

通过扫描探针显微镜定量测定粘弹性

样品的准备

扫描探针显微镜可在观察样品表面形貌的同时进行物性成图。利用振幅变换法（AM法）的相位对比像与相位像，可以用来研究样品表面的粘弹性（如图1所示）。但是通过相位像定量测量粘弹性，在悬臂的应答及探针与样品间的相互作用中，还有许多难点。

本文介绍了一种再现性良好的悬臂励磁信号与应答相位位移的方法。利用坚硬无粘性的样品作为标准样品，确定相位位移的原点。

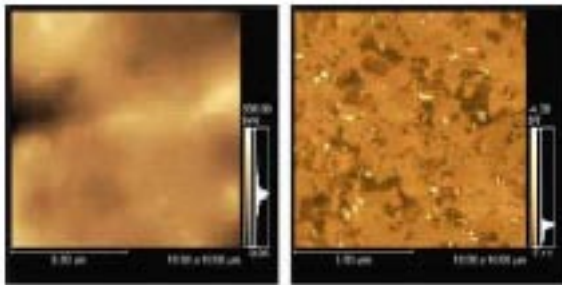


图1 相位像示例（聚合物混合）。表面形貌像（左图）不清晰，相位像（右图）则将三相清楚的分开。

装置

- 装置 : SPM - 9600
 测定模式 : 相位
 悬臂 : NCHR
 (Nanoworld)
 40N/m(Typ.)
 300kHz(Typ.)
 高分子样品 : 粘着剂(粘着胶带)3种
 标准样品 : 玻璃

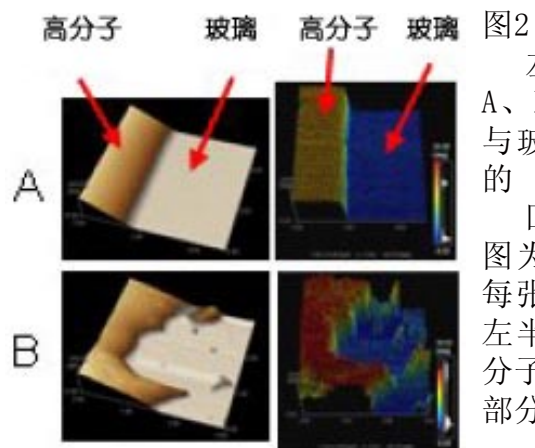
实验

- Step 1 为使相位原点一致，首先观察标准样品的相位像，利用相位补偿功能将相位信号调整为0。
 Step 2 测定高分子样品的相位（二维图像）。
 Step 3 计算出高分子样品相位的平均值。

结果与讨论

测定了高分子样品A、B、C的相位位移。定性分析可知样品A、B、C的粘性依次增大。

图2所示为高分子与玻璃的分界面的AFM图像。图像左半部分为高分子，右半部分为玻璃。



左图为样品A、B的高分子与玻璃分界面的凹凸像，右图为相位像。每张图像中，左半部分为高分子，右半部分为玻璃。

由各样品的相位像计算出的相位平均值与标准偏差如表1所示。玻璃比高分子坚硬且无粘性，作为标准样品使用。

表1 高分子部分的相位值及标准偏差

	A	B	C	玻璃
相位值(度) δ	18.2	23.0	33.4	0
标准偏差	0.76	1.39	10.4	-

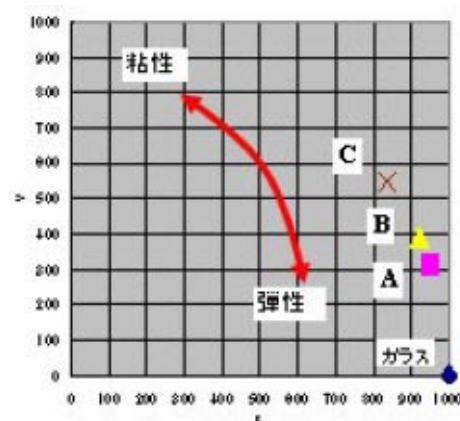


图3 相位值的定量
 相位值按以下公式进行计算。
 $V = \sin \delta \times 1000$
 $E = \cos \delta \times 1000$
 V值越大粘性越大，E值越大弹性越大。

结论

本方法利用坚硬无粘性的样品作为标准样品，确定相位位移的原点。通过相位位移量表征高分子样品的粘弹性特征。并得到3种不同高分子样品的粘弹性的定量数据。所得到的数据与样品实际粘弹性特征一致。根据此方法，利用SPM实现了样品表面粘弹性定量分析。未来的研究方向是在改善仪器的稳定性（热漂移等）及悬臂偏差的基础上，探讨微观粘弹性与宏观粘弹性的关系。