

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	ガラス中に析出させた銀超微粒子の原子間力顕微鏡観察
Title(English)	
著者(和文)	長野 友憲, 吉川英見, 矢野哲司, 柴田修一, 山根正之
Authors(English)	Tomonori Nagano, Hidemi Yoshikawa, Tetsuji Yano, SHUICHI SHIBATA, masayuki yamane
出典(和文)	日本セラミックス協会1997年会講演予稿集, Vol. , No. , 2C12, 238
Citation(English)	, Vol. , No. , 2C12, 238
発行日 / Pub. date	1997,

日本セラミックス協会
1997
年会講演予稿集

3月31日（月）～4月2日（水）
大阪大学工学部・産業科学研究所

ガラス中に析出させた銀超微粒子の原子間力顕微鏡観察

(東京工業大学) ○長野友憲・吉川英見・矢野哲司・柴田修一・山根正之

AFM Observation of Nanometer-Size Silver Particles Precipitated in Glass / ○T. Nagano, H. Yoshikawa, T. Yano, S. Shibata, and M. Yamane / Nanometer-size silver particles precipitated in phosphate glass were observed by atomic force microscopy (AFM). AFM enables us to give clear 3D silver particle images from about 10 to 100 nm size on glass surface.

【緒言】絶縁体試料も空气中で容易に高分解能測定できること、高さ方向を含めた3次元情報が得られること、逐次観察が可能であることなど、従来の装置にはない特徴を備えた原子間力顕微鏡(AFM)が注目されている。結晶には周期的構造が存在するため単原子スケールの観察が可能である[1]。しかしガラスは周期的構造が明確ではなく、観察がより困難であることが考えられる。本研究では、銀イオン含有ガラスから析出させたナノメートルオーダーの銀超微粒子をAFMで測定し、他の測定法と比較することにより、ガラス表面を対象とした場合のAFM測定の有用性とその特徴について検討した。

【実験】銀イオンを高濃度に含有したリン酸塩ガラス($20\text{Ag}_2\text{O}-20\text{Al}_2\text{O}_3-60\text{P}_2\text{O}_5+(0.5-2)\text{SnO}(\text{mol}\%)$)を熔融法($1400^\circ\text{C}, 1\text{h}$, アルミナ坩堝)で作製し、切断・鏡面研磨により $10\times 10\times 0.25\text{mm}$ の板状ガラスを得た。 N_2 ガス雰囲気下でこのガラスの熱処理を行い銀超微粒子を析出させ、AFM観察用試料とした。窒化シリコン(バネ定数 0.16 N/m , オリンパス製)の探針を用いた市販のAFM装置(SPM-9500, 島津製作所製)で試料を観察した。測定は、コンタクトモードでスキャン速度を $0.5\sim 5\text{Hz}$ とし光てこ方式により大気中で行った。同一の試料表面に対してX線回折測定(ピーク半値幅から粒径をScherrerの式を使い見積もった)やFE-SEM観察を行い、比較検討した。

【結果と考察】図1に熱処理によりガラス表面に析出した銀超微粒子の3次元AFM像を示す。ガラス表面に粒径 $10\sim 100\text{nm}$ の多数の銀微粒子が観察された。AFMのように微小領域の観察では単位面積あたりの析出微粒子の数密度が観察の容易さを決める要因となる。本研究では高濃度に銀イオンを含有するガラス組成を選択し、高密度に析出するようにSnOによる熱還元を行った。図1では $1\mu\text{m}^2$ あたり約100個の微粒子が観察された。

図2には微粒子の粒度分布の一例を示す。平均粒径は 28nm と測定された。熱処理時間を変え、析出した微粒子の粒径を変化させた試料表面のAFM観察、X線回折、FE-SEM観察を行った。平均粒径の変化は、3種類の測定で一致しており、AFM測定の確かさを示している。一方、銀微粒子像の裾引きなど、てこによる変位検出系に基づくと思われるAFM測定特有の挙動も観察されており、検討を行っている。

【参考文献】

[1] H. Ueyama, M. Ohta, Y. Sugawara and S. Morita, Jpn. J. Appl. Phys., **34**, L1086 (1995).

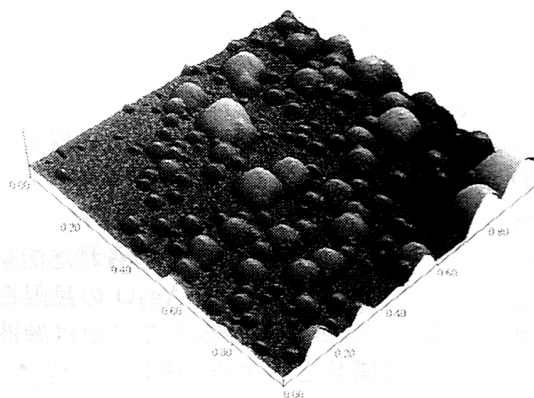


Fig.1 Three dimensional AFM image of glass surface ($1\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$, Z-max is 120 nm)

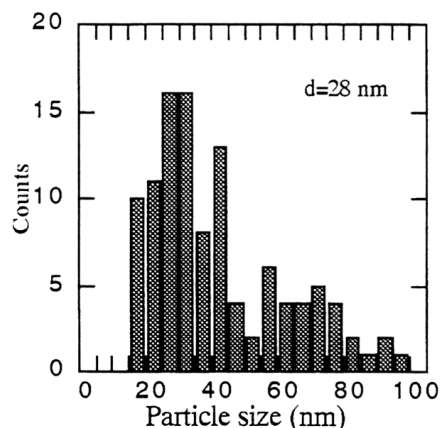


Fig.2 Size distribution of silver particles