

実施課題番号：2007B1925

実施課題名：ポリアセタール樹脂の表面結晶凝集構造におよぼす表面処理の影響

実験責任者所属機関および氏名：株式会社デンソー材料技術部 岡本泰志

使用ビームライン：BL46XU

【緒言】

ポリアセタール(POM)樹脂は成形性に優れ、かつバランスのとれた機械的性質、電気的性質、耐熱性、耐薬品性、摩擦磨耗特性等を有し、さらにプラスチック材料としては卓越した耐疲労性を有するが故に、代表的なエンジニアリング樹脂として自動車分野をはじめとする広汎な分野において利用されている。一方、自動車用途に使用される材料は高度の信頼性が要求される。従来材料バルクの構造や機能の解析および制御により信頼性を向上してきたが、近年樹脂材料の表面とバルクの性質が異なることが明らかになり、樹脂表面の解析および制御が重要になってきた。今回の実験の目的は GIXD 測定により POM 表面の結晶性におよぼす表面処理の影響を検討することにある。

【実験】

POM の 1wt%HFIP(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol)溶液を 25mmSi ウェハ上に滴下し、大気中室温で 3000rpm、60 秒間スピンキャストして POM 薄膜を調製した。調製した POM 薄膜は、大気圧プラズマ、または真空プラズマ装置を用いて処理した。GIXD 測定は SPring-8 の BL46XU ビームラインで行った。薄膜構造評価用 X 線回折装置(リガク製 ATX-G)に試料をセットし、He 雰囲気中、X 線の波長 0.1033nm、入射角 0.08 度(表面)および 0.16 度(バルク)、走査角(2θ)2-50 度の条件で測定を行った。

【結果および考察】

GIXD 測定の結果を図 1. に示した。POM 由来の(100)(105)(110)(115)(205)の回折面からの反射を同定したほかに、条件により 40-50 度付近にブロードなピークが認められた。このピークは高角度で検出されていることから結晶の対称性が高く格子定数が小さい金属等のピークであることが示唆され、またバルク側のみから検出されていることから、Si ウェハ由来と考えられる。POM 由来の 5 つの回折ピークと(100)ピークの根元に重なっている非晶由来の回折ピーク面積から見かけの結晶化度を算出した。in-plane 測定結果から算出した結晶化度を比較すると、未処理品と大気圧プラズマ処理品では表面とバルクの結晶化度はほぼ同等であったが、真空プラズマ処理品では表面の結晶性がバルクよりも低下していた。真空プラズマは電極内に試料を設置してプラズマを発生させるため、プラズマ内で発生したイオンやラジカル等の活性体が試料に照射される。活性体のうち陽イオンは大きさが大きく電極間で加速されるため、エッチング能が高いといわれている。これに対して、大気圧プラズマでは電極の間をプロセスガスを流しながらプラズマを発生させるため、生成した活性体の内電荷を持つイオンは電極で消失しラジカルだけが試料に照射される。従ってエッチング能は低く反応性が高い。真空プラズマではエッチングで表面粗さが増加するのではないかと考え、AFM により表面粗さを評価したところ、図 2. に示すように真空プラズマ処理では未処理、大気圧プラズマ処理と比較して表面粗さが大きくなる傾向を示した。

【まとめ】

以上の結果より、POM の真空プラズマ処理では高いエッチング能により表面の結晶性および表面粗さが変化することが示唆された。今後は表面結晶凝集構造におよぼす成膜条件や表面処理条件の影響をさらに検討することが必要である。

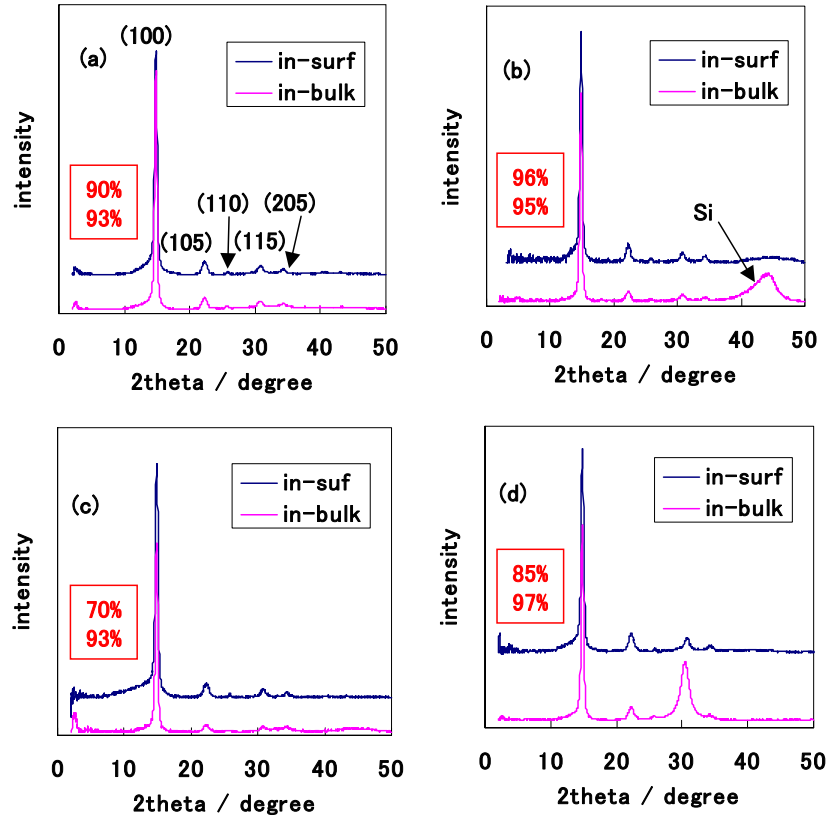


図1. GIXD(in-plane)測定によるPOM表面およびバルクの見かけの結晶化度(a)未処理品、(b)大気圧プラズマ処理品、(c)真空プラズマ処理品(Ar雰囲気)、(d)真空プラズマ処理品(O₂雰囲気)

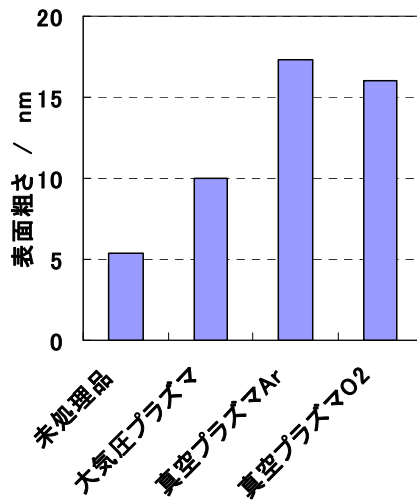


図2. POM表面粗さの変化