

九州シンクロトロン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：0912126Pi

(様式第4号)

PEEM による有機薄膜の表面組成マッピング

Surface compositional mapping of organic films by PEEM

安福 秀幸^a、瀬戸山 寛之^b

^aHideyuki Yasufuku, ^bHiroyuki Setoyama

^a株式会社リコー、^b九州シンクロトロン光研究センター

^aRICOH Co., Ltd., ^bSAGA Light Source

1. 概要

有機微粒子内部の高分子材料分散状態を調べるため、微粒子の切片を SR-PEEM により観測した。その結果、成分の分散状態を示す像のコントラストが得られた。

(English)

To investigate the compositional dispersion in the organic fine particles, the slice of particles was observed by PEEM with synchrotron radiation source. As the result, the contrast of the image that indicated the compositional dispersion was obtained.

2. 背景と研究目的：

機能的有機微粒子において、より高い機能性を持たせるためには、微粒子内部および表面での添加高分子部材の分散状態を設計・制御することが必要である。そして、そうした有機微粒子の製造技術のみならず、作成した微粒子の添加部材（成分）の分散状態をダイレクトに評価する技術も重要となっている。現在、この分散状態を観察する手法として、主に TEM や SEM が用いられている。これらの手法は、観察において空間分解能としては充分であるが、全ての成分を帰属することは不可能であり、特に新たに開発中の微粒子の鍵を握る成分の識別は難しいのが現状である。当社では、これまでに走査型 X 線透過顕微鏡（STXM）を用いて、各成分の炭素吸収端における構造の違いを利用して成分マップ観測を行い¹⁾、TEM 観察像へのフィードバックに成功している。一方で、STXM は透過法であるため、切片の厚さ方向の情報も含まれること、表面観察が困難であること、といっ

た問題点もある。

そこで、表面観察技術である光電子顕微鏡（PEEM）を用いて、成分マップ取得による有機微粒子の表面および内部における添加部材の分散状態の観察を狙いとしている。今回は、切片試料を用いて PEEM 観察を行い、STXM の結果との比較を行うことを目的とする。有機分子同士の分散状態を観測するには実験室レベルの UV-PEEM では不可能であり、放射光を用いて C K-edge 前後の情報を得ることで識別可能となる。

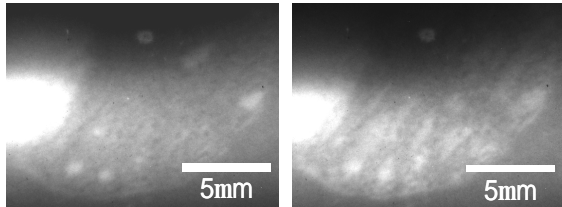
3. 実験内容：

実験には、BL10 の PEEM を用いた。試料は、複数の高分子材料を混合した有機微粒子の切片を用いて、各材料の分散状態の観測を行った。

まず、UV 光源を用いて試料位置や Focus 等のレンズ条件の調整した後、SR 光で像観測を行った。PEEM 測定により各成分の分散状態を

観察するため、C K-edge (285eV 前後) 付近における数点のエネルギーで画像を取得した。

4 . 結果、および、考察 :



(a) SR=285.0eV (b) SR=285.5eV
Fig.1 : 有機微粒子の C K-edge 近傍で取得した SR-PEEM 像

Figure 1(a),(b)に C K-edge 近傍 (285.0 eV と 285.5 eV) で測定した有機微粒子の切片 (断面) の SR-PEEM 観察結果を示す。画像中央部に微粒子切片が観察されており、画像左側の白抜け (飽和) している領域は基板上に成膜した Au パターン膜である。Fig.1(a)より、切片内部に高分子材料の分散状態が観測できることが確認できた。今回得られた空間分解能は、およそ 100nm 程度である。さらに SR のエネルギーを僅かずつ変化させると、そのエネルギーに依存して像のコントラストが変化した結果が得られた (Fig.1(b)参照)。これは、各高分子材料の C K-edge 吸収端における構造の違いをとらえたものと考えられ、PEEM で微粒子内部における高分子材料の成分マップの取得が可能であることが示された。

5 . 今後の課題 :

今回、十分な空間分解能が得られなかったのは、主に装置の不具合や光軸調整(時間)不足のためと考えられる。この問題が解決すれば、より高空間分解能での観察が可能と考えられる。また、今回の測定では、手動で変化させた SR のエネルギーの点数および間隔が粗かったために成分の特定 (帰属) には至らなかったが、今後、エネルギー自動掃印による nano-XAFS 測定を行って成分マップを取得していく予定である。

6 . 論文発表状況・特許状況

7 . 参考文献

1) N.Iwata, K.Tani, A.Watada, H.Ikeura-Sekiguchi, T.Araki and A.P.Hitchcock, *Micron*, **37** (2006) 290.

8 . キーワード

- ・ PEEM
- ・ 成分マッピング

