

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

顕微イメージングソリューションプラットフォーム

利用報告書

報告日 2022/1/15

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

●利用課題名

STEM-EELS によるポリマーアロイの無染色イメージング

●申請者情報

機関名：旭化成

部署名：基盤技術研究所

代表者：乙部 博英 主幹研究員

●利用期間

2022/5/1 ~ 2023/3/31

●利用装置

JEM2100（名古屋大学）委託分析

●利用分野

ナノテクノロジー・物質・材料

●利用目的

ポリマー材料に代表される軽元素からなるソフトマテリアルは、一般的に電子照射に脆弱でかつ内部組織の像コントラストが小さい特徴を持つ。これまで組織観察に十分なコントラストをつけるために電子染色、位相プレート、位相差 TEM、ADF-STEM、DPC などのテクニックが提案されている。ここでは各混練成分ポリマー組織を単にコントラストとして結像するだけでなく、あらゆる種類のポリマーに対して各成分を特定・可視化できる手法として、STEM-EELS スペクトラムイメージ（SI）を応用することを目的とする。

●利用結果

典型的なポリマーブレンドとしてポリウレタン（TPU）、ポリエチレン（LDPE）及びエチレン系エラストマー（SEBS）を混合した試料をウルトラマイクロトームによって厚さ 100nm で切片作成した。観察には日本電子 JEM2100STEM を使用し、以下表 1 の実験条件で、表右図のようなエネルギー損失 0-50 eV の低エネルギー損失領域のスペクトラムイメージを取得した。

表 1 STEM-EELS スペクトラムイメージ取得条件

Measurement condition	Item
Machine	JEM-2100 STEM (JEOL)
Acceleration voltage (kV)	200
EELS spectrometer	Enfina1000(GATAN)
Probe size (nm ϕ)	1
Exposure time (s/step)	0.001 (1ms/subpixel)
Scanning step size (nm/step)	10
Dispersion (eV/ch)	0.1
Current density (pA/nm ²)	100
CCD vertical binning	100
Measurement temp.	R.T. & 100K

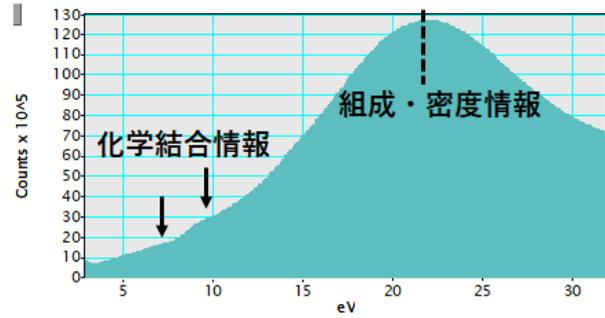


図 1 に室温及び 100 K で STEM-EELS スペクトラムイメージを取得した後の ADF-STEM 像である。室温測定では、明らかな電子走査痕が見られ、熱ダメージで試料が湾曲歪していることがわかる。一方、100 K での測定では、わずかな電子走査痕が見られるが、試料の熱歪は無く、ポリマー観察において低温観察が有効であることが示された。

図 2 に、100 K で取得したスペクトラムイメージデータに非負値多変量スペクトル分解法を適用して、構成成分分離した結果を示す。各成分のポリマー種同定は、あらかじめ従来の電子染色法によって組織判別した TEM 像の結果と比較して決定した。RGB 合成図から明確にわかるように、通常の ADF-STEM 像では明瞭に判別できないポリマーブレンドの構成要素の無染色可視化に成功した。

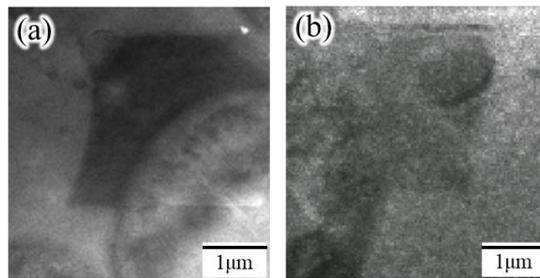


図 1 STEM-EELS スペクトラムイメージ取得後の ADF-STEM 像に見られる照射痕。(a)室温測定。(b)100 K での測定。

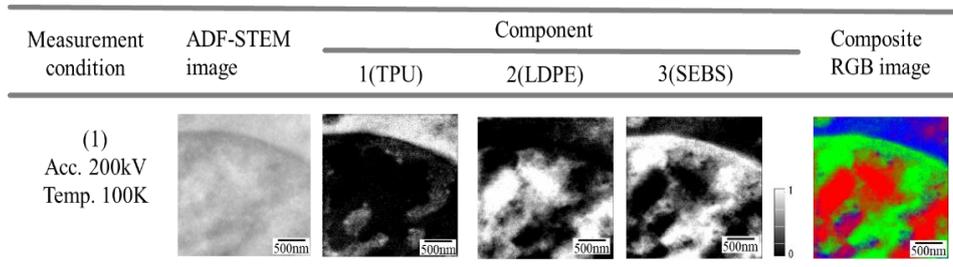


図 2 非負値多変量スペクトル分解法によって三成分に分離表示した結果。

●成果公開について

利用報告書を 2023 年 3 月に公開する

- 受付番号 : C22P0008 (名大)
- 受理日 : 2023 年 1 月 15 日
- 受付担当者 : 阿部