

【技術資料】 ポリマー表面の劣化解析における ESCA の優位性

概要

X線光電子分光(ESCA または XPS)の分析深さは数 nm で、ポリマー表面の分析手法として一般的な赤外分光法(IR)に対して極表面の構造解析が可能です。この特長をエンジニアリングプラスチックに適用した事例を紹介します。

分析手法

<ESCA>

- ・装置 : VersaProbe II (アルバック・ファイ製)
- ・条件 : X線源 AlK_{α} 、X線照射径 100 μ m ϕ

<IR>

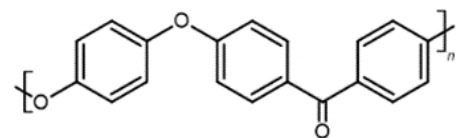
- ・装置 : FT-IR-4100(日本分光製)
- ・条件 : ATR法(結晶板 ZnSe)、検出器 TGS

試料

- ・試料 : PEEK板(市販品)
- ・前処理 : 250 $^{\circ}$ C/4週間の熱処理(大気下)

結果及び考察

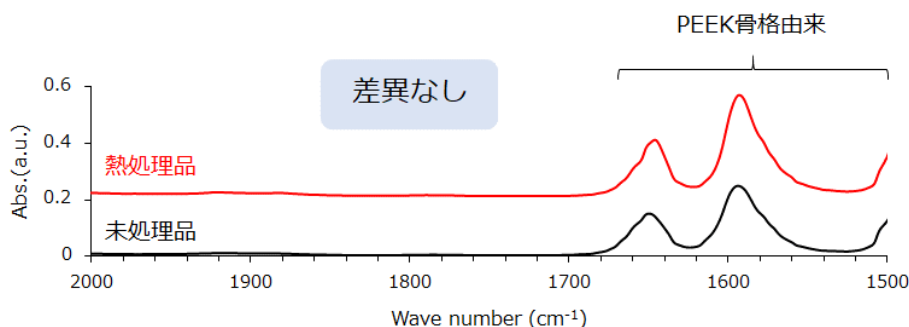
耐熱性に優れるエンジニアリングプラスチックは汎用プラスチックと比べて加熱時の構造変化が小さく、材料表面の劣化解析が困難な場合があります。エンジニアリングプラスチックの一つであるポリエーテルエーテルケトン(PEEK【図1】)に熱処理を実施し、IR(分析深さ数 μ m)と ESCA(分析深さ数 nm)で分析結果の比較を行いました。



【図1】 PEEKの化学構造

1) IRによる表面の劣化解析

熱処理前後の PEEK を FT-IR 分析した結果、試料間で明確な差異は確認されませんでした【図2】。PEEK は耐熱性に優れるため、250 $^{\circ}$ C/4週間の熱処理では極表面しか構造変化しておらず、IRの分析深さ(数 μ m)では劣化解析が困難と判断しました。

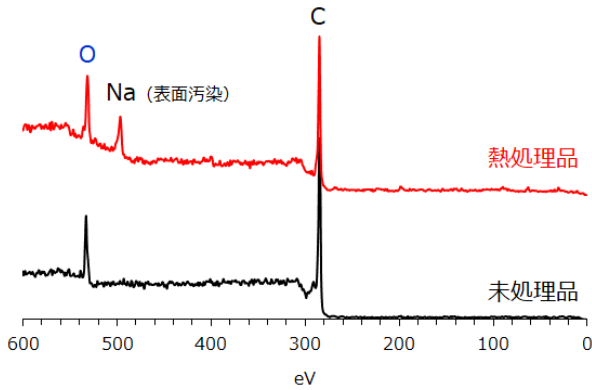


【図2】 PEEK(熱処理前後)の FT-IR スペクトル

2) ESCAによる表面の劣化解析

(1) 全元素分析

試料の極表面を分析可能なESCA(分析深さ数nm)により、PEEKの劣化解析を検討しました。含有元素を判別可能なワイドスキンスペクトルを図3に示します。熱処理後にO濃度が増加し、PEEK最表面の酸化を推定できました【表1】。



【表1】表面組成分析結果

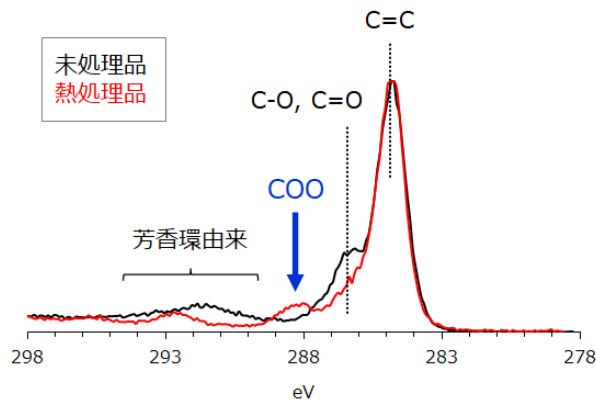
PEEK	atom%	
	C	O
未処理品	87	13
熱処理品	82	18

※C, Oのみの百分率表示

【図3】PEEK(熱処理前後)のワイドスキンスペクトル

(2) C成分解析

ESCAではピーク位置から化学結合状態、波形分離して求めたピーク面積から成分の含有割合を解析可能です。C1sピークより、熱処理後にCOO成分の生成が明らかとなりました【図4、表2】。この結果は前述したO濃度の増加に矛盾せず、熱処理によるPEEK分子鎖の切断や架橋といった構造劣化を推定できました¹⁾。



【表2】C成分解析結果

PEEK	ピーク面積強度比(%)			
	C-C	C-O	C=O	COO
未処理品	77	19	4	-
熱処理品	75	18	1	6

【図4】PEEK(熱処理前後)のワイドスキンスペクトル

まとめ

ESCA は分析深さ数 nm の表面に敏感な分析手法で、エンジニアリングプラスチックなど劣化しにくい材料の構造解析に有用です。

熱処理後の PEEK を測定した結果、IR では検出不可能な極表面の構造劣化を見出し、分子鎖切断や架橋を明らかとしました。本手法は PEEK 以外のエンジニアリングプラスチックのほか、汎用ポリマーにおける劣化初期の構造変化も評価可能です。

引用文献

- 1) Polymer Degradation Stability, 120(2015) 419-426.

適用分野：プラスチック・ゴム、その他有機製品、その他無機製品

キーワード：エンジニアリングプラスチック、PEEK、劣化、表面分析、X線光電子分光法、ESCA、XPS