

フーリエ変換赤外分光光度計 IRTracer™-100/IRAffinity™-15
**FTIRとTGAによる5Gの普及を支える
フッ素樹脂の特性評価**

藤里 砂、長西 敦子

ユーザーベネフィット

- ◆ 加熱環境下での化学構造、重量の変化を解析し、素材の特性を明らかにすることができます。
- ◆ ハイパフォーマンスATR GladiATR™を用いることで、加熱環境を維持したまま効率的に測定が行えます。
- ◆ 熱重量測定装置 TGA-50は試料の形状を問わず微小な質量変化を検出できるため、あらゆる素材に応用できます。

■はじめに

5G（第5世代移動通信システム）は、高速大容量、低遅延、多数同時接続という高機能特徴とする新たな通信システムです。5Gの活用により、例えば、IoTで集積したデータなどのビッグデータを瞬時に確認し、AIで分析や学習ができます。これは、遠隔医療や在宅医療、自動運転、混雑予測などの実現に繋がり、私たちの生活に新たな技術やサービスをもたらします。

5Gの普及に向けては、スマートフォンなど各種端末に電気特性の良い高周波用プリント基板が必要になります。そのため、従来の基板に使用されていたFR-4（ガラス布にエポキシ樹脂を含浸させた材料で製造したプリント基板）やポリイミドを使用するガラスポリイミド基板に代わる新規素材が注目されています。代表的なものが、LCP（Liquid Crystal Polymer、液晶ポリマー）やフッ素樹脂です。本稿では、フーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）を用いてフッ素樹脂を加熱したときの構造変化を、また熱重量測定装置（TGA）を用いて加熱時の重量変化を評価しました。

■フッ素樹脂

フッ素樹脂はフッ素を含むオレフィンを重合して得られる合成樹脂の総称です。この素材は、比誘電率や吸湿性が低く、絶縁性、温度特性にも優れていることから、高周波用プリント基板に採用され、5Gの普及を支えています。

実験には、フッ素樹脂の一つであるPTFE（ポリテトラフルオロエチレン）を使用しました。図1にPTFEの構造を示します。

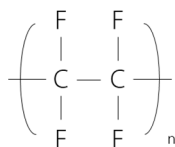


図1 PTFEの構造

■FTIRによる加熱時の構造変化の評価

FTIRを用いて、加熱時のPTFEの構造変化を評価しました。測定には、図2に示すIRTracer-100と、図3に示すPIKE Technologies社製ハイパフォーマンスATR GladiATRを用いました。測定条件を表1に示します。

GladiATRは、高いスループット、押さえつけの圧力、幅広い測定波数範囲や高温加熱に対応できるオプションクリスタルプレートなどを兼ね備えたATRアクセサリです。加熱プレートの最大温度は210℃、300℃の2種類で、本実験では300℃タイプを使用しました。温度コントローラーはPCでコントロールできるプログラムタイプも用意されています。



図2 IRTracer™-100



図3 GladiATR™

表1 測定条件

装置	: IRTracer-100 GladiATR（ダイヤモンドプリズム）
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 40
波数範囲	: 4,000~400 cm ⁻¹
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS

PTFEを200℃で30分間、300℃で60、120、180分間加熱し、その構造変化を確認しました。各赤外スペクトルの重ね描きを図4に示します。

PTFEを300℃で180分間加熱した場合にも、主要なピークの変化や酸化を示すピークは見られませんでした。これは化学構造の変化が起きていないことを示しており、PTFEが耐熱性に優れた素材であることを裏付ける結果と言えます。

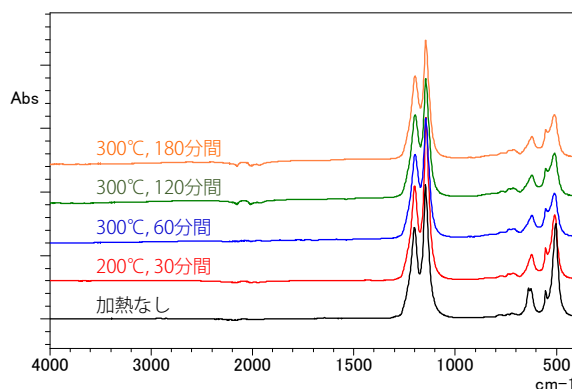


図4 PTFEの赤外スペクトル

■ TGAによる加熱時の重量変化の評価

TGAを用いて、加熱時のPTFEの重量変化を評価しました。図5に示すTGA-50を用いました。測定条件を表2に示します。

TGA-50では、試料の温度を一定の速度で変化させ、その時起こる質量変化を測定することで、蒸発、分解、ガスの吸着・脱着、脱水などを評価することが可能です。TGA-50の測定温度範囲は、室温～1,000℃です。

PTFEを30～700℃まで加熱し、その重量変化を確認しました。PTFEの空気中でのTG測定結果を図6に示します。

PTFEの5%、10%減量時の温度はそれぞれ529.59℃、542.44℃でした。PTFEは500℃前後まで重量が変化していないことから、分解温度が高く、熱安定性が高いことが明らかになりました。



図5 TGA-50

表2 測定条件

装置	: TGA-50
試料量	: 24.470 mg
雰囲気ガス	: 空気
ガス流量	: 40 ml/min
測定温度範囲	: 30～700℃

■ まとめ

PTFEの加熱環境下における構造変化をFTIRにより、重量変化をTGAにより解析し、素材の温度特性を多角的に評価することができました。

5Gの普及に向けて各種端末の基板への使用が期待される新規素材の評価には、FTIRによる加熱劣化状態の解析や、TGAによる分解温度や分解挙動の解析が有効です。

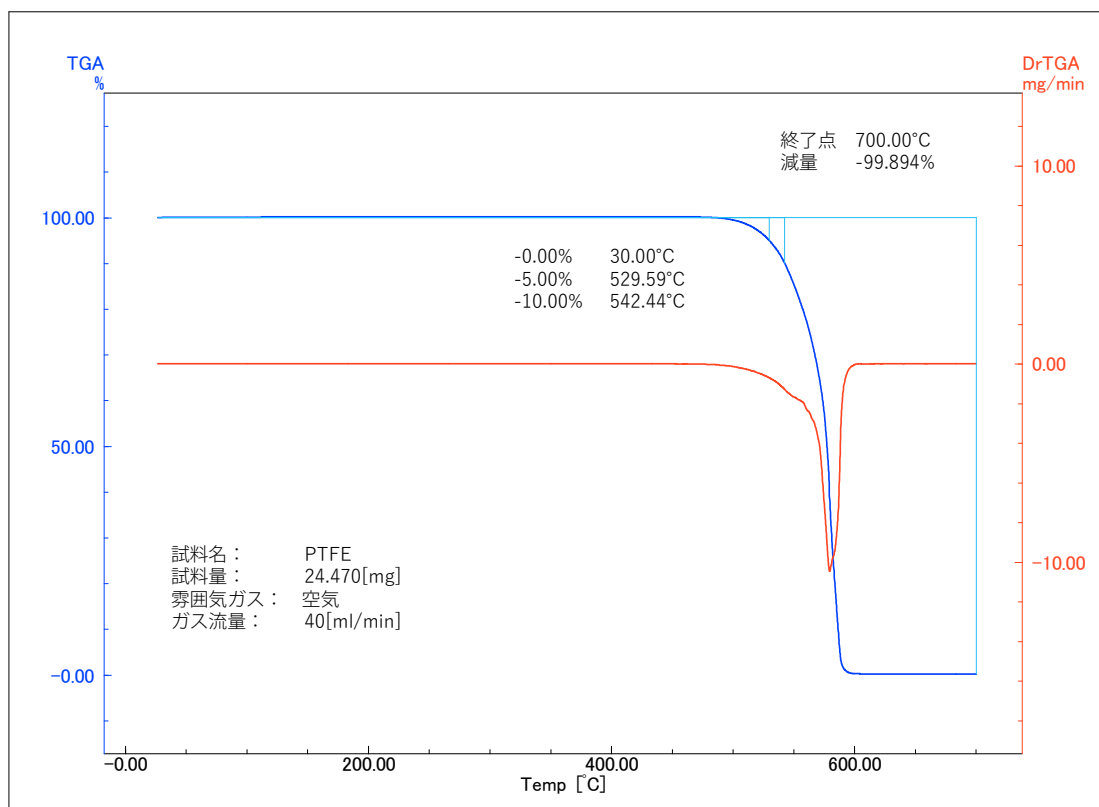


図6 PTFEの空気中でのTG測定結果

IRTracerおよびIRAffinityは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。GladiATRIは、PIKE Technologies社の商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年11月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club に登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2020