

ポリフェニレンスルフィド樹脂の表面結晶凝集構造に
およぼす熱処理の影響
**Influence of Annealing Treatment on Surface Crystal Aggregation
Structure of Polyphenylenesulfide**

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) 測定によりポリフェニレンスルフィド (PPS) 樹脂表面の結晶性におよぼす熱処理 (アニーリング) の影響を検討した結果、PPS 樹脂表面の分子運動性がバルクよりも活性化ことからアニーリング後に表面の結晶性が低下していること、およびアニーリングにより表面微結晶の配向は変化していないことを確認した。

キーワード： 微小角入射 X 線回折 (GIXD) 測定、ポリフェニレンスルフィド (PPS) 樹脂、アニーリング、表面結晶凝集構造

【背景と研究目的】

PPS 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、耐摩耗性等を有し、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 PPS 樹脂表面の結晶性におよぼすアニーリングの影響を検討することにある。

【実験】

PPS 樹脂 25mg を 25mm 径の Si ウェハ上大気中 280°C で加熱し、劈開直後の NaCl 単結晶板 (10 × 10mm) でプレスした。これを純水中に投入し NaCl を溶解洗浄した後乾燥して PPS 薄膜を調製した。アニーリングは空气中 180°C で 3 時間おこなった。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 0.1nm、入射角 0.08 度 (表面) および 0.16 度 (バルク)、走査角 (2θ) 5-20 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結晶化度を評価した。

【結果および考察】

アニーリング前後の回折パターンと見かけの結晶化度を図1に示した。アニーリング前の結晶化度は表面とバルクで差は見られなかった(図1a)。アニーリングにより全体に結晶化度は増加したが、表面の結晶化度はバルクのそれよりも低い傾向を示した(図1b)。これは以前報告したポリブチレンテレフタレート(PBT)樹脂の場合と同様の傾向であった²⁾。表面の分子運動性がバルクよりも活性なことが結晶性の差に関与していると考えられる。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、PPS樹脂の場合は配向の変化は見られなかった。

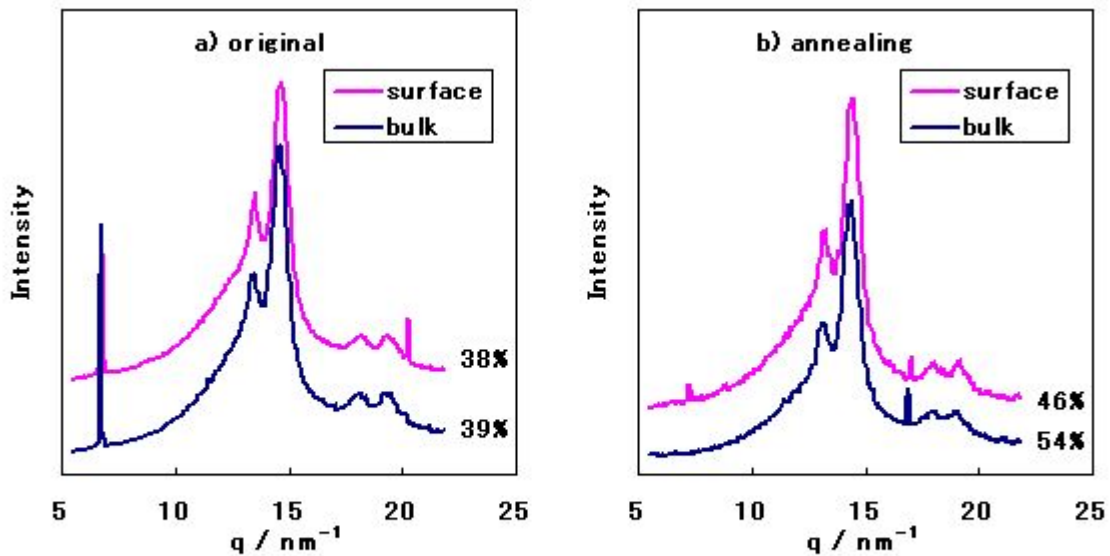


図1. PPS樹脂のGIXDパターンと見かけの結晶化度
a)アニーリング前、b)アニーリング(180℃、3時間)後

【今後の課題】

以上の結果より、PPS樹脂のアニーリングでは高い表面分子運動性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)