

# テフロン移着膜の pMAIRS 法による分子配向定量解析

Quantitative analysis of molecular orientation of Teflon transfer membranes by pMAIRS method

小松大・生産システム（正）\*粕谷 素洋,（非）宇田 睦,（非）松下 美幸,

Science Tokyo 理学院（非）火原 彰秀, 京大化研（非）長谷川 健

○Motohiro Kasuya<sup>1</sup>, Ayumu Uda<sup>1</sup>, Miyuki Matsushita<sup>1</sup>, Akihide Hibara<sup>3</sup>, Takeshi Hasegawa<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Faculty of Production Systems Engineering and Sciences, Komatsu University

2. School of Science, Science Tokyo 3. ICR, Kyoto University

## 1. はじめに

高分子を含むソフト材料は、タイヤやエアコンの圧縮機、自動車のトランスミッションの摺動材、プラスチック歯車等の摩擦の関わる多くの機械分野に利用が広がっており、その学術的・系統的な理解はますます重要となっている。一方で、高分子摺動材料は耐摩耗性が低いことが課題であり、その基礎的理解が金属やセラミック等のハード材料に比して複雑である。よって摩擦研究の学術的な理解や理論的な取り扱いが困難であり、総当たりの・経験的な非効率な材料・機械開発が行われている現状がある。

これに対して著者らは、摩擦界面における高分子の化学結合・分子配向・ドメイン構造を定量的に評価できる多角入射分解赤外分光(pMAIRS)法が、高分子摩擦界面における構造変化の観測と、摩擦・摩耗との相関解明に有用であると考えた。pMAIRS 法(図 1)とは、p 偏光の赤外光の試料に対する入射角度を変えて赤外分光を行い、スペクトルの角度依存性を回帰分析することで 3 次元方向のスペクトルを定量的に得られる手法である<sup>1)</sup>。我々はこの pMAIRS 法を有機フッ素モデル物質に提供して、移着膜の 3 次元的な配向評価に有用であることを示してきた。そこで本研究では同手法を最もよく用いられる実用摺動有機フッ素材料であるテフロン摩擦界面に適用して、フッ素樹脂の摩耗に伴う分子構造情報を評価を試みた成果について報告する。

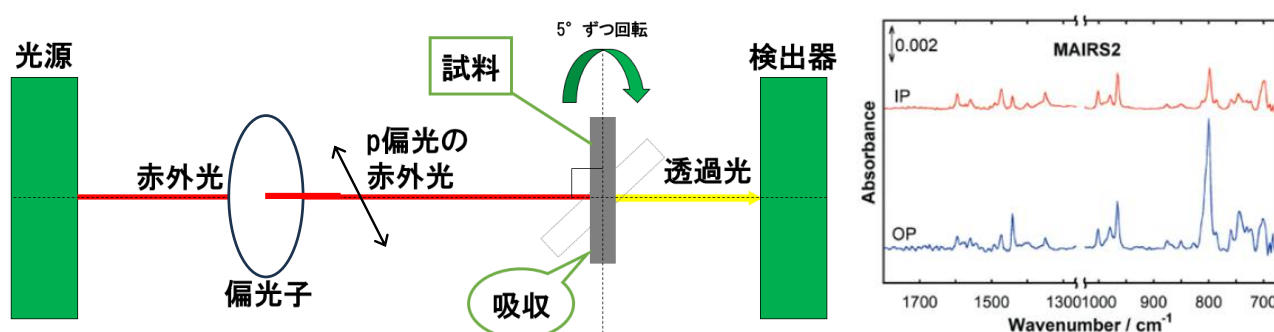


図 1 多角入射分解赤外分光(pMAIRS)法の模式図、および得られるスペクトル例

## 2. 実験

フッ素樹脂膜の調製には、基板の回転により均一に製膜するスピンコート法を採用した。市販のテフロン粒子分散液（ポリフロン D, ダイキン工業株式会社）を純水で希釈して（1-10 wt%, 300  $\mu$ L）基板に塗布後、2000rpm でスピンコートして基板上に成膜した。試料膜は 350℃ でアニールすることで結晶性を変化させ、その摩擦や配向への影響を調べた。基板は FT-IR 測定に適したシリコンウェハを用いた。

pMAIRS 測定には市販のフーリエ変換赤外分光器（Nicolet iS50, ThermoFischer 製）を用いた。FT-IR に

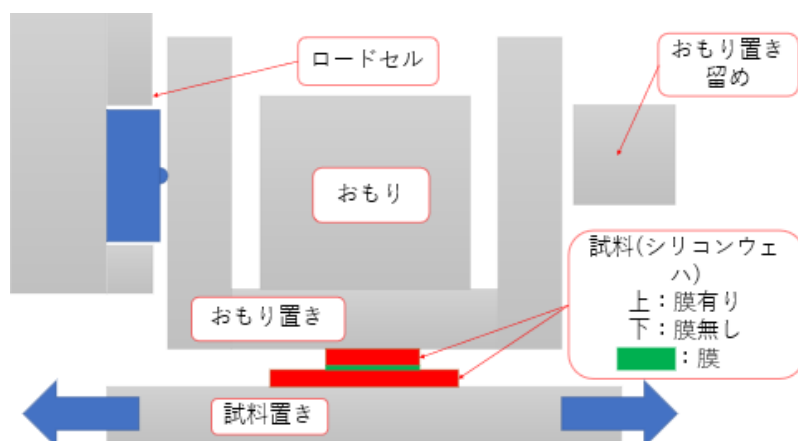


図 2 赤外分光機用試料作製のための自作摩擦試験機の模式図

おける赤外光の直径は約 10 mm であるため、摩擦後の薄膜の赤外吸収スペクトル測定には広い面を摩擦できる摩擦試験機が必要である。これが可能となる往復型の摩擦試験機(図 3)を設計、製作した。

この摩擦試験機を用いて、約 3 N の垂直荷重を印加して製膜試料とシリコンウェハを固定し 3~20 往復させた。試験時の摩擦力の推移をロードセルにより確認した。測定後の試料について、成膜試料と移着試料の両方について FT-IR による MAIRS 測定を行い、摩擦前後の分子の振動方向を面外(OP)と面内 (IP) のスペクトルに分割して評価した。

### 3. 結果と考察

摩擦回数 370 回の場合における、成膜側試料の pMAIRS 測定の結果を図 3 に示す。摩擦前後で  $1150\text{ cm}^{-1}$  付近、 $1220\text{ cm}^{-1}$  付近の CF2 由来のピークの減少が観測され、膜の摩耗に伴う分子数の減少が評価できる事が確かめられた。図 3 に摩擦距離 3 mm の摩擦回数ごとのピーク減少率を示す。摩擦回数が少ないと摩耗量が少なく摩擦回数が多いと摩耗量が多いように観測できる。図 4 に摩擦回数 370 回の移着膜側の pMAIRS 測定結果について示す。OP, IP スペクトルともに CF2 由来のピークが  $1150\text{ cm}^{-1}$  付近、 $1220\text{ cm}^{-1}$  付近に観測でき、テフロンに移着が確認できた。一方、摩擦回数がこれより少ない場合、これらのピークは明瞭には確認できなかった。また、摩擦力の摩擦回数ごとの変化から、摩擦回数 370 回では摩擦力が定常状態となっており、その原因が膜が安定に移着したことが原因だと考えられる。当日は結晶化による摩擦・摩耗の変化に及ぼす分子配向の影響について報告する予定である。

### 文献

- 1) T. Hasegawa, MAIRS: Innovation of Molecular Orientation Analysis in a Thin Film *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **2020**, *93*, 1127–1138.
- 2) 粕谷ら, 摩擦に伴う樹脂材料の分子配向変化の pMAIRS 法による定量的解析, トライボロジー会議 2024 東京.
- 3) T. Hasegawa, Physicochemical Nature of Perfluoroalkyl Compounds Induced by Fluorine *Chem. Rec.* **2017**, *10*, 903.

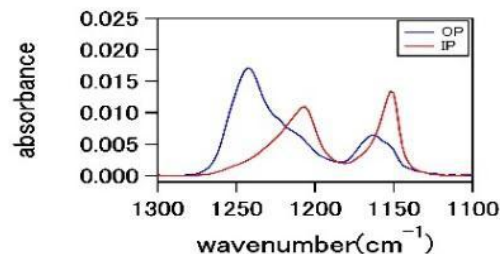
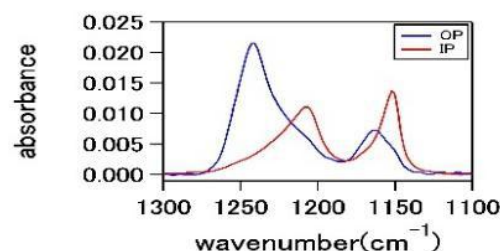


図 4 370 回摩擦前後の摩耗に伴うテフロン薄膜の pMAIRS スペクトル

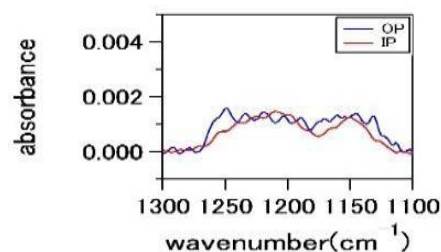


図 4 370 回摩擦後のテフロン薄膜の摩耗に伴う移着膜の pMAIRS スペクトル