TOF-SIMS による無機有機複合材料の評価手法に関する研究

理工学研究科理工学専攻　青柳研究室　D126102　梶原靖子

無機化合物と有機化合物とが分子レベルで組み合わされた無機有機複合材料は，無機物，有機物の特性を活かすのみならず，それぞれの素材とは全く異なった高機能性材料として注目されている。しかし，無機物と有機物との複合界面といった局所領域における化学情報を取得することは難しいため，新たに発現した特性に対して理論的な裏付けがとりにくいという問題がある。飛行時間型二次イオン質量分析法（TOF-SIMS）は，イオン照射によるスパッタリング現象を利用した表面分析法であり，最大 ppm レベルの高い検出感度をもち，数 100 nm の高い空間分解能で二次イオン像を描けることから，幅広い分野の材料評価に用いられている。しかし，対象に有機物の高分子量体を含む場合，複雑なフラグメント化によって質量スペクトルの解釈は困難となる。そのため，近年，TOF-SIMS のスペクトル解析に多変量解析（MVA）が利用されるようになり，G-SIMS（Gentle-SIMS），g-ogram といったスペクトル解析法も開発されている。そこで本研究では，無機有機複合材料や高分子試料の TOF-SIMS データに MVA や G-SIMS，g-ogram を適用し，局所領域における構成成分の化学状態を詳細に把握して，材料の性能評価に有用な情報を引き出す手法を構築することを目的とした。

応用検討として，ドデシルリン酸ナトリウム（SDP）で表面修飾されたハイドロキシアパタイト（HAp）ナノ粒子，平均分子量の異なる Polyethylene glycol（PEG）混合試料，ガラス繊維強化 Polycarbonate（PC）の 3 つの系に対し，各種スペクトル解析法の有用性を検証した。

その結果，HAp ナノ粒子では，G-SIMS，g-ogram による表面の化学構造情報から，HAp 表面と SDP との相互作用に基づくラメラ構造の有無が明らかにされ，PEG 混合試料では，多変量スペクトル分解（MCR），G-SIMS，g-ogram にて平均分子量 600 u および 2000 u の PEG 成分を区別できることが明らかにされた。そして，ガラス繊維強化 PC では，PC の分子量の指標となる負二次イオン成分に着目することにより，主成分分析（PCA）にて成形品内部におけるオリゴマー成分の分布状態が明らかにされた。

よって，無機有機複合材料や高分子試料の TOF-SIMS データにおいて，試料間の差異成分を定量的に評価する場合は MVA が有用であり，特に，特定の二次イオン成分のみに着目する場合は PCA，比較的広い質量範囲におけるスペクトル全体の化学情報に着目する場合は MCR が有効であること。また，特有の化学構造に着目して形態や化学結合状態などの違いを評価する場合には，G-SIMS，g-ogarm が有効であることが示された。