



光電子分光法を利用した繊維/樹脂界面の組成分析

所属	株式会社MORESCO	ビームライン	BL05
利用者氏名	小寺 賢	利用分野	産業分析
利用年度	2015年度	活用技術	X線吸収分光

利用成果の概要

セルロース繊維とポリマー材料との接着界面の結合状態を評価するために、放射光軟X線光電子分光法(XPS)によるC1sおよびO1sスペクトル測定を実施した。今回の測定では、セルロース繊維として綿状のコットンを押縮成形した試料を用いており、試料表面の凹凸に起因したチャージアップ量が大きく、得られたデータでは精度が不十分であるため結合状態評価を行うことは出来なかった。今後は、試料表面の平滑性や試料厚み等を再検討する必要があることが分かった。

<利用目的>

弊社では、親水性であるセルロース繊維に対しても良好な接着性を示すポリマー材料製品の開発を行っており、高分子変性技術を用いて界面状態を制御することで、水湿潤状態でも接着性の高い製品を目指している。その際にみられる性能向上は、高分子変性反応により接着性が向上するような官能基を導入したためと考えており、また、セルロース繊維と変性ポリマー間の界面においてどのようなことが起こっているのかといったメカニズムの詳細は不明であった。

本利用課題では放射光XPS法を用いることで接着界面における結合情報の取得を目的としている。さらに、ラボXPS測定よりも低エネルギーで励起し測定することによる深さ方向での状態の違い、ビーム径が小さいことでポリマーの表面偏析の確認が可能であることを期待した。

<実験方法>

変性処理した炭化水素系ポリマー(以下、変性ポリマーと呼ぶ。)を熔融状態でセルロース繊維に塗布・付着させ、溶剤により余分なポリマーの洗浄除去・乾燥を行った試料(以下、dryと呼ぶ。)と、これをさらに水中に浸漬・乾燥を行った試料(以下、waterと呼ぶ。)を作製した。上記、3種類に加えてセルロース繊維のみの試料(以下、未処理コットンと呼ぶ。)も準備した。セルロース繊維試料には、繊維表面積が比較的大きい市販医療用脱脂綿を用いた。また、測定試料は、嵩高い綿状試料を室温にて押縮成形することで、試料表面を可能な限り平滑にした。

測定はBL05Bにて、1.0GeV 300mA TopUp運転において、放射光励起エネルギー800eVで光電子分光測定(C1s、O1s、ワイドスペクトル)を行った。

〈実験結果〉

予備実験として未変性および変性ポリマーにおける dry試料の撥水性試験を実施したところ、溶剤への溶解性はほぼ同じと考えられるにも関わらず変性ポリマーのみに撥水性がみられ、溶剤による洗浄程度では除去されない強固な相互作用でセルロース繊維上で変性ポリマーが残存していることが示唆された。このセルロース繊維上に残存した変性ポリマーについてXPS測定を行った。

図には、未処理コットン、変性ポリマー、および変性ポリマー/コットン(dry、water)のC1sスペクトルを示した。変性ポリマーについては、そのスペクトルからほぼC-C(285.0eV)のみであった。また、未処理コットンについては、C-O(286.7eV)およびO-C-O(288.0eV)のピークが重なって現れているためブロードなスペクトルとなっている。dry、waterでは、良く近似したスペクトル形状が得られた。

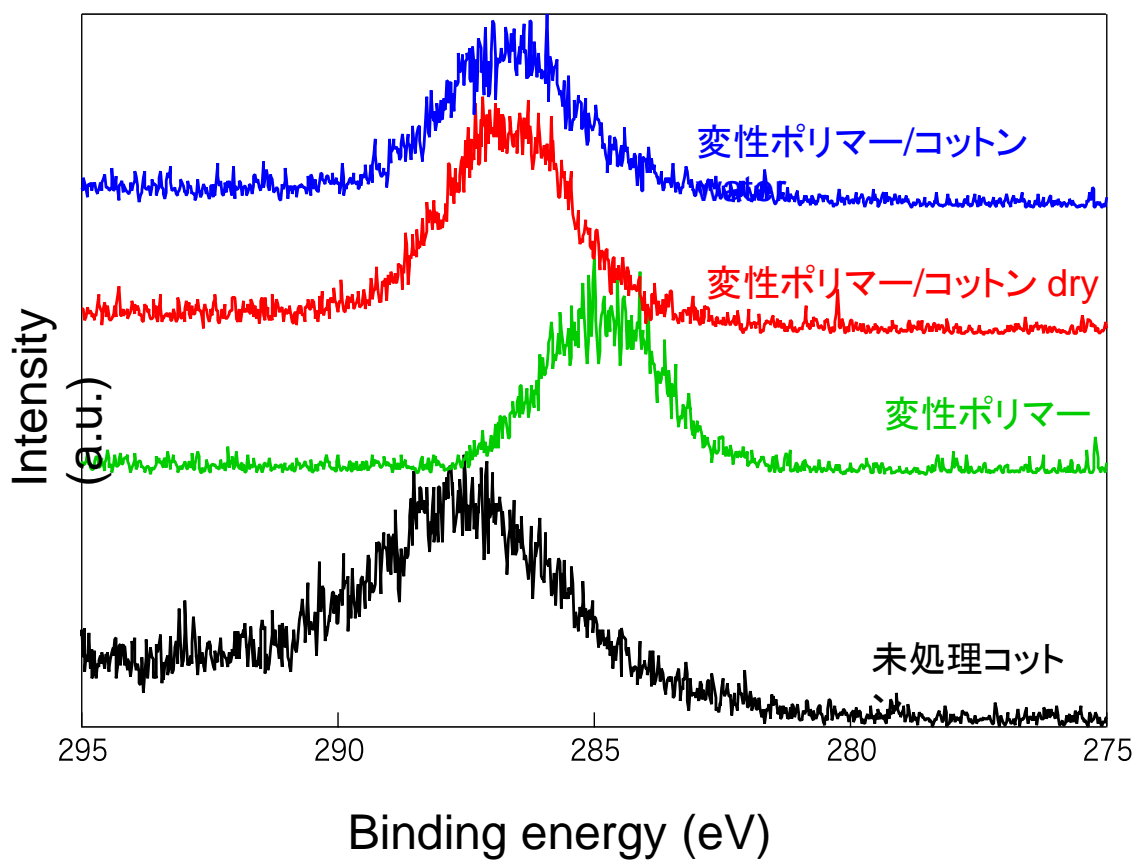
しかし、dry、water含めコットン系試料は、チャージアップ量が大きく、中和銃を用いても完全に帯電中和することが出来なかった。コットン系試料の表面平滑性は圧縮成形後でも不十分であり、試料自体による表面遮蔽効果によって、帯電中和を完全には行う事が出来なかったと考えられた。

今回のトライアルユースにおける測定データは、チャージアップした状態の試料を測定しており、さらに試料表面を平滑にするなどの試料作製方法の再検討が必要であるという結論に至った。

〈今後の見通し〉

ラボ装置を用いたXPS測定と比較して放射光を用いたXPS測定では、励起エネルギーを変えることにより、分析深さを変えることが可能となる。本研究に用いている試料作製法では、溶剤での洗浄状態に依存してポリマー残存量が変化する。励起エネルギーを変化させた深さ分析と併せて評価することで、接着界面情報のみを捉えることができるのではないかと期待している。今後も、XPS測定から得られる知見を基にした、高分子変性技術を利用したホットメルト接着剤の開発に取り組んでいきたい。

<図面等>



問い合わせ先

兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所
ニュースバル放射光施設 共用促進室

〒678-1205 兵庫県赤穂郡上郡町光都1-1-2
TEL : 0791-58-2543 FAX : 0791-58-2504
E-mail : kyoyo@lasti.u-hyogo.ac.jp