光学顕微鏡等を用いた、基板上ナノ粒子分散状態の広域評価

Slant Illumination Dark Field Microscopy Study of Nano-particles

産総研 計量標準総合センター ○ 重藤 知夫, 加藤 晴久, 時崎 高志

AIST, ○Tomoo Sigehuzi, Haruhisa Kato, Takashi Tokizaki

E-mail: sigehuzi.tomoo@aist.go.jp

顕微鏡観察用にナノ粒子[1]やナノ結晶[2]をシリコン基板に展開する方法として、我々はこれまで「サンドイッチ凍結乾燥法」[3] (図 1) を開発してきた。懸濁液や水溶液をシリコン基板で挟んで薄膜にして上下から低熱源に接触させると、熱交換や熱伝導の時間が劇的に減少し、凝集する間もなく凍結する。真空中で水分を昇華させれば、基板上にバラバラのナノ粒子が残る。今回は、こうして得られた展開基板から AFM 観察位置を選定したり、展開手法の改善を行ったりするための、展開品質評価法について報告する。AFM 計測には膨大な時間を要するので、AFM 自体より速い測定法を用いることが実用的な評価のためには必須である。本研究では、光学顕微鏡を援用した。

ナノ粒子展開基板の斜め上から白色光を入射し、真上から散乱光を観察する。粒子が載っていない部分は入射光を全反射して暗く見える。粒径数 100nm までの粒子 (ナノ粒子や少数凝集体) には、散乱角によらず短波長ほど強く散乱する性質が残り、ランダムに孤立展開された基板をこの白色光斜上照射暗視野顕微法で観察すると、領域全体が青く面発光しているように見える。

この中から 100nm 径程度未満のナノ粒子が孤立分散する領域を選別するため、真上から光を当てる通常の反射像も観察する。凝集体では無視できる側方散乱が孤立粒子では無視できないため、ナノ粒子がバラバラに展開されている領域では、みかけ上の吸収が観察される。ただし、分散媒残渣等による本当の吸収も多く、白色光斜上照射暗視野顕微法と組み合わせた判定が必要となる。

以上より「白色光斜上照射暗視野顕微法で青く均一に面発光し、反射像では均一な吸収が見える領域でナノ粒子が高密度に孤立分散している」ことが分かる。シリカ 2 峰試料 (50nm 径と 100nm 径) をサンドイッチ法で展開した基板の白色光斜上照射暗視野顕微像 (強調目的で画像処理済み) を図 2 に、暗い青に均一に光る部分の AFM 形状像を図 3 に示す。

以上のプロセスにさらに SEM を組み合わせることで、基板展開状態の迅速な評価が可能になった。

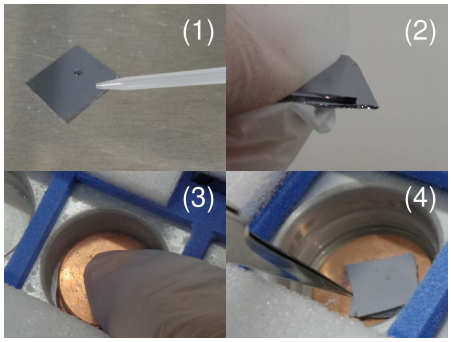

図 1. サンドイッチ凍結乾燥法

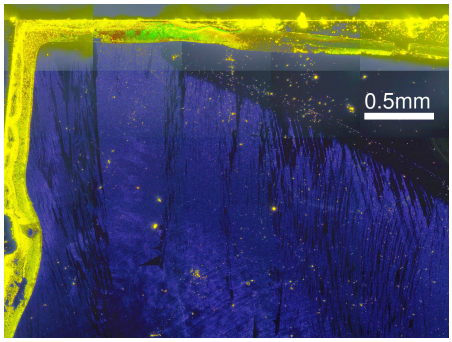

図 2. 白色光斜上照射暗視野顕微像

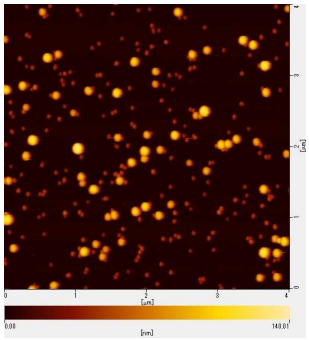

図 3. 4μm 角 AFM 形状像

謝辞：本研究の主要部分は、国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託事業「省エネ製品開発の加速化に向けた複合計測分析システム研究開発事業」の成果です。

[1] 重藤知夫, 第 65 回応用物理学会春季学術講演会 (2018)
[2] 重藤知夫, 第 66 回応用物理学会春季学術講演会 (2019)
[3] Tomoo Sigehuzi, J. Chem. Phys **147**, 041201 (2017)

© 2020年 応用物理学会