

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年6月4日現在

機関番号：14301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2010～2011

課題番号：22656013

研究課題名（和文）多探針原子間力顕微鏡による超音波探傷検査法の開発

研究課題名（英文）Ultrasonic testing by multi-probe atomic force microscopy

研究代表者

小林 圭 (KOBAYASHI KEI)

京都大学・産官学連携本部・助教

研究者番号：40335211

研究成果の概要（和文）：

原子間力顕微鏡をベースとした近接場超音波ホログラフィー（SNFUH）法および超音波 AFM（UFM）法によって、ポリマー試料の表面下約 1 マイクロメートルの深さに存在する金ナノ粒子を可視化した。また、ばね定数が異なるカンチレバーを用いて取得した画像コントラストを比較し、試料系の弾性率によって最適なカンチレバーが異なることを明らかにした。一方、真空中や液中でも動作する 2 探針 AFM を開発し、表面下構造の可視化による超音波ナノスケール探傷法の実現に向けた要素技術を確立した。

研究成果の概要（英文）：

We demonstrated imaging of nanometer-scale subsurface features, Au nanoparticles buried in a polymer matrix. The particles were successfully visualized by scanning near-field ultrasound holography (SNFUH) and ultrasonic atomic force microscopy (UAFM), even if the depth of the particles from the surface was approximately 1 micrometer. It is suggested that the optimum cantilever depends on the elasticity of the polymer matrix. We also developed a dual-probe AFM system which can be operated in various environments for ultrasonic imaging of subsurface features.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
22 年度	1,900,000	0	1,900,000
23 年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,000,000	330,000	3,330,000

研究分野：

科研費の分科・細目：

キーワード：

1. 研究開始当初の背景

最近、米国 Northwestern 大学の Dravid らにより、原子間力顕微鏡（AFM）を用いて表面下の構造物をナノスケール分解能で可視化できることが報告された。試料直下の圧電素子から発した超音波と、カンチレバー探

針から発した超音波との干渉を画像化するため、彼らはこの手法を近接場超音波ホログラフィー（SNFUH）法と称されるが、英国 Oxford 大学の Kolosov らが開発したヘテロダインフォース顕微鏡と同じセットアップである。AFM によって試料表面の数百 nm

もの深さに存在する構造物や欠陥が可視化できる可能性が示されたのは初めてであり、メカニズムこそ明らかとなっていないが、話題を集めていた。

2. 研究の目的

申請者らがこれまでに開発してきた多探針 AFM を用いて、金ナノ粒子サンドイッチ試料を対象に SNFUH 法と同様の実験を行い、データを蓄積する。試料直下だけでなく、片方の探針から超音波振動を発生することで、様々なセットアップを用いて実験を行い、蓄積したデータの信号解析を行い、SNFUH 法の画像化メカニズムを明らかにする。さらに、既存の超音波探傷検査法と同様に、複数の探針間を超音波が伝搬する時間を計測することで、構造物や欠陥の深さに関する情報の取得を試みる。

3. 研究の方法

はじめに、現有の AFM における光で変位検出系における検出帯域を広げ、高感度化する。次に、高分子薄膜の膜厚制御により、高分子薄膜中のさまざまな深さに金ナノ粒子が分散したモデル試料を作製する。このモデル試料を対象に、試料直下の圧電素子から発信した超音波振動を、SNFUH 法や超音波 AFM (UAFM) 法によってカンチレバー探針で受信し、金ナノ粒子の可視化実験を行う (図 1)。試料の微粒子の表面からの深さやカンチレバー・励振周波数等の実験パラメータを変えてイメージングを行い、SNFUH 法・UAFM 法による表面下構造画像化メカニズムを解明する。さらに、カンチレバー探針から超音波振動を与え、受信側カンチレバー探針への到達時間の差を計測するナノスケール超音波探傷法へ向けて、多探針 AFM システムを開発する。

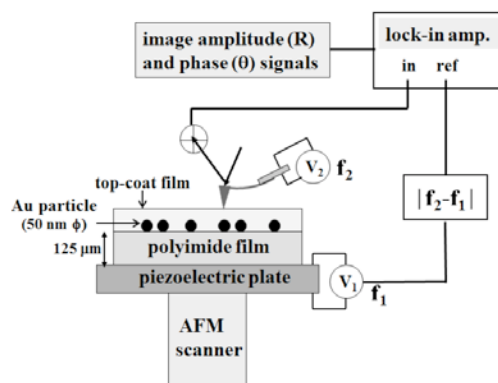
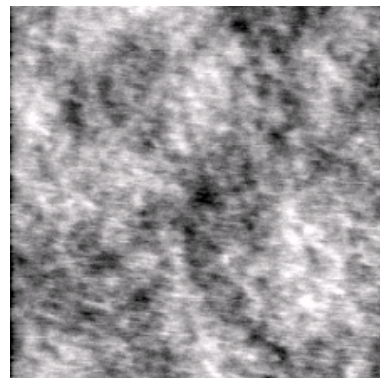


図 1: SNFUH 法による表面下構造の可視化セットアップの模式図。

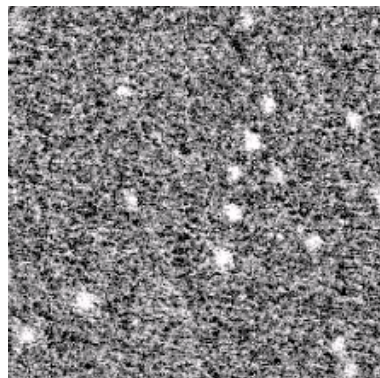
4. 研究成果

まず、高分子薄膜上に散布した金属微粒子に高分子薄膜をスピコートしたサンドイッチ構造試料を作製し、SNFUH 法のセットアップで実験を試みた。この結果、通常のフォースモジュレーション (FMM) 法では金属微粒子の深さが 50nm を超えるとほぼ検出できないのに対し、SNFUH 法では深さが約 200 nm となっても微粒子が可視化できることが分かった (図 2)。

一方、この実験の過程で、SNFUH 法や UAFM 法による表面下構造の可視化のためには AFM 装置におけるカンチレバーの振幅検出を高感度にかつ広帯域にわたって行えるような変位検出系を備えた装置の利用が必須であることが分かってきた。これまでに申請者らが開発してきた多探針 AFM システムでは、斜め入射光でこの検出系を採用しており、変位検出ノイズは約 200fm/rtHz 程度であった。また、動作環境も大気中に限定されていた。本研究では、真空中や液中においても動作する 2 探針 AFM を開発し、この変位検出系の変位換算ノイズを 10fm/rtHz 程度にまで低減することに成功した。また、検出帯域も 2MHz 程度にまで高めた。



(a)



(b)

図 2: (a) 金ナノ粒子を埋め込んだポリマー試料の表面形状像. (b) SNFUH 像. (500 nm x 500 nm)

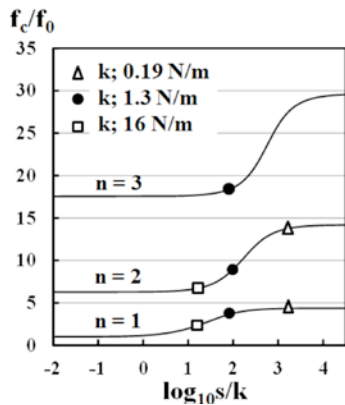


図 3:ばね定数と接触共振周波数との関係

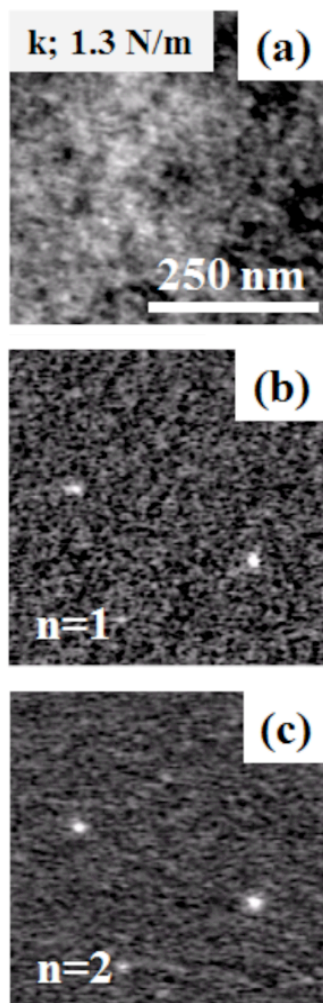


図 4: 金ナノ粒子を埋め込んだ
ポリマー試料 (深さ 730nm) の
(a) 表面形状像 (b) 1次 SNFUH 像
(c) 2次 SNFUH 像

また、高分子薄膜上に散布した金ナノ粒子
に高分子薄膜をスピコートしたサンドイ

ッチ構造試料について、金ナノ粒子上の高分子薄膜の厚みを最大 $1\mu\text{m}$ 程度とした。試料の底面を圧電素子により駆動し、SNFUH 法および UAFM 法により、試料表面下の金ナノ粒子が可視化できることを確認した。また、圧電素子の駆動周波数の 2 次高調波成分を検出することでも金ナノ粒子を可視化できることが分かった (二次高調波 UAFM 法)。これらに実験から、SNFUH 法および UAFM 法に共通する接触共振周波数における振動成分が試料表面下の可視化に大きく寄与していることが示唆された。

一方、この接触共振周波数は、カンチレバーのばね定数とコンタクト圧、さらには試料の弾性率に大きく依存する (図 3)。異なるばね定数を有するカンチレバーを用いて金ナノ粒子を観察し、その画像コントラストを比較したところ、試料系の弾性率によって最適なカンチレバーおよび接触共振モードが異なることが明らかとなった。

また、圧電素子により超音波試料を発生させる方法では、圧電素子とカンチレバーの機械的結合の周波数特性にスプリアスピークが多く含まれ、SNFUH 法および UFM 法における可視化メカニズムの解明にあたって問題となることが分かったため、強度変調レーザを用いた光熱励振系によってカンチレバーを励振することで、理想的な周波数特性が得られることに成功した。

以上の成果により、SNFUH 法または UFM 法を用いて表面下構造を可視化する超音波ナノスケール探傷法の実現に向けた要素技術が確立された。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

(1) E. Tsunemi, K. Kobayashi, K. Matsushige, and H. Yamada, "Development of dual-probe atomic force microscopy system using optical beam deflection sensors with obliquely incident laser beams", Rev. Sci. Instrum, 82, 033708 (2011). [DOI: 10.1063/1.3534830]

[学会発表] (計 5 件)

(1) 木村邦子, 小林圭, 松重和美, 山田啓文, "原子間力顕微鏡による表面下構造の可視化—非線形振動成分の影響—", 第 58 回応用物理学関係連合講演会, 2011 年 3 月 9 日 (神奈川工大).

(2) 木村邦子, 小林圭, 松重和美, 山田啓文, "原子間力顕微鏡による表面下構造の可視化 (2) —表面接触弾性に基づく可視化メカニズ

ムの検討一”，第 72 回応用物理学会学術講演会，2011 年 8 月 31 日（山形大学）。

(3) 広瀬政晴，常見英加，小林圭，山田啓文，松重和美，“2 探針 AFM によるオリゴチオフェン微結晶のナノ電気特性測定” 第 72 回応用物理学会学術講演会，2011 年 9 月 2 日（山形大学）。

(4) 木村邦子，小林圭，松重和美，山田啓文，“原子間力顕微鏡による表面下構造の可視化 (3)”，第 59 回応用物理学関係連合講演会，2012 年 3 月 17 日（早稲田大学）。

(5) 広瀬政晴，常見英加，小林圭，山田啓文，松重和美，“2 探針 AFM によるジアセチレン薄膜の局所電気特性測定”，第 59 回応用物理学関係連合講演会，2012 年 3 月 17 日（早稲田大学）。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小林 圭 (KOBAYASHI KEI)

京都大学・産官学連携本部・助教

研究者番号：40335211