

## XPSによるPC/ABS樹脂表面の 化学結合状態の解析事例

二股 佑允

### ユーザーベネフィット

- ◆ KRATOS ULTRA2の高エネルギー分解能測定により、混合樹脂中のPCおよびABSの化学結合状態の変化の有無を解析できます。
- ◆ 複数の樹脂を混合させた試料の各樹脂成分の表面偏析の有無を解析することができます。

### ■はじめに

ポリカーボネート(PC)/アクリロニトリルスチレンブタジエン(ABS)樹脂は、PC樹脂の耐熱性、耐衝撃性、ABS樹脂の成形加工性、メッキ特性などが付加された熱可塑性樹脂です。このような特性から自動車内装部品、事務機器、家電機器などに幅広く使用されています。またPC/ABS樹脂は組成比率を変えることで要求仕様に合わせた特性を得ることができます。組成比率を知るには、機械特性や熱特性の評価などが用いられています<sup>1)</sup>。

表面分析手法であるX線光電子分光法(XPS)は物質表面約10 nmまでの分析が可能であり、組成比率だけでなく、2種類以上の樹脂を混合させた材料の各樹脂成分の化学結合状態の変化や表面偏析の有無を解析することができます。また、樹脂の表面をプラズマ処理したときの表面改質の効果を調べることに利用されています<sup>2)</sup>。本報告では、2種類の樹脂を混合させた試料について、XPS装置「KRATOS ULTRA2」を用いて高分解能条件で分析を行い、各樹脂成分の化学結合状態の変化と表面偏析の有無を解析した事例をご紹介します。

### ■分析試料について

本分析における試料は、PC、ABSそれぞれ単体とPCおよびABSの混合比を変えて作製した合計5種類の樹脂です。試料作製には、混練機および射出成形機を使用しました。試料情報を表1に、各試料の外観を図1に示します。

表1 試料情報

No.	試料	PC : ABS	混練機での混練	成形機での混練
①	PC	100 : 0	なし	220℃ 約250秒
②	ABS	0 : 100	なし	290℃ 約250秒
③	樹脂A	75 : 25	260℃ 約120秒	260℃ 約250秒
④	樹脂B	50 : 50	260℃ 約120秒	260℃ 約250秒
⑤	樹脂C	25 : 75	260℃ 約120秒	260℃ 約250秒

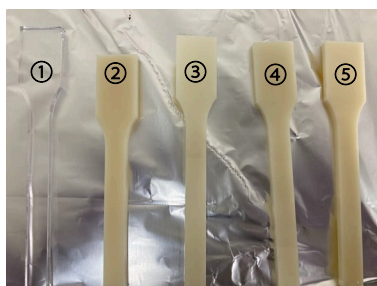


図1 試料の外観写真

### ■分析について

分析条件を表2に示します。PCおよびABSの構造式を図2に示します。分析の流れとしては、まずPCおよびABS単体のサンプルを分析し、それぞれのC 1sスペクトルを取得しました。取得したC 1sスペクトルの実際の波形(実測波形)を用いて、PCとABSを混合させた樹脂材料(樹脂A~C)3点の化学結合状態を解析しました。波形分離に実測波形を使うことで、樹脂A~Cに含まれるPCおよびABSの存在比率や、PCおよびABS由来のピーク以外の結合が存在するかどうかを比較的容易に解析することが可能です。これは対照実験により不具合品を解析する場合などに有効です。

表2 分析条件

KRATOS ULTRA2	
X-ray Source	Monochromatic Al Kα (300 W)
Pass energy [eV]	20
Analytical area [μm <sup>2</sup> ]	700×300
Calibration [eV]	C-H = 285.0

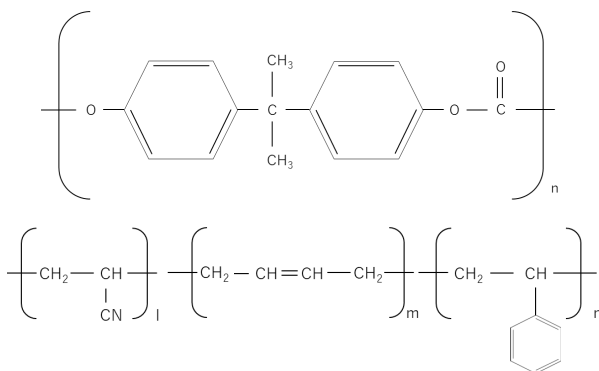


図2 樹脂の構造式(上:PC 下:ABS)

### ■PC、ABSの波形分離結果

PCおよびABS単体を分析したときのC 1sスペクトルをそれぞれ図3、図4に示します。これらより、図2に示すPCとABSの構造式に含まれる結合がスペクトルから確認できることがわかります。

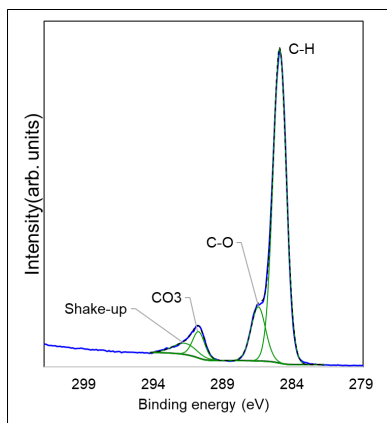


図3 PC樹脂のC 1sスペクトル

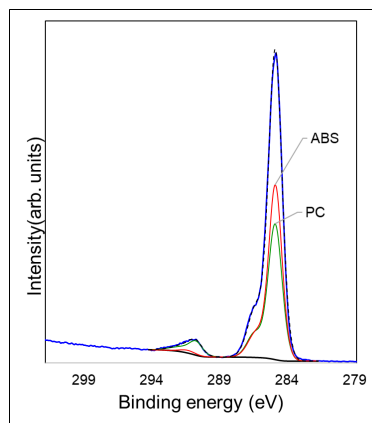


図6 樹脂BのC 1sスペクトル (PC:ABS=50:50)

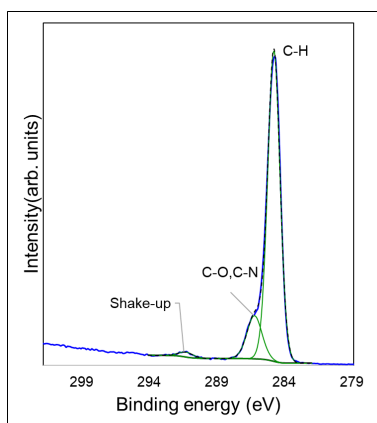


図4 ABS樹脂のC 1sスペクトル

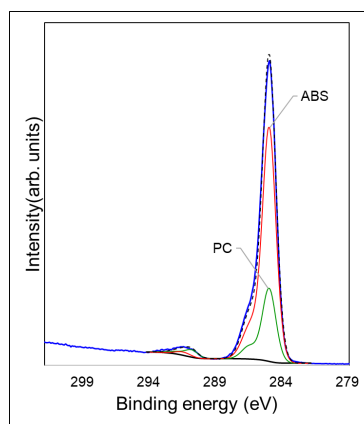


図7 樹脂CのC 1sスペクトル (PC:ABS=25:75)

### ■ 樹脂A～Cの波形分離結果

樹脂A～Cを分析した際のC 1sスペクトルをそれぞれ図5、図6および図7に示します。また、樹脂A～Cを波形分離した際のPCとABSの成分比率を表3に示します。図5、図6および図7より、PCおよびABSの実測波形によって精度よく波形分離ができていることがわかります。これは樹脂材料中に含まれるPCおよびABSの化学的な構造が、混練などの処理によって変化していないことを示しています。また表3に示す波形分離から得られたPCとABSの組成比は、樹脂の混合比と概ね一致しています。今回測定した樹脂材料において特定の成分の表面偏析は起こっていないと推察されます。

表3 樹脂の配合比率と波形分離結果のまとめ

試料	PC : ABS	波形分離から得られた組成比
樹脂A	75 : 25	72.4 : 27.6
樹脂B	50 : 50	47.9 : 52.1
樹脂C	25 : 75	26.0 : 74.0

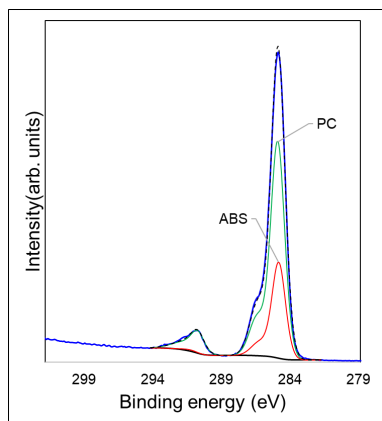


図5 樹脂AのC 1sスペクトル (PC:ABS=75:25)

### ■ まとめ

KRATOS ULTRA2を用いて、PCとABSを混合させた試料について評価を行いました。これにより、樹脂表面におけるPCおよびABSの化学状態は殆ど変化しておらず、特定の成分の表面偏析は起こっていないことが確認できました。エネルギー分解能に優れたXPS装置を用いることで、最表面近傍における有機物の偏析や化学状態変化を定量的に評価することが可能です。

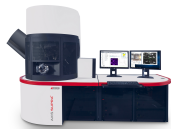
#### <参考文献>

- 1) プラスチックの多角的評価—PC/ABS樹脂の配合比率による違い— [Application News No.01-00588-JP](#)
- 2) Juana Abenojar, Rafael Torregrosa-Coque, Miguel Angel Martinez, Jose Miguel Martin-Martinez : Surface & Coatings Technology, 203, 2173 (2009).

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。

＞ アンケート

**関連製品** 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ KRATOS ULTRA2  
(英国名AXIS Supra<sup>+</sup>)  
イメージングX線光電子分析装置

## 関連分野

＞ 化学

＞ プラスチック-化学

＞ 工業材料・マテリアル

＞ 素材観察

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ