

温度可変原子間力顕微鏡を用いたポリマーアロイの低温での表面弾性率評価 Evaluation of surface elastic modulus for polymer alloys at low temperature by variable temperature atomic force microscope (VT-AFM)

※第67回高分子討論会にて発表
(2Pe053)



(株)三井化学分析センター ○中島 智教 生井 勝康

Mitsui Chemical Analysis & Consulting Service, Inc., 580-32, Nagaura, Sodegaura, Chiba 299-0265, Japan

【Introduction】

金属-樹脂、炭素繊維強化樹脂(CFRP)、ガラス繊維強化樹脂(GFRP)などの複合部材、ポリマーアロイなどの樹脂-樹脂材料やコーティング膜などにおける表面および界面での部物性評価が重要となっており、局所的な弾性率評価が求められている。特に、自動車関係などでは、低温(-40℃以下)での弾性率評価のニーズが高まっている。ここでは、環境制御型の原子間力顕微鏡(AFM)を用いてポリマーアロイの低温での表面弾性率測定を実施し、その温度特性の評価を行った。

【Experiment】

試料: 市販のブロックPPペレット
※クライオミクロームで試料断面を
作製したものを測定に用いた。

イメージ図



装置(AFM): AFM5300E(日立ハイテクサイエンス株式会社製)
測定モード: フォースカーブマッピングモード(SISモード)
測定温度: RT、-40℃
測定環境: 真空中(1.0×10^{-4} Pa以下)
カンチレバー: Si製カンチレバー

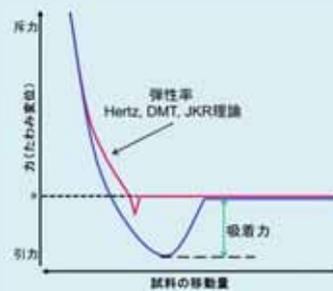
【Method】

○フォースカーブマッピングモードとは・・・
フォースカーブを1点ごとに測定、解析して、表面形状像、形状微分像、弾性率像、変形像、吸着像、散逸像などを取得することが出来る。

※フォースカーブとは・・・

試料と試料間距離を制御して、カンチレバーに働く力(たわみ量)との関係をプロットした曲線。

フォースカーブ



測定イメージ

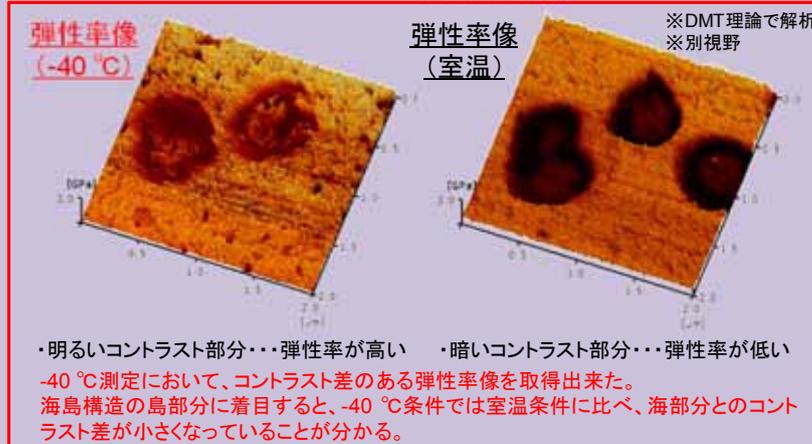
※SISモードとは・・・

測定ポイントでのみ探針を接近させ、形状情報、物性情報を取得。
データ取得時以外は探針を試料上空に待避させ、試料形状に合わせて走査スピードを自在にコントロール。

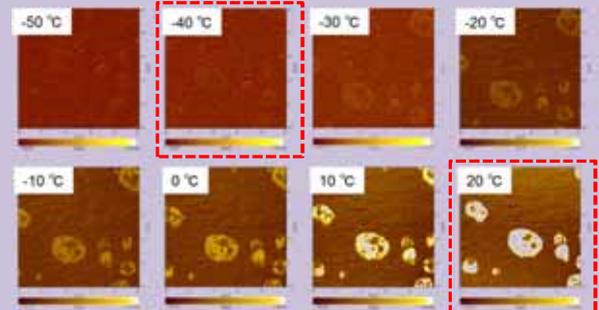


【Results】

○フォースカーブマッピングモードによる弾性率像

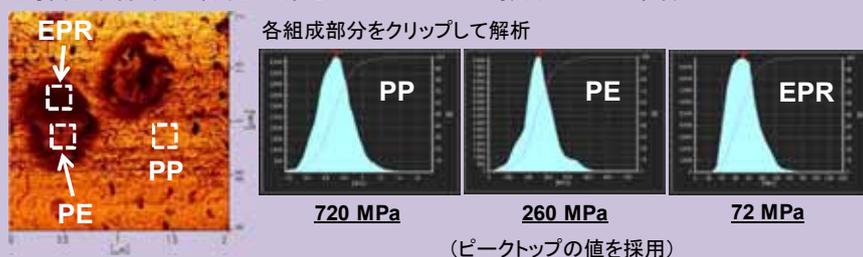


温度可変DFM測定(位相像)

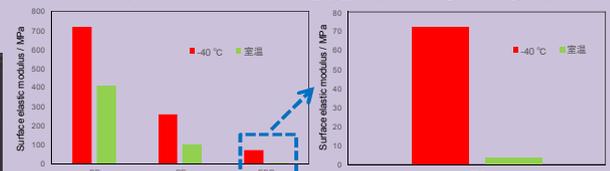


・明るいコントラスト・・・柔らかい、吸着が強い
・暗いコントラスト・・・硬い、吸着が弱い
-40℃以下で位相像のコントラスト差が小さくなり、ほぼ一様。

○弾性率像中の各組成部分のヒストグラム解析(-40℃条件)

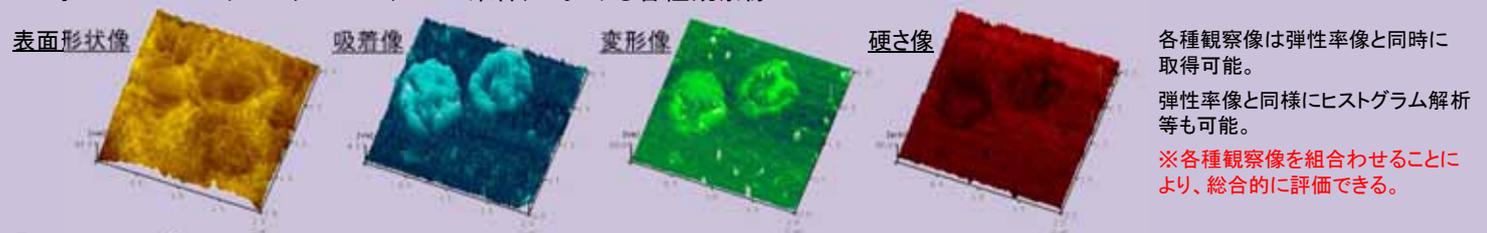


各組成成分における温度変化による弾性率変化



低温(-40℃)測定の結果より、室温測定に比べ、試料表面の弾性率が高くなっていることが示唆された。
特にEPR層(Tg: 約-30℃)では、弾性率が1桁高くなり、硬くなっていることが考えられた。

○フォースカーブマッピングモード(-40℃条件)における各種観察像



【Summary】

環境制御型の原子間力顕微鏡(AFM)により、ポリマーアロイの低温(-40℃)と室温における表面弾性率評価を実施し、その温度特性を評価することが出来た。