

軟 X 線顕微分光のポリマー分野での活用事例

菊間 淳

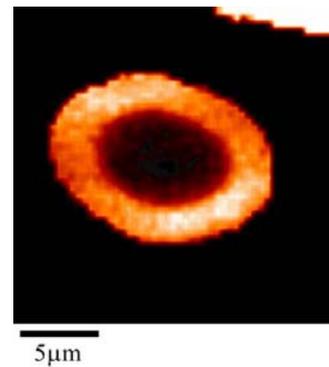
旭化成(株) 基盤技術研究所

C、O、N、F などの軽元素を主成分とする高分子材料のキャラクタリゼーションにおいて、軟 X 線分光が持つポテンシャルは大きい。顕微分光においては、電子線をプローブとする手法に比べて空間分解能では劣るものの、化学状態に関する情報の豊富さや、試料に与える損傷が少ない、などの利点を生かしてポリマー分野でも様々な研究がなされている。

本講演では、走査型透過 X 線顕微鏡 (STXM) のポリマー分野での活用事例について述べる。STXM は 1990 年代初頭に米国で実用化され¹⁾、その後、海外の放射光施設においていくつものビームラインが建設されている。本講演で紹介する 2 つの事例についても米国 ALS にて行った実験である。

1. アクリル系難燃繊維の化学状態解析²⁾

ポリアクリロニトリル(PAN)繊維を適度な温度で焼成することにより、柔軟性と難燃性を兼ね備えた難燃繊維を作ることができる。焼成途中段階での繊維断面を観察すると、コア/シェル構造を有することがわかっている。そこで、コア/シェルの化学状態にどのような違いがあるのかを STXM を用いて調べた。右図は C 1s $\rightarrow \pi^*(C\equiv N)$ 吸収ピーク強度の分布である。コア/シェルに対応して、ニトリル基の存在量が異なることがわかる。このことから、焼成過程で起こる環化反応での発熱が繊維内部に蓄積し、内部での反応が促進されることが推定された。



2. 中空糸膜における親水性ポリマーの分布解析

ポリスルホン(PSF)とポリビニルピロリドン(PVP) から成る中空糸多孔膜の断面において、各成分の分布を STXM を用いて調べた。SVD を適用したデータ解析の結果、親水性ポリマーである PVP が、基材 PSF の表面に数十 nm の厚みで付与されていることが明らかになった。

このように、STXM は高分子材料の局所化学状態分析に有効である。透過法による局所化学状態分析の代表的な手法である TEM-EELS に比べ、スペクトル分解能が格段に良好なことから、化学状態の微妙な違いの検出に威力を発揮するものと思われる。

講演では、今後、国内で増加が予想される放射光ベースの軟 X 線顕微鏡について、企業の立場から期待することについても述べたい。

1) H. Ade, X. Zhang, S. Cameron, C. Costello, J. Kirz and S. Williams, *Science*, **258**, 972 (1992).

2) J. Kikuma, T. Warwick, H-J. Shin, J. Zhang and B. P. Tonner, *J. Electron Spectroscopy. Relat. Phenom.*, **94**, 271 (1998).