

産業応用分野; センサー、研究分野; 水による高分子膜膨潤、中性子手法; 反射率  
 利用BL; BL15 BL17 試料垂直型偏極中性子反射率計(写楽); Polarized Neutron Reflectometer (SHARAKU)  
 Beam Time; 2.0日 / Allocated Beam Time; 2.0日 / Requested Beam Time; 2.0 日  
 課題番号; 2014B0057

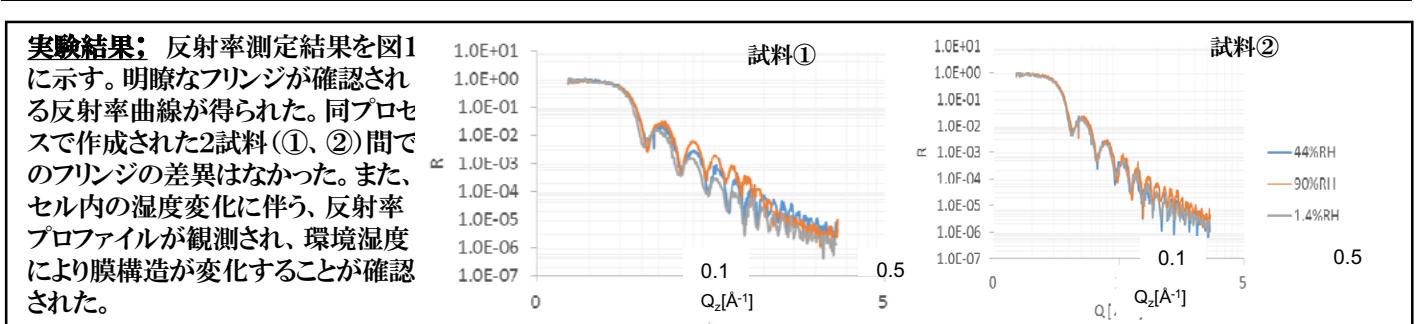
課題名	水溶性高分子吸着膜の深さ方向構造解析 Structural analysis of direction depth of the water-soluble polymer adsorption film
-----	---

実験代表者; 伊藤 博人	所属; コニカミノルタ(株)
--------------	----------------

**背景;** 特定のたんぱく質などを水溶液中で高感度に検出できるとして、水溶性高分子を金薄膜上に吸着させたモジュールが検討されている。これらのモジュールは水溶液中で使用されるため、表面処理剤および検出用高分子層構造への水による膨潤などの影響は、センサーの検出感度、信頼性、耐久性等に直接関係する重要な情報である。これまで、分子量分析、組成分析、熱分析およびX線反射率等から、その乾燥状態での膜構造を解析した。しかし、水中での層構造は十分に把握できていない。

**中性子実験の必要性;** 金基板上的炭化水素系有機分子系薄膜の構造解析には反射率測定は有効な手段である。さらに、水による膨潤挙動等を解析するためには重水等を活用した中性子反射率が最も有効な解析手段である。また、微細な膜構造の変化解析には高強度、高分解能の測定には、湿潤状態等の雰囲気制御の周辺機器が充実しているBL17が最適である。

**試料;** シリコンウエハ表面に蒸着した400 Åの厚さの金薄膜上に11-アミノ-1-ウンデカンチオール自己組織化単分子膜(SAM)を形成した。これに、カルボキシメチルデキストラン(CMD; 平均分子量500,000)を吸着させた。  
**中性子反射率測定;** 雰囲気セルを用い、試料を一定湿度下に保持した状態で、 $q=0.008 \sim 0.23 \text{ \AA}^{-1}$ の範囲について  $\omega/2\theta=0.3/0.6, 0.9/1.8, 2.7/5.4$ , 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。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。



MOTOFIT を用いて、フィッティング解析の一例を図2に示した。このフィッティング結果から得られた散乱長密度プロファイルを図3に示した。  
 フィッティング結果から室内環境では金上に製膜した有機(SAM+CMD)層の厚さは50 Å程度と評価された。相対湿度90%以上の高湿度環境下では、この層は散乱長密度が室内環境と同じ層と、散乱長密度が負つまり水を含む厚さ約41 Åの層の2層構造となることを示唆する結果が得られた。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。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ことが確認された。

