

【技術資料】気相化学修飾 ESCA を用いたポリマー表面官能基の解析

概要

ポリマーフィルムなどの接着性(濡れ性)には、表面の極性官能基(水酸基(OH)やカルボキシ基(COOH)等)が関与していると考えられており、その評価は重要です。

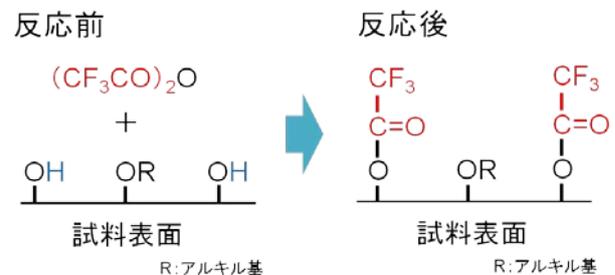
ポリマー表面官能基の解析には ESCA (XPS)が適しますが、特定の官能基(水酸基とエーテル基(C-O-C)、カルボキシ基とエステル基(-COO-)など)は通常分析では区別が困難です。弊社では、「気相化学修飾法」を用いて特定の官能基の同定・定量分析を行うことができます。今回は、気相化学修飾 ESCA を用いたポリマー中の水酸基およびカルボキシ基の定性・定量分析についてご紹介します。

分析内容

1) 水酸基の定性・定量分析

水酸基に無水トリフルオロ酢酸((CF₃CO)₂O)を反応させることで定性・定量分析が可能です(反応スキーム 1)。

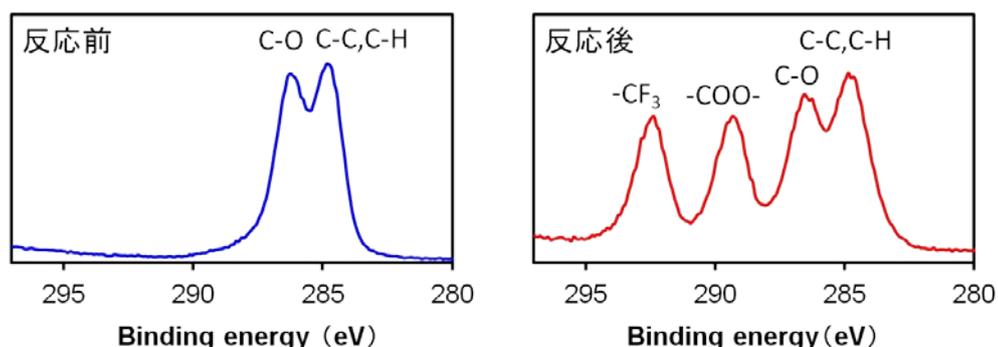
<反応スキーム 1>



ポリビニルアルコール(PVA)中の水酸基へ反応させた前後の C1s スペクトルを図 1 に示します。反応後ではトリフルオロアセチル基由来ピーク(-COO-, -CF₃)として水酸基を区別できます。組成分析より、PVA が 100% 反応した際の理論値と近い値を得ることができました(表 1)。本手法により、水酸基の定性・定量分析が可能です。

【表 1】ESCA 測定により得られた反応後の PVA 組成分析結果 [atom%]

| | C | O | F |
|-----|------|------|------|
| 測定値 | 46.4 | 20.4 | 33.2 |
| 理論値 | 44.4 | 22.2 | 33.3 |

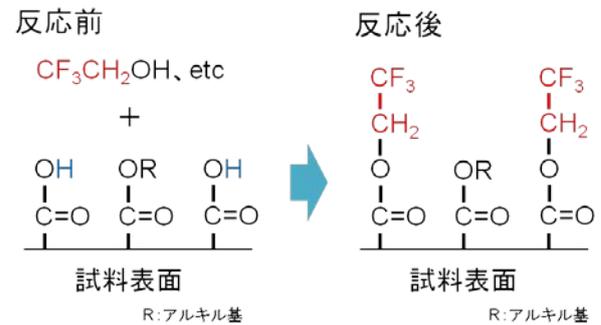


【図 1】ポリビニルアルコール(PVA)の無水トリフルオロ酢酸反応前後の C1s スペクトル

2)カルボキシ基の定性・定量分析

水酸基と同様、カルボキシ基についてもトリフルオロエタノール(CF₃CH₂OH)等を反応させて定性・定量分析が可能です(反応スキーム 2)。

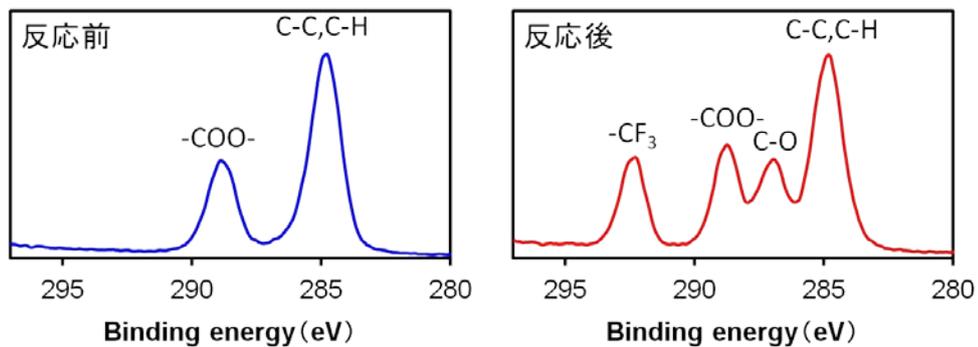
<反応スキーム 2>



ポリアクリル酸(PAA)中のカルボキシ基へ反応させた前後 C1s スペクトルを図 2 に示します。反応後、トリフルオロエタノール由来ピーク(C-O, CF₃)としてカルボキシ基を区別でき、組成分析結果も理論値と整合するため、本手法によりカルボキシ基の定性・定量分析が可能です。

【表 2】ESCA 測定により得られた反応後の PAA 組成分析結果 [atom%]

| | C | O | F |
|-----|------|------|------|
| 測定値 | 50.3 | 20.4 | 29.3 |
| 理論値 | 50.0 | 20.0 | 30.0 |



【図 2】ポリアクリル酸(PAA)のトリフルオロエタノール反応前後の C1s スペクトル

結果

気相化学修飾 ESCA によるポリマー表面の官能基(水酸基、カルボキシ基)の解析は、濡れ性を向上させる表面改質処理(プラズマ、オゾン処理等)前後の評価などにも適用することができます。

適用分野：高分子化学、表面科学

キーワード：ESCA(XPS)、ポリマー、官能基、水酸基(OH)、カルボキシ基(COOH)、気相化学修飾、
接着性、濡れ性