

ポリアセタール樹脂の表面結晶凝集構造に
およぼす熱処理および表面処理の影響
**Influence of Annealing and Surface Treatment on Surface
Crystal Aggregation Structure of Polyoxymethylene**

岡本泰志^a, 青木孝司^a, 加藤和生^a, 高原淳^b

Yasushi Okamoto^a, Takashi Aoki^a, Kazuo Kato^a, Atsushi Takahara^b

^a (株)デンソー, ^b九州大学

^a DENSO CORP., ^b KYUSHU UNIVERSITY

微小角入射 X 線回折 (GIXD) 測定によりポリアセタール (POM) 樹脂表面の結晶性におよぼす熱処理 (アニーリング) および表面処理 (UV 処理、真空プラズマ処理) の影響を検討した結果、アニーリングでは高い表面分子運動性により、また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が低下することが示唆された。またアニーリングおよび表面処理では表面微結晶の配向の変化は見られなかった。

キーワード：ポリアセタール (POM) 樹脂、微小角入射 X 線回折 (GIXD) 測定、熱処理 (アニーリング)、プラズマ処理、表面結晶凝集構造

【背景と研究目的】

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¹⁾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 樹脂表面の結晶性におよぼすアニーリングおよび表面処理の影響を検討することにある。

【実験】

POM 樹脂 (ポリプラスチックス製、M90-31 ペレット) の 1wt% HFIP (1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2-プロパノール) 溶液を 25mm 径の Si ウェハ上に滴下し、大気中室温で 2000rpm、60 秒間スピんキャストして POM 薄膜を調製した。アニーリングは空气中 120°C で 30 分または 60 分おこなった。また UV 処理は 10W/m² の強度で 5 分間または 10 分間行った。GIXD 測定は 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 0.10nm、入射角 0.08 度 (表面) および 0.16 度 (バルク)、走査角 (2 θ) 2-50 度の条件で In-plane 測定を行った。測定データはピーク分離し見かけの結晶化度を評価した。

【結果および考察】

アニーリングおよび UV 処理後の回折パターンと見かけの結晶化度を図 1 に示した。また以前

に測定した未処理およびプラズマ処理後の回折パターンと見かけの結晶化度を図 2 に示した。アニーリング 30 分品および UV 処理品 (5 分、10 分) は表面、バルクでほとんど差が無く、未処理品とほぼ同等の結晶化度を示した。アニーリング 60 分品はバルクの結晶化度 (98%) が表面のそれ (92%) よりも大きくなり、真空プラズマ品 (表面 88%、バルク 97%) と同様の傾向を示した。ただし表面の結晶化度は今回の方が高く、表面とバルクの差が小さい。真空プラズマ処理ではそのエッチング能の高さにより表面の結晶化度が低下し、アニーリングでは POM 樹脂表面の分子運動性がバルクよりも活性化することが結晶性の差に関与していると考えられる。アニーリングにより樹脂表面に結晶性の異なる層が生成する現象はポリブチレンテレフタレート (PBT) 樹脂においても確認している²⁾。また PBT 樹脂ではアニーリングにより表面微結晶の配向の変化が観察されたが、POM の場合はアニーリングおよび表面処理では配向の変化は見られなかった。

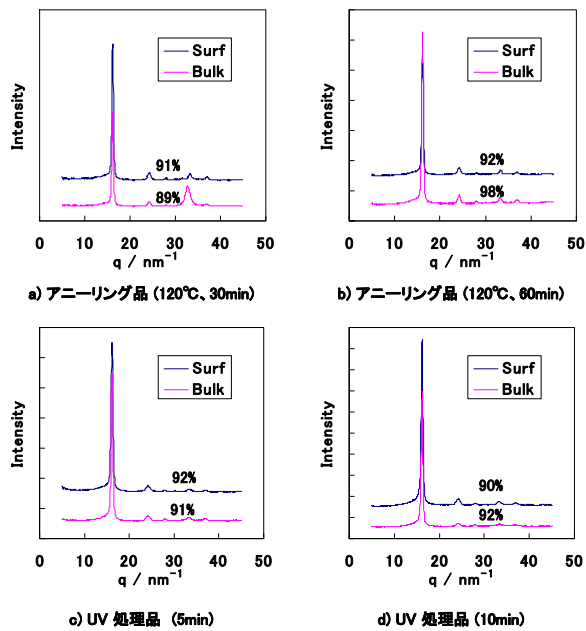


図1 熱処理、UV処理による表面結晶性の変化

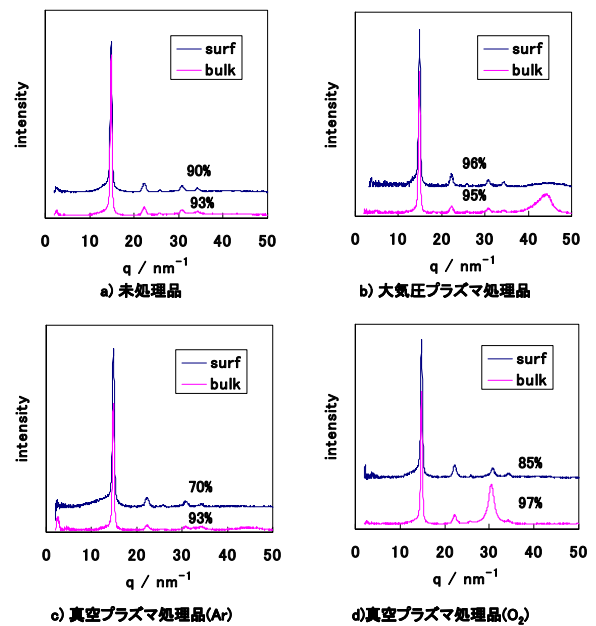


図2 プラズマ処理による表面結晶性の変化

【今後の課題】

以上の結果より、POM 樹脂のアニーリングでは高い表面分子運動性により、また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が低下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。

【参考文献】

- 1) a) 梶山千里、田中敬二、高原淳、日本レオロジー学会誌、31、33 (2003)、b) 梶山千里、高原淳、機能材料、23、5 (2003)、c) 田中敬二、梶山千里、機能材料、23、28 (2003)
- 2) 岡本泰志、泉隆夫、青木孝司、加藤和生、田中敬二、佐々木園、高原淳、梶山千里、日本接着学会誌、43、279 (2007)