



( ※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。 )

 <b>Experimental Report</b> 	承認日 Date of Approval 2016/8/9 承認者 Approver Dai Yamazaki 提出日 Date of Report 2016/8/9
実験課題番号 Project No. 2014B0057 実験課題名 Title of experiment Structural analysis of direction depth of the water-soluble polymer adsorption film. 実験責任者名 Name of principal investigator Hiroto Ito 所属 Affiliation KONICA MINOLTA,INC.	装置責任者 Name of Instrument scientist Yamazaki Dai 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL17 利用期間 Dates of experiments 2016/6/13 10:00—2016/6/15 10:00

1. 研究成果概要(試料の名称、組成、物理的・化学的性状を明記するとともに、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論、図表等を記述してください。)

Outline of experimental results (experimental method and results should be reported including sample information such as composition, physical and/or chemical characteristics.

**【試料作成】**

2-プロパノールに 1 昼夜浸漬したのち 2-プロパノールで超音波洗浄した、片面鏡面のシリコンウエハ (Si(001) 20x20x0.8mm<sup>3</sup>) 上に 400 Å の厚さで金を蒸着した。その後、11-アミノ-1-ウンデカンチオールを 1mM 含むエタノール溶液に 24 時間以上浸漬し、金薄膜の上に SAM を形成した。支持体を該溶液から取り出し、エタノールおよび 2-プロパノールで洗浄した後、エアガンで乾燥させた。次いで、N-ヒドロキシコハク酸イミド [NHS]0.5mM と、水溶性カルボジイミド[EDC]0.5mM と、カルボキシメチルデキストラン (CMD 名糖産業(株) 製: 平均分子量 500,000, 置換度 0.51) 1mg/ml とを含む 25mM の MES 緩衝生理食塩水、および 10mM の NaCl 溶液(pH6.0)を 0.8ml 滴下し、90 分間反応させた後、1N 水酸化ナトリウム溶液を 30 分間反応させて、SAM 上に CMD を固相化したものを試料とした。

**【実験】**

中性子反射率測定はBL-17偏極中性子反射率計 (SHARAKU) にて中性子反射率を測定した。q=0.08~2.3 Å<sup>-1</sup>の範囲についてω/2 θ=0.3/0.6、0.9/1.8、2.7/5.4、の3分割で非偏極反射率の測定を行った。1測定に要した時間は概ね4時間程度であった。

湿潤環境における薄膜の膨潤挙動を確認するため、試料を一定湿度下に保持できる雰囲気セルを用いた。セルの概要及び外観を図-1に示す。純水を充てんした瓶にヘリウムを通じバブリングし、発生した水分をセルに導き湿潤環境を実現する。試料周りの湿度はヘリウムの流量で調整し、リアルタイムでモニタできる湿度計、データロガーを装備している。

湿度による膜構造の変化を確認するための測定は常湿環境-加湿環境-乾燥環境の順で同一試料を用いて行った。測定は同じプロセスを経て作成した2試料について行った。

1. 研究成果概要(つづき) Outline of experimental results (continued).

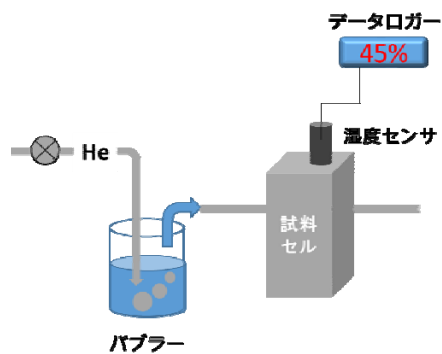
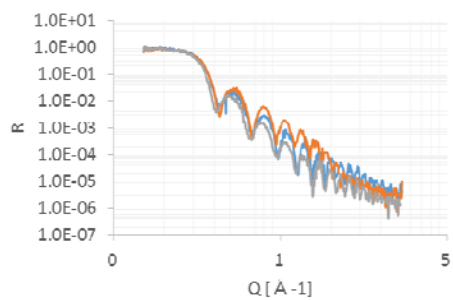


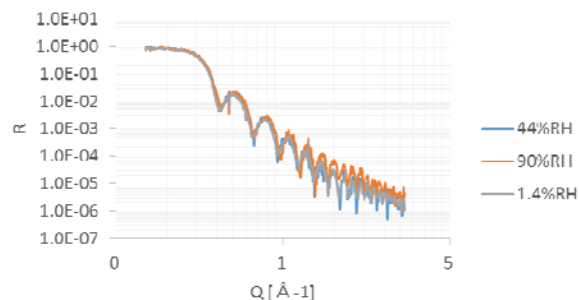
図-1 調湿装置の概要及び外観

【結果】

反射率測定結果を図-2 に示す。明瞭なフリンジが確認される反射率曲線が得られた。また、セル内の湿度変化に伴い、反射率プロファイルが変化し湿度により膜の構造が変化したことをとらえられたと推察された。



試料 1



試料 2

図-2 反射率測定結果

これらのデータに対し、MOTOFIT を用いて、フィッティング解析を行った。フィッティングの一例及び散乱超密度プロファイルを図-3、4 に示す。

必要に応じて、A4 サイズの用紙に続きを記入して下さい。

Please use A4-size papers for further reporting, if necessary.

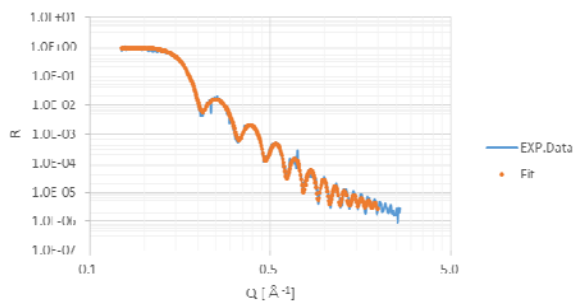


図-3 試料 2 の 1.4%RH における  
反射率曲線のフィッティング結果

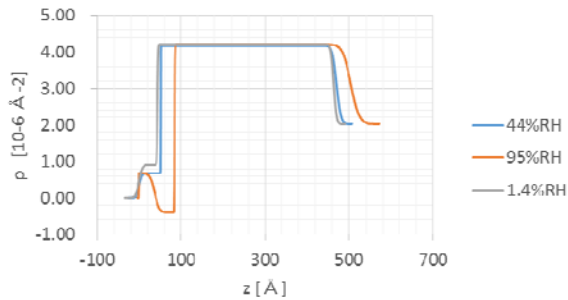


図-4 フィッティングから求めた  
試料 1 の散乱長密度プロファイル

フィッティング結果から室内環境では金上に製膜した SAM 及び CMD の厚さは 50 Å 程度と評価された。この膜を相対湿度 90%以上の高湿度環境下におくと、SAM 及び CMD の層は散乱長密度を室内環境に保ったままの厚さ 41 Å の層と、散乱長密度が負つまり水を含むと推察される厚さ 41 Å の層の 2 層構造となると推察される。

特に金膜近傍つまり膜の内部に水を含む層が確認されたことは興味深い。そして、水を含んだ膜を相対湿度 1%程度の乾燥した環境下におくと、水分は除去され、厚さ 40 Å 程度の単層構造になると評価された。