

大気圧プラズマ処理を施した PTFE の経時変化と FTIR による振動解析

Aging of PTFE Treated by Atmospheric Pressure Plasma and Vibration Analysis of FTIR

中山 真斗¹⁾

指導教員 黒木 雄一郎¹⁾, 研究協力者 坂口 雅人²⁾, 加藤 聖隆³⁾

- 1) サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 電子セラミックス研究室
- 2) サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 複合材料構造研究室
- 3) 有限会社サーフクリーン

キーワード : PTFE, 大気圧プラズマ処理, FTIR

1. はじめに

フッ素樹脂は、フッ素を含むオレフィンの重合で得られる合成樹脂である。また耐熱性・耐薬品性・低摩擦性・非粘着性・難燃性・電気絶縁性といった特性に優れる。フッ素樹脂には多くの種類があるが中でも最も大量に生産されているのはPTFE (Polytetrafluoroethylene) であり、テフロン (Teflon) の商品名で知られている。PTFEは誘電率が低く、絶縁性が高いことから高周波基板への応用が期待されている。しかし接着性が低く、回路形成のために銅膜を密着する際は何らかの脱フッ素処理が必要である[1]。我々の研究室ではこれまで、大気圧プラズマ処理により、PTFE表面の接着強度が向上することを報告してきた(図1)[2]。また大気圧プラズマ処理をPTFEに施すと表面の水素が脱離し、酸素が結合することも報告した[3]。これらの実験結果より、接着強度の向上には表面化学種が大きな役割を果たしていることがわかった。しかし、プラズマ処理の後、どの程度の時間、処理が有効であるかは明らかになっていなかった。そこで本研究では、PTFEの表面に大気圧プラズマ処理を施し、試料表面における化学種の経時変化を確認することを目的とした。

2. 実験方法

(1) 試料作製

1.5mm厚のPTFEを約20mm×20mmに切り出した。切り出した試料に対して、洗浄液として2-プロパノールを使用し、10分間超音波洗浄した。その後2-プロパノールを揮発させる目的で24時間以上乾

燥させた。

(2) 大気圧プラズマ処理

図2に大気圧プラズマ処理装置の概略図を示す。洗浄した試料に10分間大気圧プラズマ処理を施した。Arガス5L/min、O₂ガス468ml/minをプラズマ発生ユニットとアース板の間に流入させ、100Vの交流電圧を印加しプラズマを発生させた。

(3) 一点反射ATR法によるFTIR測定

一点反射ATR法により未処理の試料と作製した試料の表面を振動解析した。測定条件として波数範囲700~4000cm⁻¹、分解能4.0cm⁻¹、積算回数20回で赤外反射強度を測定した。表面の結合状態の経時変化を調査するために、測定後試料を一定期間、常温、常圧の大気中に静置し、再度振動解析を実施した。

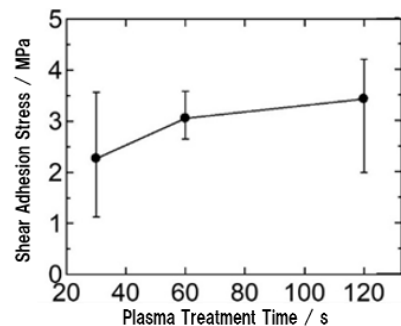


図1 大気圧プラズマ処理時間とせん断応力の関係[2]

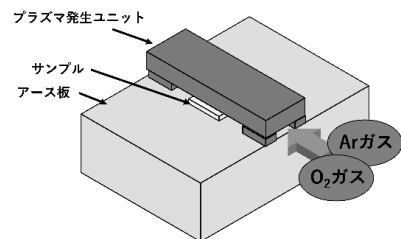


図2 大気圧プラズマ処理装置の概略図

3. 結果

図 3 に、未処理および 10 分間大気圧プラズマ処理した試料、その後一日経過した試料、さらに 17 日経過した試料の IR スペクトルを示す。すべての試料において CF_2 と CF_3 に起因するピーク (1201.65 と 1145.72cm^{-1})を確認した。

図 4 に図 3 の縦軸を 100 倍に拡大した IR スペクトルを示す。まず、未処理の試料の IR スペクトルに CH_2 伸縮に起因するピーク (2920.23 と 2852.72cm^{-1})を確認した。大気圧プラズマ処理を施したところ、 $\text{C}=\text{O}$ に起因するピーク (1884.45cm^{-1})の出現を確認した。また CH_2 伸縮に起因するピーク (2920.23 と 2852.72cm^{-1})が消失した。処理後、1 日経過した試料では、 $\text{C}=\text{O}$ に起因するピーク (1884.45cm^{-1})が前日と比べ減少した。更に 17 日経過した試料では、 $\text{C}=\text{O}$ のピークが消失した。また CH_2 伸縮のピークが出現することを確認した。

以上の結果から、プラズマ処理により試料表面に結合した酸素は 1 日経過すると脱離し、更なる時間の経過により徐々に CH_2 結合が回復することが確認された。 CH_2 結合の回復には、大気中に存在する H_2O もしくは H_2 といった水素を含む分子が関係しているものと考えている。

4. まとめ

PTFE 表面に大気圧プラズマ処理を施し、一点反射 ATR 法 FTIR 測定による振動解析を行った。大気圧プラズマ処理を施すことにより、試料表面の CH_2 結合が減少し、 $\text{C}=\text{O}$ 結合が増大することを確認した。また、大気圧プラズマ処理を施してから 1 日経過した試料表面は、前日と比べ $\text{C}=\text{O}$ 結合が減少した。更に 17 日経過した試料表面は CH_2 結合が増大することを明らかにした。

5. 今後の展望

増大した CH_2 結合が大気中の水素を含む分子によるものか確認するため、試料を大気中と真空中に一定期間静置し、表面化学種の状態を比較する。

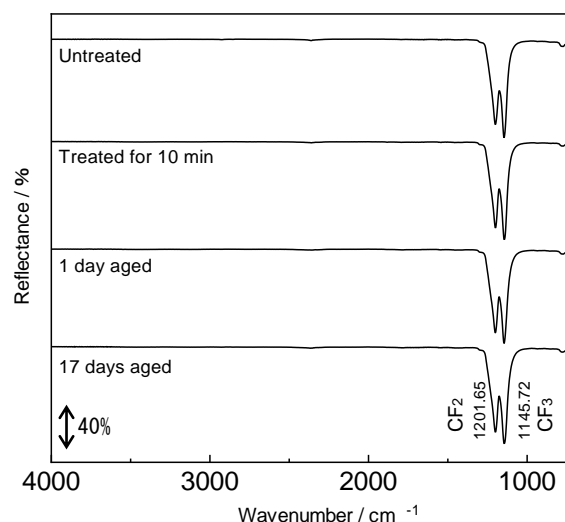


図 3 各試料の IR スペクトル

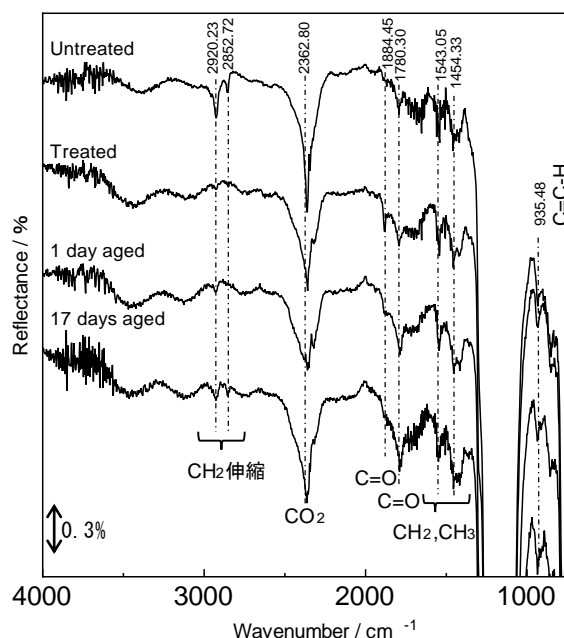


図 4 各試料の IR スペクトル (図 3 の 100 倍拡大)

6. 参考文献

- [1] 柴原正文, 赤松正守, 神崎仁, 山村和也: 一般社団法人表面技術協会, 表面技術, 58 巻 7 号, p. 420 (2007)
- [2] 松本悠希, “第 9 回大学コンソーシアム八王子学生発表会要旨集”, D125, 170-171 (2017)
- [3] 村山大地, “大気圧プラズマ処理による PTFE の表面処理と FTIR による振動解析”, D132, (2018)