

高速物性マッピングが叶える！ 迅速かつ高画素での機械特性の可視化

飯田 栄治

ユーザーベネフィット

- ◆ 従来よりも迅速に機械特性測定ができます。
- ◆ 機械特性である弾性率分布や吸着力分布を高画素で可視化できます。

■はじめに

近年における高分子材料の高機能化はめざましく、そのナノスケール構造と弾性率を定量的に評価する技術が求められています。その評価には走査型プローブ顕微鏡 [SPM (AFM)] が用いられており、SPM-Nanoaでは高速物性マッピングで迅速な機械特性測定を実現しました。

本稿では、SPM-Nanoaとナノ物性評価ソフトウェア「ナノ3Dマッピング™Fast」を用いて、ポリエチレン (PE) を例に高速物性マッピングを行い、迅速かつ高画素で弾性率分布や吸着力分布を可視化した事例を紹介致します。

■SPM-Nanoa

SPMは、試料表面を微小なプローブ（カンチレバー）で走査し、試料の三次元形状や局所的な物性を高倍率で観察・測定する顕微鏡です。SPM-Nanoaは先進の高感度検出系と自動観察機能を標準搭載し、あなたの「観たい」をもっと簡単に、もっと詳細に、もっと迅速に叶える新しいSPMです。微小領域の形状観察から物性測定まで力強くアシストします。SPM-Nanoaの外観を図1に示します。SPM-Nanoaの特長は以下の3点です。

- ①自動観察 : レーザーの光軸調整と観察中の条件設定、画像処理を自動化
- ②高機能 : 光学顕微鏡からSPMまで鮮明に捉える
- ③時間短縮 : ハイスループット観察・高速物性マッピング

本稿では③時間短縮の高速物性マッピングについて紹介致します。機械特性測定には、ナノ物性評価ソフトウェア「ナノ3DマッピングFast」を使用します。「ナノ3DマッピングFast」では、探針を試料表面へ垂直方向に押し込んで引き離す際に探針に働く力を測定（フォースカーブ測定¹⁾）します。これを指定した領域・データ点数で高速で行い、各点で弾性率や吸着力を算出することで高速物性マッピングを実現しています。測定時の試料への荷重が微小であるため、ナノインデントでも測定困難な薄膜や、弾性率が数kPa～1 GPa程度のやわらかい材料の機械特性測定に威力を発揮します。

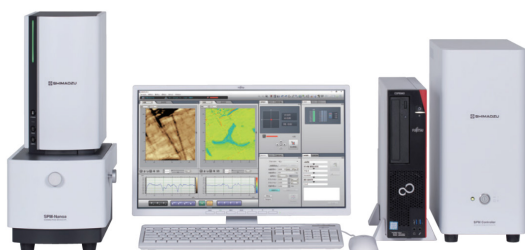
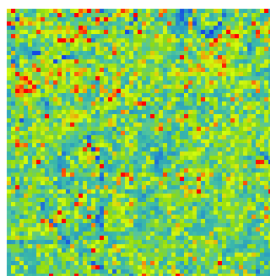


図1 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa™

■高速化のイメージ

物性マッピングを従来装置で行うと、画素数：64×64で70分を要しますが、SPM-Nanoaでは画素数：256×256でもわずか21分で完了できます（図2）。従来装置では高画素の弾性率分布や吸着力分布の可視化に多大な時間を要しましたが、SPM-Nanoaでは迅速に実施できます。

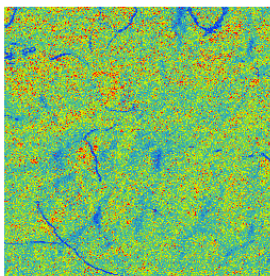
従来装置



画素数 : 64×64
測定時間 : 70分

高速化

SPM-Nanoa



画素数 : 256×256
測定時間 : 21分

図2 従来装置とSPM-Nanoaの弾性率分布アウトプットイメージ

■LDPE・HDPEの高速物性マッピング

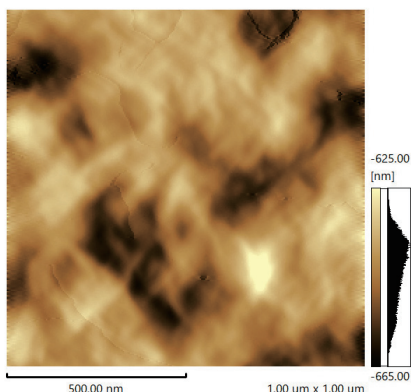
低密度ポリエチレン (LDPE) と高密度ポリエチレン (HDPE) に対して高速物性マッピングを行いました。測定条件は表1の通りです。弾性率の算出には、JKR2点法²⁾を用いました。

表1 測定条件

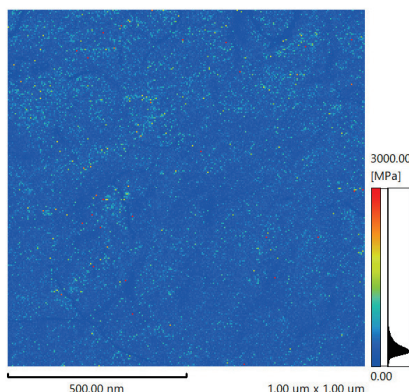
装置	: 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa
スキャナ	: HTスキャナ (10 μm)
測定モード	: ナノ3DマッピングFast
観察視野	: 1 μm × 1 μm
画素数	: 256 × 256
スイープ速度	: 50 Hz (測定時間: 21分)
弾性率算出方法	: JKR2点法

LDPE

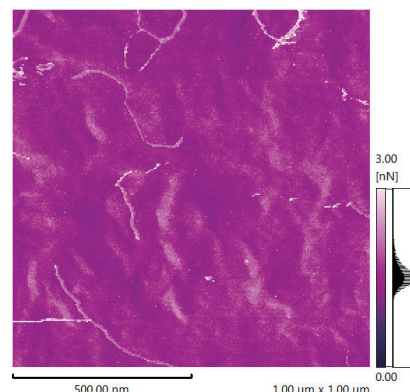
(a) 形状像



(b) 弾性率像



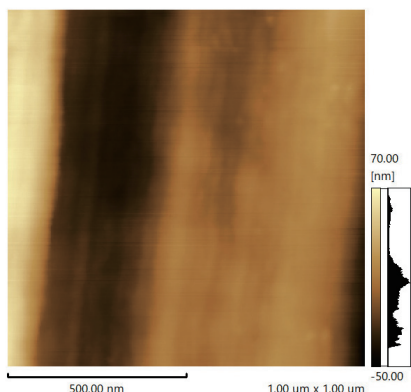
(c) 吸着力像



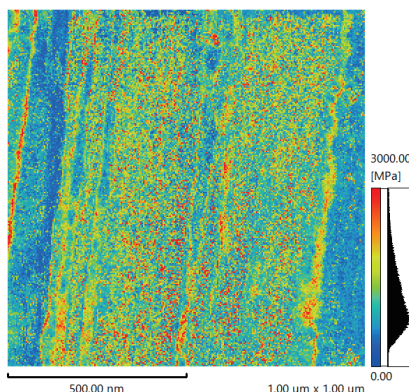
弾性率中央値：286 MPa

HDPE

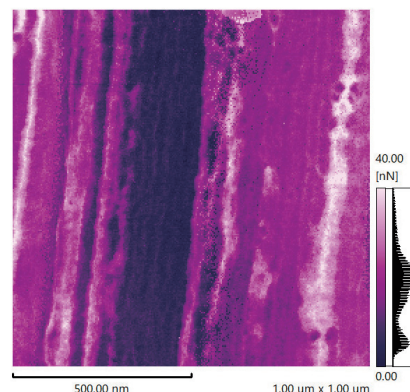
(d) 形状像



(e) 弾性率像



(f) 吸着力像



弾性率中央値：1087 MPa

図3 LDPE・HDPEの高速物性マッピング
LDPE：(a) 形状像 (b) 弾性率像 (c) 吸着力像 HDPE：(d) 形状像 (e) 弾性率像 (f) 吸着力像

LDPEとHDPEの形状像、弾性率像、吸着力像を図3に示します。(a)、(d)形状像では、LDPEで細かい凹凸が見られ、HDPEでうねりのある表面構造が見られます。(b)、(e)弾性率像では、LDPEとHDPEの弾性率の違いが明瞭に表れており、弾性率スケールバーの右にある黒色ヒストグラムからも弾性率中央値が異なることがわかります。弾性率中央値は、LDPE：286 MPa、HDPE：1087 MPaで、一般的なバルクの引張弾性率の値であるLDPE：180～280 MPa³⁾、HDPE：1070～1090 MPa³⁾と良く対応しています。(c)、(f)吸着力像では、LDPEでは視野全体にわたって1～2 nNで一様ですが、HDPEでは場所によって吸着力に違いがあることがわかります。

このように、高速物性マッピングによって、弾性率分布や吸着力分布を短時間かつ高画素で可視化できます。

■まとめ

SPM-Nanoaの高速物性マッピングによって、機械特性の異なる高分子材料の機械特性測定を21分の短時間で実施し、高画素で可視化できました。高速物性マッピングであなたの「観たい」を叶えます。

<参考文献>

- 1) 秋永 広幸 (ほか)：走査型プローブ顕微鏡入門、オーム社、76 (2013)
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>
- 2) K. L. Johnson, K. Kendall and A. D. Roberts, Proc. R. Soc. Lond. A324, 301-313 (1971).
- 3) 日本プラスチック工業連盟HP (2021年6月1日 閲覧)
http://www.jpif.gr.jp/00plastics/conts/pe_c.htm

SPM-Nanoaおよびナノ3Dマッピングは、株式会社 島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00149-JP 初版発行：2021年 7月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>
会員制情報サービス Shim-Solutions Club に登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。
新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2021