

Application News

No. K70

X線光電子分光法

紫外線劣化したABS樹脂表面の解析

XPS (X線光電子分光法: X-ray Photoelectron Spectroscopy) は、物質表面約 10 nm に存在する元素の定性・定量分析に加え、化学結合状態の分析が可能な表面分析手法です。

ABS樹脂 (アクリロニトリル、ブタジエン、スチレンからなる樹脂) は、家電製品や自動車部品、日用品など身の回りにある様々な製品に使用されています。しかし、日光 (紫外線: UV) に長時間曝されると劣化することが知られており、このメカニズムを解析することは有用です。

ここでは、XPS を用い、ABS樹脂試料に UV 照射する時間を変化させて、UV 照射時間と化学結合状態変化の関係を評価した例を紹介します。

■ 分析試料について

本分析では、約 4 mm 角に切り出した ABS樹脂 (厚さ 1 mm) に UV を照射し、XPS を用いて分析を行いました。ABS樹脂は同じものを 4 つ用意し、それぞれ UV 照射時間を 0、5、15、30 分としました。UV 照射条件については、波長を 300 ~ 450 nm、強度を <math>< 45 \text{ mw/cm}^2</math> としました。

■ Wide、Narrow スペクトル測定

図 1 に各試料の Wide スペクトルを重ね描きしたものを示します。スペクトルからは、すべての試料において O、N、C が検出され、試料間で検出される元素に違いがないことがわかります。

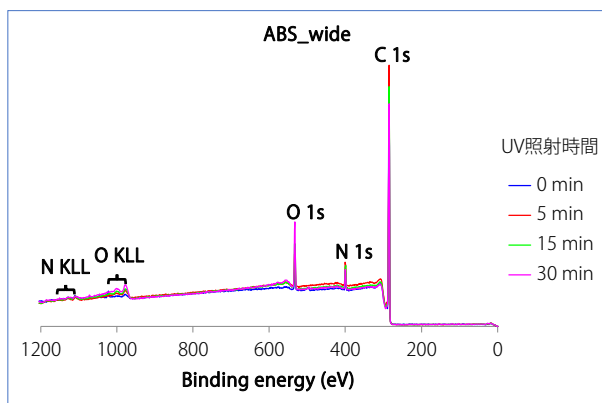


図 1 各試料の Wide スペクトル重ね描き (UV 照射時間 0、5、15、30 min)

各試料の Narrow スペクトルを重ね描きしたものを図 2、3、4 に示します。また、図 4 中には C 1s スペクトルの 285 ~ 290 eV 付近を拡大したスペクトルも示します。Narrow スペクトルの測定元素は、Wide で検出された酸素 (O 1s)、窒素 (N 1s)、炭素 (C 1s) です。

図 2 の O 1s スペクトルからは、UV 照射時間が長くなるにつれて、ピーク強度が増加していることがわかります。

また、図 3 の N 1s スペクトルからは、試料間で大きな差がないことがわかります。さらに、図 4 の C 1s スペクトルからは、286.5 eV および 288.5 eV 付近のピークが、UV 照射時間が長くなるにつれ増加傾向にあることが確認できました。

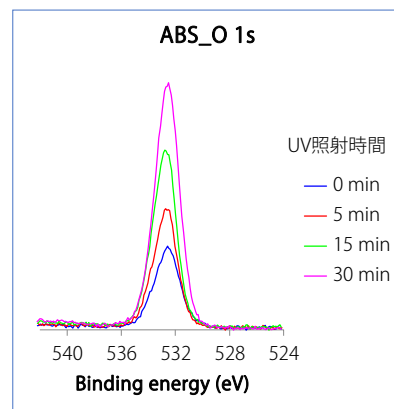


図 2 各試料の O 1s スペクトル重ね描き (UV 照射時間 0、5、15、30 min)

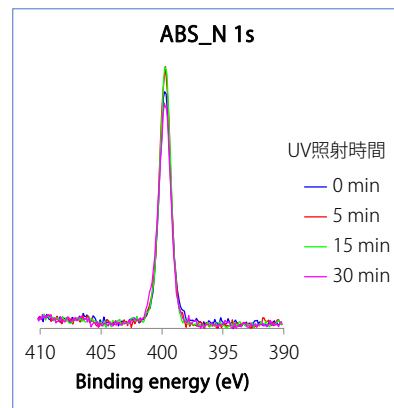


図 3 各試料の N 1s スペクトル重ね描き (UV 照射時間 0、5、15、30 min)

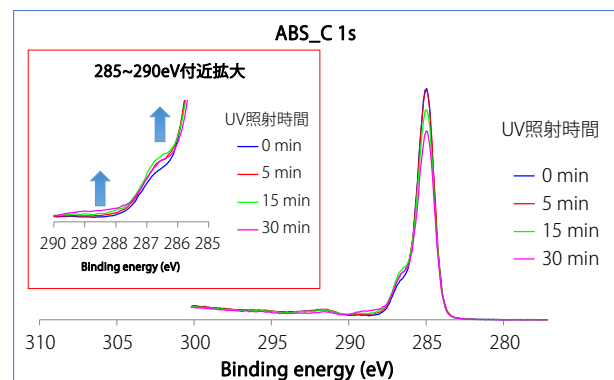


図 4 各試料の C 1s スペクトル重ね描き (UV 照射時間 0、5、15、30 min)

表1 各試料の定量計算結果 (原子存在比)

	Atomic concentration (%)			
	0 min	5 min	15 min	30 min
O 1s	3.4	4.6	6.8	10.2
N 1s	4.5	4.6	4.6	4.6
C 1s	92.1	90.9	88.5	85.2

表1の定量値より、UV照射時間が長くなるにつれて、酸素の比率が増加したことがわかります。このことからUV照射により試料表面の酸化が進んだと推測することができます。

■ 各試料のC 1s 波形分離

図5~8にC 1s スペクトルの波形分離結果を示します。

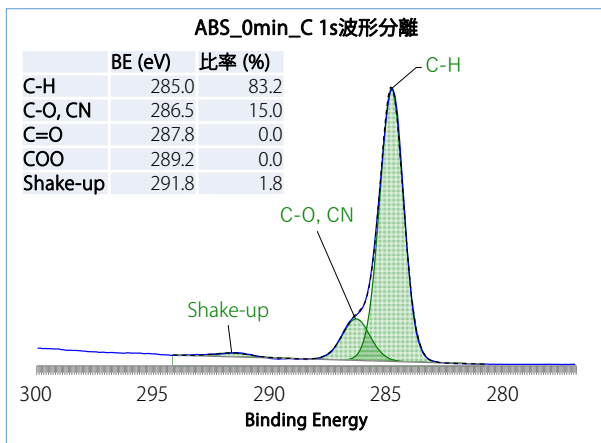


図5 UV照射時間0 minのC 1s スペクトル波形分離結果

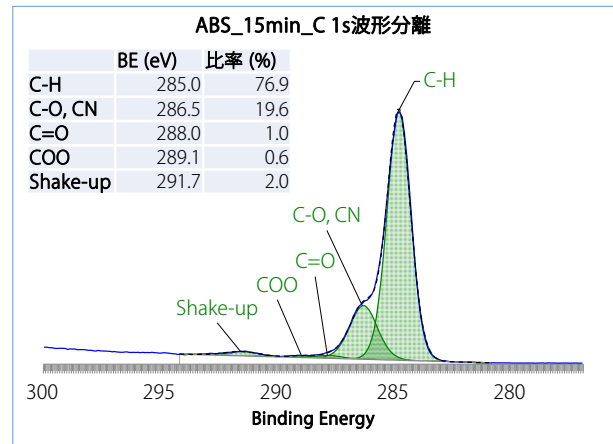


図7 UV照射時間15 minのC 1s スペクトル波形分離結果

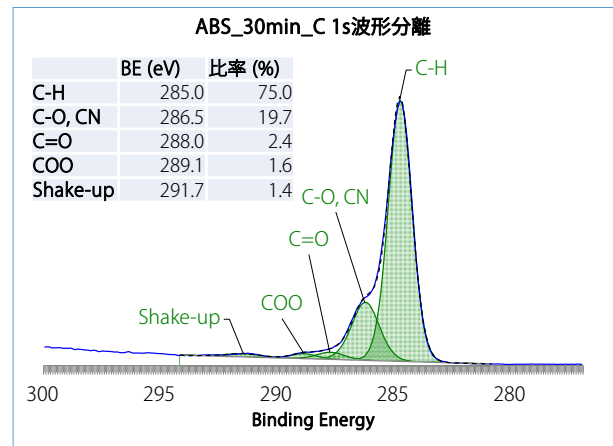


図8 UV照射時間30 minのC 1s スペクトル波形分離結果

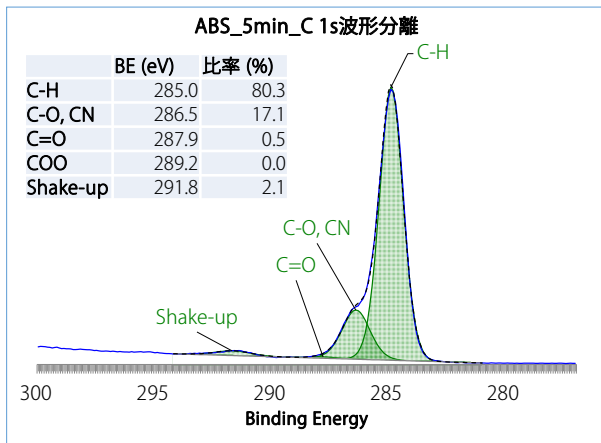


図6 UV照射時5 minのC 1s スペクトル波形分離結果

UV照射0minではC=O、COO結合はほとんど検出されていませんが、照射時間が長くなるにつれて、この2つのコンポーネントの比率が増加していることがわかります。また、初めにC-Oが増加し、次にC=O、最後にCOOと段階的に酸化が進んでいることが、波形分離の結果からわかりました。

■ まとめ

XPSを使用したABS樹脂の表面劣化解析によって、UV照射時間が長くなるにつれ、酸素が増加することがわかりました。また、C 1s スペクトルの化学結合状態解析の結果、劣化に伴う官能基の変化が段階的に進行することがわかりました。

当社のKRATOS ULTRA2™は、高感度と高エネルギー分解能を両立するデザイン、さらに樹脂などの絶縁物測定に適した帯電中和機構を採用しており、樹脂の劣化や化学修飾した表面の化学結合状態解析に大きく貢献します。

ULTRA2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。本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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：2019年3月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※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。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。