

「課題番号」 2006A0225

「課題名」 微小角入射X線散乱法 (GI-SAXS) によるポリエチレンフィルムの階層構造評価

「実験責任者所属機関及び氏名」

住友化学 (株) 石油化学品研究所 解析情報グループ 桜井 孝至

「使用ビームライン」 BL40B2

「実験結果」

「目的」

微小角入射X線散乱法 (GI-SAXS) は、高分子薄膜の表面構造を評価する有効な手法である。本実験課題では、インフレーション成形加工によって製膜されたポリエチレンフィルムを用いて、表層からバルク層におけるポリエチレンフィルムの階層構造評価を試みた。

「利用方法」

GI-SAXS 測定は BL40B2 にて行った。試料には厚み  $4.0\ \mu\text{m}$  の低密度ポリエチレンを用い、厚さ  $3\ \text{mm}$  のシリコンウェハー上に流動パラフィンを塗布して低密度ポリエチレンを保持して BL40B2 に付属の試料台にセットした。測定条件は、カメラ距離;  $1500\ \text{mm}$ 、斜入射角;  $0.05 - 0.2^\circ$ 、温度; 室温とした。また、2次元X線 CCD 検出器を用いて、低密度ポリエチレンの成形流れ方向 (MD) および成形流れ方向と直交方向 (TD) における2次元 GI-SAXS 像を露光時間は8秒で測定した。

「成果」

測定によって得られた2次元 GI-SAXS 像を図1に示す。ここで、上段は光軸方向がフィルムの TD 方向に一致している状態において、また下段は光軸方向がフィルムの MD 方向に一致している状態において測定した結果である。さらに、左側は入射角度  $0.15^\circ$ 、右側は入射角度  $0.05^\circ$  で測定した2次元 GI-SAXS 像である。ポリエチレンの場合、臨界角が  $0.125^\circ$  であり、そのときのエバネッセンス波の潜り込み深さが  $9.6\ \text{nm}$  であることが知られており<sup>1)</sup>、入射角度  $0.15^\circ$  での結果は Bulk-sensitive な情報を含んでおり、一方、入射角度  $0.05^\circ$  での結果は Surface-sensitive な情報であると推定される。また、図1中の"Pixel"は中心から散乱ピークまでのピクセル数、"Int"は散乱強度 (arb.unit) を示している。

今回の実験から、①MD 方向に周期構造が存在することや②表層とバルク層で周期構造の秩序性が異なっている様子が観察された。

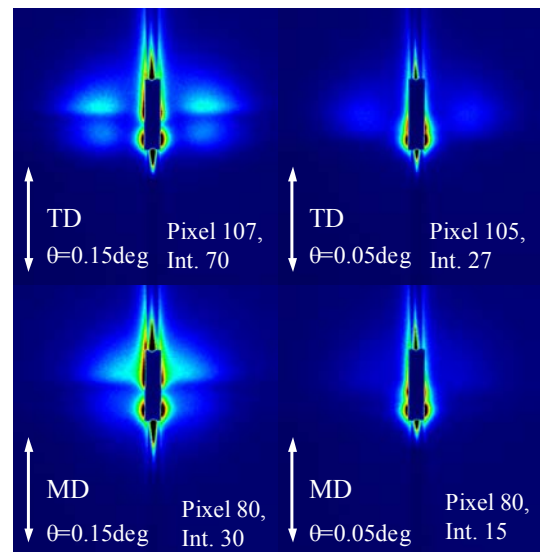


図1 低密度ポリエチレンフィルムの GI-SAXS 像

引用文献

1) H. Yakabe, K. Tanaka, T. Nagamura, S. Sasaki, O. Sakata, A. Takahara and T. Kajiyama, Polymer Bulletin 53, 213-222 (2006).