

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：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 (II)

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

著者氏名：安福 秀幸^a、瀬戸山 寛之^b、馬込栄輔^b

English：^aHideyuki Yasufuku, ^bHiroyuki Setoyama, ^bEisuke Magome

著者所属：^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

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

長期利用課題は、実施課題名の末尾に期を表す() () () を追記すること。

1. 概要

試料のセッティングや光学系を含む各種調整を行い、有機微粒子の各構成成分の C 吸収端構造を反映したコントラスト像が得られたと考えられる。

(English)

Result of adjustment including optical system, the contrast of the PEEM image corresponding to the XAFS spectrum of the component polymer was obtained.

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。

第I期の実験では、有機微粒子の内部構造に対応したコントラスト変化までは観察できなかった。今期は C の K-edge 近傍でのコントラスト変化を観察することならびに I₀ 測定法を評価することを目的とした。

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 基板の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

C 吸収端近傍のエネルギーで観察した一連の有機微粒子切片の PEEM 像の中の 4 枚を Fig.1(a)-(d) に示す。視野径は 10 μ m である。エネルギーはコントラストが初めに強く得られた(b)を 285.0eV と補正した。一連の PEEM 像の下部に観察される明るい領域は、ビーム強度モニター用の Au パターンであり、Au パターンとその左上一部を除く全視野領域に有機微粒子が観察される。Fig.1(a)では Au パターンのみ観察されるのに対して、Fig1(b)では有機微粒子と包埋樹脂が観察されるほか、有機微粒子内部にコントラストが観察される。Fig.1(c),(d)に示すように、さらにエネルギーを変えていくと有機微粒子内部のコントラスト変化をとらえることができた。今回の実験では、UV 光の熱負荷による試料ステージドリフトも見られたため、像の最終調整は SR 光で行っている。試料のセッティング法や光学系を含む各種調整の結果、空間分解能はまだ十分ではないが、有機微粒子の各構成成分の C 吸収端強度を反映したコントラスト像が得られたと考えられる。

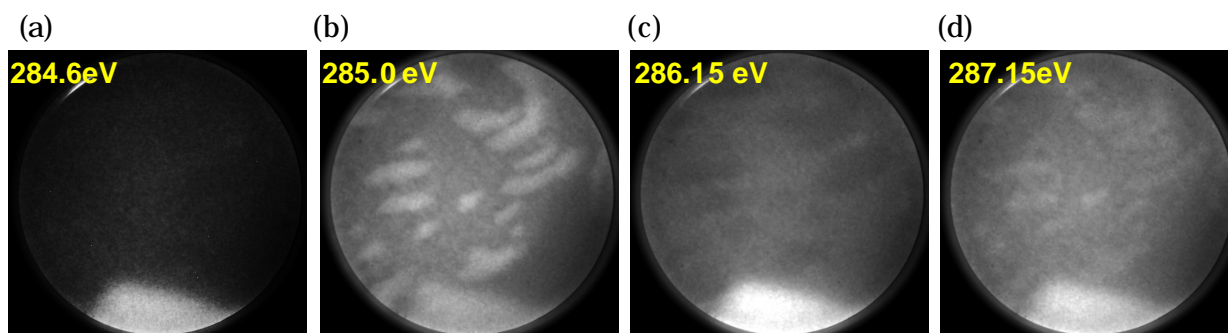


Fig.1 : C 吸収端近傍で観察した有機微粒子切片の PEEM 像 (視野径 10 μ m)

(a)284.6eV、(b)285.0eV、(c)286.15eV、(d)287.15eV

5 . 今後の課題 :

空間分解能を向上させて有機微粒子内部の構造をより詳細に観察できるようにすることが不可欠である。ビームの強度が得られれば、空間分解能の高い像をより容易に得られると考えられる。さらに、I₀ の評価および観察像から抽出したスペクトルの評価を行い、成分マップ取得へと展開していく予定である。

6 . 論文発表状況・特許状況

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
- ・ 成分マップ