

九州シンクロトン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：100322AC

(様式第4号)

PEEM による有機微粒子切片の表面組成マッピング (I)

Surface compositional mapping of organic particle slices by PEEM (I)

著者氏名 ^a安福秀幸、^b瀬戸山寛之
English ^aHideyuki Yasufuku, ^bHiroyuki Setoyama

著者所属 ^a株式会社リコー、^b佐賀 LS
English ^aRicoh Co. Ltd., ^bSAGA-LS

1. 概要

今回は、試料に作成した Au パターンからビーム強度 (I_0) を計測する方法を検討した。しかし、有機微粒子を構成する成分の吸収スペクトルに対応した PEEM 像のコントラストは得られなかった。原因の一つとして、入射光のエネルギー分解能を考慮する必要があったものと考えられる。

(English)

In this time, we investigated the method of measuring beam strength (I_0) by using Au pattern, which is evaporated on the sample. However, the contrast of the PEEM image corresponding to the XAFS spectrum of the component polymer was not obtained. It is considered that the PEEM image with the none-contrast may be caused by the setting of the energy slit.

2. 背景と研究目的:

機能性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。一般的に、内部の分散状態を観察する際に TEM や SEM を用いるが、有機物では基本的にコントラスト情報しか得られず、構成成分の識別は、染色法などを用いても特定の材料に限られている。また特に、粒子表面における添加成分の分散状態が機能発現に大きな鍵を握っていると考えられるため、今後、表面の分散状態をダイレクトに評価する新たな手法/技術も重要になってくると考えられる。

これまでに、当社では走査型 X 線透過顕微鏡 (STXM) を用いて、有機微粒子内部における各添加成分の炭素 K 吸収端における構造 (XAFS) の違いを利用して成分マップを取得し、それぞれの識別に成功している¹⁾。しかし、STXM は透過法であるため、切片の厚さ方向の情報が重なり合うため境界があいまいである、有機微粒子表面の観測が出来ない、といった2つの問題点があった。そこで、表面 (最表面から深さ十数 nm) の観測に適している光電子顕微鏡 (PEEM) を、軟 X 線放射光源と組み合わせることで、STXM よりも詳細に各添加成分の粒子表面における分散状態が観測できると期待される。前回のパイロットユース実験では、(i) 有機微粒子切片の基板への固定法の決定と(ii) 有機微粒子切片の二次電子像を高空間分解で観測可能なことを確認した。

今回の利用実験では、試料表面上に I_0 モニター点を作成した有機微粒子切片試料を用意して、微小領域 XAFS の実測定を行い、 I_0 モニター点作成条件の可否判断を行うことを目的とした。

3 . 実験内容 (試料、 実験方法の説明)

測定試料は、複数の高分子材料を混合した有機微粒子の切片を Si 基板上に貼り付けて作成した。その上に I0 モニター点として Au パターン (膜厚およそ 50) を作成した。実験には、BL10 の PEEM を用いた。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 光を用いてスペクトル抽出のための PEEM 像を C K-edge 近傍のエネルギー (283eV - 310eV) で取得した。

4 . 実験結果と考察

まず、有機微粒子切片を UV 光源で観察した結果を Fig.1 に示す (視野径 10 μ m)。左上の斜めに観察される明るい領域は I₀ モニター用に作成した Au パターンである。中央部に三角形に近い形で視野からはみ出すように観察されるのが有機微粒子切片である。微粒子切片内部で構成成分の第一イオン化ポテンシャルに対応したコントラストが観察されている。

一方、SR 光 285.0eV と 285.4eV で測定した PEEM 像を Fig.2(a)(b) に示す (視野径 25 μ m)。画像の左上の飽和させている領域は Au パターンで、画像中央部に観察される三角形に近い形 (頂点の一つは Au パターンに埋もれている) をした僅かに明るい領域が有機微粒子である。昨年 12 月に行ったパイロット実験時と異なり、今回の実験では、微粒子中の構成成分の分散状態を反映したコントラストはほとんど観察することができなかった。この原因の一つとして、使用した光のエネルギー分解能が考えられる。エネルギー分解能を決めているのはビームラインの出射スリット幅であるが、デフォルトのスリット幅ではビーム径が細く画像の 2/3 程度が蹴られてしまう。そのため、今回の実験では視野の確保を図るためにスリット幅を広げたが、その分エネルギー分解能が小さくなり、吸収端の構造が埋もれてしまった可能性が高いと考えられる。



Fig.1 : UV-PEEM 観察像
視野径 10 μ m

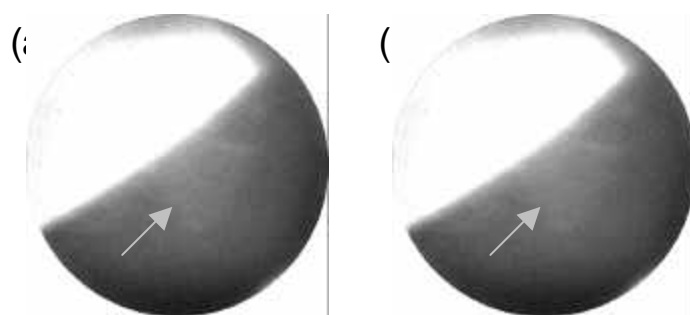


Fig.2 : X-PEEM 観察像 (視野径 25 μ m)
(a) 285.0eV, (b) 285.4eV で観察した結果

5 . 今後の課題 :

エネルギースリット幅をデフォルト値の設定で、ビーム径を広げるセッティングを検討する。また、改めて同一視野内 Au パターンによる I_0 値の取得を行うとともに、試料内測定点を用いない I_0 モニター方法も検討する。

6 . 論文発表状況・特許状況

特になし

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 (試料及び実験方法を特定する用語を 2 ~ 3)

- ・ PEEM
- ・ 有機微粒子
- ・ 成分マップ