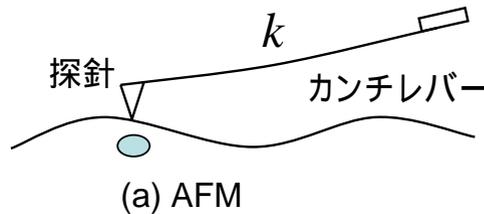


超音波原子間力顕微鏡

- 1 超音波原子間力顕微鏡の原理
- 2 共振周波数追尾型UAFM
- 3 接触弾性による共振周波数の変化
- 4 CFRPへの適用
- 5 共振周波数とQ値のマッピング
- 6 薄膜構造の各部における共振スペクトル
- 7 薄膜構造における共振周波数マッピング
- 8 ナノスケール欠陥(転位)の観察
- 9 転位における周波数マッピングと観察位置の模式図
- 10 空隙の開閉による非線形応答を示す転位近傍の共振スペクトル
- 11 空隙(ギャップ)の計測原理

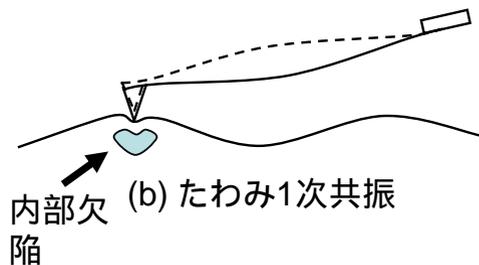
1 超音波原子間力顕微鏡の原理

超音波原子間力顕微鏡は、振動モードによるカンチレバーの使い分けによって、高精度な凹凸像と試料の弾性変形の映像を両立させる。図に示すように、柔らかいカンチレバーも共振時には慣性力を受けるので、試料変形能力が向上する。高次の共振モードでは、節の形成によりカンチレバーの実効長が減少するので見かけのバネ定数が増加し、弾性変形能力が一層向上する。この結果、凹凸のある試料でも、正確な凹凸映像と、弾性映像を両立できる。



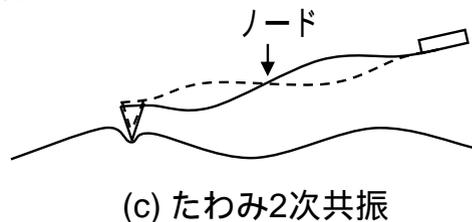
柔軟なカンチレバー

- ⇒ AFMモードでは
正確なトポグラフィ測定
形状と物性の詳細比較を実現



カンチレバーの超音波振動

- ⇒ 慣性力による試料の変形
- ⇒ 金属やセラミクスの
弾性特性・内部欠陥評価
世界初の超高分解能 <10 nm

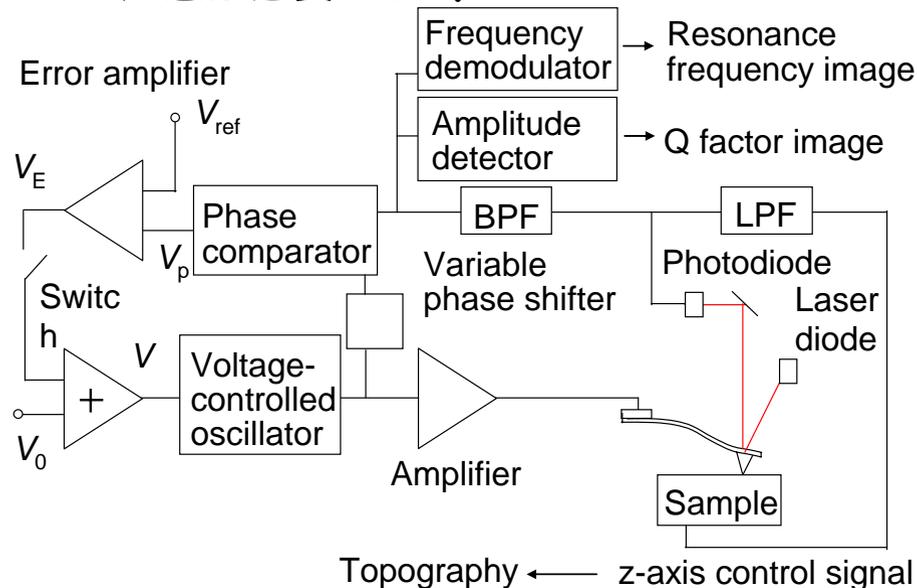


ノードの形成 $k_c \propto \frac{1}{L^3}$

- ⇒ より堅い試料の評価
(金属間化合物・高強度セラミクス)

2 共振周波数追尾型UAFM

電圧制御発振回路VCO (voltage controlled oscillator) を用い、カンチレバー振動の位相が一定になるようにVCOの発振周波数を制御して、カンチレバーを常に共振周波数で振動させる。さらに、共振時の振幅はQ値と比例する関係が近似的に成り立つので、共振時の振幅からQ値像を得る。この装置では、凹凸、共振周波数およびQ値の総合的比較を1回の映像走査で行える。共振の追尾は高い信号対雑音(S/N)比が必要である。しかしS/Nの向上のため大振幅で振動させると、探針が試料から離れ定量計測ができなくなるので注意が必要である。



3 接触弾性による共振周波数の変化

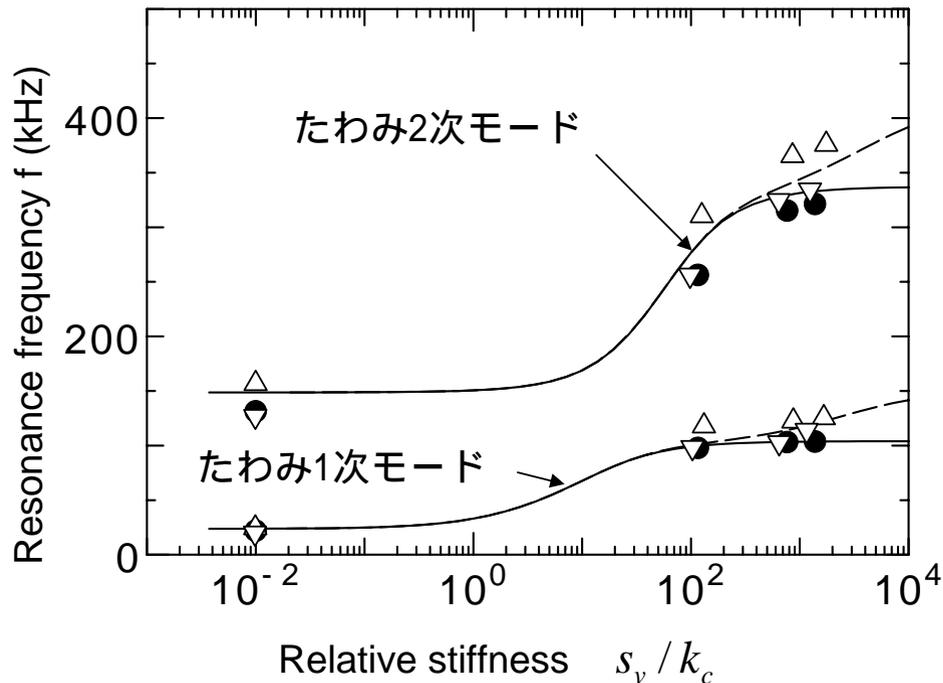
試料端を接触弾性で支持し他端を強制加振する場合の周波数方程式は

$$3(\kappa L)^3 (1 + \cos \kappa L \cosh \kappa L) = (s/k)(\cos \kappa L \sinh \kappa L - \sin \kappa L \cosh \kappa L) \quad (1)$$

試料の接触弾性をカンチレバーのばね定数で割った相対接触弾性 s/k の値を決めると κL が得られ、 L は既知なので波数 κ が得られ、この κ を用いて

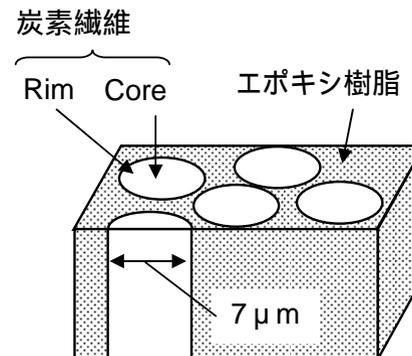
$$f_R = \kappa^2 / (2\pi) \sqrt{EI / (\rho A)} \quad (2)$$

から共振周波数が得られる。実験結果とほぼ一致している。

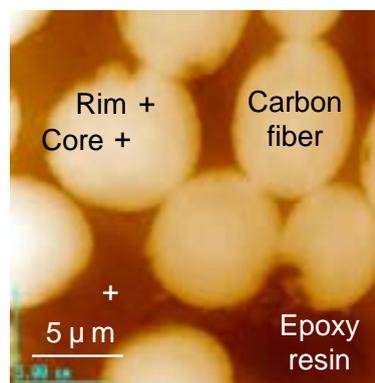


4 CFRPへの適用

共振周波数トラッキング回路を用いてCFRPの断面を観察した。たわみ1次共振周波数とQ値は図中の共振スペクトルから校正した。詳細な面分布の計測により炭素繊維のcore部の共振周波数とQ値はrim部に比べて低下する傾向があることがわかった(表1)。これまでに炭素繊維の焼成時に温度分布の不均一が生じるため、繊維の弾性特性に不均一が生じると推定されてきた。このデータはこのような推定を実証できる

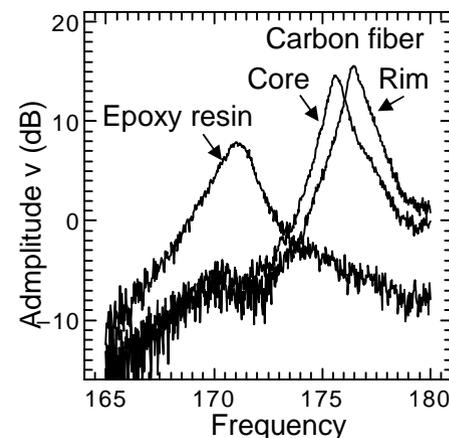


CFRPの模式図



0.0 500 (nm)

AFMトポグラフィ



たわみ1次共振スペクトル

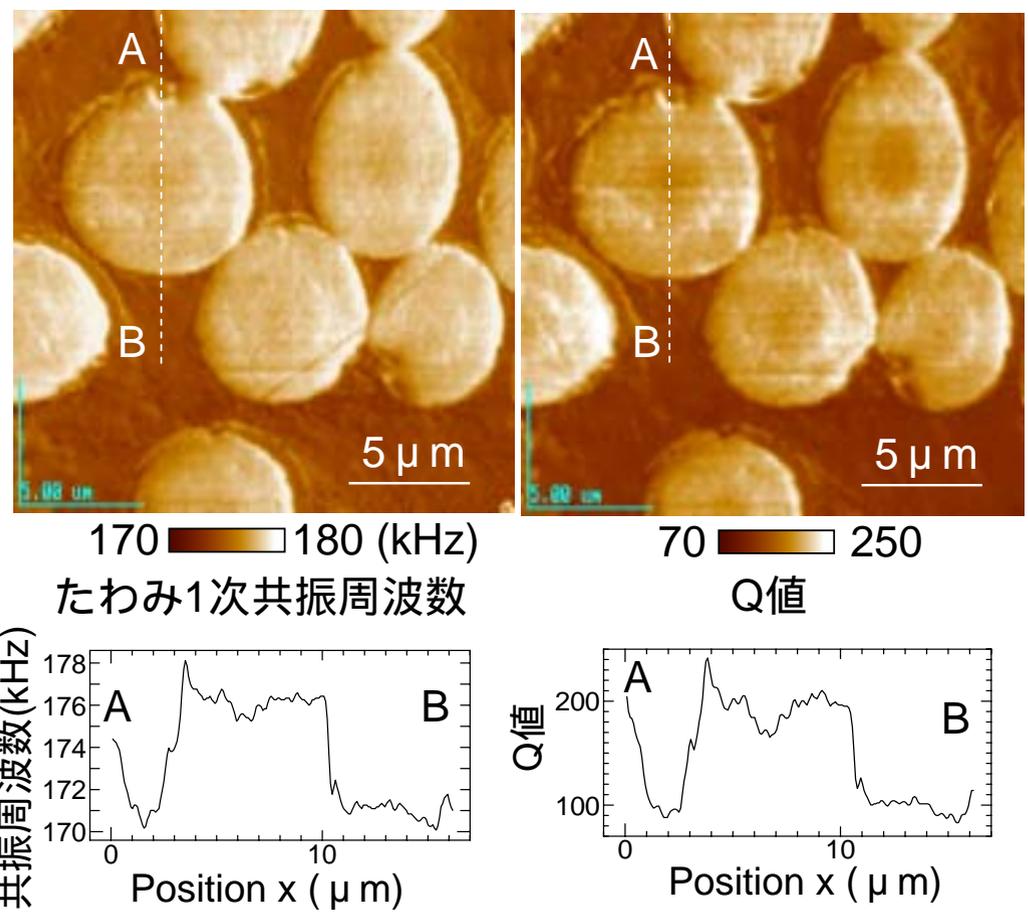
表 1 CFRPの共振周波数とQ値

	炭素繊維		エポキシ樹脂
	core	rim	
f (kHz)	175.7	176.5	171.0
Q	192.9	200.4	100.0

5 共振周波数とQ値のマッピング

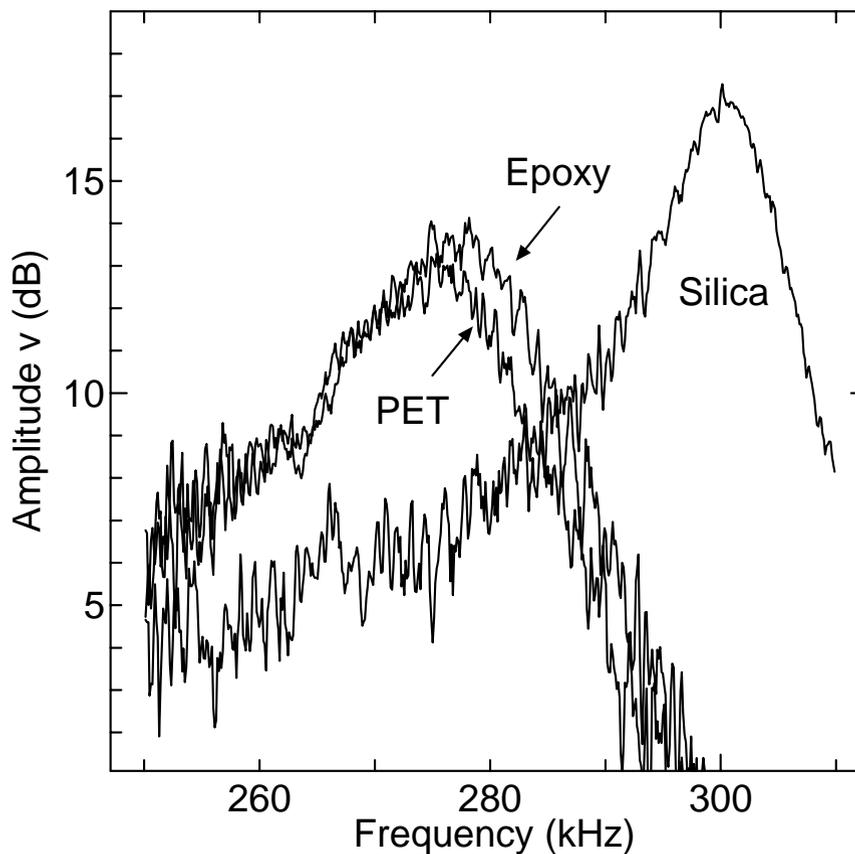
CFRPの炭素繊維の
弾性特性
($20 \times 20 \mu\text{m}^2, F=200 \text{ nN}$, ($F_c = -70 \text{ nN}$))

図は共振周波数とQ値
像の点線に沿ったプロ
ファイル



6 薄膜構造の各部における共振スペクトル

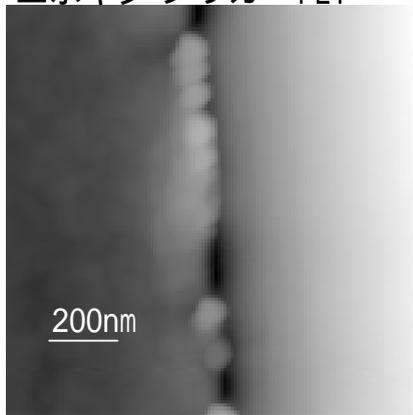
薄膜の物性および下地との界面の観察に適用される。図はシリカガラスの薄膜で被覆されたPETフィルムの界面の弾性を評価した結果である。2次のたわみ共振周波数近傍のスペクトルを、PET フィルム断面、シリカガラスおよび試料固定用のエポキシ樹脂の3箇所において測定した結果を示す。ねじり共振スペクトルも用いると、圧縮とせん断の弾性特性を分離して評価できるようになる。



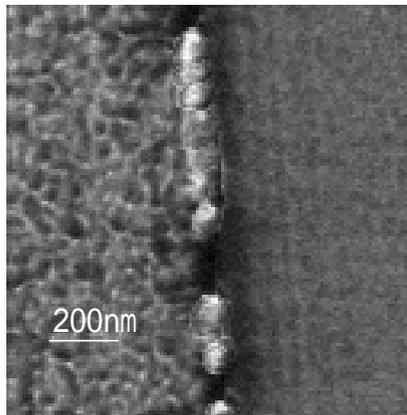
7 薄膜構造における共振周波数マッピング

共振周波数分布をマッピングした。ここでは共振追尾回路を用いず、ネットワークアナライザで得たスペクトルをもとに画像形成している。

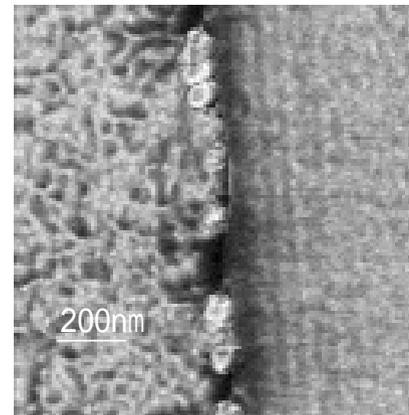
エポキシ シリカ PET



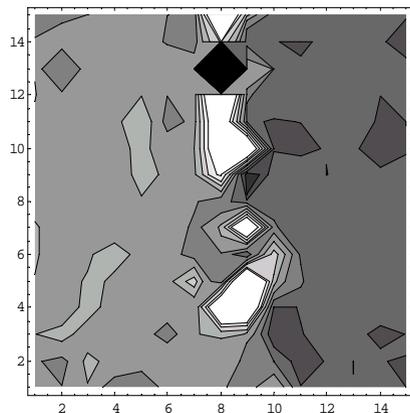
0.0 80.3(nm)
AFMトポグラフィ



たわみ1次振幅像
(@シリカの共振周波数)

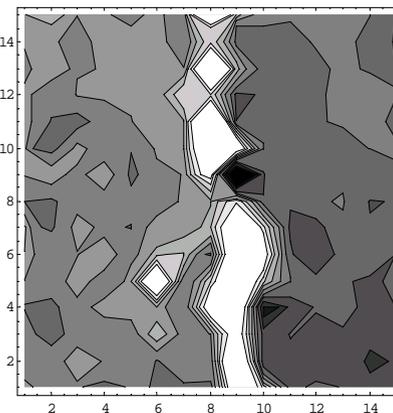


たわみ1次振幅像
(@PETの共振周波数)



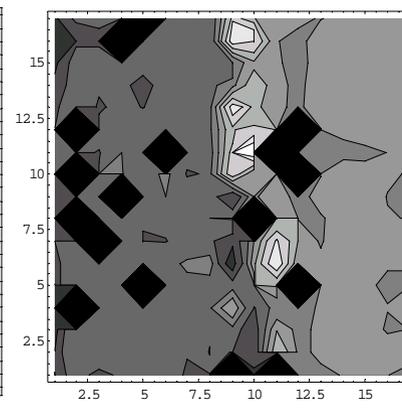
99.8 100.1(kHz)

たわみ1次



257.2 306.1(kHz)

たわみ2次

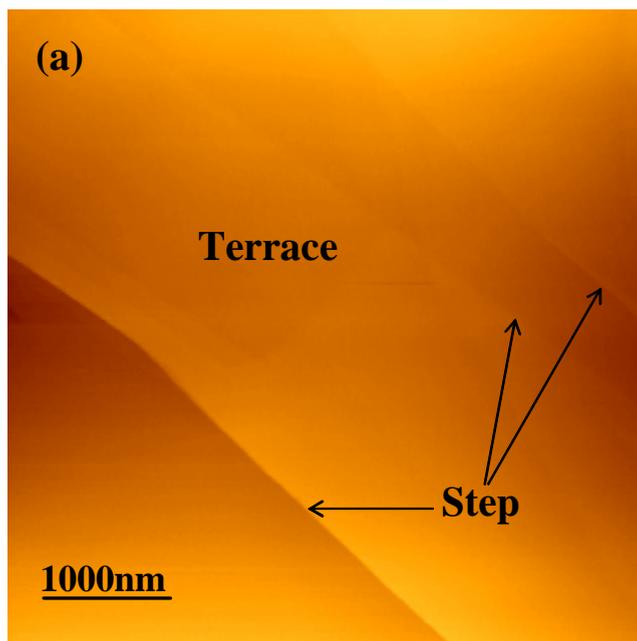


263.9 268.7(kHz)

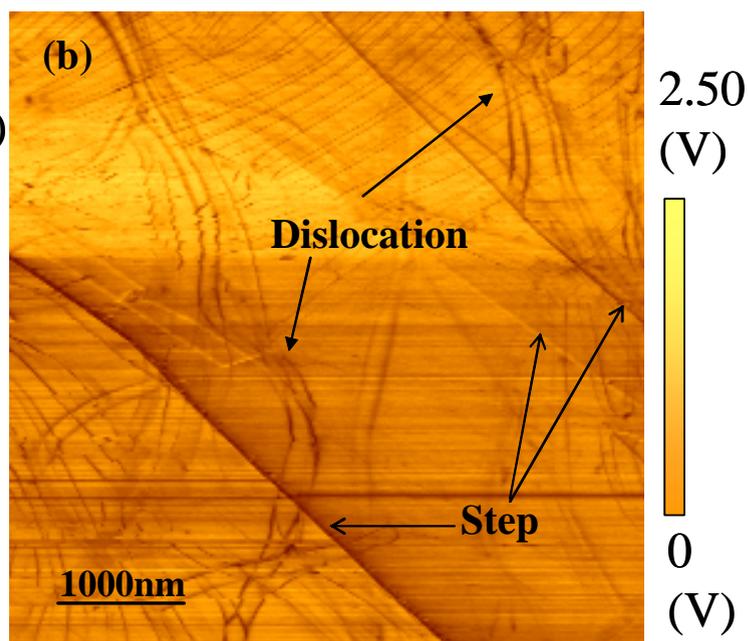
ねじり

8 ナノスケール欠陥(転位)の観察

グラファイト表面のへき開ステップとそれには含まれたテラス部の凹凸像である。(b)は超音波原子間力顕微鏡の振幅像で、凹凸像に見えないおびただしい暗い紐状の物体が見えた。凹凸像からテラス部は原子レベルで平坦なので、この暗い紐は表面下にある。表面下の刃状転位は余分な原子面の端であり、そこには原子レベルの空隙(gap)があるため接触弾性が低い。



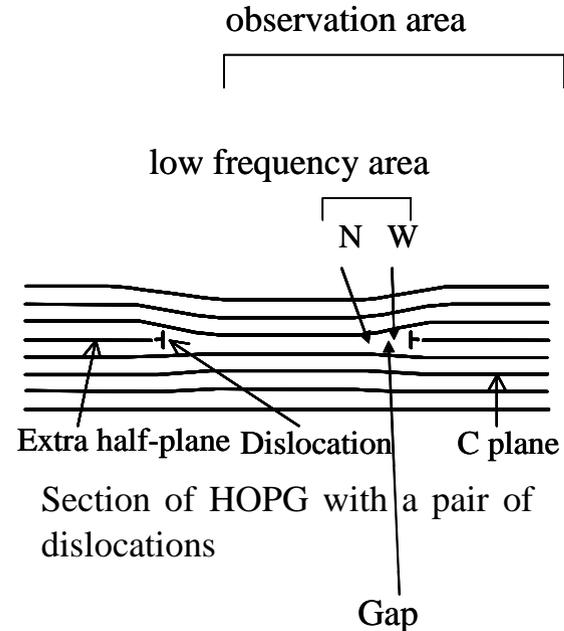
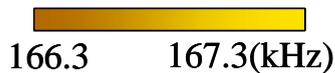
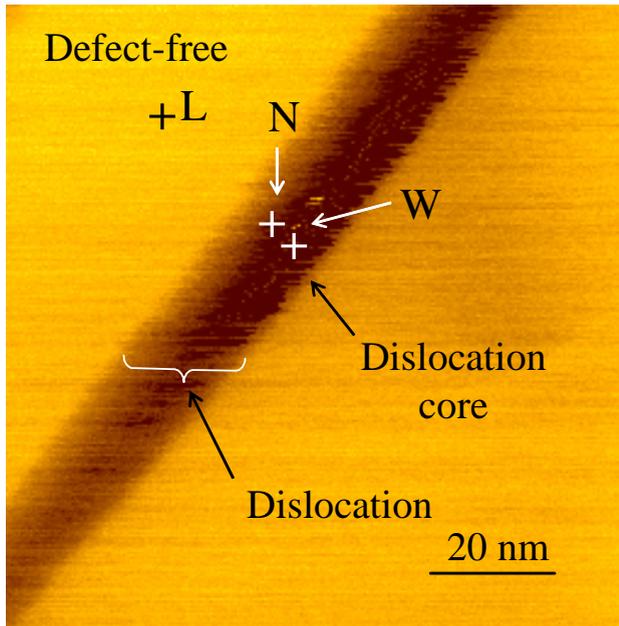
(a) Topography



(b) Amplitude image

9 転位における周波数マッピングと観察位置の模式図

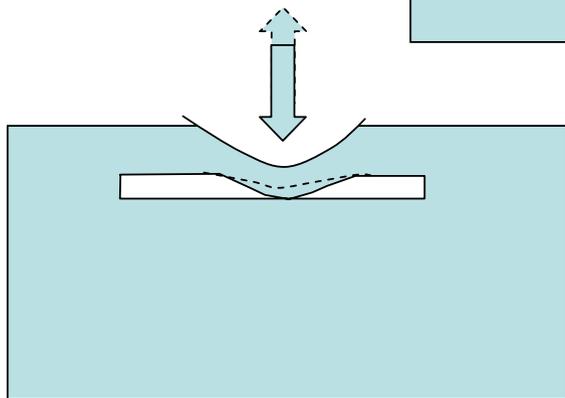
Lでは線形スペクトルであり、ピークに関して対称である。Nは空隙があり、ピーク周波数が低下するが、空隙が狭く静荷重で閉じるためさらに軟化する非線形性を示す。Wはさらに広い空隙があり、接触弾性がさらに小さいため共振周波数は最小である。また振動によって初めて閉じるため、硬化の非線形性を示す。



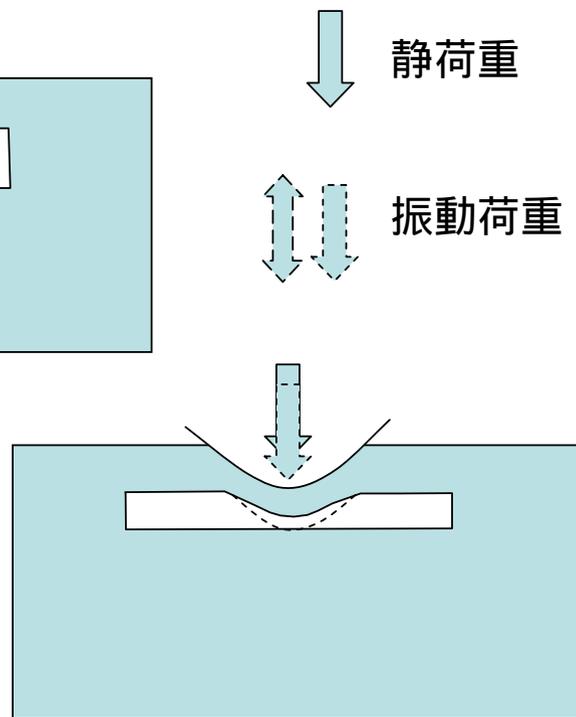
10 内部欠陥（空隙）と探針の相互作用

原子間力顕微鏡や超音波原子間力顕微鏡では、探針と試料間の力に強い非線形性があり、ピークが低周波シフトする非対称spectrumが報告されている。しかし最近UAFMを用いて、ピークが高周波シフトする非線形spectrumを初めて見出した。表面下に格子間隔程度の空隙があると、振動する探針の下降時に空隙が閉じる（内部におけるtapping, partial contact）

(a) 空隙のため接触
弾性低下



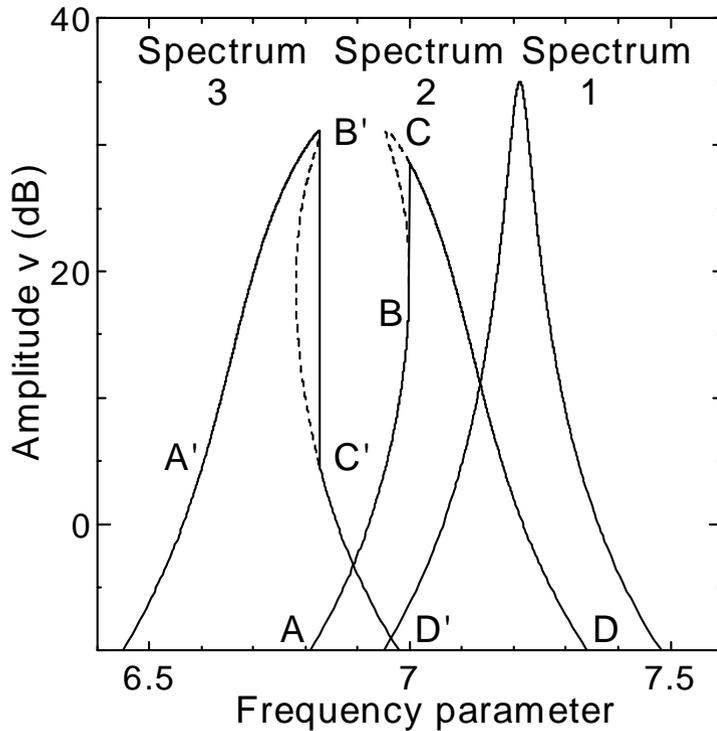
(b) 振動における探針上昇時(点線)に空隙が開く
(Partial pull off)



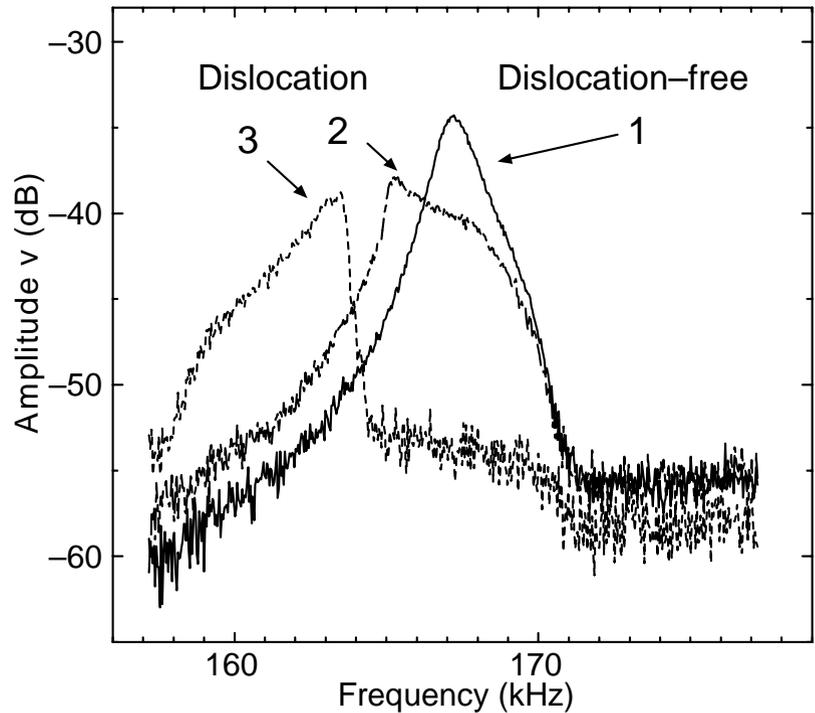
(c) 振動における探針下降時(点線)に空隙が閉じる (Tapping or Partial contact)

11 空隙の開閉による非線形応答を示す転位近傍の共振スペクトル

内部tappingではピーク高周波側に急激な振幅減少B' C'がある高周波シフトspectrum 3
静荷重で閉じた空隙が振動における探針の上昇時に開く (partial pull off) では周波シフト spectrum 2



Calculated spectra



Measured spectra