

AFMフォースカーブマッピングによるポリマーアロイの表面弾性率の温度特性評価

Evaluation of temperature properties for surface elastic modulus of polymer alloys by force curve mapping (FCV) with atomic force microscope (AFM)

※第68回高分子年次大会にて発表 (1Pb032)



(株)三井化学分析センター ○中島 智教

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

【Introduction】

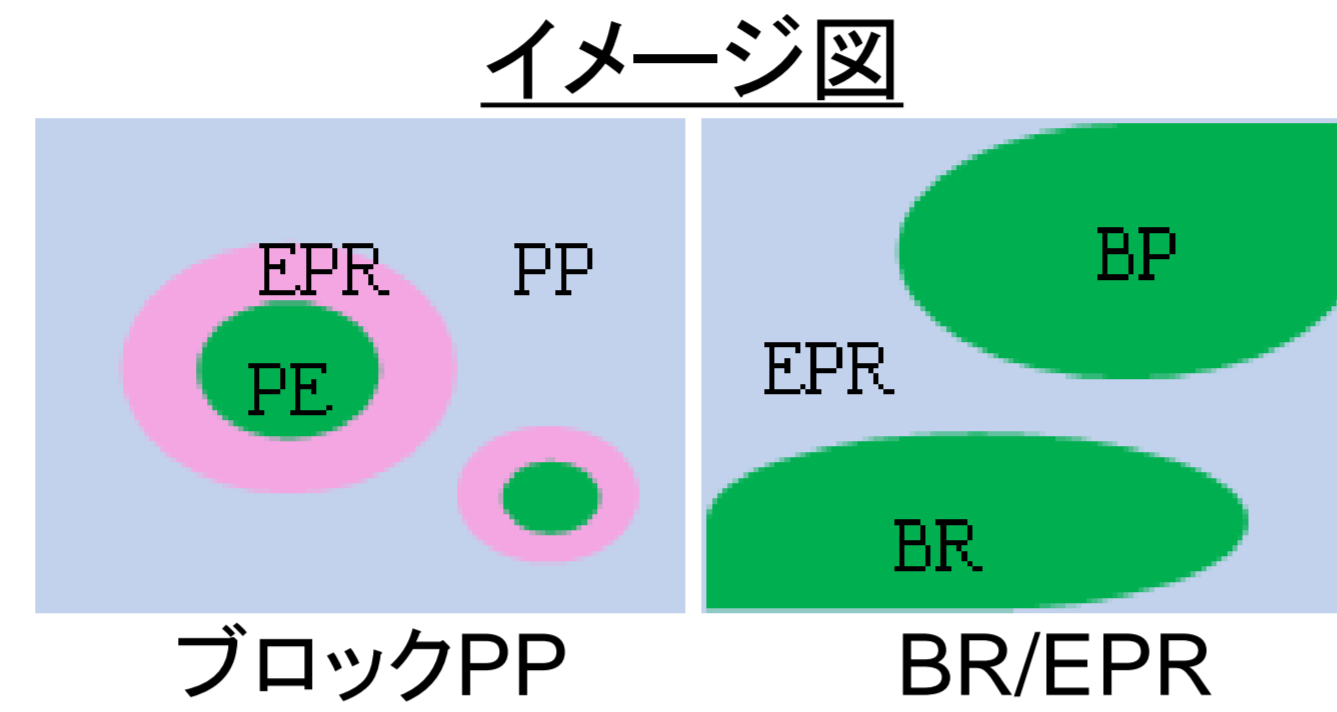
金属-樹脂、炭素繊維強化樹脂(CFRP)、ガラス繊維強化樹脂(GFRP)などの複合部材、ポリマーアロイなどの樹脂-樹脂材料やコーティング膜などにおける表面および界面での物性評価が重要となっており、局所的な弾性率評価が求められている。特に、自動車関係などでは、様々な温度(特に低温域)での弾性率評価のニーズが高まっている。そこで、走査プローブ顕微鏡(SPM)を用いて温度可変におけるポリマーアロイの表面弾性率測定を実施し、その温度特性を評価した。

【Experiment】

試料1:ブロックPP

試料2:BR/EPR

※クライオマイクロームで試料断面を作製したものを測定に用いた。



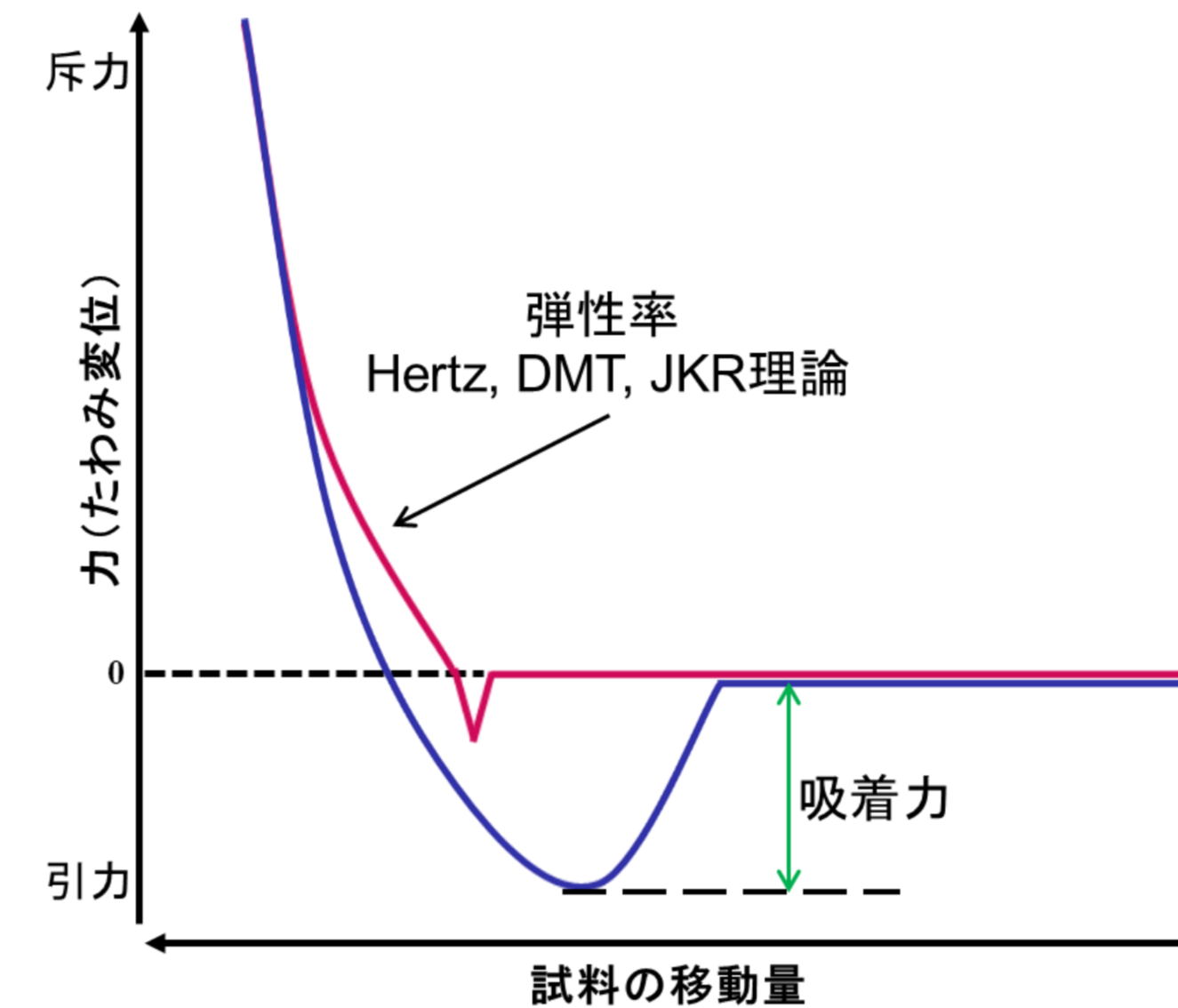
装置(SPM) : AFM5300E(日立ハイテクサイエンス株式会社製)
 測定モード : フォースカーブマッピングモード(SISモード)
 測定温度 : 室温、-40℃、-80℃、-120℃
 測定環境 : 大気中、真空中(1.0×10^{-4} Pa以下)
 カンチレバー : Si製カンチレバー

【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できる。

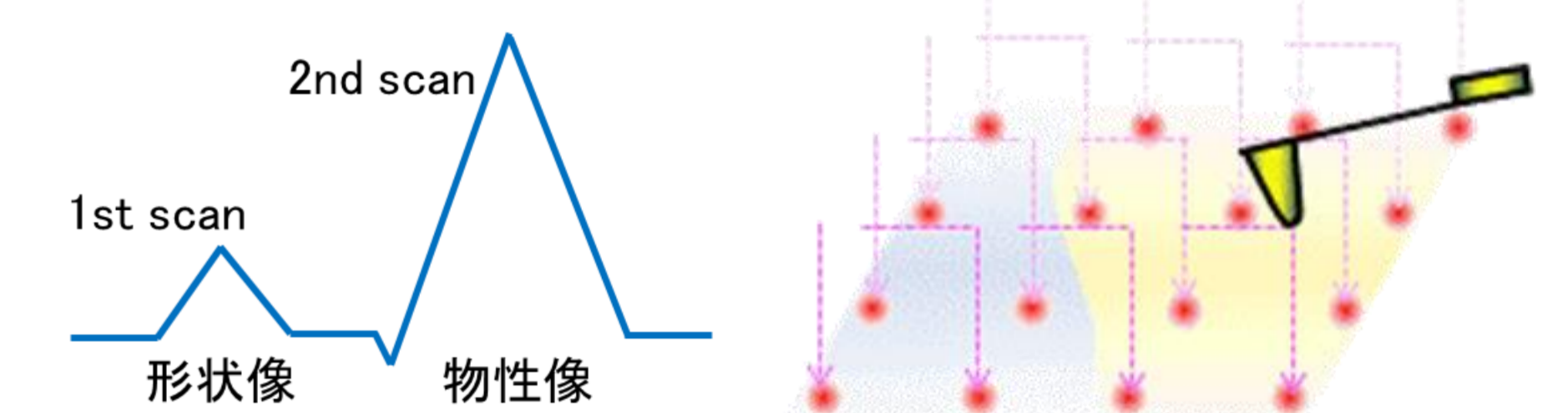
○フォースカーブとは…
 試料と試料間距離を制御して、カンチレバーに働く力(たわみ量)との関係をプロットした曲線。

フォースカーブ



測定イメージ

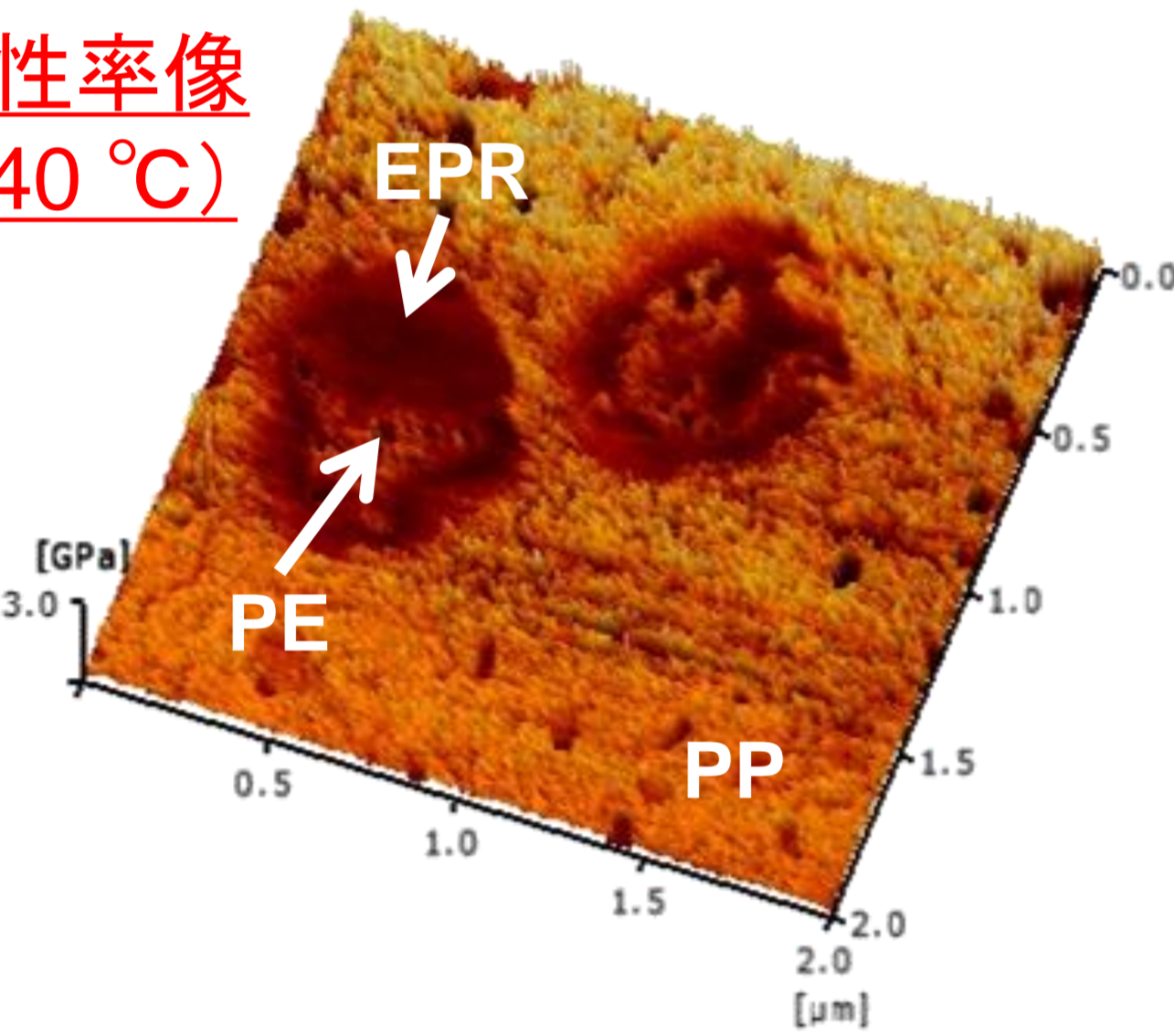
※SISモードとは…
 測定ポイントでのみ探針を接近させ、形状情報、物性情報を取得。
 データ取得時以外は探針を試料上空に待避させ、試料形状に合わせて走査スピードを自在にコントロール。



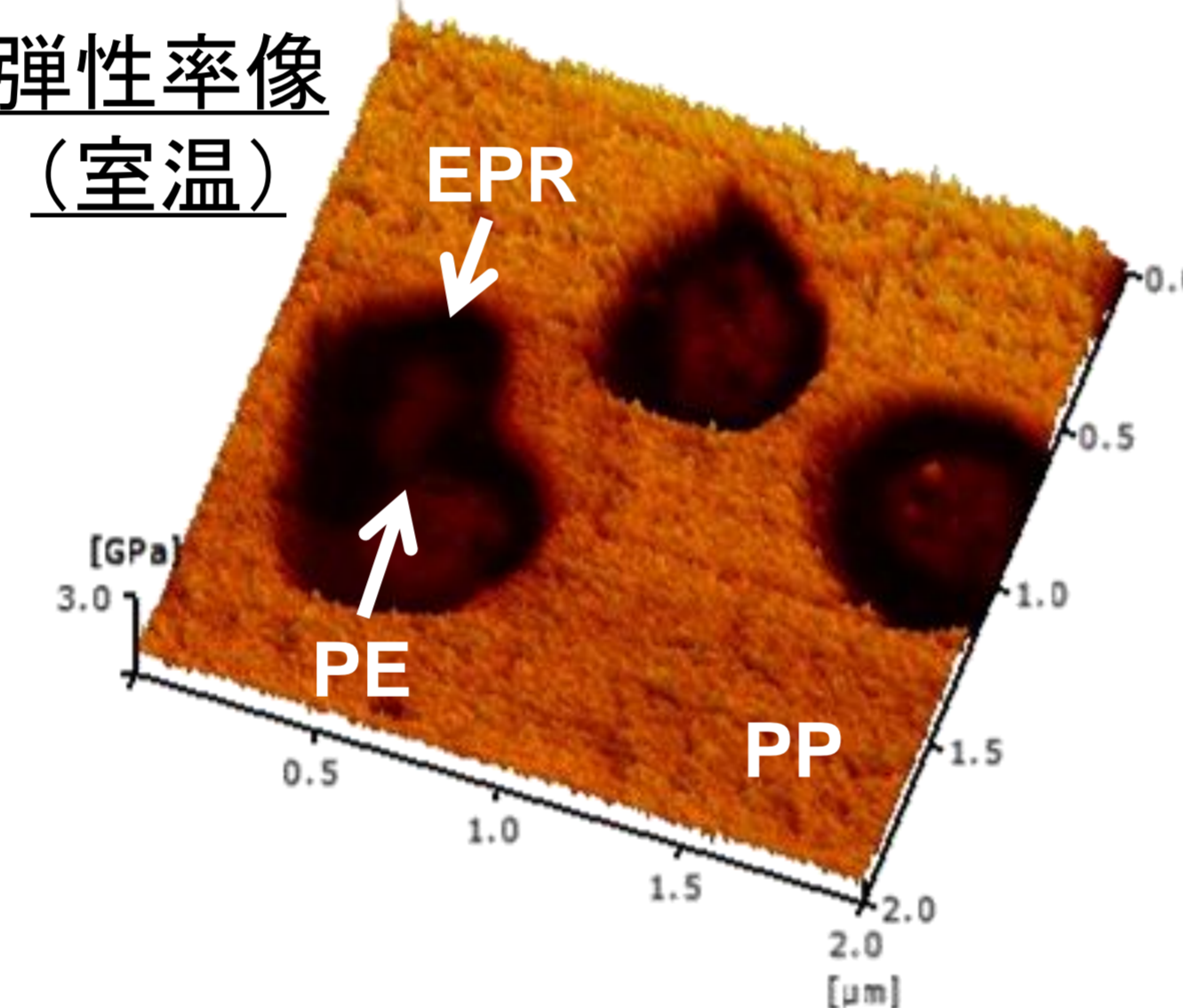
【Results】

○ブロックPPの-40℃における弾性率評価(第67回高分子討論会ポスター発表より)

弾性率像 (-40℃)



弾性率像 (室温)

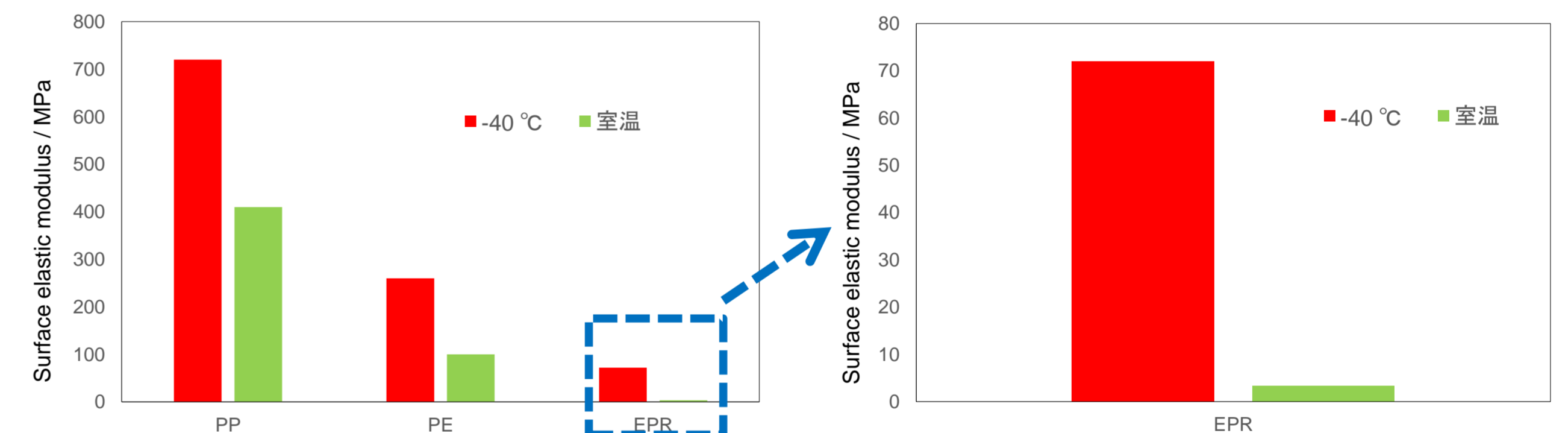


明るいコントラスト(弾性率が高い) 暗いコントラスト(弾性率が低い)

海島構造の島部分に着目すると、-40℃条件では室温条件に比べ、海部分とのコントラスト差が小さくなっていることが分かる。

各組成成分における温度変化による弾性率変化

各組成部分でクリップし、ヒストグラム解析

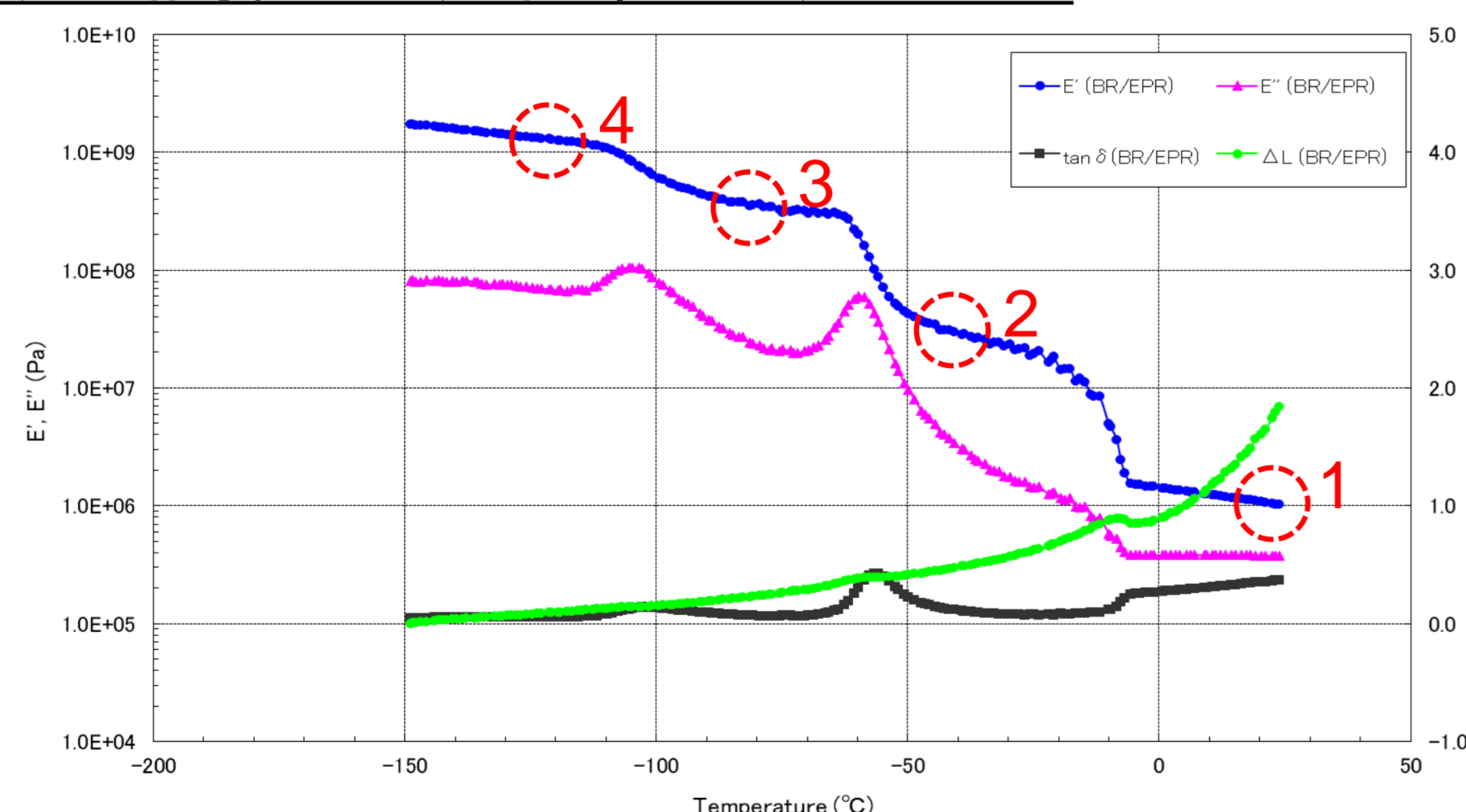


低温(-40℃)測定の結果より、室温測定に比べ、試料表面の弾性率が高くなっていることが示唆された。
 特にEPR層では、弾性率が1桁高くなり、硬くなっていることが考えられた。

フォースカーブマッピングにより、ブロックPPの低温(-40℃)と室温における表面弾性率測定を実施し、その温度特性を評価することが出来た。

○BR/EPRの温度変化による弾性率評価

動的粘弾性測定結果(引張モード)

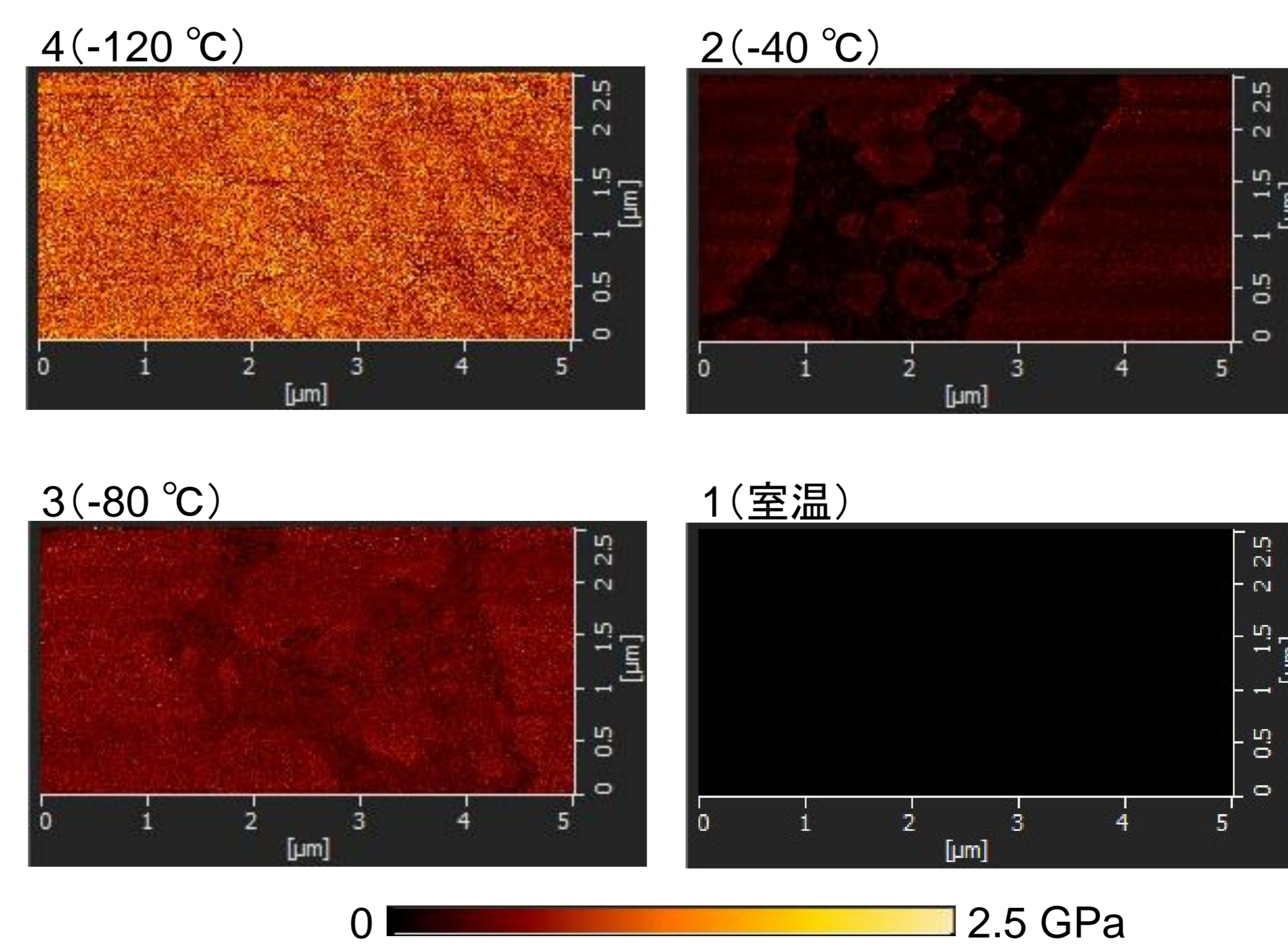


※弾性率の変化が大きい4箇所を測定を実施

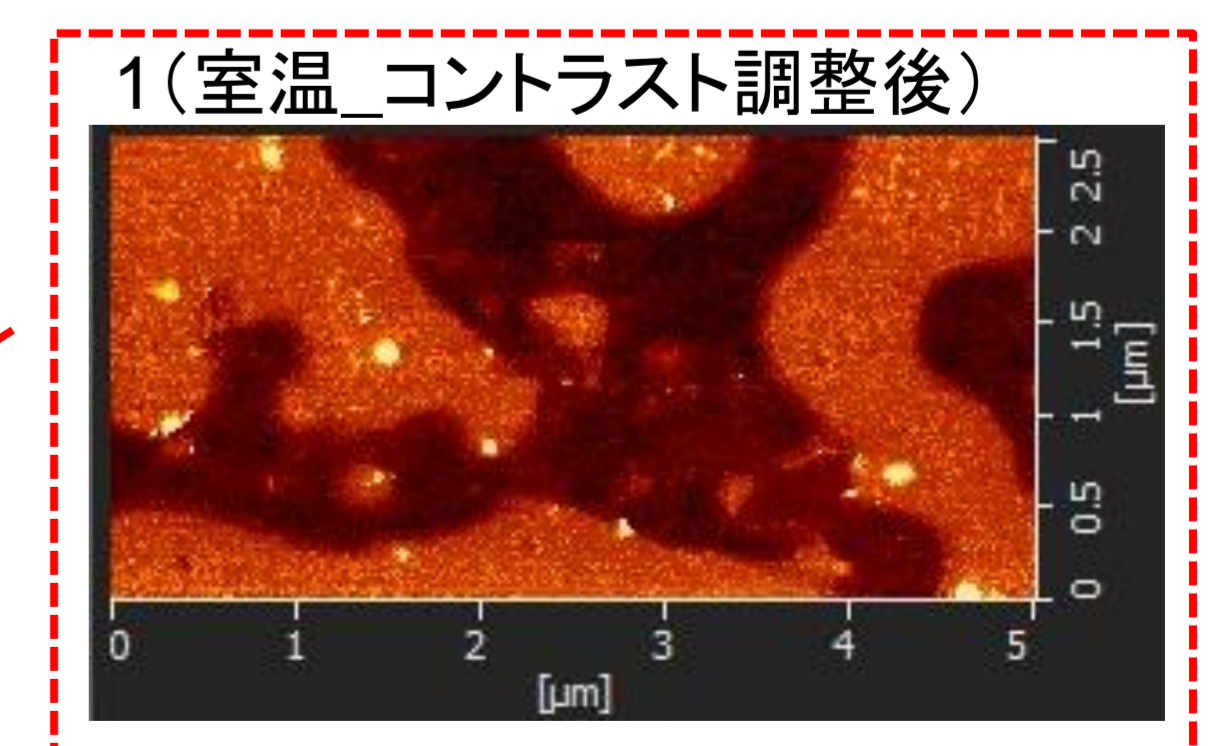
各温度における組成成分の状態

- 1(室温) BR:ゴム状, EPR:ゴム状
- 2(-40℃) BR:ゴム状, EPR:ゴム状
- 3(-80℃) BR:ゴム状, EPR:ガラス状
- 4(-120℃) BR:ガラス状, EPR:ガラス状

各測定温度における弾性率像(コントラスト統一)



- 1. BR:0.1-0.3 MPa, EPR:0.6-0.8 MPa
- 2. BR:0.02-0.04 GPa, EPR:0.1-0.3 GPa
- 3. BR:0.2-0.4 GPa, EPR:0.6-0.8 GPa
- 4. BR, EPR:0.8-1.0 GPa



BR/EPRの動的粘弾性測定結果とフォースカーブマッピングの各測定温度における弾性率像の結果より、整合性のある弾性率像を取得することが出来た。

【Summary】

フォースカーブマッピングにより、ポリマーアロイの低温域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。