

## グラファイトが分散された高分子膜の断面 SEM 観察用試料調製手法

○横江大作<sup>1</sup>, 加藤丈晴<sup>1</sup>, 平山司<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 非営利・一般財団法人 ファインセラミックスセンター)

現在、耐摩耗性やクリープ特性、さらには難燃性、ガス透過率、防潤性等、様々な分野での性能や機能向上を目的に高分子材料へ無機材料を分散の研究開発が進んでおり、それぞれの特性を得るために高分子内に無機材料を均一に分散する試みがなされている。また、高分子中の無機材料分散状態を広範囲で確認する方法としては、走査型電子顕微鏡(SEM)による断面観察が有力である。しかし、断面SEM観察試料調製の際、高分子/無機材料の場合、通常の機械研磨では観察面の高分子が加工ダレを起こしてしまい、研磨時の様々な応力によって高分子と無機材料が剥離する原因にもなる。また、高分子材料の調製に良く用いられるウルトラミクロトームでは分散させた無機材料により刃こぼれを起こし、スクラッチ痕等の原因となるため、広域で平坦な観察断面を得ることが困難であった。そこで近年注目されている手法として Ar イオンビームによる断面試料調製法がある。この手法は調製面に異種材料が混在していても、応力フリーな状態で広域に渡り比較的平坦な面を容易に得られる手法である。今回、ポリアミド内に分布したグラファイトの分散状態を確認するため、Ar イオンビーム加工を用いて断面調製を行い、SEM観察を実施した。その結果、Ar イオンビーム加工により、平坦な面は得られたものの、高分子とグラファイトでは平均原子番号が近いことからSEMの反射電子像では明瞭なコントラスト差が得られず、グラファイトの分散状態の把握が困難であった。そこで、重金属で染色固定する染色法を検討し、-CONHの官能基に対して有効でポリアミドを選択的に染色可能なリンタングステン酸を用いて高分子染色も試みたが、Ar イオンビームの照射ダメージによる高分子変質(分子鎖の切断、架橋等)が極最表面層に形成され、均一に高分子が染色されなかった。また、高分子のエッチングに用いられるO<sub>2</sub>プラズマエッチングにて、高分子の選択除去によるグラファイトの凹凸調製を試みたが、染色時と同様に最表面の高分子変質により均一にエッチングされず、目的の凹凸が得られなかった。そこで今回、極低加速ブロード Ar イオンビームを観察面に浴びせることを試みた。その結果、Ar イオンビームの照射ダメージ層とともに高分子の選択除去に成功し、高分子/グラファイトに凹凸差が生じさせ、SEMによるグラファイト分散状態の観察に成功した。

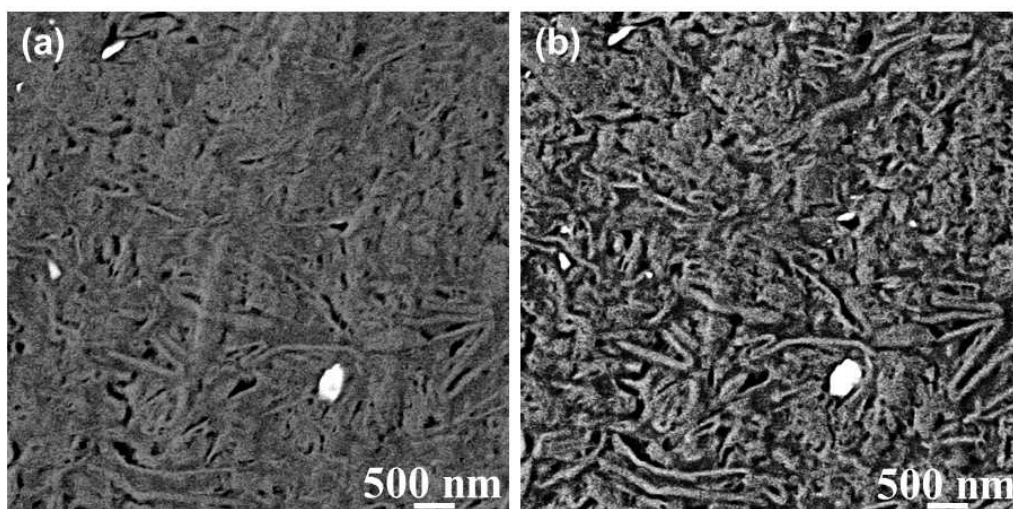


図1 グラファイト分散高分子膜の断面SEM観察結果。(a) Ar断面イオンミリング処理調製面。  
(b) Ar断面イオンミリング処理後、表面Arイオンビーム照射調製面。