

## 多層フィルム分析におけるイメージング FT-IR の応用

有機材料分析 山本 陽一、品質技術 竹内 光一

フィルムの高機能化に伴い、膜構造が複雑化している。従来は有機膜の組成を確認するため、1層毎にサンプリングを行い FT-IR にて分析する必要があり、時間と手間を要するものであった。FT-IR にイメージング機能を持たせた装置が開発され、特定の吸収波長に相当する有機物の分布をイメージとして表示することが可能となった。ここではイメージング機能を用いて有機多層膜の解析を行ったので紹介する。1度のデータ取得で多層膜の構造解析ができるので、今後の多層フィルム解析の有効なツールになるものと思われる。

### 1. はじめに

スマートフォンに代表されるタッチパネル型ユーザーインターフェイスの増加、電子機器のフレキシブル化あるいは OLED 製品のガスバリア性向上など、フィルム材料がさまざまな用途に用いられ、フィルム自体の高機能化が求められている。一方、多くの機能を持たせるためにフィルム自体が多層化の傾向にあり、開発研究における出来ばえ評価や構造解析に困難が伴っている。膜の物理的な構造は SEM ( Scanning Electron Microscope ; 走査型電子顕微鏡 ) あるいは TEM ( Transmission Electron Microscope ; 透過型電子顕微鏡 ) による観察が行われが、有機膜の組成は 1 層毎にサンプリングを行った後、FT-IR ( フーリエ変換型赤外分光法 ) による確認を行うため、非常に時間を要するものであった。そこで構造解析の要求に応えるため、イメージング機能を持った FT-IR を導入し、多層フィルムの組成分析に応用したので、その事例を紹介する。

### 2. イメージング FT-IR

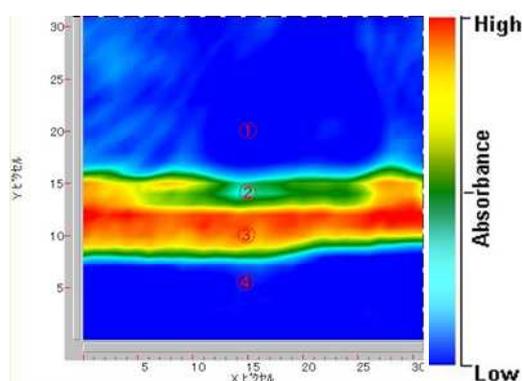
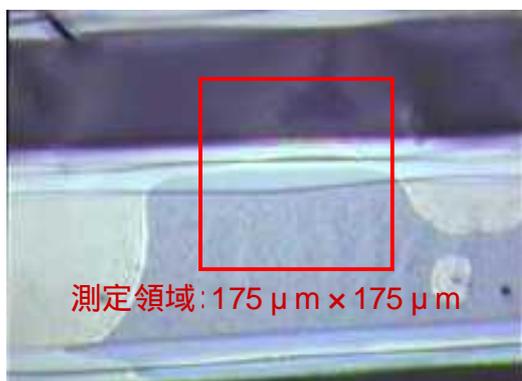
FT-IR による分析方法は、赤外線透過させて吸収を測定する透過法、赤外線を照射し反射してくる赤外線を測定する反射法、ATR 法。Attenuated Total Reflection 法は分析対象物に ATR プリズムを密着させ低角度で赤外線を入射させ、全反射する赤外線を測定する。イメージング FT-IR 装置は 32×32 の検出素子をアレイ状に配置した検出器を持ち、同時に 1,024 のデータを取り込むことができる。この検出素子から得られるスペクトル情報と素子の位置情報から、特定吸収波長の強度をイメージとして表示するものである。測定領域は ATR では約 35×35 μm、反射法では約 175×175 μm となる。

### 3. 分析事例

#### (1) 透過イメージング法によるフィルム分析

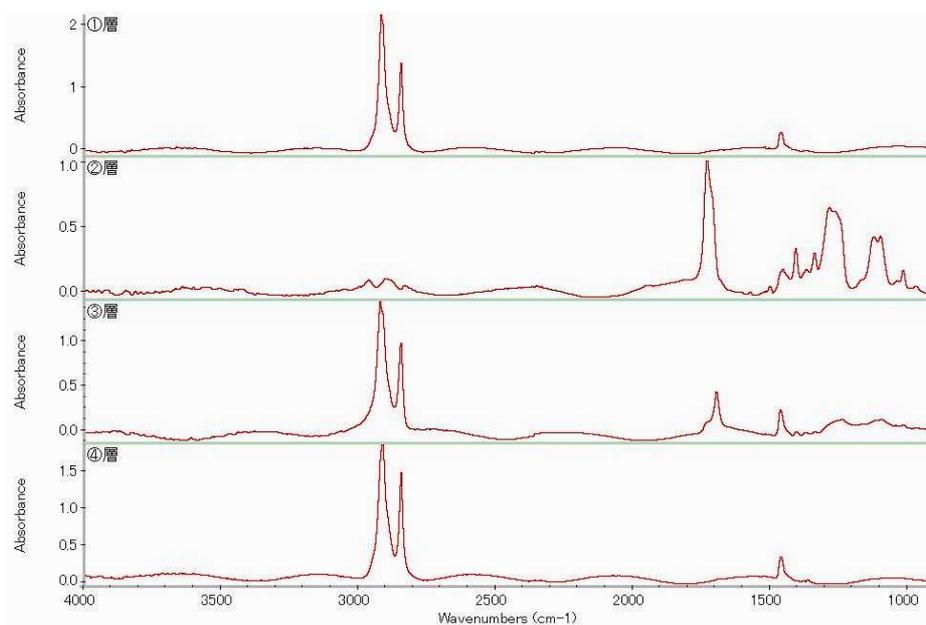
透過イメージング法を用いて、ガスバリア性の改善を行った多層フィルムの構造解析を行った結果を図 1 に示す。図 1-a はマイクロトームを用いて作製したフィルム断面の光学像を示す。図

1 - bは 1700cm<sup>-1</sup> のピークを選択してその強度についてのイメージを表示したものである。図 1 - cは から の各層のスペクトルを表示したものであり、それぞれの膜組成を同定することが可能である。



(1-a) ミクロトーム薄片化後の多層フィルム試料 (1-b) IR image : 1700cm<sup>-1</sup> の absorbance

光学顕微鏡像

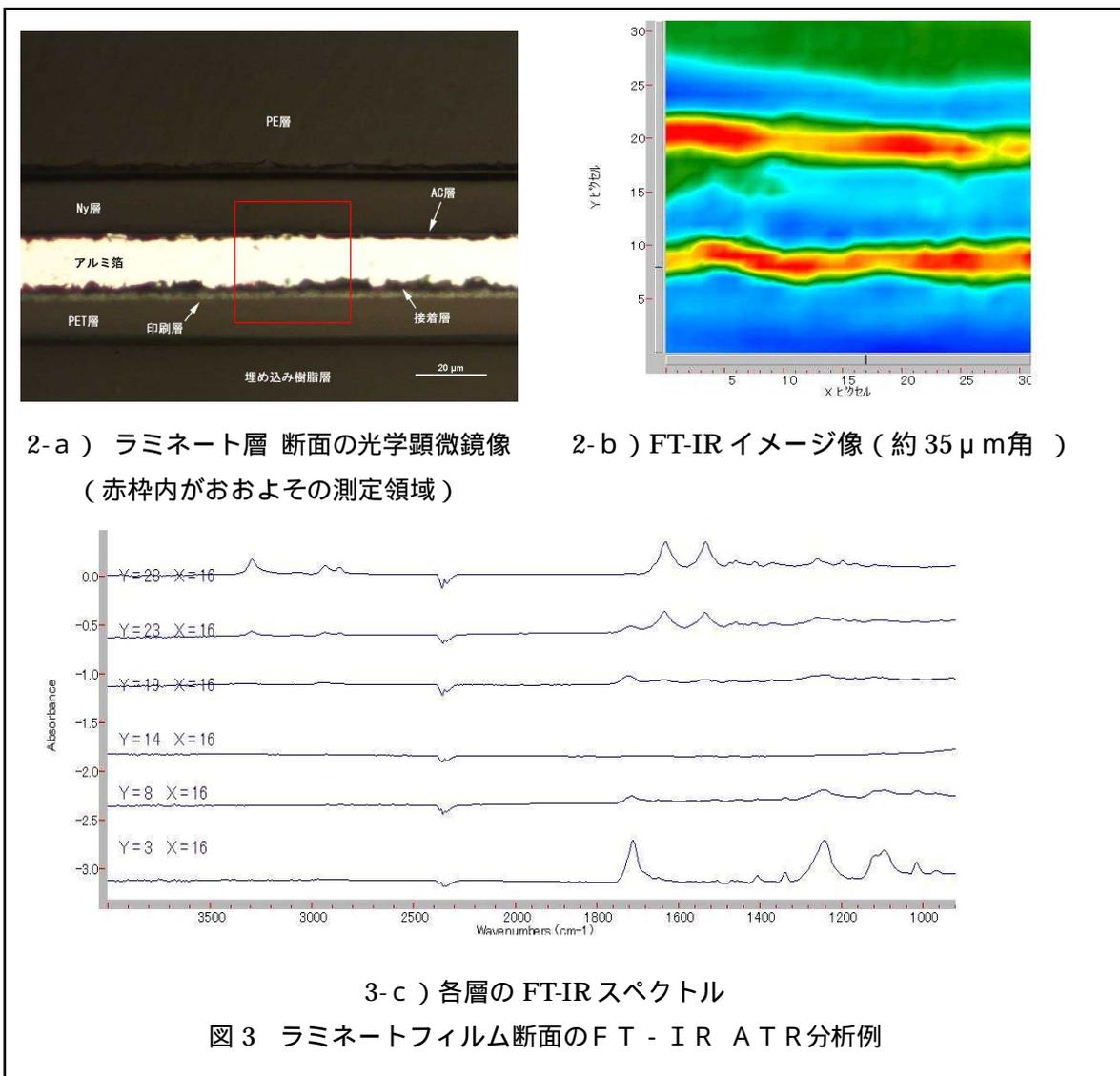


(1-c) 各層の FT-IR スペクトル： ①層と ②層はポリエチレン、 ③層は PET、 ④層はエチレン/アクリル酸共重合体と推定される。

(2) ATR イメージング法による分析

ATR イメージング法を用いたラミネートフィルム断面の測定例を示す。図 2- a ) に断面の光学顕微鏡像を示す。イメージングを行った領域はおよそ 35 μm 角である。図 2- b ) に 2927cm<sup>-1</sup> のピークを選んで作成したイメージ像を示している。このピークは接着層と考えられるが、従来

の FT-IR では捉えられなかった 1.5 ~ 1.9  $\mu\text{m}$  程度の厚みの層が明瞭に捕らえられている。図 2-c) には各層の IR スペクトルを示す。この分析例は異物ではないが多層膜で問題を起こす異常層を分析できることを示している。多層膜を斜め切削し、見かけ上の分析面積を増せば、さらに明瞭な IR スペクトルを得ることが出来ると考えられる。



#### 4. むすび

未だ空間分解能にやや不満が残るが、イメージング機能が追加された FT-IR は多層フィルムの構造解析に有効なツールとなるものと考えられる。しかし、FT-IR に持ち込むための前処理、即ちマイクローム加工あるいは断面研磨の技術を充実させる必要がある。イメージングの結果は断面作製の精度に依存すると思われる。