

## 点接触粘弾性イメージング原子間力顕微鏡の開発

(東北大多元研) ○星野哲久・芥川智行

Development of the point contact viscoelastic imaging  
atomic force microscopy

(IMRAM, Tohoku Univ.) ○Norihisa Hoshino, Tomoyuki Akutagawa

【序】我々は、サブミクロンからナノサイズの柔粘性結晶について、秩序－無秩序相転移温度に対する結晶のサイズ効果を報告した。柔粘性結晶では相転移に伴う機械的硬度の変化が知られており、粘弾性の周波数特性を調べることで結晶サイズに対する転移温度の変化が観察可能であると思われる。

原子間力顕微鏡（AFM）は、粘弾性のほか電導度・表面電荷など様々な物性をイメージングすることが可能であり、ナノサイズの試料の多様な挙動を観測するのに有用である。一般に、AFMにおける物性測定は探針を試料表面に接触させることで、コンタクトモードで行われる。しかしながら、分子性材料は表面が脆弱であり、コンタクトモードで構造破壊が生じ、観測が困難になる場合がある。この問題を解決するナノ物性測定法として、松本らにより「点接触電流画像化 AFM（PCI-AFM）」が開発されている。

<sup>1)</sup> この方法では、タッピングモードで高さ像を測定しながら、途中で測定を中断してカンチレバーの振動を止め、探針を試料に押しつけて電流－電圧（I-V）特性の測定を行い、試料表面や探針の劣化を最小限にすることを可能としている（図1）。本研究では点接触法を粘弾性測定に応用することで、分子性材料のナノ構造の力学的特性を観察することを目的とした。

【実験】走査プローブ顕微鏡（JEOL JSPM-5200）をシグナルジェネレータ（NF WF1946）でコントロールすることで、以下のシーケンスを実行した。

① タッピングモードで表面走査 → ② 走査・探針振動・Z フィードバックを停止 → ③ 探針を試料に押しつけて振動させ、カンチレバーのたわみ幅を観測（粘弾

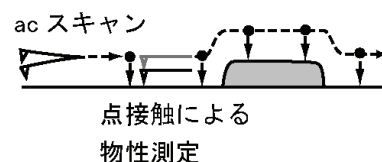


図1 点接触法による物性測定

性測定) → ④ 探針を試料から引き上げ、タッピング走査を再開

レバーのたわみは DMM (HP 3458A) でデジタル化し、コンピュータで波形処理することで振幅像を得た (図 2)。

【結果】 フレッシュなマイカ基板上で周波数特性を評価したところ、おおむね 10 ~ 1,000 Hz の範囲でフラットであった。柔粘性結晶 (2-azaadamantane-*N*-oxyl) の微結晶をマイカ基板上に作成し、サイン波・1 kHz・振幅 10 nm を印加して振幅をイメージングしたところ、結晶表面上の振幅の方がマイカ基板表面での振幅よりも大きかった (図 2a,b)。これは、結晶のたわみによる振幅の増加と考えられる。周波数特性は 10 ~ 1,000 Hz で振幅が変わらないことから、共鳴振動数はより高い周波数帯域にあることが示唆される (図 2d)。常温から結晶を 260 K に冷却したところ、結晶表面と基板表面で振幅が同じになり、結晶が柔粘性相から異方性相に転移したことが示唆された (図 2c)。当日は、装置の詳細と他の測定例についても報告する。

#### 【参考文献】

[1] Y. Otsuka, Y. Naitoh, T. Matsumoto, T. Kawai, *App. Phys. Lett.* **2003**, 82, 1944.

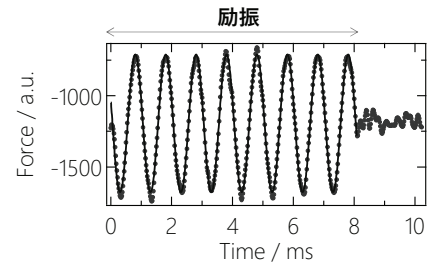


図 2 粘弾性測定における励振とレスポンスカーブ

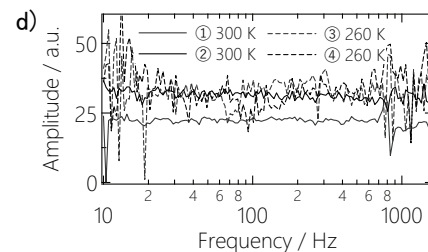
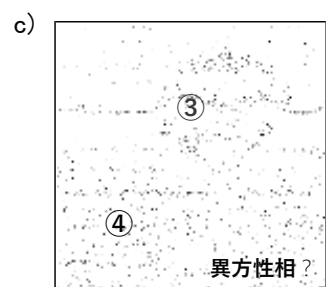
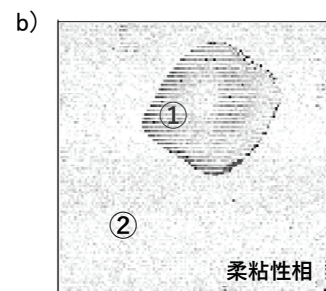
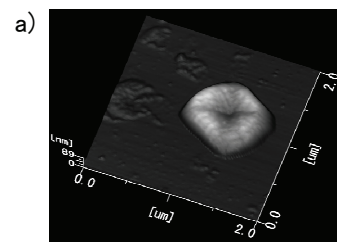


図 3 マイカ上に作成した柔粘性結晶

a) 高さ像 b) 振幅像 (300 K)

c) 振幅像 (260 K) d) 周波数依存性