

原子間力顕微鏡と超音波顕微鏡の融合

図1 接触共振に基づく局所弾性検出の原理

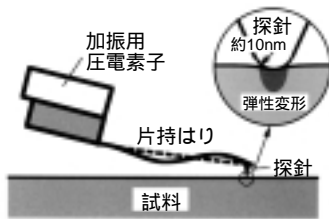


図2 PZTセラミックス表面の弾性分布画像(W. Arnold教授の好意による)

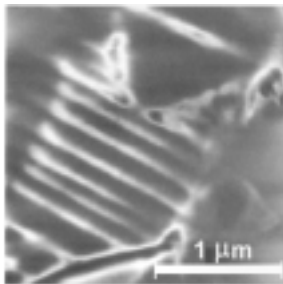
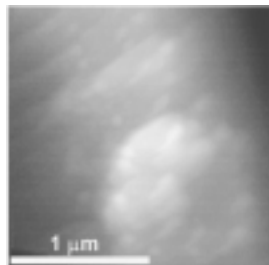
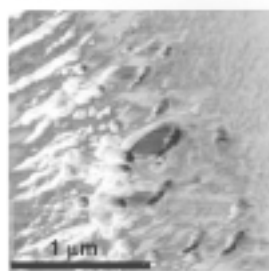


図3 スライドガラス表面の画像



(a) 形状画像 (最大高低差350nm)



(b) 弾性分布画像

はじめに

表面形状を高分解能(約10nm以下)で計測できる原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)を応用して, 試料表面の形状と同時に, 弾性的性質の分布をも画像化できる手法の開発が盛んである。これらは, 音響レンズを用いる従来の超音波顕微鏡に比べ, 空間分解能が格段に高いという特徴をも

つ。ここでは, 原子間力超音波顕微鏡とも呼ばれる, この新しい融合技術における最近の進展を紹介する。

原子間力超音波顕微鏡の原理

走査型プローブ顕微鏡の一種であるAFMでは, 先端半径10nm程度の鋭い探針を有する単結晶微小片持はり(長さ数百 μm)が, タッチセンサとして機能する。通常, これにより試料表面を走査し表面形状画像を得る。

ここで紹介する原子間力超音波顕微鏡ではAFMの動的モードを応用しているが, 形状計測の場合とは異なり, 図1のように探針は試料表面に常時接触している。加振用圧電素子に加える電圧を適度に抑えて片持はりを振動させると, 探針-試料接触部が線形ばねのように振舞う。このときの共振周波数は, 接触部のばね定数(接触剛性)に依存する。弾性分布の画像化では, この性質を利用し, 場所による共振周波数の相違を計測し, これを画像信号として用いる。接触剛性は試料の弾性を反映しており, また共振周波数は接触剛性が大きいほど大きくなるため, 得られた画像は, 試料表面の弾性の分布を表したものとなる。なお, 共振周波数は数百kHz以上の超音波周波数域に入るが, 試料内の超音波伝播は無視できる。

問題点と解決への取組み

セラミックスや金属など, ポリマーよりも硬い試料を対象とした場合, 弾性の検出感度が極めて悪いという原理的な問題が生じる。すなわち接触用の片持はりのばね定数(1N/m以下)が探針-試料間の接触剛性に比べ非常に小さいため, 振動の際に探針が試料表面を十分に押込むことができない状態となる。

フランクフルト非破壊検査研究所(ドイツ)のW. Arnold教授らのグループは, ばね定数が十分に大きい片持はり(数十N/m)を用い, また高次の共振を利用することにより, 上記の欠点を改善した。これにより, セラミックス等の比較的硬い材料の弾性の分布を示す画像を得ることに成功した。図2は強誘電体であるPZTセラミックス表面の弾性分布画像である(明るい部分ほど弾性係数が小さい)。このように表面形状には現れない結晶粒内の縞状ドメイン構造を弾性の差異として見る事ができる。

片持はりのばね定数を大きくすると, 力検出感度が低下し, 走査時の微弱接触力の制御が難しくなる。また, 高次振動モードを利用しても弾性検出感度が十分であるとは言い難い。われわれは, ばね定数を大きくすることなく, 高感度の弾性検出ができる集中質量型プローブを考案した(特願2001-156021)。これは, 市販AFM片持はりの先端に, 片持はり質量の約4倍以上のタンゲステン微粒子を取付けることにより製作した。これを用いれば試料の種類を問わず常に最高の感度で弾性的性質の評価・弾性分布の画像化が実現できる。図3はスライドガラス表面の形状画像(明るい部分ほど高い)と弾性分布画像(明るい部分ほど弾性係数が小さい)である。集中質量型プローブ(ばね定数1N/m)によって, 形状画像には見られない加工表面の性状が弾性の差異として明瞭に観察できる。

広範囲の試料に対して常に高感度で弾性が検出できる集中質量型プローブの普及により, 原子間力超音波顕微鏡観察の今後の利用拡大が期待できる。

(原稿受付 2001年12月13日)

〔村岡幹夫 秋田大学〕