

SPMによる圧電材料の極微小領域における分極ドメインの可視化

黒田 古都美、森口 志穂

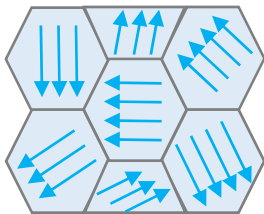
ユーザーベネフィット

- ◆ 圧電材料の特性決定の重要な因子である極微小領域における分極ドメインの分布を観察できます。
- ◆ 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

圧電材料は、電圧の印加により変形を生じるという圧電特性を持っています。その特性を活かし、様々な工業製品でセンサやプザー、フィルタとして重要な役割を果たしています。特に電子機器、通信機器の小型化が進む昨今、圧電材料の更なる高性能化が要求され精力的に開発が進められています。

圧電材料は自発分極の揃った領域（ドメイン）から構成されており、それらのドメインは図1に示すようにそれぞれ異なる方向に分極しています。この分極ドメインは圧電材料の特性を決定する重要な因子となります。しかし、極微小領域における分極ドメインの分布を観察することは容易ではありません。ここでは、ナノメートルオーダーの分解能で様々な物理量を観察できる走査型プローブ顕微鏡 [SPM (AFM)] を用いて、圧電材料の極微小領域における分極ドメインを捉えた事例をご紹介します。



圧電材料は小さなドメインで構成されており、個々のドメインはそれぞれ異なる方向に分極している

図1 分極ドメインのイメージ図

SPMについて

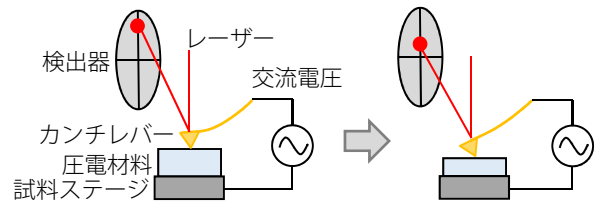
SPMは、微小なプローブと試料表面との間に働く相互作用力を画像化する顕微鏡です。原子間力を検出し表面形状を観察する、電気力を検出し表面電位分布を観察する、水平力を検出し摩擦特性を観察するなど、様々な物理量の極微小領域における分布を評価できる機能が搭載されています。今回の事例では、圧電材料の分極ドメイン分布を観察することのできる圧電応答（PFM）モードを用いています。



図2 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa™

分極ドメインを観察する仕組み

SPMでは、微小な探針が形成されたカンチレバーを用い、圧電材料の局所的な変形を検出します。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変わることを利用して、カンチレバーのたわみ量を検出します。カンチレバーを圧電材料に接触させた状態で探針-試料間に交流電圧を印加し、圧電材料の印加電圧に対する応答をカンチレバーのたわみ量の変化から検出します。



圧電材料が縮むとレーザー光の検出器への入射位置が下方へシフトする

図3 圧電材料の伸縮検出の模式図

それぞれの場所における圧電材料の応答を検出することで、印加電圧に対する応答の向き（伸縮）とその大きさ（振幅）の極微小領域における分布が得られます。図4は、カンチレバー側がマイナス、試料ステージ側がプラスの電圧が印加された瞬間を切り出したイラストです。

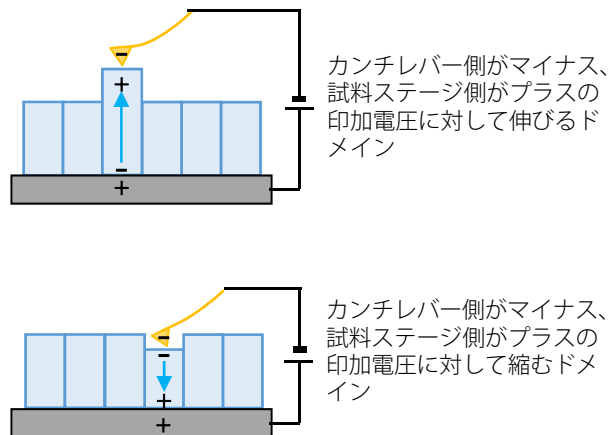


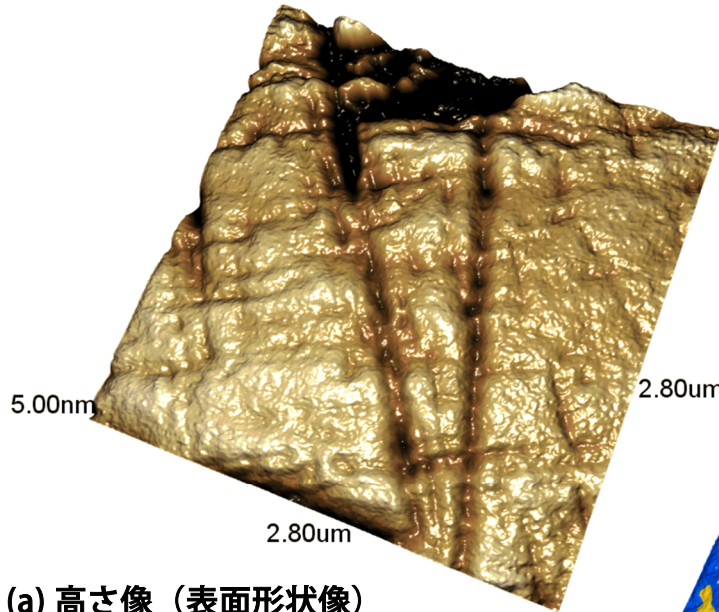
図4 カンチレバー側がマイナス、試料ステージ側がプラスの電圧が印加された瞬間を切り出したイラスト

■ BaTiO₃の分極ドメインの観察

図5に、BaTiO₃の高さ像、位相像、振幅像を示します。観察条件は表1の通りです。

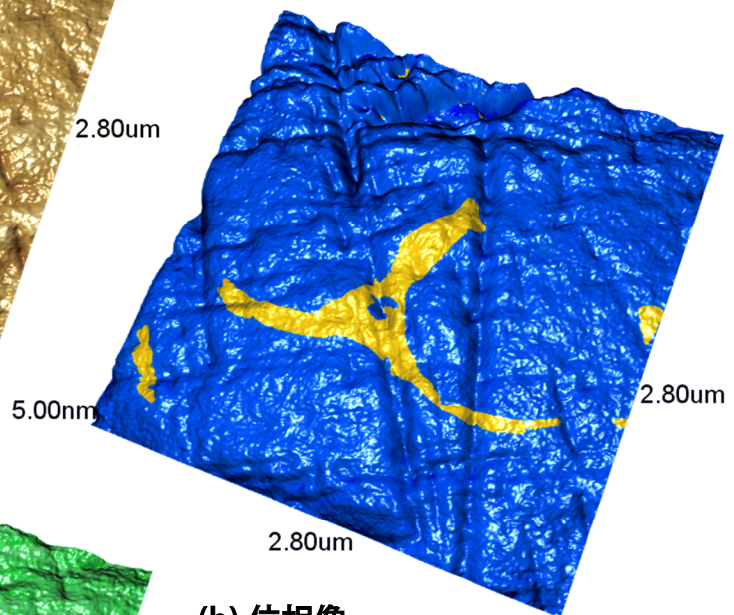
表1 観察条件

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)
観察モード	： PFMモード
観察視野	： 2.8 μm × 2.8 μm



(a) 高さ像 (表面形状像)

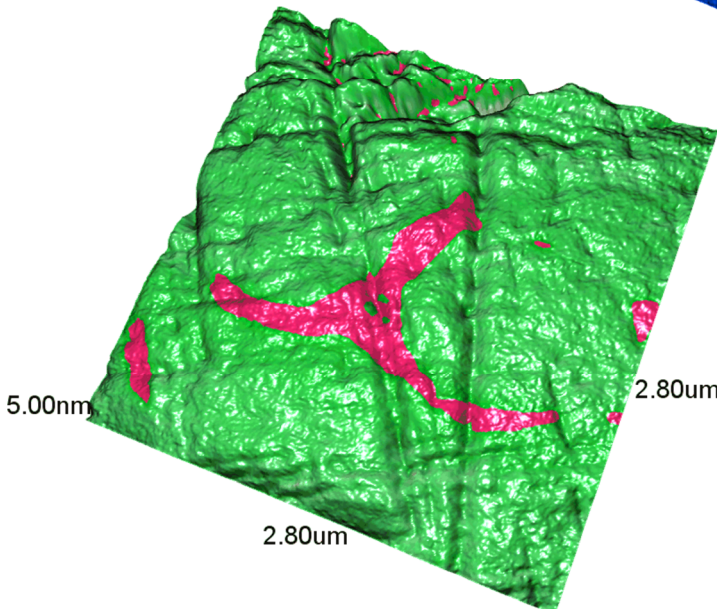
BaTiO₃表面の凹凸が観察されています。高さ像からは、BaTiO₃の分極ドメインの分布を知ることができません。



(b) 位相像

(高さ像3D表示に重ね合わせて表示)

印加交流電圧に対するBaTiO₃の応答が観察されています。視野の中央に見られる黄色で表示された人型の部分は、印加された電圧に対する伸縮の向きが周辺部分とは異なることを意味します。高さ像では見られなかった分極のドメイン構造が明瞭に捉えられています。



(c) 振幅像 (高さ像3D表示に重ね合わせて表示)

印加交流電圧に対するBaTiO₃の伸縮の大きさが観察されています。視野の中央に見られるピンク色で表示された人型の部分は、周辺部分と比較して伸縮が小さいことを意味します。高さ像では見られなかった分極のドメイン構造が明瞭に捉えられています。

図5 BaTiO₃の (a) 高さ像、(b) 位相像、(c) 振幅像

SPM-Nanoa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

01-00010-JP 初版発行：2021年2月

島津コールセンター ☎0120-131691