

## 【技術資料】 難溶解性樹脂の分析 ～ ESCA による深さ方向の劣化解析 ～

### 概要

エンジニアリングプラスチックの一つであるポリエーテルエーテルケトン(PEEK)に耐光性・耐熱性試験を行い、X線光電子分光法(ESCA または XPS)によって表面から内部への劣化を評価しました。

### 分析手法

- ・ 装置 : VersaProbe II (アルバック・ファイ製)
- ・ 条件 : X線源  $AlK_{\alpha}$ 、X線照射径 100 $\mu$ m  $\phi$ 、スパッタ種 Ar ガスクラスターイオン銃(Ar-GCIB)

### 試料

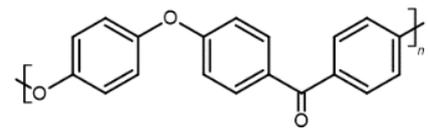
- ・ 試料 : ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)市販品
- ・ 劣化試験 : <UV> 装置 アイスーパーUV(岩崎電機製 SUV-W161) メタルハライドランプ方式  
照射強度 100mW/cm<sup>2</sup>(波長 300~400nm)  
照射時間/温度/湿度 200 時間/63°C/50%
- <熱> オープンを用いて 250°C、4 週間加熱

### 結果及び考察

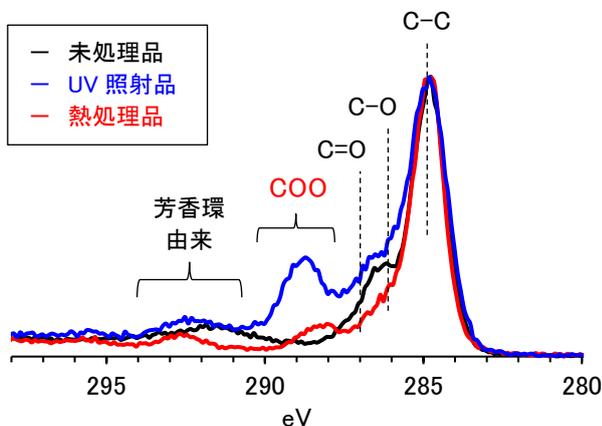
#### 1) 表面の劣化解析

PEEK【図 1】などのエンジニアリングプラスチックは劣化による構造変化が小さいため、材料の極表面を分析できる ESCA(分析深さ数 nm)が有用です。

ESCA 測定により、劣化で生じる COO 成分(288~289eV)が UV 照射品および熱処理品ともに確認できました【図 2】。UV 照射品の COO ピーク強度比は熱処理品と比べて高く、劣化の影響が大きいと考えられます。



【図 1】 PEEK の化学構造



【図 2】 C1s 高分解能スペクトル

※Y スケールはメインピークで規格化表示

【表 1】 C1s ピーク波形分離結果

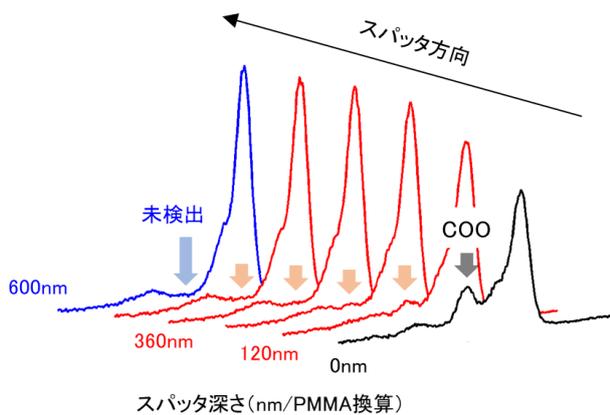
PEEK	area%			
	C-C	C-O, C=O	COO	芳香環 由来
未処理品	73	20	—	7
UV 照射品	54	22	19	5
熱処理品	71	20	6	3

## 2) 深さ方向の劣化解析

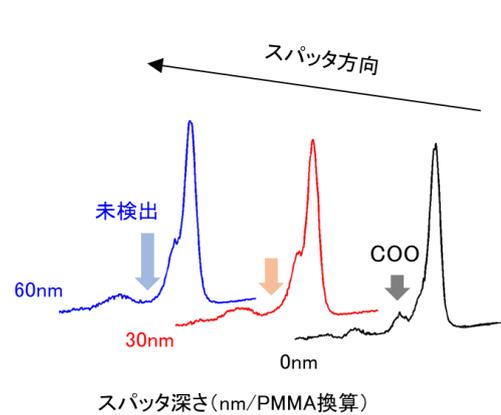
ESCA は Ar イオンビームによるスパッタで試料を削り、測定と交互に繰り返して深さ方向分析が可能です。ESCA の分析深さを活かし、nm オーダー間隔で試料内部の構造情報を取得できます。

UV 照射品および熱処理品の ESCA 深さ方向分析結果を図 3~4 に示します。COO 成分(劣化生成物と推定)は試料表面から徐々に減少し、最終的に消失しています【図 5】。COO 成分が非検出となるスパッタ深さは UV 照射品で 600nm<sup>\*</sup>、熱処理品で 60nm<sup>\*</sup>でした。COO 成分の検出領域は劣化領域と考えられるため、劣化の進行度合いは UV 照射品 > 熱処理品と判断できます。

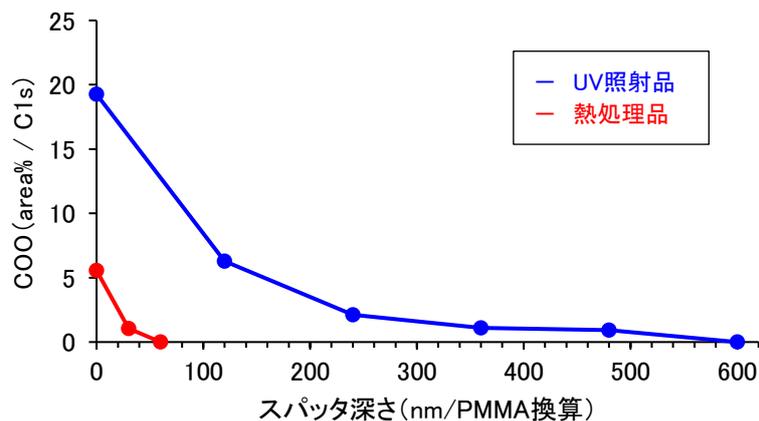
※PMMA(ポリメチルメタクリレート)を用いた換算値



【図 3】 UV 照射品の ESCA 深さ方向分析結果  
(C1s 高分解能スペクトル)



【図 4】 熱処理品の ESCA 深さ方向分析結果  
(C1s 高分解能スペクトル)



【図 5】各スパッタ深さにおける COO 成分比率

## まとめ

ESCA は表面に敏感な分析手法で、エンジニアリングプラスチックなど劣化しにくい材料の構造解析に有用です。Ar イオンビームによるスパッタを組み合わせることで深さ方向の劣化解析が可能となります。

PEEK の劣化で生じる COO 成分に着目して分析を行い、UV 照射品は熱処理品よりも試料内部への劣化が顕著と判明しました。本手法はエンジニアリングプラスチックのほか汎用ポリマーにも適用でき、試料表面から内部への劣化を評価可能です。

適用分野：プラスチック・ゴム、その他有機製品

キーワード：ポリアーテルエーテルケトン、PEEK、エンジニアリングプラスチック、劣化、表面、深さ方向、  
XPS、ESCA、エンプラ、酸化