

材料の高機能化のために、微細構造を制御する必要がある。同時にそれを明らかにする分析方法の開発も必要である。

今回、有機物を選択的に除去できる酸素プラズマを利用した前処理と、走査電子顕微鏡 (SEM) 観察を組み合わせることにより、有機/無機複合材料の構造を三次元的に観察できる方法を開発した。

適用例と観察結果を下記に示す。

(1) 粘土 (モンモリロナイト) の層間で  $\epsilon$ -カプロラクタムを重合してできるナイロン6/粘土ハイブリッド (Nylon-6/Clay Hybrid: NCH) のフィルムでは、粘土が分子状で分散していることが透過電子顕微鏡 (TEM) による断面観察により分かっている。Fig. 1にSEM写真を示し、その内容を次に記す。

マイクロトームで切削したフィルム断面では、ナイロン6と粘土の識別ができない(a)。しかし、酸素プラズマエッチングを30秒実施すると、ナイロン6が少し除去され粘土が認識でき、その分散および配向の状態が三次元的に明らかになる(b)。同エッチングを60秒実施すると、粘土の形状がより明確になる(c)。なお、この蝶の羽のように見える部分が粘土一層分に相当する。

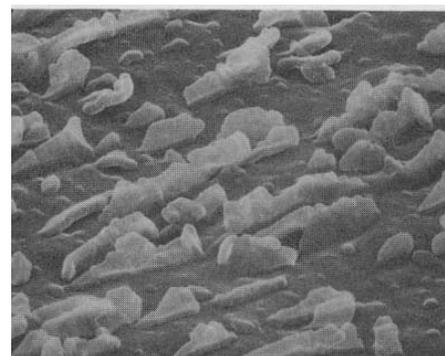
(2) 顔料を含んだ塗膜において、表面付近の樹脂を選択的に除去することにより、光沢に影響する顔料の分散状態を明らかにできた。

(3) リチウムイオン二次電池の負極中のバインダの分布を示すことができなかったが、バインダを選択的に除去することにより、その分布を明らかにすることができた。

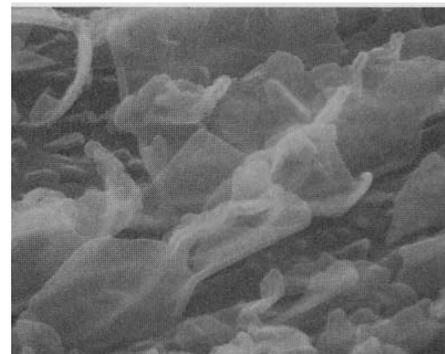
また、酸素プラズマは、有機物の種類によりエッチング速度が異なるため、高分子材料のモルフォロジー観察にも適用できる。



(a) NCH surface before oxygen plasma treatment.



(b) NCH surface after 30 second oxygen plasma treatment.



(c) NCH surface after 60 second oxygen plasma treatment.

200nm

Fig. 1 SEM image of nylon-6/clay hybrid (NCH) film. The clay content in the NCH is 1.85 wt.%. The cross section of film was treated with oxygen plasma. The specimen had an inclination of 45 degrees to the horizontal plane.