

Ar⁺イオンプラズマ処理による PTFE の表面改質

家坂昂希¹⁾

指導教員 鷹野一朗¹⁾

1)工学院大学工学部 電気システム工学科 電気電子機能材料研究室

キーワード：PTFE, プラズマ処理, 表面改質, 親水・撥水性

1. 緒言

ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)の用途はあらゆる産業分野に広がっており、低摩擦係数、耐熱性、難燃性、電気絶縁性、耐薬品性、耐候性など優れた特性を有する。これらの特性を生かし、PTFEは半導体、化学プラント、自動車、摺動材、情報・通信など様々な分野に用いられている。そのためこのような素材の表面改質は、より高機能な材料の開発へつながる。特に、表面改質による撥水性や親水性の向上は高分子材料だけでなく、繊維やガラス製品の表面機能化への応用技術として期待されている。先行研究ではイオンビームをPTFE表面に照射することにより、表面改質を行った。イオンビーム照射装置は比較的高価で実験手順も多く、実用的に劣ることが多い。そこで、イオンビーム照射に比べて安価で、少ない手順で表面改質が行えるプラズマ処理を利用し同様の結果が得られるかどうかを検証した。本研究ではAr⁺イオンプラズマ処理によりPTFEの表面改質を行い、表面化学状態と液体に対する接触角について評価した。

2. 実験方法

試料には、フッ素樹脂粘テープ(中興化成工業株)とナフロンシート(ニチアス株)の二種類を使用した。以後、フッ素樹脂粘着テープをT-PTFE、ナフロンシートをN-PTFEとする。マルチプロセスコーティング装置のプラズマ処理室の到達圧力を 5×10^{-5} Pa以下とし、アルゴンガスを5sccm導入後、RF入力電圧50Wのもとでプラズマ処理を行った。処理時間は120-1200sで変化した。

表面形態はレーザー顕微鏡(OLYMPUS OLS4500)とフィールドエミッションオージェマイクロプローブ(JAMP-9500F:日本電子株)を用いて観察した。

撥水性は接触角計(協和界面科学株)を用いて、液体1μlを滴下して7回測定し、最大・最小値を除いた平均値を接触角とした。接触角は液滴の左右端点と頂点を結ぶ直線の固体表面に対する角度からθ/2法で求めた。また、試料の特性をより詳細に検討するため、蒸留水とエタノール比を1:1とした混合液も使用した。

表面化学状態の測定にはX線光電子分光装置(ESCA-K1S, SHIMADZU Co.Ltd.)を用いた。

3. 結果および考察

ここでは主にN-PTFEについて述べる。図1にN-PTFEの各処時間における表面化学状態を示した。未処理での0sでは、C1sスペクトルにおいてPTFEのCF₂結合に相当する位置にピークが現れている。一方、180s-300sではCF₂のピークは小さく、C-C結合に由来するグラファイト側にシフトし、Cのフリー bondsが増加したことが予想される。次にF1sスペクトルにおいて0sでは、CF₂の位置にピークが現れているが、そのピークは120s-300sでは小さくなっていることがわかり、C1sスペクトルと相関があることがわかる。一方、O1sスペクトルでは120s-300sのピークが大きく、表面に酸素が吸着していることがわかる。このことから、プラズマ処理によってCF₂結合が切断され、F原子が選択的にスパッタされフリー bondsを持つCが増加し、処理後の大気接触で表面にO

が結合したと推測できる。

その後、600s-900s では C1s, F1s, O1s それぞれのスペクトルが 0s の状態に戻る結果が得られた。表面に現れた C リッチな面がスパッタされ、再び未処理の CF₂ 構造に近い面が現れてきたと推測できるが、詳細な検討は今後行う。

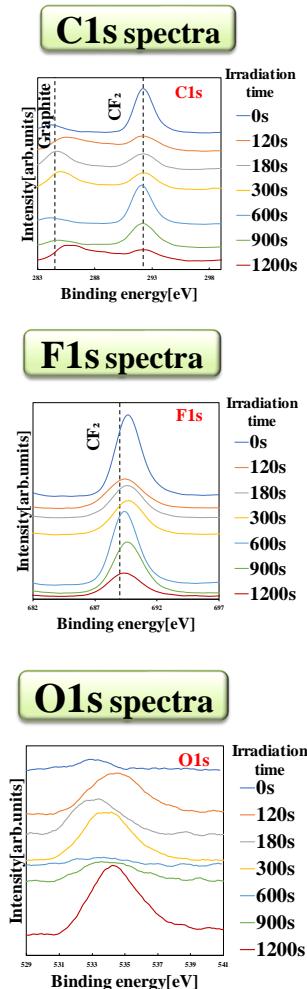


図 1 XPS 測定による N-PTFE の表面化学状態

図 2 には XPS スペクトルから算出した、各処理時間に対する N-PTFE の表面元素濃度と蒸留水接触角を示す。未処理時では C 濃度が 46.19%, F 濃度が 53.12%, O 濃度が 0.69% で接触角は 112° であり、PTFE の極表面を測定しているため、化学量論的な組成よりも F の欠損が認められる。最も小さい接触角 95.18° を示した 300s では、C が 50.25%, F が 42.25%, O が 7.49% であった。また、600s では未処理の組成に近づき、C が 46.67%, F が 52.58%, O が 0.75% と再び CF₂ の組成に近づいたと推測できる。

ていることがわかる。この時の接触角も、10°ほど低いものの、CF₂ の接触角に近づいた値となった。

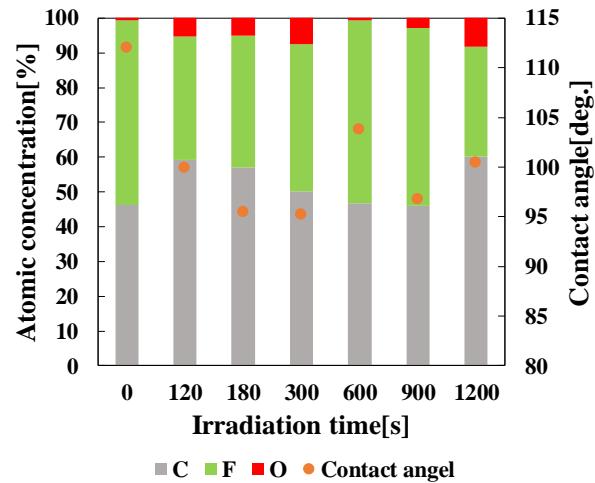


図 2 処理時間に対する元素濃度と蒸留水接触角

4. 結言

PTFE を Ar⁺イオンプラズマ処理し、処理時間に対する表面化学状態と、混合液・蒸留水接触角を測定した。N-PTFE の処理時間が PTFE 表面改質に与える影響について、以下の結論を得た。

N-PTFE では処理時間が 300s のとき蒸留水の最小接触角となった。これは表面化学状態が未処理時と比べ、F が選択スパッタされ C 濃度が増したことによる。大気に暴露後、O が多く吸着していることからも、C フリーボンドが多くなったことが考えられ水接触角が低下し、親水性の向上に繋がったと考えられる。

参考文献

- 1) 石田淑夫, 小石眞純, 角田光雄：“ぬれ技術ハンドブック～基礎・測定評価・データ～”株式会社テクノシステム(2001).
- 2) 辻井薰：“超撥水と超親水—その仕組みと応用”米田出版(2009).
- 3) 佐々木道子, 大森 整, 鷹野一朗：表面技術協会第 120 回講演大会(2009).
- 4) 蔦川友佑, 佐々木道子, 田中啓太, 鷹野一朗：表面技術協会第 120 回講演大会(2009).
- 5) 松浦美紀, 鷹野一朗：表面技術協会第 124 回講演大会(2011).