

SPMによる圧電材料の極微小領域における 圧電応答の可視化

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分極ドメイン毎の圧電応答を観察できます。
- ◆ 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）から構成されています。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おり、電圧印加に対して異なる応答を示します。個々のドメインの応答は圧電材料の特性を決定する重要な因子となりますが、電圧印加による変形がナノメートルオーダーであることも珍しくなく、その応答を評価するためには高感度を要します。ここでは、サブナノメートルオーダーの応答を検出できる走査型プローブ顕微鏡 [SPM (AFM)] を用いて、圧電材料の電圧印加に対するわずかな応答を捉えた事例をご紹介します。

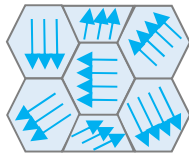


図1 分極ドメインのイメージ図

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2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：局所的な物性を高分解能で
- ③時間短縮：多彩なサポート機能で迅速な観察を実現
本報では②高機能の1つである局所的な物性（圧電応答）を高分解能で捉えた事例を紹介致します。

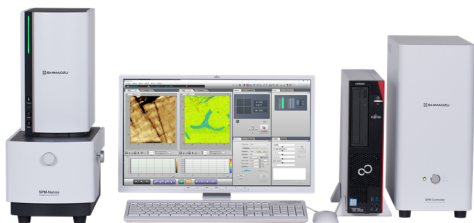
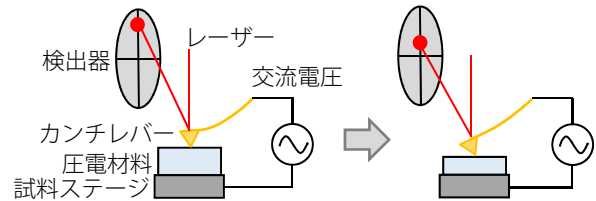


図2 走査型プローブ顕微鏡 SPM-Nanoa™

分極ドメインを観察する仕組み

図3に圧電材料の伸縮検出の模式図を示します。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シフトする現象を利用して、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、カンチレバーのたわみ量の変化から圧電材料の伸縮を検出します。



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向へシフトする

図3 圧電材料の伸縮検出の模式図

上記の手法で検出した圧電材料の伸縮を入力信号とし、印加交流電圧を参照信号としてロックイン検出を行うことで、印加電圧に対する局所ドメインの垂直方向の応答を測定します。伸縮の向きは位相信号で、伸縮の大きさは振幅信号で評価できます。図4(a)、(b)は異なる応答を示すドメイン①、②で、それぞれ、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(a)-1、(b)-1とカンチレバー側がプラス、試料ステージ側がマイナスの電圧が印加された瞬間(a)-2、(b)-2を切り出したイラストです。この場合図4に赤字で示す部分が振幅信号として検出されます。

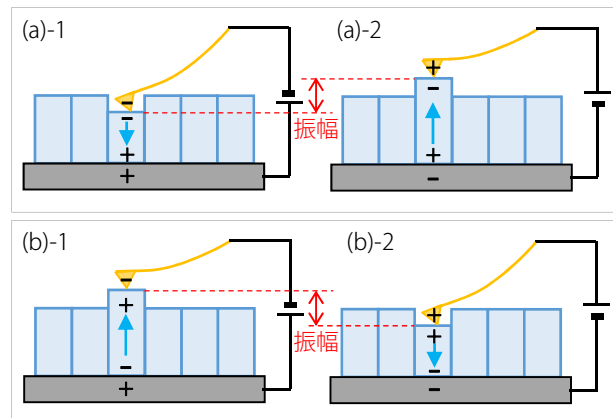
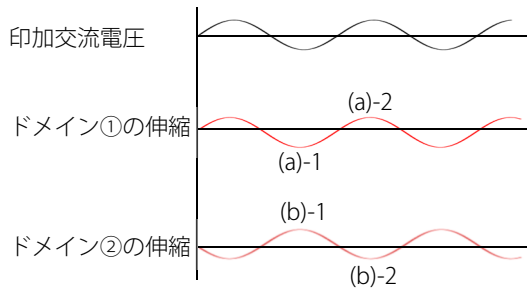


図4 印加電圧に対する圧電材料の伸縮と振幅信号の関係
(a) ドメイン①、(b) ドメイン②

位相信号は図5に示す通りドメイン①とドメイン②で180°異なる値として検出されます。



ドメイン①とドメイン②では応答が逆位相となる(180°異なる)

図5 印加電圧に対する圧電材料の伸縮と位相信号の関係

■LiNbO₃単結晶の圧電応答測定

異なる分極特性を持ったドメインが10μmピッチで並ぶLiNbO₃単結晶(図6)の垂直方向における圧電応答を測定しました。測定条件は表1の通りです。

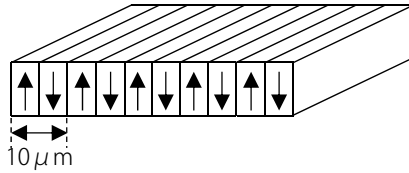


図6 LiNbO₃単結晶の分極ドメイン構造

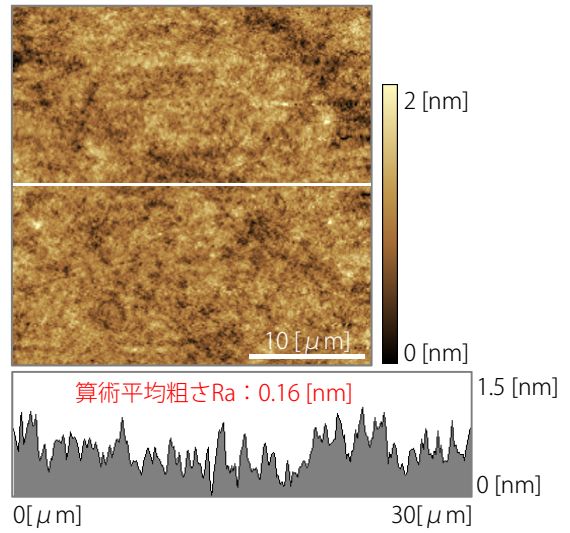
表1 観察条件

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	： 30 μm × 30 μm

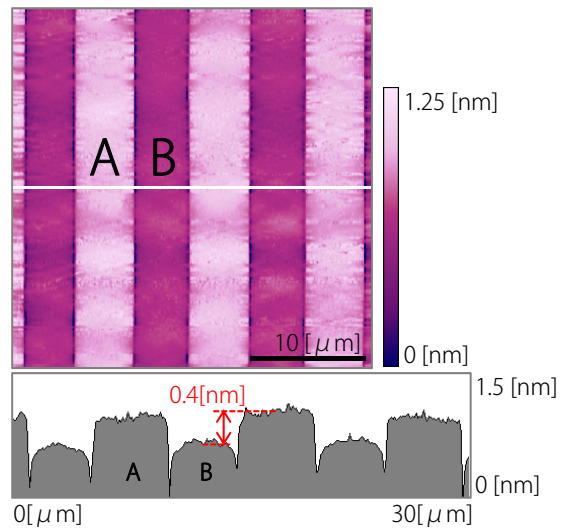
測定結果を図7に示します。図7(a)では、LiNbO₃表面の凹凸が観察されています。高さ像には分極ドメインを示すような形状は見られず、LiNbO₃の圧電特性はおろかドメイン分布すら知ることはできません。図7(b)では、印加交流電圧に対するLiNbO₃の伸縮の大きさが測定されています。同じ印加電圧に対して、ドメインAではドメインBと比較して大きく伸縮していることが分かります。SPM-Nanoaの先進の高感度検出系によってわずか0.4nmの振幅の違いが明瞭に捉えられています。図7(c)では、印加交流電圧に対するLiNbO₃の応答が測定されています。ドメインAとドメインBの位相が180°異なることから、これらのドメインは、逆方向の分極特性を持つことが分かります。

■まとめ

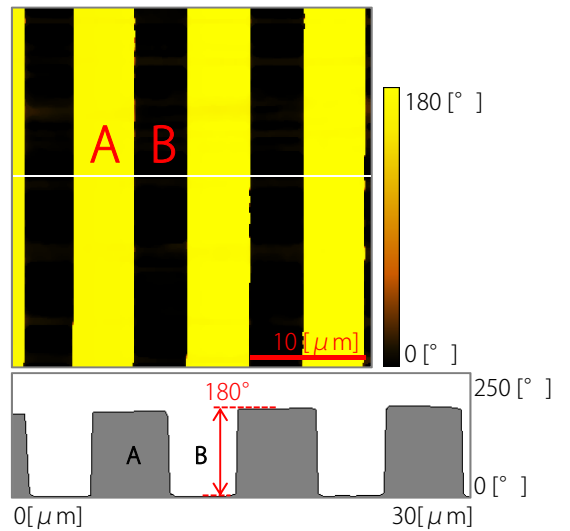
SPMを用いて、LiNbO₃単結晶の極微小領域における分極ドメインの分布と、それぞれのドメインの印加電圧に対する応答を捉えることができました。ここでは、垂直方向の応答を捉えた事例をご紹介しましたが、水平方向(ねじれ)についても同様の測定が行えます。垂直方向と水平方向の測定結果を合わせて考察することでより詳細な圧電応答の評価が可能となります。



(a) 高さ像 (上) と解析線の位置のプロファイル (下)



(b) 振幅像 (上) と解析線の位置のプロファイル (下)



(c) 位相像 (上) と解析線の位置のプロファイル (下)

図7 LiNbO₃単結晶の圧電応答測定結果

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

01-00021-JP 初版発行：2021年3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 に登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>