

Application News

No. S07

表面観察
Surface Observation

多層フィルム内部の異物の観察と計測

—フィルム内部のレーザー顕微鏡観察と計測を可能にする油浸対物レンズ—

Observation of Foreign Matter Inside The Multilayer Film
Oil Immersion Objective Lens to Enable the Observation of The Inside of the Film with LSM

はじめに

Introduction

製品製造における大事な工程管理のひとつが異物管理です。とくに高機能性を持たせた透明多層フィルムでは異物の混入は性能劣化をともなうために絶対に避けなければなりません。異物混入や付着が発生した場合は、異物が表面にあるのか？ または内部にあるのか？ さらに多層フィルムの場合では異物が何層目にあるのか？ を突き止めることが異物混入の原因究明と対策に重要となります。

表面観察に用いるレーザー顕微鏡 (LSM) はレーザー反射光を利用しているため一般的にフィルムの内部は見え難くなります。今回、フィルムの内部の LSM 観察を可能にする油浸対物レンズを用いた手法をご紹介します。

T. Fujii

レーザーの反射率と透過率

Reflectance and Transmittance of the Laser

強度 I のレーザー光が屈折率 n_2 から屈折率 n_1 へ入射した場合の反射光強度 I_R と透過光強度 I_T の関係を Fig. 1 に示します。ここでは、凹凸がない理想的な界面の場合を示しています。さらに反射率 R と透過率 T の関係式を式 (1) と式 (2) に示します。理想的な界面では光の反射と透過の関係は屈折率に依存することがわかります。

通常の LSM では大気観察のため、 n_2 は空気の屈折率 1.0 になります。多くの高分子フィルム材料では、屈折率 n_1 は 1.4 ~ 1.6 の値をもっています。

フィルムの LSM 観察の実際では、入射したレーザー光のほとんどは表面で反射し、内部に透過する量は僅かになります。これはフィルム内部の異物観察が目的の場合は障害となります。そこで、表面での反射を抑えて透過率を上げれば内部の観察が行なえる可能性が高くなります。反射率の式 (1) から、これは屈折率差 ($n_2 - n_1$) を小さくした場合に相当します。

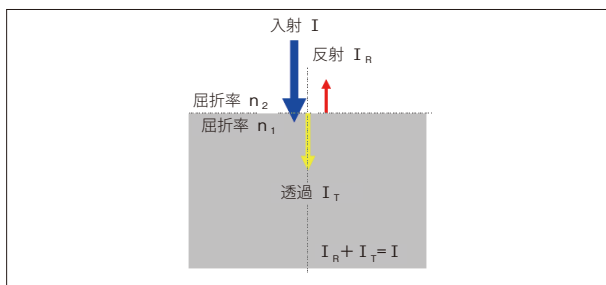


Fig. 1 理想的な界面での光の反射と透過の関係
Relationship between Reflection and Transmission of Light

$$\frac{I_R}{I} \equiv R = \left(\frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \right)^2 \dots(1) \quad \frac{I_T}{I} \equiv T = 1 - R \dots(2)$$

ここで、R：反射率、T：透過率 である。

油浸対物レンズ

Oil-immersion Objective Lens

油浸対物レンズを Fig. 2 に示します。油浸対物レンズと試料の間は、屈折率 $n_{oil} = 1.516$ (23℃) の専用のイマージョンオイルで満たします。これによりオイルを介したレーザー観察が行なえます。空気の場合と異なり、オイルとフィルムの屈折率差はきわめて小さくなります。これにより反射を抑え、レーザーの透過率を大きくできることから、フィルム内部の観察を行なえる可能性が高くなります。

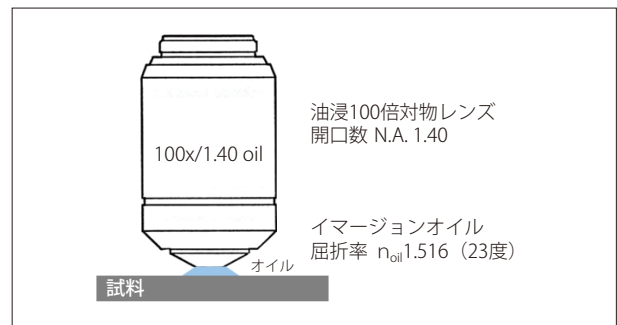


Fig. 2 油浸対物レンズと試料
Oil immersion Objective Lens and the Film

異物が混入した多層フィルム

Multilayer Film that Foreign Matters are Mixed

観察を行なった多層フィルムの断面写真を Fig. 3 に示します。この多層フィルムは表面層が厚み 100 ミクロンの塩化ビニル (PVC) 層、内部層が厚み 20 ミクロンのポリ塩化ビニレン (PVDC) 層、およびポリエチレン (PE) 層から成ります。PVC は 1.5 ~ 1.6 程度の屈折率であると考えられます。

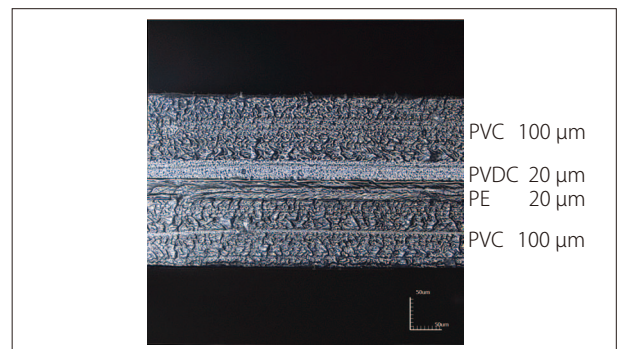


Fig. 3 多層フィルムの断面写真
Photograph of a Cross Section of Multilayer Film

PVC 側から焦点位置をフィルム内部に向かって変えたときのカラー観察像 (光学顕微鏡像) を Fig. 4 に示します。青色の異物がフィルム内部に存在していることがわかります。しかしながら、このカラー観察からは異物の形態や異物がある深さなどの詳細な観察と計測は困難です。

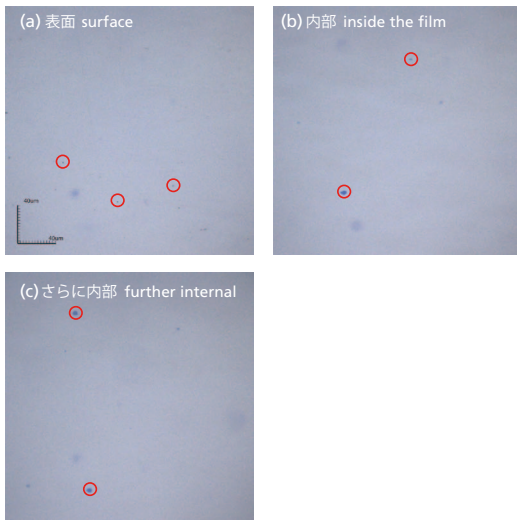


Fig. 4 多層フィルム中の異物カラー観察像
Optical Color Images of Foreign Matters in the Film

Fig. 4では、あきらかに内部に異物があることがわかりましたが、表面に焦点を合わせたカラー観察でも異物が確認できています。この異物は本当に表面にあるのでしょうか？ それとも内部にあるのでしょうか？ これを確かめるために通常の大気でのLSM観察を行いました。その結果をFig. 5に示します。Fig. 5(a)は観察した異物のカラー観察像、Fig. 5(b)はLSMによる断面観察を示します。LSM断面観察は、深さ方向のレーザー反射を捉えたものです。これらの結果、この異物が表面から深さ3μmのフィルム内部にあることがわかります。

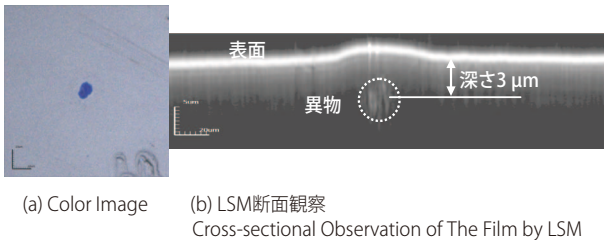


Fig. 5 フィルム表面近傍の内部の異物の観察 視野 □ 85 μm
Observation of Foreign Matter Inside the Vicinity of the Surface Film

油浸対物レンズによるフィルム内部の観察 Observed Inside the Film by the Oil Immersion Objective Lens

通常のLSMによる観察では、フィルム表面近傍の内部にある異物の観察が行なえませんでした。しかし、さらに深い内部にある異物の観察は通常の大気での観察では行なえません。そこで油浸対物レンズを使用します。

PVC層内の深い部位にある2つの異物のカラー観察像をFig. 6に示します。それぞれの異物は深さが異なります。

これらの異物の断面観察を、油浸対物レンズを用いて行ないました。その結果をFig. 7(a)に示します。表面での反射が抑えられ、同時に深い内部にある異物を明瞭に捉えられています。比較のために通常の大気での断面観察をFig. 7(b)に示します。大気での観察ではレーザーのほとんどが表面で反射して深い内部での強度が得られていません。

異物がある深さ d は、LSM断面観察で得られる見かけの深さ d_{LSM} と式(3)から算出できます。PVCとオイルの屈折率はほぼ同じ値1.5をもっていることから $n_{film}/n_{oil} \approx 1$ と近似できます。

Fig. 7(a)から異物の深さは36μmと24μmです。

使用するレーザー波長に対する屈折率が不明の場合は、膜厚が既知の試料を用意することで n_{film}/n_{oil} の値をあらかじめ知ることができます。



Fig. 6 深さの異なる異物のカラー観察像
Optical Color Image of Foreign Matter in the Different Depths

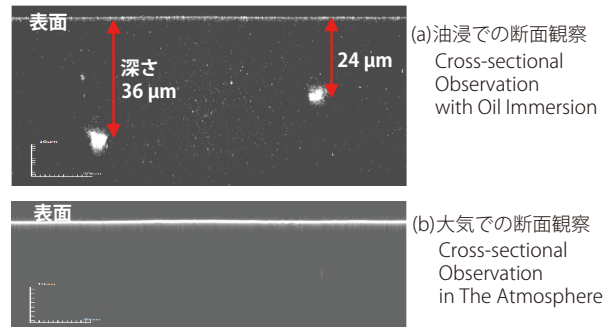


Fig. 7 フィルムのLSM断面観察
Cross-sectional Observation of the Film by LSM

$$d = \frac{n_{film}}{n_{oil}} \times d_{LSM} \quad \dots(3)$$

ここで、 d : 実際の深さ

d_{LSM} : オイル中でのLSM観察における見かけの深さ

PVC層の深さ100μmまでのLSM断面観察をFig. 8に示します。この結果から、さまざまな大きさの無数の異物の存在とその層内での分布がわかります。Fig. 8からPVC層の表層から中間部に比較的多くの異物が集まっていることがわかります。

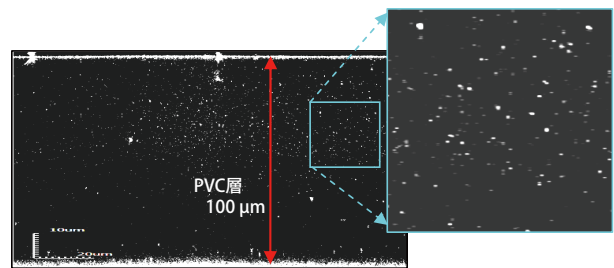


Fig. 8 厚さ100μmのPVC層中の異物分布
Distribution of Foreign Materials in the Layer Thickness of 100 μm PVC

まとめ Conclusion

レーザー顕微鏡(LSM)と油浸対物レンズを組み合わせる手法により従来の大気観察では困難であった材料内部の観察が可能で、多層フィルムの層構造評価や異物混入の原因究明などに有効な手法です。