

表面物性評価機能付走査型プローブ顕微鏡

キーワード：走査型プローブ顕微鏡、表面物性、高分子材料、位相測定、横振動摩擦力顕微鏡

概要

走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscopy ; SPM) は、試料表面に微小なプローブ探針を近づけて、探針と試料との間に働く原子間力、摩擦力などの物理量を検出しながら走査することによって、微小領域の形状観察および物性の評価を行うものです。近年、ナノテクノロジーの発展とともに様々な技術領域において応用されています。SPM の特徴としては 原子レベル、ナノメートルオーダーの領域を特殊な前処理を施さずに観察可能、大気中、減圧下、常温以外、および液中などの環境下で観察可能、形状観察と同時に物性の分布を観察、測定可能、などが挙げられ、電子顕微鏡では不可能な条件下での観察・測定ができます。

ここでは、当所に設置されている SPM を用いた観察手法および観察例をご紹介します。

位相測定

SPM の測定モードのうち、試料表面をプロ

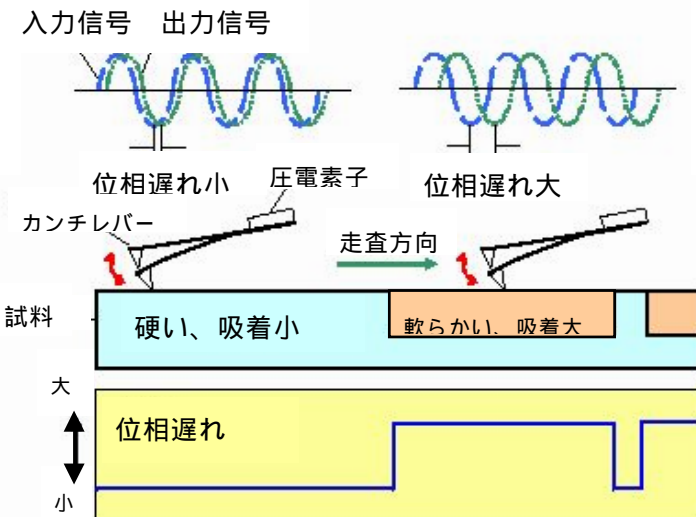


図1 タッピング・モードによる位相測定の原理

ーブによって周期的に接触 (タッピング) しながら走査するタッピング・モード (DFM) を用いた位相測定の原理を図1に示します。プローブをタッピングさせる際、プローブが取り付けられている梁 (カンチレバー) の振動振幅が一定となるように、プローブと試料間の距離をコントロールしながら表面形状を測定します。形状の測定と同時に、カンチレバーを振動させる際の圧電素子への入力信号と実際のカンチレバーの出力信号との位相の遅

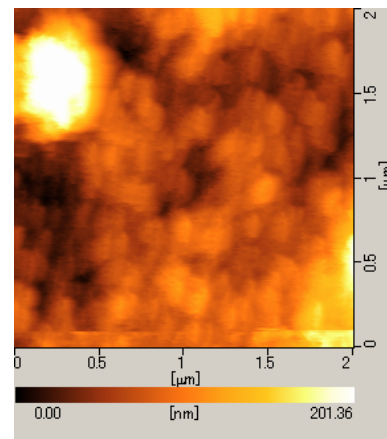


図2-1 撥水性シリカ微粒子のDFM形状像

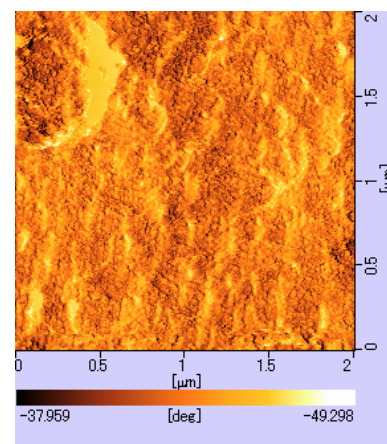


図2-2 撥水性シリカ微粒子のDFM位相像

れを検出します。位相の遅れは、試料表面の粘弾性や吸着力などの影響を鋭敏に反映します。位相の遅れの大小を位置分布として画像化したものが位相像です。

図2は、当研究所で開発しているシリカ微粒子を含む撥水剤をガラス板に塗布し、これをDFMにより観察した結果です。形状像では図中左上の500nm程度の大きな粒子と40nm程度の小さい粒子が混在していることがわかります。一方位相像では比較的軟らかい部分を示す明るい部分が特定部分に固まらず、均一に分布していることがわかります。この軟らかい部分は、撥水性を向上させる目的で添加しているフッ素系シランカップリング剤などに基づくものと考えられます。位相像の結果から、フッ素系シランカップリング剤はシリカ微粒子上に比較的均一に固定できているといえます。

横振動摩擦顕微鏡

物質表面の形状と摩擦力分布を同時に測定できる横振動摩擦顕微鏡(LM-FFM)は、試料を数kHzで横振動させたときのカンチレバーのねじり振動を検出し画像化する方法です。形状だけでは判断できない材質の違いや混合物の分布状態を調べるのに有効です。

図3は、シリコン・ウェハ上に界面活性剤1分子層を並べたラングミュア-プロジェクト膜(LB膜)と呼ばれるものをLM-FFMにより観察した結果です。形状像では島状の部分が突出していることがわかります。LM-FFM振幅像では明るい部分ほど摩擦力が大きいことを現しており、島状の部分は周囲の部分よりも摩擦力が小さいことがわかります。これらの結果から、界面活性剤層は島状ドメインを形成していると解釈できます。

その他の手法として、マイクロ粘弾性顕微鏡(VE-AFM)では、カンチレバーをZ方向に

微小振動させ、試料に周期的な力を加えながら原子間力(AFM)測定を行い、このときのカンチレバーのたわみ振幅の分布を測定することで、微小部分の形状と粘弾性分布を同時に画像化できます。また表面電位顕微鏡(KFM)は、表面形状に現れない表面電位の大小の分布を画像化することができる方法です。

おわりに

ここで紹介した手法では、微小領域の形状と物性分布の知見とを同時に観察、測定可能であり、ブロック共重合体、ポリマーアロイなどの高分子材料や機能性材料の開発を行う上で有力な解析手段と考えられます。

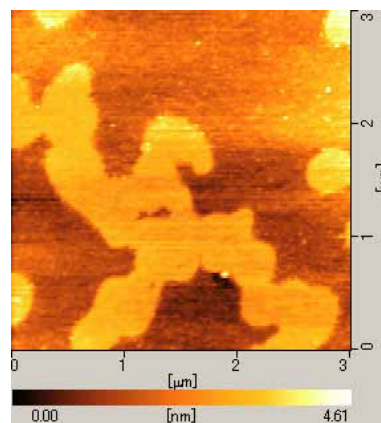


図3 - 1 シリコン・ウェハ上のLB膜(LM-FFM形状像)

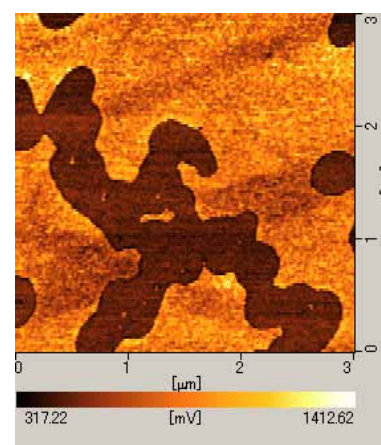


図3 - 2 シリコン・ウェハ上のLB膜(LM-FFM振幅像)