

SPMによる樹脂フィルムの極微小領域における物性分布の測定

黒田 古都美、森口 志穂

ユーザーベネフィット

- ◆ 極微小領域における物性（吸着力や試料変形量、弾性率など）の分布を測定できます。
- ◆ 実際の使用環境に近い雰囲気（大気、不活性ガス、低真空など）のもとで評価できます。
- ◆ SPMに一体化された高性能光学顕微鏡により、精密にターゲットの探索を行えます。

■はじめに

樹脂は、耐久性や透明性、ガスバリア性、加工の容易さなどの多彩な特性により、梱包材や工業部品、塗料など様々な分野で幅広く利用されています。その汎用性から樹脂製品に求められる機能も多岐にわたり、現在に至っても多角的に開発が進められています。新素材の開発では複数種の樹脂を混合して新しい特性を持たせることも多く、混合状態の確認は開発の重要な工程となります。しかし、分散がナノメートルオーダーとなると、その分散状態を評価することは容易ではありません。

走査型プローブ顕微鏡 [SPM (AFM)] は、試料表面の3D形状や物性分布をナノメートルオーダーで測定できる顕微鏡です。本稿では、複数種の樹脂を混合して作成された樹脂フィルムにおける要素樹脂の分散状態を、SPMの高速物性マッピング機能を用いて測定した事例をご紹介します。

■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

本報では③時間短縮の1つである高速物性マッピングを用いて、樹脂フィルムの極微小領域における物性分布を測定した事例をご紹介します。

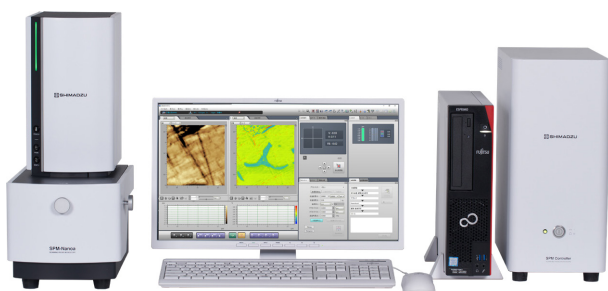
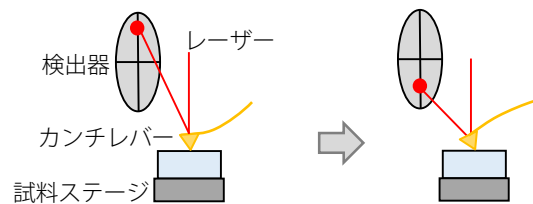


図1 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa™

■高速物性マッピング

SPMでは、微小な探針が形成されたカンチレバーを用い、探針-試料間に働く力を検出します。カンチレバー背面にレーザー光が照射され、反射したレーザー光が検出器に入射するように検出系がセッティングされています。カンチレバーがたわむことで検出器へのレーザーの入射位置が上下に移動する現象を利用して、探針-試料間に働く力によるカンチレバーのたわみ量を検出します。



カンチレバーがたわむことで検出器へのレーザーの入射位置が上下に移動する

図2 カンチレバーのたわみ量検出の模式図

高速物性マッピングでは、図3(a)のように、カンチレバーを上方から試料に向かって垂直方向にアプローチさせ、一定の力が働くまで探針を試料に押し付けた後、再び上方へ退避させます。この垂直スキャンにおけるカンチレバーのたわみと試料変形のイメージを図3(b)に示します。カンチレバーのたわみ量（力への変換可）はZ位置の関数（フォースカーブ）として記録されます。ある位置で垂直スキャンが完了すると、カンチレバーを水平方向に移動させ、また別の垂直スキャンを行います。この垂直スキャン→水平移動→垂直スキャンを繰り返すことによって、力のボリュームデータが得られます。

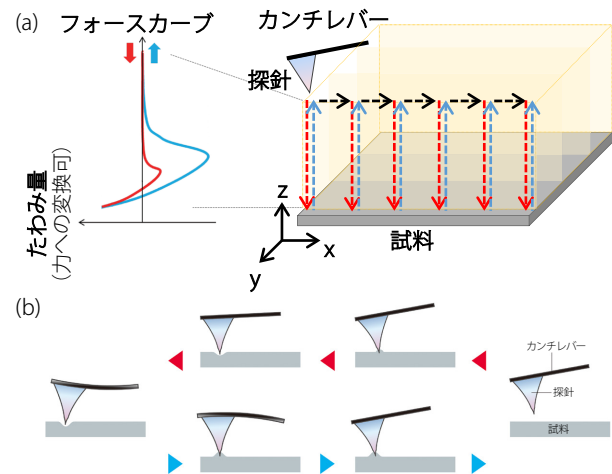


図3 高速物性マッピングの動作イメージ

(a) カンチレバーの動作

(b) 垂直スキャンにおけるカンチレバーのたわみと試料変形

高速物性マッピングでは、得られたフォースカーブから表面形状や吸着力（図4(a)参照）、押し込み部分の傾き（図4(b)参照）、弾性率のマッピング画像が得られます。

これらの画像から、極微小領域における物性の分布を確認することができます。また、異なる試料間の物性を比較することもできます。ここでは、極微小領域における物性の分布を測定した事例をご紹介します。

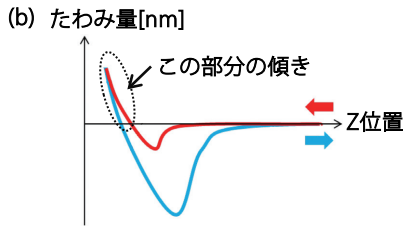
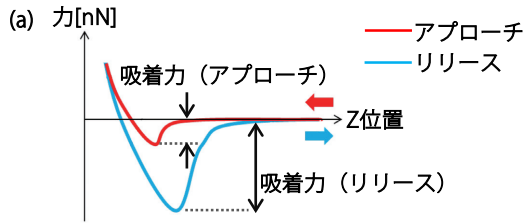


図4 (a) 吸着力と(b) 傾き

■ ポリマーフィルムの物性マッピング

複数種のポリマーが混合されたフィルムに対して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。測定結果を図5に示します。図5(b)、(c)では吸着力と弾性率が、数十nmのエリアで分布している様子が明瞭に捉えられています。また、図5(d)、(e)ではポリウムデータを解析しています。この解析では、試料と探針が離れるまでの距離（試料の伸びに関連する特徴量）の分布など、吸着力像では確認できない試料特性を可視化することができます。

表1 測定条件

装置	: 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa
スキャナ	: 広域スキャナ (125 μm)
測定モード	: ナノ3Dマッピング™Fast
測定視野	: 400 nm × 400 nm

■ まとめ

SPMを用いて、複数種のポリマーが混合されたフィルムに対して物性マッピングを行い、極微小領域における物性（吸着力、弾性率）の分布を可視化できました。樹脂製品の最終的な特性を決定付ける重要な因子となるナノメートルオーダーの物性分布を解析することは、新素材の開発を強力にサポートします。

試料ご提供：株式会社 MORESCO様

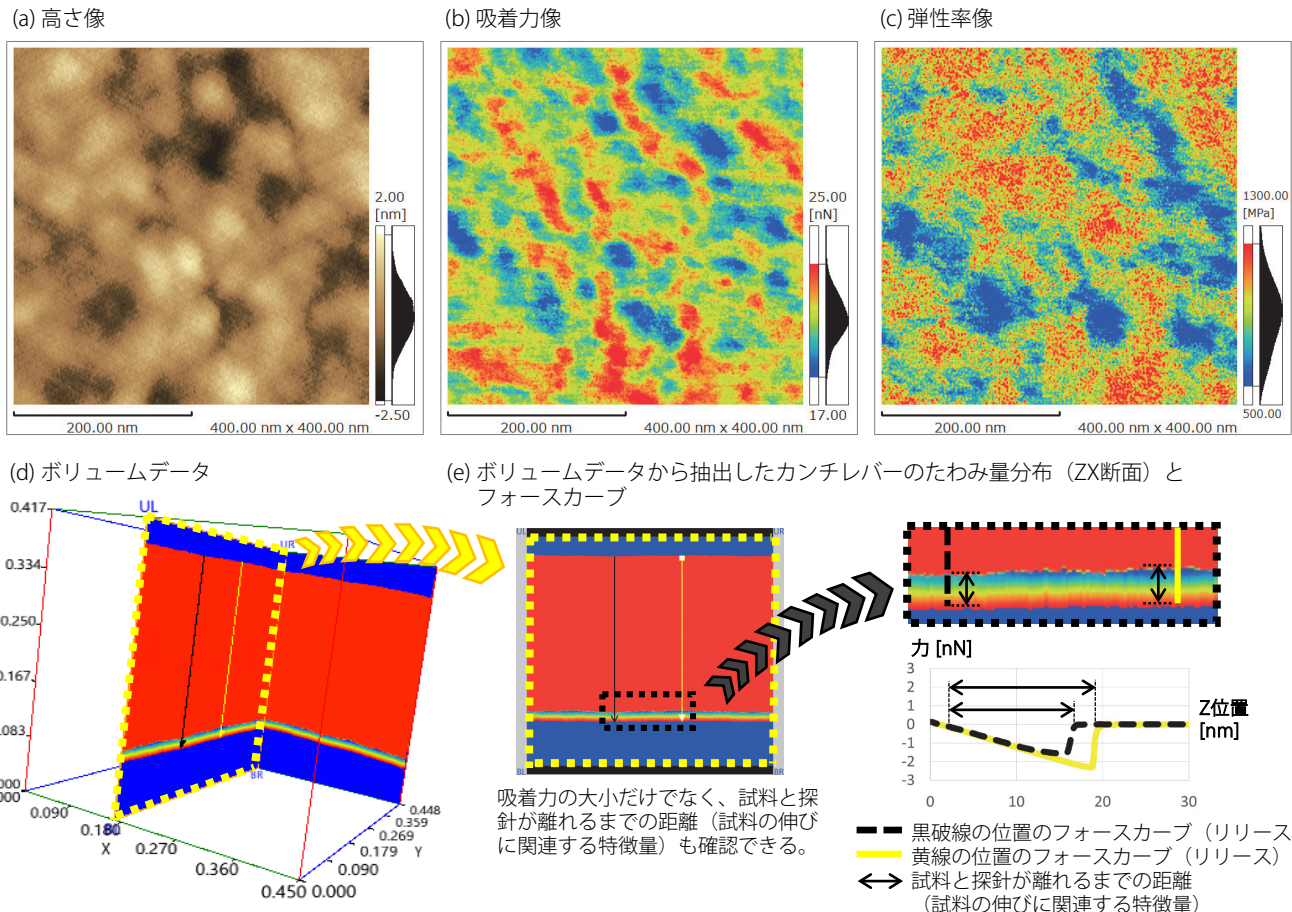


図5 物性マッピング結果

(a) 高さ像、(b) 吸着力像、(c) 弾性率像、(d) ポリウムデータ
(e) ポリウムデータから抽出したカンチレバーのたわみ量分布 (ZX断面) とフォースカーブ

SPM-Nanoaおよびナノ3Dマッピングは、株式会社 島津製作所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

01-00156-JP 初版発行：2021年4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。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021