



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 : 1106058Pi

(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 II Surface compositional mapping of organic particle slices by PEEM II

安福秀幸、瀬戸山寛之

¹Hideyuki Yasufuku, ²Hiroyuki Setoyama

¹株式会社リコー、²九州シンクロトロン光研究センター

¹RICOH, ²SAGA-LS

1. 概要

今回は、有機微粒子切片の成分マップを高空間分解能で取得することを目的として実験を行ったが、装置の内部絶縁不良のためデータ取得に至らなかった。

(English)

To obtain the compositional mapping of the inside of organic fine particles by high spatial resolution, the slice of the particles was observed by PEEM with synchrotron radiation source. Due to the equipment trouble, it was not able to obtain.

2. 背景と研究目的

より高い機能性を持った有機微粒子を開発するためには、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・制御する必要がある。内部の分散状態を観察する手法として、一般的に TEM や SEM を用いるが、有機物に対する構成成分の識別は特定の材料に限られる。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/技術も重要となる。

これまでに、当社では走査型 X 線透過顕微鏡 (STXM) により、各添加成分の炭素 K 吸収端における構造 (NEXAFS) の違いを利用した有機微粒子内部の成分マップの取得に成功している¹⁾。しかし、STXM は透過法であることから(i)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、(ii)有機微粒子表面の観測が出来ない、といった問題点があった。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 よりも詳細な各添加成分の分散状態が観測できると期待される。

先期利用実験でペクトル抽出時の I_0 の取扱いや PEEM 像観察時の留意点など成分マップ取得に必要な諸条件はほぼ決定できたと考えられた^{2,3)}。今回は、有機微粒子切片の成分マップを取得することを目的とした。

3. 実験内容 (試料、実験方法の説明)

成分マップ観察用試料は、複数の高分子材料を混合した有機微粒子をマイクロトームにより切片化し、Si基板上に貼り付けて作成した。

実験には、BL10のPEEMを用いた。測定は、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 (エネルギー範囲: 283 eV–310 eV、エネルギーステップ: 0.2 eV ~0.5 eV) で取得する。

4. 実験結果と考察

試料導入後、観察条件調整を行っていたところ、装置不調（内部放電）が起こり、残念ながらデータ取得に至らなかった。（最終日に絶縁不良のため、高電圧印加不能となった。）

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.
- 2) 安福秀幸, 瀬戸山寛之、平成 21 年度 九州シンクロトロン光研究センター利用報告書（ハ イロットユース）
- 3) 安福秀幸, 瀬戸山寛之、平成 22 年度 九州シンクロトロン光研究センター利用報告書（長期利用課題）

8. キーワード

- ・ PEEM (Photo-emission electron microscope) : 光電子顕微鏡

励起光（紫外線や X 線など）を試料に照射し、試料表面から放出された光電子を結像することで、表面状態を観察する電子顕微鏡法。

- ・ 成分マップ

放射光を用いた顕微鏡法と X 線吸収微細構造 (XAFS) 測定法を組み合わせることで、局所領域の構造を観測できる。例えば、複数の高分子成分が混ざり合った材料において、各成分の C K-edge の NEXAFS スペクトルと観察像から抽出した NEXAFS スペクトルを対応させることで得られる各高分子成分の分散状態を示したマップ。