

微小角入射X線回折測定によるポリフェニレンサルファイド(PPS)薄膜の (PPS/金属)界面における結晶構造解析

株式会社 豊田中央研究所：古賀智之(実験責任者)・光岡拓哉・山口 聡・森下卓也・
原田雅史・福森健三・妹尾与志木

ポリフェニレンサルファイド(PPS)は熱的、化学的に安定であり、かつ成型加工性に優れた自動車用部材として広く用いられている。本研究では、PPSと金属基材が接する界面におけるPPSの結晶構造を微小角入射X線回折(GIXD)法により解明することを目的とする。

金属基材として、鏡面研磨した鉄基材を用いた。鉄基材は、空気プラズマを照射することで有機物を分解し、表面を親水化した。PPSは、加熱プレス機を用いて窒素雰囲気下、PPSの T_m 以上の温度で溶融した。PPS固体膜を鉄基材上で円筒型に調製した後、基材を剥離して露出した面を測定に用いた。

GIXD測定は、BL46XUに設置された薄膜構造評価用X線回折装置ATX-G(リガク(株)製)を用いて行った。X線の波長は0.10nmとした。測定では、X入射角 α_i をPPSのX線全反射臨界角(0.11deg.)の前後0.10、0.20deg.に設定することで分析深さを数nm、および数 μm に制御した。放射光の照射によって発生したオゾンによる試料の酸化を低減するため、ポリイミド製ドームで試料を覆い、その中をヘリウムガスで置換して測定を行った。

図1は(a)表面親水化処理した鉄基材と(b)未処理鉄基材を用いて調製したPPS測定試料のin plane(界面に対して垂直な結晶構造を反映)およびout of plane(界面に対して平行な結晶構造を反映)GIXDプロファイルである。回折ピークの帰属は、PPSの既知の格子定数の実測値¹⁾(斜方晶、a軸=0.867nm、b軸=0.561nm、c軸=1.026nm)を参考にして行った。図中の星印は特徴的な回折(未帰属)を示す。親水化処理した鉄基材を用いて調製した試料のGIXDプロファイルでは、 $2\theta=15$ 、および 19 deg.に特徴的な回折ピークが観測された。特に、これら

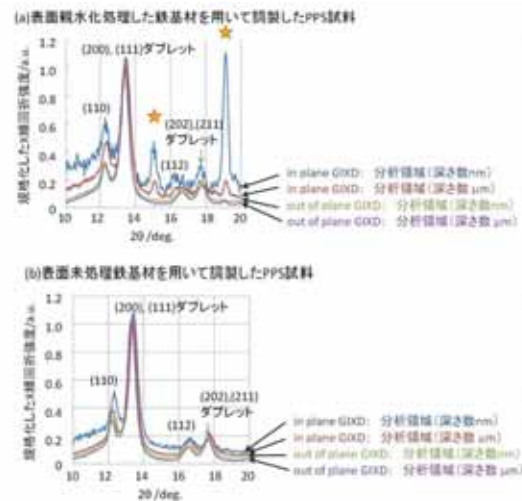


図1 (a)表面親水化処理した鉄基材と(b)未処理鉄基材を用いて調製したPPSのin planeおよびout of plane GIXDプロファイル

の回折ピークは、out of plane GIXDプロファイルと比較して、in plane GIXDプロファイルにおいて明瞭に観測された。さらに、親水化処理した鉄基材を用いて調製した試料では、特徴的な回折ピークの相対的な強度比は、 $\alpha_i=0.10$ と 0.20 deg.で顕著な違いが観測された。一方、未処理鉄基材を用いて調製したPPS試料では、いずれの測定でも回折ピークの位置、およびそれぞれの相対的な強度比に大きな違いは観測できなかった。以上の結果より、親水化した鉄基材を用いて調製したPPS固体膜は、鉄基材と接する界面から数nmでは、界面から数 μm と比較して、異なる結晶構造、および配向状態にある可能性が考えられる。

鉄基材の表面親水性と界面におけるPPSの結晶構造との相関については、今後詳細な検討を進める予定である。

(参考文献)

1) R. Napolitano, B. Pirozzi, and P. Lannelli, *Macromol. Theory Simul.*, 10, 827 (2001).