

走査型電子顕微鏡による高分子材料の形態観察

キーワード：高分解能走査型電子顕微鏡、SEM、EDX、高分子材料

概要

走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope：SEM）は、数万倍のオーダーの高倍率で試料観察ができ、肉眼では想像もできなかった微細な世界を見ることができます。

ここで紹介するSEMは高い分解能を持つ電界放出型電子銃を備えた電子顕微鏡（Field Emission-SEM：FE-SEM）です。当所の装置はエネルギー分散型X線分析装置（Energy Dispersive Micro Analysis of X-ray：EDX）を装備しています。そのため各種材料の表面観察だけでなく、例えば高分子材料中に混入した異物などの検出・分析等も可能です。

走査型電子顕微鏡（SEM）とは

SEMでは真空中で試料に電子ビームを照射し、試料から出てくる2次電子の情報をもとに画像を表示します。詳しい原理や特徴についてはこれまでに出版されたテクニカルシート（No.01011 元素分析機能付走査電子顕微鏡およびNo.98057 走査電子顕微鏡による水の観察）を参照ください。

X線分析

SEM画像を観察しながら、特定の部位のX線分析を行うことが可能です。試料の分析を行いたい部分に電子ビームを照射し、発生した特性X線を検出することで元素の定性・組成分析ができます。SEM/EDX分析は一般的に表面から数mmの深さ情報が検出されます。

高分子材料の観察

SEMでは試料に電子ビームを照射するため、試料表面に導電性がないと、表面に電荷が蓄積し正常なSEM画像を得ることができません。通常、高分子材料や有機材料などの導電性を持たない試料をSEM観察する場合は、金や白金・パラジウム合金などの金属をコーティングする必要があります。また、試料室を真空に

保つ必要があるために、水分・油分を含んだ試料や電子ビームを照射するとガスが出るような試料は観察することができません。高分子材料や有機物の観察においては、電子ビームを当てすぎると表面層の分解（ビーム焼け）を顕著に起こすので、観察は素早く行う必要があります。

観察例

図1にポリイミドの微粒子の観察結果を示します。このポリイミド微粒子は、直径が約1μmできれいな球形をしており、その形状にほとんどばらつきがないことがわかります。さらに倍率を上げて観察を行うと、このポリイミド微粒子はより小さな微粒子が凝集したものであることが確認できました（図2）。

図3は表面に酸化チタンをコーティングしたポリメタクリル酸メチル微粒子の観察結果を示しています。コーティングをしていないポリメタクリル酸メチル微粒子は、微粒子の表面に異物が観察されずなめらかな表面であるのに対して、酸化チタンコーティング後は微粒子の表面に付着物が確認されます。図4は付着物についてX線分析を行った結果を示しています。炭素(C)や酸素(O)などの軽元素以外にチタン(Ti)

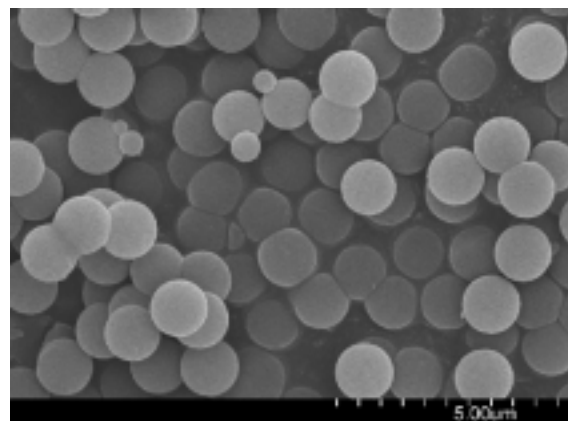


図1 ポリイミド微粒子

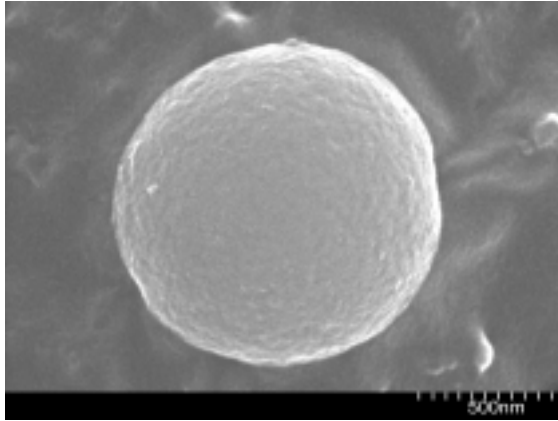


図2 ポリイミド微粒子（拡大）

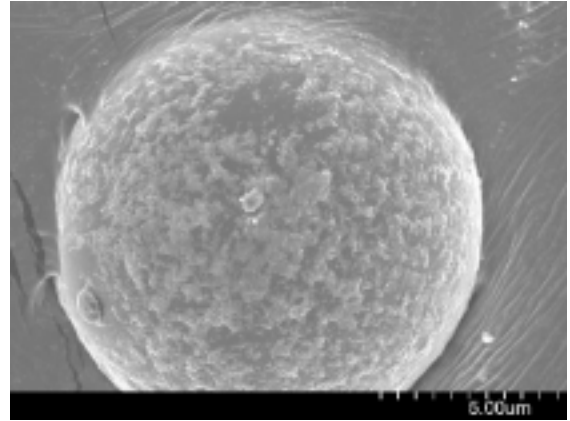


図3 表面に酸化チタンをコーティングしたポリメタクリル酸メチル微粒子

のピークが確認できます。この結果から、酸化チタンが微粒子の表面にただらに付着している様子がわかります。

このように高分解能SEMを用いて高分子材料の微細表面・表面の構成元素を確認することが可能です。

おわりに

当研究所に設置しております高分子用分析機能付き走査型電子顕微鏡の仕様を表1に示しました。

皆様のご利用をお待ちしております。

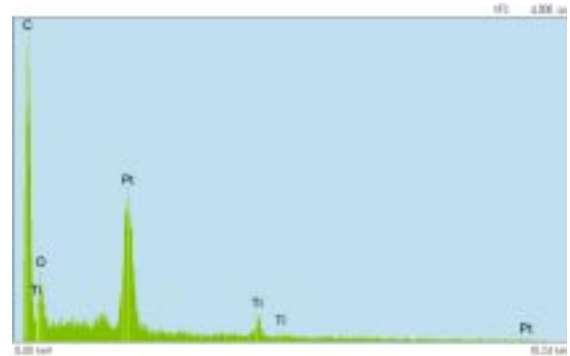


図4 付着物のX線分析結果

表1 高分子用分析機能付き走査型電子顕微鏡の仕様

型式	S-4700（日立製作所製）
電子光学系	冷陰極電界放出型電子銃 セミンレンズタイプ
分解能	加速電圧15kV, WD=12mmにおいて1.5nm
倍率	×250 ~ ×500000（低倍モード ×30 ~ ×10000）
試料サイズ	最大 150mm, 厚み6mm
画像保存	ポラロイドフィルムまたはMOディスクにbmp, tiff, jpeg方式で記録可能
X線分析装置	EMAX-7000 エネルギー分散型X線分析装置（堀場製作所製）
検出元素	⁵ B ~ ⁹² Uまで（点、線、面分析可能）
その他	本体にYAG反射電子検出器を装備
スパッター	E-1030（日立製作所製）（ターゲット：Pt-Pd）