

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, 武市 晃洋^b, 東 博純^b, 青木 孝司^a, 杉浦 昭夫^a
Yasushi Okamoto^a, Akihiro Takeichi^b, Hirozumi Azuma^b, Takashi Aoki^a, Akio Sugiura^a

^a(株)デンソー, ^b(株)豊田中央研究所
^a DENSO CORP., ^b TOYOTA CENTRAL R&D LABS., INC.

ポリアセタール(POM)樹脂表面におよぼす真空紫外光アシストレーザアブレーション(VALA)法による表面処理の影響を検討した。VALA 処理はターゲット(Si、Ti)にレーザーを照射し、生成した真空紫外光とターゲット微粒子を POM 表面に作用させた。すれすれ入射 X 線回折(GIXD)にて表面の結晶性を、原子間力顕微鏡(AFM)にて表面形態を評価した結果、ターゲットにより表面の形態および結晶性が異なることを確認した。

キーワード： ポリアセタール、POM、GIXD、AFM、みかけの結晶化度

背景と研究目的：

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[1]、樹脂表面の解析および制御が重要になってきた[2]。今回の実験の目的はすれすれ入射 X 線回折(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(ポリプラスチック製、M90-31 ペレット)の 1wt%HFIP(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol)溶液を 25mm 径の Si ウェハ上に滴下し、大気中室温で 2000rpm、60 秒間スピンキャストして POM 薄膜を調製した。真空紫外光アシストレーザアブレーション(VALA)処理[3]は図 1. の装置(豊田中央研究所製)を用いて 532nm、3.8GW/cm² のレーザー光をターゲット(Si または Ti)に照射し、生成したターゲット微粒子と真空紫外光(VUV)を 15 秒または 60 秒間 POM 薄膜に照射して処理した。調製したサンプルの形態を原子間力顕微鏡(AFM)を用いて観察した。また、GIXD 測定は SPring-8 の BL19B2 ビームラインで行った。Huber 社製多軸回折計に試料をセットし、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(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結晶化度を評価した。

結果および考察：

今回使用した VALA 処理装置を図 1 に示した。VALA 処理とは真空紫外光アシストレーザアブレーション処理の略であり、真空下レーザー光をターゲットに照射するとターゲット表面に μ プラズマが発生しこれにより VUV とターゲット微粒子が生成する。この VUV とターゲット微粒子を材料に作用させることにより表面処理を行なう手法である。VALA 処理前後の薄膜の形態を AFM 観察した結果を図 2 に示した。AFM 画像の 1 辺は 5 μ m である。VALA 処理前後で表面の形態は大きく異なっており処理により POM のモルフォロジーが変化していることを確認した。GIXD 測定の結果を図 3 に、またこの結果から求めた見かけの結晶化度を表 1 にまとめた。Si をターゲットとした場合には表面およびバルクの結晶化度が低下したのに対して、Ti をターゲット

とした場合はいずれの結晶化度も未処理品と変わらない結果であった。この事実より、Si の微粒子は POM 表面分子に作用してその結晶性を低下させる効果があるのに対して、Ti 微粒子は表面分子をエッチングする効果が高いことが示唆され、ターゲットの種類により VALA 処理の効果が異なることが明らかになった。

今後の課題：

以上の結果より、POM の VALA 処理ではターゲットの種類により表面凝集構造の変化が異なることが明らかになった。今後は表面凝集構造におよぼす VALA 処理条件の影響をさらに検討し、物性との関係を明らかにすることが必要である。

参考文献：

- [1] a) T. Kajiyama, K. Tanaka, A. Takahara, *Macromolecules*, **30**, 280(1997). b) T. Kajiyama, K. Tanaka, A. Takahara, *Polymer*, **39**, 4665(1998). c) T. Kajiyama, K. Tanaka, N. Satomi, A. Takahara, *Macromolecules*, **31**, 5150(1998). d) T. Kajiyama, K. Tanaka, N. Satomi, A. Takahara, *Sci. Tech. Adv. Mater.*, **1**, 31(2000). e) K. Tanaka, A. Takahara, T. Kajiyama, *Macromolecules*, **33**, 7588(2000).
- [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**、279-284(2007).
- [3] H. Azuma, A. Takeuchi, N. Kamiya, T. Ito, M. Kato, S. Shirai, T. Narita, K. Fukumori, K. Tachi, T. Matsuoka, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **43**, L1250-L1252(2004).

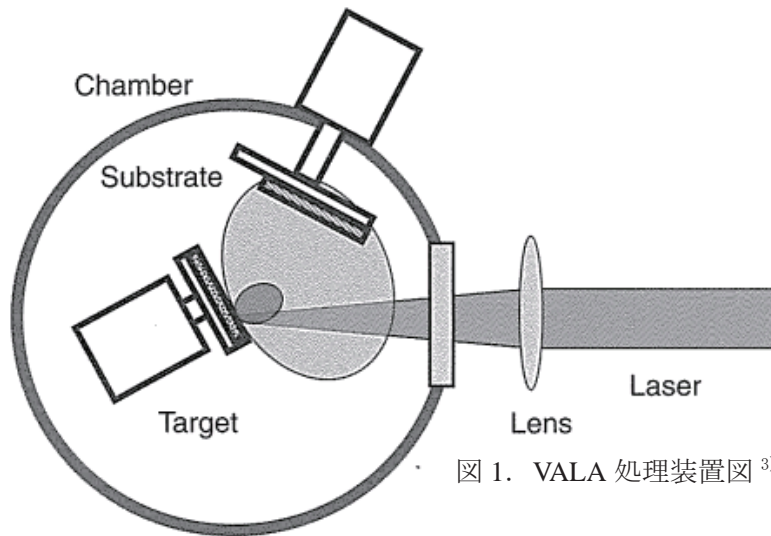


図 1. VALA 処理装置図³⁾

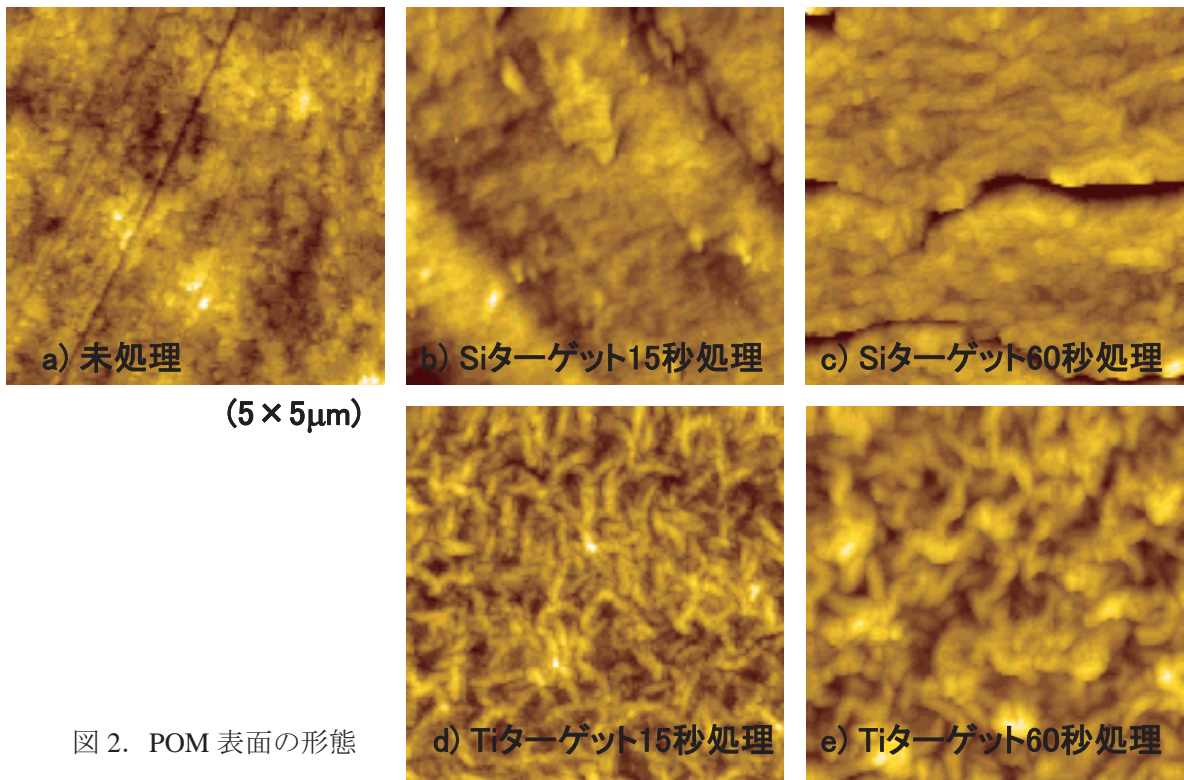


図 2. POM 表面の形態

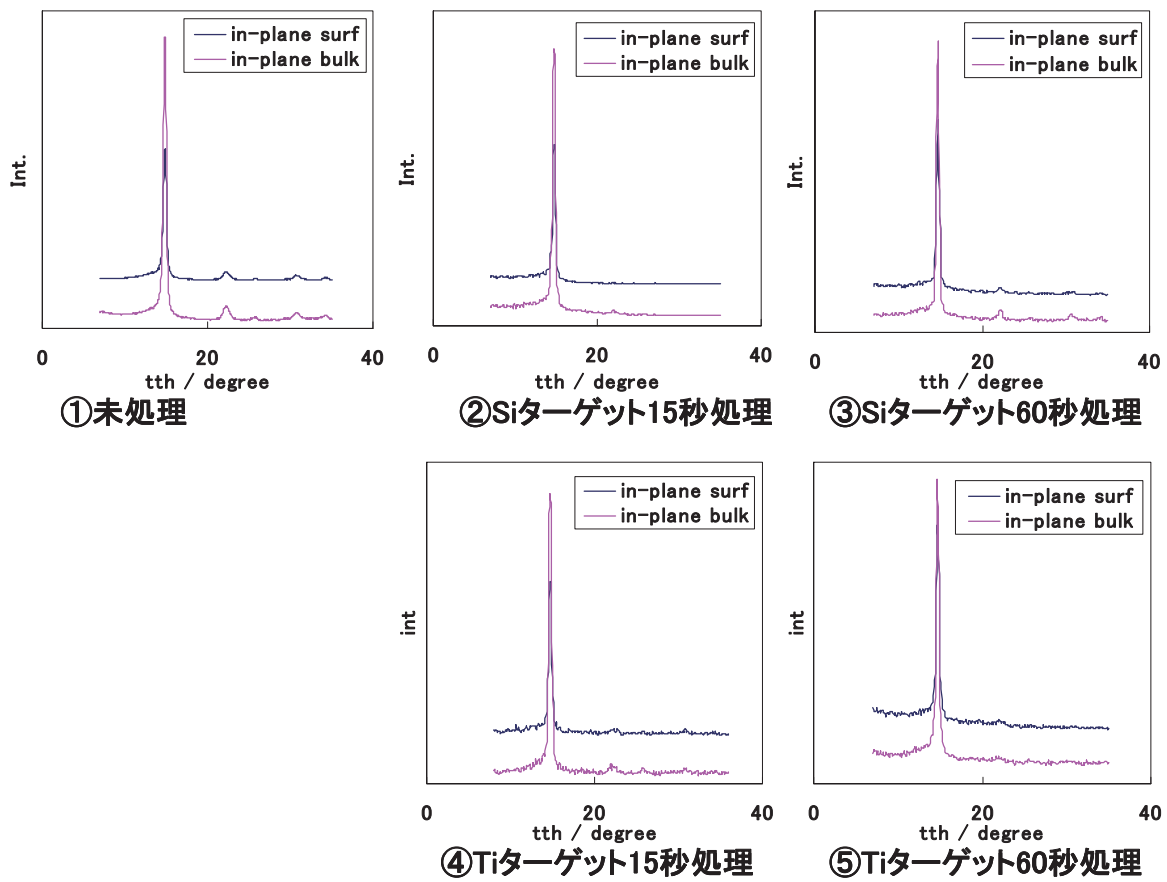


図3. POMのGIXD測定結果

表1. 見かけの結晶化度

見かけの結晶化度	Surf. (%)	Bulk (%)
未処理	74	79
Si-15s	68	69
Si-60s	60	66
Ti-15s	72	74
Ti-60s	73	79