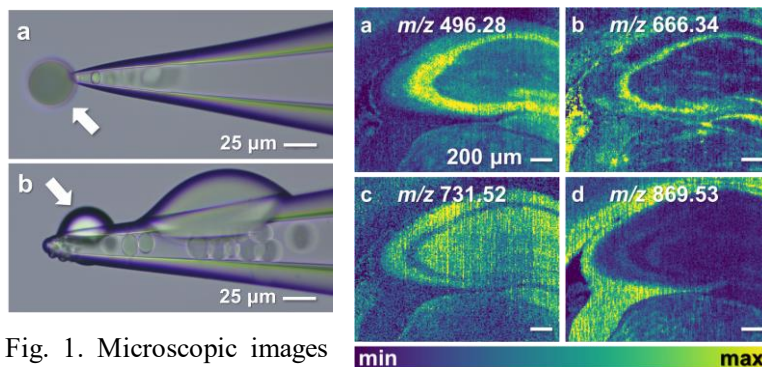


Fig. 1. Microscopic images of probe tips during solvent infusion: (a) fluorinated probe and (b) untreated probe.

Fig. 2. Characteristic ion image in the mouse hippocampal region acquired by MSI with a fluorinated probe.

ナノ内視鏡 AFM の高速化を目指した電子線堆積カーボン探針の先鋭化

Sharpening of electron beam deposited carbon probes for enhancing speed of Nanoendoscopy-AFM

金大院¹, WPI-NanoLSI²,

○金井 諒弥¹, 江原 睦¹, 宮澤 佳甫^{1,2}, 宮田 一輝^{1,2}, 福間 剛士^{1,2}

Kanazawa Univ.¹, Nano-LSI²,

○Ryoya Kanai¹, Ehara Mutsumi¹, Miyazawa Keisuke¹, Miyata Kazuki¹, Takeshi Fukuma²

E-mail: kanai6220@stu.kanazawa-u.ac.jp

我々の身体は細胞で構成されており、その内部構造や動態を理解することは生命現象の解明に必要不可欠である。これまでに、細胞内の3次元構造を非染色かつ低侵襲で計測するために、液中原子間力顕微鏡の技術を応用したナノ内視鏡 AFM が開発された[1]。ナノ内視鏡 AFM では、ニードル状の探針を細胞内部へ挿入することで細胞内の三次元構造を可視化することができる(図 1a)。当技術によってこれまでに、細胞核やアクチン繊維等の細胞内構造の可視化に成功してきた。その一方で、ナノ内視鏡計測には探針の挿入速度に制限があるという課題がある。高速での探針挿入は、細胞膜貫通率の低下や貫通時に細胞膜を押し込む距離の増大につながるため、従来のナノ内視鏡計測では 10~15 $\mu\text{m/s}$ の挿入速度で計測が行われてきた。しかし、細胞内動態計測の実現には計測時間の短縮が必須であり、スムーズな細胞膜貫通と挿入高速化の両立が求められる。

そこで、本研究ではこの課題を解決するために探針の先鋭化を行った。ナノ内視鏡 AFM 計測に用いられるニードル探針の一つである電子線堆積 (EBD) 探針は、市販の Si 探針 (AC40) の先端を集束イオンビーム (FIB) によって切削し、その上にカーボン进行ニードル状に堆積させて作製する(図 1b)。この従来の作製手法では、EBD 探針の先端直径は 40 nm 程度であった。本研究では、この作製過程後、探針にプラズマエッチング処理を施すことで、先端直径を 25 nm まで先鋭化することに成功した(図 1c)。また、従来の EBD 探針と先鋭化探針で細胞膜貫通に要した力を比較したところ、図 1d のように先鋭化探針を用いた方がより小さな力で細胞膜を貫通できることが分かった。この結果は、先端直径の小さい探針はよりスムーズに細胞を貫通できることを示唆している。現在は、よりスムーズな貫通を実現するためにさらなる先鋭化に取り組んでいる。

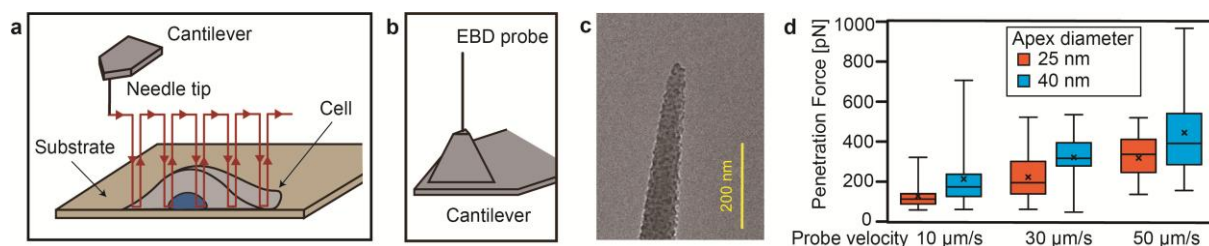


Fig. 1: (a) Schematic diagram of Nanoendoscopy-AFM. (b) Schematic illustration of EBD probe. (c) TEM image of the EBD tip after plasma etching. (d) Penetration force with different probe apex diameters.

[1] M. Penedo *et al.*, *Sci. Adv.* 7 (2021) eabj4990

BioLever AFM Probes: From Concept to Manufacturing

Takeshi Hayasaka¹, Takayuki Uchihashi², Adarsh Sandhu³

¹Applied NanoStructures, Inc., ²Nagoya University, ³University of Electro-Communications

E-mail: [sandhu@uec.ac.jp]

BioLever atomic force microscopy (AFM) probes are designed for imaging soft biological samples, offering high-speed scanning and high resolution. These probes require a cantilever with a low spring constant (~ 0.1 N/m) and a relatively high resonance frequency (~ 500 kHz)—a combination that presents a significant design and manufacturing challenge due to mechanical trade-offs.

We present the concept, design, and batch fabrication process of BioLever probes optimized for these dual requirements. Precise control of cantilever length and tip height was essential, and innovations in geometry and process calibration were implemented to achieve high reproducibility and mechanical performance.

Key challenges included maintaining consistency in spring constant and aligning nanoscale tips with submicron accuracy. Our approach used finite element simulations and compensated lithographic masks to refine fabrication.

The resulting probes were tested on lipid bilayers and fixed cells, demonstrating low noise, good sensitivity, and reliable imaging under liquid. Compared to conventional soft probes, our BioLever design enables improved responsiveness and stability for life science applications.

This study shows how targeted nanofabrication advances can overcome mechanical constraints, enabling faster, higher-resolution AFM imaging for biological research.

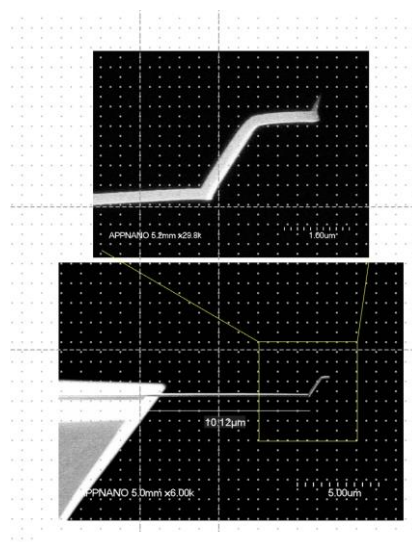


Fig 1. Figure 1. SEM images of BioLever probe tip geometry and cantilever layout. The top image shows the tip profile, while the bottom image shows the full cantilever with a zoom-in of the tip

探針増強ラマン分光用 Au 蒸着カンチレバー探針の作製と性能評価(3)

Fabrication of Au-deposited cantilever tips for tip-enhanced Raman spectroscopy (3)

京大工¹, °(M2) 李 碩磊¹, 小林 圭¹

Dept. of Electronic Sci. & Eng., Kyoto Univ.¹, °Shuolei Li¹, Kei Kobayashi¹

E-mail: li.shuolei.86u@st.kyoto-u.ac.jp

走査型プローブ顕微鏡 (SPM) とラマン分光法を融合した探針増強ラマン分光法 (Tip-Enhanced Raman Spectroscopy: TERS) は、ナノスケールにおける試料表面の形態・物性情報に加え、分子振動情報を同時に取得可能な高分解能分析手法として注目されている。TERS は光学回折限界を超える空間分解能を有する化学分光法であり、材料科学、生物学、ナノテクノロジー等の幅広い分野への応用が期待される。TERS におけるラマン励起光の照射スポット径は探針先端の曲率半径を大きく上回るため、探針直下以外の領域から発生するラマン散乱光や蛍光などのバックグラウンド信号が TERS 信号のコントラストや空間分解能を下げてしまう問題がしばしば生じる。われわれは TERS 信号のコントラストおよび空間分解能の向上と測定の再現性の確立に向けて、探針先端を形成する Au 薄膜の品質最適化を目標に、様々な条件でカンチレバー探針先端へ Au を蒸着し、その膜質と TERS 信号の相関に関する研究を行っている。

これまでに抵抗加熱による真空蒸着によりカンチレバー探針へ Au を蒸着し、その蒸着条件と先端近傍の膜質と TERS 信号強度との相関について報告し[1]、さらに抵抗加熱およびスパッタを用いて Au 蒸着した時の結果についても報告してきた[2]。今回は、様々な条件でスパッタにより Au 蒸着、TERS 測定を行ったので、Au 膜質と TERS 信号強度との相関について報告する。

Fig. 1 に、AFM カンチレバー探針へ、0.05 nm/s、0.1 nm/s、0.2 nm/s のスパッタ速度で Au を堆積した際、試料台に置いて同時に Au を堆積した Si 基板の AFM 像を取得し、その二乗平均平方根 (RMS) 粗さおよび算術平均粗さを評価した結果を示す。スパッタ速度が低い条件 (0.05 nm/s) では RMS 粗さ・算術平均粗さが最大値を示し、低速堆積による自己組織化的な凹凸構造の形成が示唆された。一方、速度増加に伴い粗さは低下し、0.2 nm/s で最小値を達成した。これは高速堆積による原子拡散抑制により平滑化が促進されたためと考えられる。

Fig. 2 に、Arrow-CONTR のカンチレバーに 0.2nm/s のスパッタ速度でコートしたカンチレバーの側面 SEM 像を示している。SEM 像から針状の組織が確認できる。

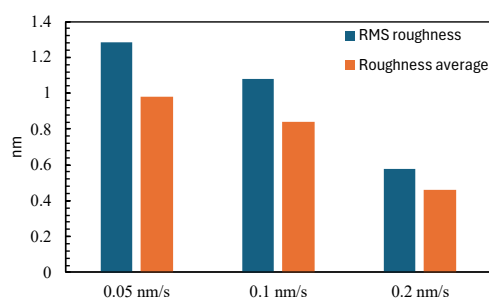


Fig. 1. RMS roughness and average roughness of the Au film coated on the Si substrate under different sputtering rates (0.05 nm/s, 0.1 nm/s, and 0.2 nm/s).

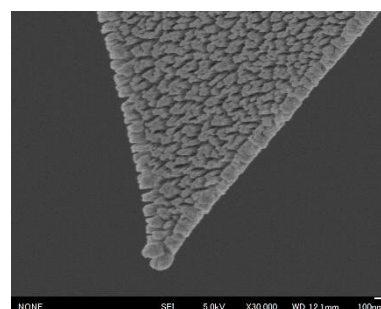


Fig. 2. SEM image of an Au-tip for TERS coated by sputtering with a deposition rate: 0.2 nm/s.

References

- [1] 李ら, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 18p-P03-11, (2024).
- [2] 李ら, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 16p-P11-11, (2025).

液中 AFM で測定した電位分布像の長距離力除去補正を実現する リフテッドリトレーススキャン機能の実装

Implementation of Lifted Retrace Scan Function for Long-range Force Subtraction

Correction of Potential Images Measured by in-liquid AFM

金沢大 °西田 虎太郎, 岡本 雅美, 糞谷 彰謙, 東 諒柊, 宮田 一輝, 福間 剛士

Kanazawa Univ. °Kotaro Nishida, Masami Okamoto, Shoken Kojitani, Ryoshu Higashi,

Kazuki Miyata, Takeshi Fukuma

E-mail: nknk0513@stu.kanazawa-u.ac.jp

近年、原子間力顕微鏡 (AFM) を基盤としてオープンループ電位顕微鏡 (OL-EPM) が開発され、液中におけるナノスケール電位分布計測が可能となった。この技術により、金属腐食機構に密接に関係する局部電池の分布が可視化されている。しかし、この技術により得られた電位の値には、探針先端に印加される短距離力成分に加えて、カンチレバーや探針側面と試料の間に働く長距離力による影響が強く含まれる。そのため、従来は AFM 計測前後にフォースカーブを取得し、そこから長距離力成分を算出し、さらに電位分布計測データからそれを差し引くことで、バルク溶液の電位を基準とした値に補正していた。ただし、これらの長距離力は 1 画像取得する間にも変化するため、より正確な電位像を得るためには、ラインスキャン毎にフォースカーブを計測し、電位の値を補正することが望ましい。

これを実現するため、本研究ではリフテッドリトレーススキャン機能を開発した (Fig. 1)。一般的な AFM では、探針を平面方向に往復走査するラスタースキャン方式が用いられており、そのトレース方向とリトレース方向の走査により得られる情報から 2 つの画像データを生成している。それに対し、リフテッドリトレーススキャンでは、トレース方向はラスタースキャンと同様に試料表面を走査して AFM データを収録し、リトレース方向では開始直後から探針をある高さまでリトラクトさせ、その後試料表面までアプローチさせ、トレース方向の走査が始まるまでに安定した探針-試料間距離制御を確立する。その間に、探針に印加される力を収録することで、リトレーススキャン中にフォースカーブ計測を行うことができる。これにより、1 ライン毎に長距離力成分を算出できる。我々はこれまでに、リフテッドリトレース走査によりバナジン酸ビスマス (BiVO_4) の表面を計測し、表面形状と同時にフォースカーブを取得できることを確認している (Fig. 2)。今後は電位分布計測機能と組み合わせて、正確な電位分布計測を実現する。

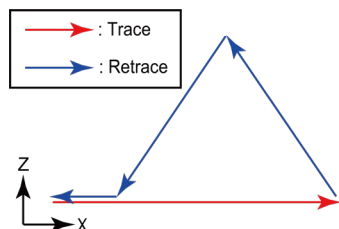


Fig. 1: Schematic of the scan trajectory of the lifted retrace scan.

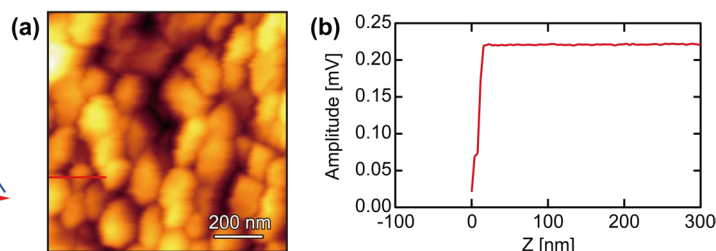


Fig. 2: BiVO_4 thin film in water imaged by amplitude modulation AFM with the lifted retrace scan. (a) Height image obtained by the trace scan. (b) Force curve obtained during the retrace scan at the position indicated by the red line in (a).

液中オープンループ電位顕微鏡による分子配向検出実験に向けた HOPG 基板上への鉛フタロシアニン薄膜作成条件の検討

Establishing Conditions for Forming Lead Phthalocyanine Thin Film on HOPG Substrate for Molecular Orientation Detection Experiments by Open-Loop Electric Potential Microscopy

金沢大学¹ ○(M1)小川大翔¹, 炭竈享司¹, 福間剛士¹

Kanazawa Univ.¹, ○Hiroto Ogawa¹, Takashi Sumikama¹, and Takeshi Fukuma¹

E-mail: ho2152120901@stu.kanazawa-u.ac.jp

オープンループ電位顕微鏡 (OL-EPM) は、液中ナノスケール電位分布計測を可能とする原子間力顕微鏡 (AFM) 技術である。これまで、この技術は主に金属腐食のその場解析などの、電気化学反応分布を可視化するために用いられてきた。一方で、原理的には OL-EPM は固液界面に存在する局所電荷や局所分極に由来する電位分布を検出できるため、固液界面に吸着する極性分子の配向を検出するために有効な手段となり得る。しかし、これまでに OL-EPM を分子配向の特定に応用した例はなく、その可能性は実証されていない。したがって、まず分極方向性が分かっているモデル分子膜に対して、OL-EPM 計測を実施し、その実現性を実証することが望まれる。そこで本研究では、Fig. 1(a)に示す、中心の鉛がとび出たシャトルcock型の構造を持つ鉛フタロシアニン (PbPc) の薄膜を導電性を持つ高配向性焼結グラファイト (HOPG) 基板上に作成し、その表面電位分布を液中で OL-EPM により計測し、分子分極同定の可能性を検証する。

まず我々は、第一原理計算により真空中で孤立した PbPc 分子が、分子面に対して垂直方向に、鉛が飛び出ている向きに、0.63–0.86 Debye の大きさの分極を持つことを確認した。したがって、この分子が HOPG 基板に対して分子面を平行にして吸着した場合、表面形状から分極の向きを特定できるため、分極方向同定実験のための最適なモデル試料となり得る。

次に、利便性を考慮してウェットプロセスによる HOPG 上への PbPc 薄膜の作成条件を検討した。その結果、飽和ベンゼン溶液を 100 倍に希釈し、それを $10 \times 10 \text{ mm}^2$ の HOPG 基板上に 0.1 mL 滴下し、溶媒を蒸発させる方法で、サブモノレイヤーの薄膜を作成することに成功した。Fig. 1(b)は成膜後の大気中 AFM 像である。この図の左側の比較的平坦な領域を拡大した像が Fig. 1(c)であり、約 1.4 nm の周期構造が確認できる。今後、この薄膜表面の電位分布を OL-EPM により計測し、表面形状と分子平行との相関の解明を目指す。

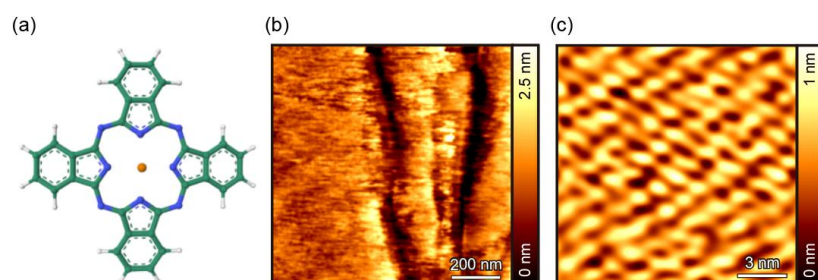


Fig. 1 (a) Molecular model of PbPc. (b) Large-scale and (c) molecular-scale AFM images of PbPc on HOPG.