

### 3次元スペクトル-原子間力超音波顕微鏡による表面下構造の可視化

Subsurface visualization of soft matrix using 3D-spectroscopic atomic force acoustic microscopy.

○木村邦子<sup>1</sup>、小林圭<sup>2</sup>、八尾惇<sup>1</sup>、山田啓文<sup>1</sup> (1. 京大院工、2. 京大白眉セ)

○Kuniko Kimura<sup>1</sup>, Kei Kobayashi<sup>2</sup>, Atsushi Yao<sup>1</sup>, Hirofumi Yamada<sup>1</sup> (1. Dept. Sci. Eng. Kyoto Univ.,

2. The Hakubi Center for Adv. Res., Kyoto Univ.)

E-mail: kimurak@icc.kyoto-u.ac.jp

**[はじめに]** 表面下構造の可視化技術は種々の科学技術分野において重要であり、これまで報告された原子間力顕微鏡 (AFM) による表面下構造のナノスケール可視化技術は大きく注目されている[1]。我々も、原子間力超音波顕微鏡 (AFAM) およびヘテロダイナミクス顕微鏡 (HFM) を用いてポリマーの表面下 900 nm に埋もれた Au ナノ粒子 (直径: 50 nm) の可視化に成功している[2]。AFAM および HFM は探針-試料間の接触共振周波数 ( $f_c$ ) 付近の振動を検出し、試料表面の粘弾性を評価する手法である[3,4]。これらの手法を用いて表面下構造が可視化できる理由として、軟らかい材料中に埋もれた硬い材料が表面粘弾性に影響を与えることが考えられる。しかし、上記の手法では通常、 $f_c$  付近に設定した単一周波数の振幅位相だけを検出するため、可視化の要因が弾性変化によるものか粘性変化によるものかの判断が困難であった。そこで今回、3次元スペクトル-原子間力超音波顕微鏡 (3D-spectroscopic AFAM) により探針走査領域の全 pixel において接触共振スペクトルを取得した (Fig. 1)。3D-spectroscopic AFAM では、走査領域各点で接触共振スペクトルを取得できるため、走査領域各点における弾性と粘性の変化を明らかにでき、また任意の周波数で取得した AFAM 像を再構成することも可能である。本講演では、接触共振スペクトルに基づき、表面下構造が表面粘弾性に与える影響について詳細に議論する。

**[実験]** 表面下 900 nm に直径 40 nm の Au 粒子を埋め込んだポリマー膜を試料に用いた。探針 (バネ定数: 1.3~1.5 N/m) を試料表面に接触後、走査領域内 ( $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ ) の各 pixel ( $128 \times 128$ ) において試料直下に設置した圧電素子に印加する交流電圧の周波数を  $f_c \pm 12.5 \text{ kHz}$  の範囲で 35 ms で掃引し、カンチレバーの振幅位相をロックインアンプにより検出した。

**[結果]** 3D-spectroscopic AFAM で得られた振幅位相スペクトルを Fig. 2 に示す。図中、赤線(1)が表面下に Au 粒子がある pixel において取得されたスペクトルである。他の線(2~7)は赤線(1)を取得した pixel と同じ走査線上にあり表面下に Au 粒子が無い pixel の中から、互いに 40 nm 離れた pixel のスペクトルを選んで示したものである。Au 粒子上の pixel では粒子の無い pixel に比べて  $f_c$  (振幅が最大で、位相が大きく変わる周波数) が高くなっており、また  $f_c$  近傍における振幅が大きいことから、弾性率が高く、粘性率が低い ( $Q$  値が高い) ことが示唆される。さらに、Au 粒子上では振幅スペクトルのピーク形状が非対称となっていることが分かる。

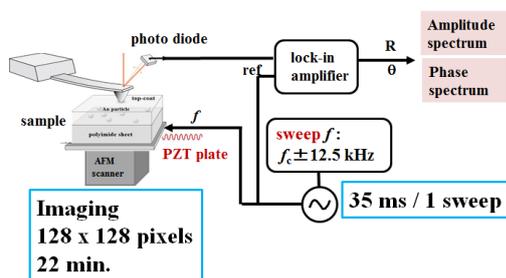


Fig. 1; The schematic of 3D-spectroscopic AFM. Amplitude and phase spectra are obtained every surface point of  $128 \times 128$  pixels in situ the tip scanning. It takes 35 msec. to obtain spectra at each surface point.

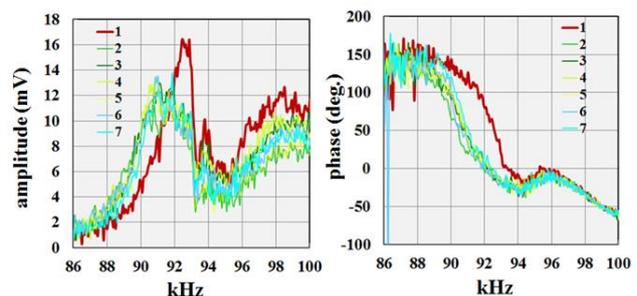


Fig. 2: Amplitude and phase spectra obtained by 3D-spectroscopic AFAM at pixels near a buried Au nanoparticle. Curve 1 shows the spectrum at the pixel exactly on the subsurface nanoparticle, while curves 2-7 shows those on the pixels having no subsurface particle.

[1] G.S. Shekhawat, V.P. Dravid, Science, 310, 89 (2005).他

[2] K. Kimura, K. Kobayashi, K. Matsushige, H. Yamada, Ultramicroscopy, 133, 41 (2013).

[3] U. Rabe, K. Janser, W. Arnold, Rev. Sci. Instrum., 67, 3281 (1996).

[4] M.T. Cuberes, H.E. Assender, G.A.D. Briggs, O.V. Kolosov, J. Phys. D, Appl. Phys. 33, 2347 (2000).