

XPS によるプラズマ処理表面の分析について

1. はじめに

接着力や塗装の密着力を向上させることを目的として、材料表面へのプラズマ処理が活用されています。プラズマ処理とは、気体に強いエネルギーを加えて電離させた状態(プラズマ状態)を作り出し、そのプラズマを材料の表面に当てることで表面の性質を変える技術です。プラズマ処理によって材料の最表面に親水性が付与されます。親水性の評価には接触角測定が一般的ですが、今回は材料の最表面の化学結合状態を調べることができる X 線光電子分光法(XPS)を用いてポリプロピレン樹脂(PP)表面の親水性評価を行った事例を紹介します。

2. XPS の概要

XPS とは材料表面に X 線を照射し、光電効果により発生した光電子を検出する分析手法です。図 1 に模式図を示します。発生する光電子には以下の 3 つの特徴があります。

- ① 脱出深さが数 nm ととても浅い。
- ② 材料に存在する元素の電子軌道に固有の結合エネルギー値を示す。
- ③ どんな元素と結合しているかによって結合エネルギー値がわずかに変化する。

このような特徴により、XPS で分析することで材料最表面の元素の化学結合状態を調べることができます。そのため、プラズマ処理によって表面に親水性が付与されたかどうかを調べる手法として活用できます。

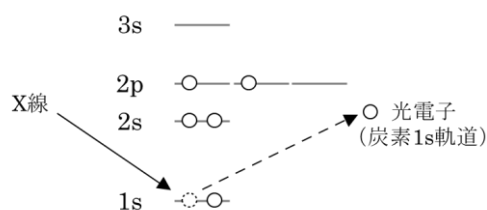


図1 光電子発生モード図

3. PPの評価事例

PPはプロピレンの二重結合(C=C)が開環して鎖状につながった高分子で、もともと親水基を持ちません。しかし、プラズマ処理を行うことで表面に親水性を付与することが可能です。プラズマ処理前後における炭素 1s 軌道の XPS スペ

クトルを図2に示します。XPS スペクトルとは結合エネルギー値に対する光電子の検出強度をプロットした図です。処理前では 284.8eV 付近の比較的シャープなピークが確認できますが、処理後では高結合エネルギー側に裾を引いたピーク形状をしています。裾を引いたピーク形状は複数の異なる化学結合状態が混在することを示します。文献やデータベースをもとにピークフィッティング解析を行うと、プラズマ処理後には C-C (284.8eV)の他に C-O (286.1eV)、C=O (287.5eV)、O=C-O (288.8eV)といった化学結合があることが分かりました¹⁾。このような酸素を含む化学結合は極性を有し親水性を示すため、プラズマ処理により親水性が付与されたと解釈できます¹⁾²⁾。また、ピークの面積比から各化学結合の相対的な量を比較することが可能です。

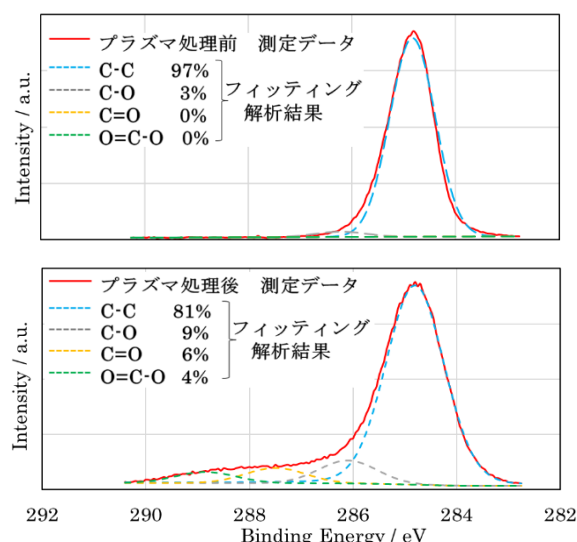


図2 PPのプラズマ処理前(上)、処理後(下)における炭素 1s スペクトル

4. おわりに

XPSは樹脂の表面処理の他にも、金属の酸化や変色のような不具合品の調査にも有効な手法です。ご興味があればお気軽にご相談ください。

参考文献

- 1) Journal of Surface Analysis, Vol. 26 No. 1 (2019) pp. 41 – 48
- 2) IHI 技報 Vol.52 No.4 (2012)

技術支援部 計測分析室 加藤裕和 (0561-76-8315)

研究テーマ：有機物の化学構造分析に関する研究

担当分野：表面分析、元素分析