

走査型熱振動顕微鏡法を用いた 高分子膜下のポリスチレン粒子深さ分布

Depth profiling of polystyrene nanoparticles buried in polymer matrix by scanning thermal noise microscopy

京大工¹, °戸野 博史¹, 木村 邦子¹, 小林 圭¹, 山田 啓文¹

1. Dept. of Electronic Sci. & Eng., Kyoto Univ.

°H. Tono¹, K. Kimura¹, K. Kobayashi¹, H. Yamada¹

E-mail: h.tono@piezo.kuee.kyoto-u.ac.jp

近年の原子間力顕微鏡を用いた表面下構造可視化技術の進展により[1-3]、表面下数百ナノメートルにある構造物を、非破壊・高分解能で可視化することが可能となり、今後さまざまな分野への応用が期待されている。一方で、その可視化メカニズムについては依然明らかとはなっていない。これまでの研究により、表面下構造可視化像とカンチレバーの接触共振スペクトルとの間の関係が明らかとなっており[2,3]、埋め込んだナノ粒子の硬さに応じて、粒子直上でのカンチレバーの接触共振周波数(f_c)のシフトの大きさおよび方向が変化すること、また、検出感度は、ナノ粒子および基板の硬さの両方が関係していることが判明している[4]。本研究では、周期的な凹凸構造をもつ Si 基板に、ポリスチレン (以下 PS) ナノ粒子を堆積した試料を作製し、走査型熱振動顕微鏡法(STNM) [3]を用いて、接触共振スペクトルマップによるナノ粒子可視化実験を行い、ナノ粒子の埋め込み深さの違いが表面下構造可視化像に与える影響を調べた。

図 1 に STNM の構成および試料の概略図を示す。電子線リソグラフィを用いて Si 基板上に深さ 200 nm、大きさ 400 nm 角、間隔 300 nm のピットパターンを作製し、パターン上に粒径約 100 nm の PS 粒子を堆積し、その上から約 300 nm 厚のフォトポリマー膜を堆積した試料を用いた。カンチレバー (f_c : 約 95 kHz) を試料表面に接触させ、走査領域の各ピクセル (128×128) 上でカンチレバーの熱振動スペクトルを測定した。図 2 に、得られた f_c 像および表面形状像 (インセット) を示す。図 2 中の A はピット底部で可視化された PS 粒子、B はピット外部 (ランド部) で可視化された PS 粒子、C は粒子のないランド上の点を示す。図 3 は、A、B、C の各点で得られたスペクトル (赤: A、青: B、黒: C) を示す。PS 粒子直上のスペクトル (赤、青) は、粒子のない点のスペクトル (黒) に比べて、 f_c が低い方向にシフトしていること、また、青 (B 点) の f_c が、赤 (A 点) の f_c よりも低いことがわかる。このことから、粒子直上における試料表面の弾性率は、埋め込まれた粒子が表面に近いほど低くなることが分かり、試料表面の弾性率の違いから表面下構造の深さに関する情報が得られることが示唆された。

[1] K. Kimura, *et.al.* Ultramicroscopy, 133, 41 (2013). [2] K. Kimura, *et.al.* Nanotechnology, 27, 415707 (2016).

[3] A. Yao, *et.al.*, *Sci. Rep.* 7, 42718 (2017). [4] 野坂他、2018 年 65 回応用物理学会春季学術講演会、19p-F210-7.

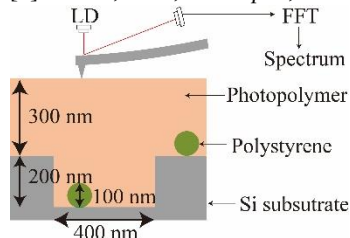


Fig. 1: Schematic of sample structure and experimental setup of scanning thermal noise microscopy (STNM).

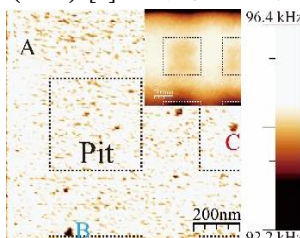


Fig. 2: Contact resonance frequency (f_c) image of a photopolymer film with buried polystyrene nanoparticles (Inset: Topographic image).

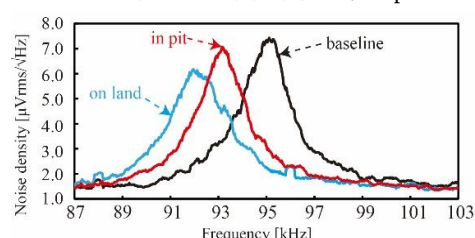


Fig. 3: Contact resonance spectrum measured at the position that shown by arrow in Fig. 2.