

中性子反射率測定に基づく高分子膜内部の膨潤構造評価

Analysis of Swollen State in Polymer Films by Neutron Reflectivity

新 史紀¹⁾ 田中 敬二¹⁾ 藤井 義久¹⁾ 水谷 由美¹⁾ 立石 洋平¹⁾ 山崎 大²⁾

Hironori ATARASHI Keiji TANAKA Yoshihisa FUJII Yumi MIZUTANI Yohei TATEISHI Dai YMAZAKI

¹⁾九大院工 ²⁾原子力機構

中性子反射率計(C2-2 SUIREN)を用いることにより、(高分子/非溶媒)界面の構造評価を試みた。測定中に装置の不具合に気付いたため、問題点を明示した。

キーワード：高分子、界面、膨潤、非溶媒

1. 目的 申請者らはこれまでに、非溶媒と接触したポリメタクリル酸メチル(PMMA)の凝集構造について中性子反射率(C3-1-2 MINE2)測定に基づき検討してきた。¹⁾その結果、界面層の下には膨潤層が存在することを明らかにした。本研究では SUIREN を用いて、非溶媒中における高分子の膜厚方向に対する密度分布を詳細に評価することで、(高分子/非溶媒)界面における構造形成因子を明らかにすることを目的とする。

2. 方法 試料として重水素化 PMMA(dPMMA)を用いた。dPMMA 薄膜はトルエン溶液から石英基板上にスピコートすることで調製した。膜厚は 60 nm 程度であり、バルクのガラス転移温度以上である 423 K で 24 時間熱処理を行った。光源には波長 0.393 nm の単色中性子線を用い、基板側面から導入した。反射率は散乱ベクトル(q)の関数として測定した。

3. 研究成果 図 1 (a)は石英基板上に調製した dPMMA 膜の中性子反射率(NR)プロファイルである。SUIREN の得意とする高 q 領域においても明確なフリンジが観測された。その後、セルを水で満たし、水と接した dPMMA の膜内部の構造評価を行うため、アライメントを行っている際、装置の問題に気付いた。具体的にはゴニオステージおよびスリットモーターのすべりである。図 1 (b)はサンプルを全反射領域にセットし、各スリット幅を固定ならびに 2θ 位置を 0.4 度に固定した状態で、 θ スキャンのみを繰り返し行った際のピーク強度最大 θ 位置の繰り返し回数依存性である。また、図 1 (c)はサンプルを取り外した状態で、S2 スリットの開閉のみを繰り返し、ダイレクトビーム測定を行った時の、測定回数に対するカウント率である。カウント率は各カウント数を最初のカウント数で除した値と定義している。(b)および(c)においてモーターのすべりによる繰り返し誤差が確認された。これらは測定回数毎に系統的に変化しており、正確な測定を行う上では無視できないと思われる。

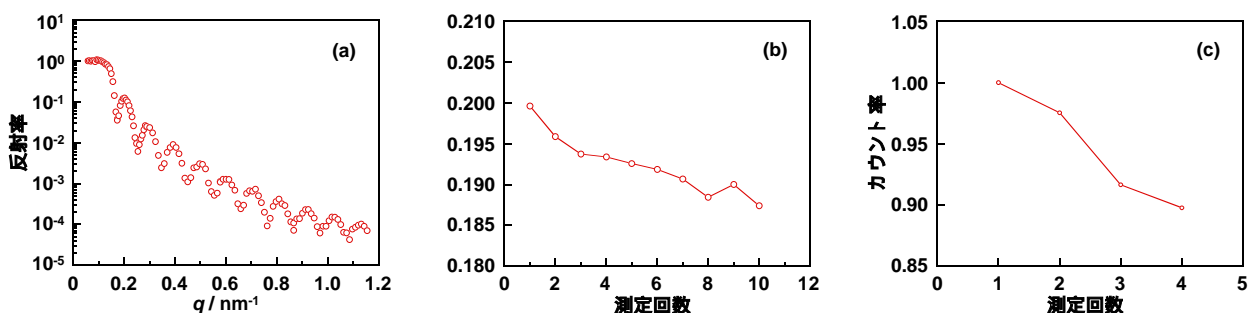


図 1 (a)石英基板上に調製した dPMMA 膜の NR プロファイル (b)ピーク強度最大 θ 位置の繰り返し回数依存性 (c)カウント率の繰り返し回数依存性(カウント率は各カウント数を最初のカウント数で除した値)

4. 結論・考察 中性子反射率測定に基づき、(dPMMA/空気)界面の構造を評価した。SUIREN の得意とする高 q 領域においても明確なフリンジが観測された。しかしながら、アライメント時に装置の問題に気付いたため、(dPMMA/水)界面の構造評価まで遂行することができなかった。同検討は 2008 年度のビームタイム内で行う。

5. 文献

[1] K. Tanaka, Y. Fujii, H. Atarashi, K. Akabori, M. Hino, T. Nagamura, *Langmuir*, **24**, 296 (2008).