

## ノート

# Ar プラズマ処理による 低密度ポリエチレンの帯電特性の変化

阿部 将和<sup>\*1</sup>, 松田 雄一\*, 村田 雄司\*

(2000年8月3日受付, 2000年9月11日受理)

## Change in Charging Characteristics of Low Density Polyethylene by Plasma Treatments in Ar Gas

Masakazu ABE<sup>\*1</sup>, Yuichi MATSUDA\* and Yuji MURATA\*

(Received August 3, 2000; Accepted September 11, 2000)

In the case of Ar-gas plasma treatment of polymer surface, the formation of the groups which contain oxygen is considered to be one of the reasons of the change in charging characteristics by the treatment. It has been considered that the oxygen atoms must be fixed when the treated surface was exposed to the atmosphere after the treatment because the treatment was carried out in Ar gas. In order to confirm this idea, we measured the contact and frictional charging of polyethylene films before and after the treated surface was exposed to the air. The results obtained showed that the oxygen atoms fixed on the polyethylene surface are the residual oxygen in the bell jar for the treatment.

### 1. はじめに

我々はプラズマ処理による接触・摩擦帶電特性の変化<sup>1)</sup>に着目し、実験を行っている。プラズマ処理では不活性ガス中での処理によっても、処理後の高分子材料表面には酸素を含む基が存在し、これが処理後の特性変化の有力な原因の一つであると考えられている。プラズマ処理の実験はほとんどの場合高真空系を用い、処理ガスに置換して行われているため、処理された高分子表面の酸素は、処理直後に試料を空气中に暴露する際に取り込まれたものと考えられて來た<sup>2, 3)</sup>。

我々は高真空系を用い高分子試料を Ar プラズマ処理する際、処理後の試料の空気暴露が酸素を取り込む原因であるか否かを検証する実験を行った。そのため、処理後 Ar ガス中で接触・摩擦帶電を測定し、外気に暴露した後で測定した場合とその結果を比較した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 プラズマ処理装置

本研究に用いた処理装置の概略を図 1 に示す。この装置は、

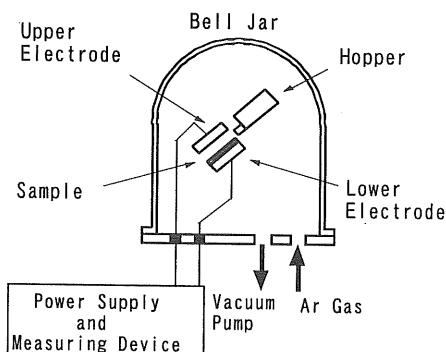


図 1 プラズマ処理装置

Fig.1 Plasma treatment system.

ベルジャー、真空系、50Hz 交流高圧電源、電流・電圧測定器、エレクトロメータ、Ar ガス導入機構、一对の平行平板電極からなる。電極部は、処理後に試料の帶電特性を測定できるよう帶電量測定装置としての役目を果たせるようにしてある。またこの装置の最高到達真圧度は  $4.0 \times 10^{-5}$  Torr である。

フィルム状の試料 (LDPE : 三菱化学工業 (株), 厚さ 33  $\mu\text{m}$ ) を下部電極上に固定し、次に装置内部を  $4.0 \times 10^{-5}$  Torr まで減圧し、再び Ar ガスを導入する置換動作を 5 回繰り返した後、Ar ガスを 1 Torr に保ち、電極に電圧を印加してプラズマを発生させ、処理を行う。

本実験では処理電力量を  $1000 \text{ kJ/m}^2$  一定とした。

キーワード : Ar, Ar プラズマ処理, 帯電特性, LDPE

\*東京理科大学理工学部 (278-8510 千葉県野田市山崎 2641)

Faculty of Science and Technology, Science University of Tokyo,  
Yamazaki 2641, Noda Chiba, Japan

j7300601@ed.noda.sut.ac.jp

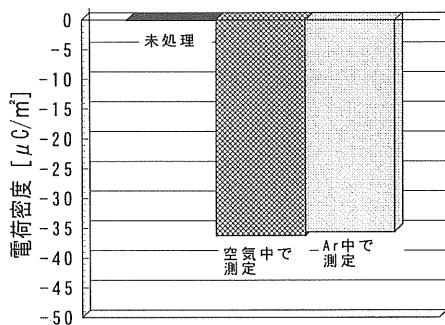


図2 処理後の空気への暴露と帯電特性の変化

Fig.2 Effect of exposure to air after treatment on the charging characteristics.

## 2.2 帯電特性測定方法

本実験で用いた帶電測定には、傾いた下部電極上にとりつけられた試料表面に銅ビーズ(平均粒径 450 μm)を滑落させ、接触摩擦帶電によって発生した電荷量を測るカスケード法<sup>4)</sup><sup>5)</sup>を用いた。銅ビーズの1回の滑落量は 10g である。

## 3. 実験結果

### 3.1 処理後の空気への暴露と帯電特性の変化

試料フィルムに対して、Ar プラズマ処理を行い、10 分後帶電量がどのように変化したかを調べた。結果を図2に示す。帶電電荷密度は、Ar プラズマ処理後試料を空気に暴露せず Ar ガス雰囲気内で 10 分間保存した後に測定したものでは  $-35.6 \mu\text{C}/\text{m}^2$ 、また Ar プラズマ処理直後空気に暴露し 10 分間保存した後に測定したものは  $-36.2 \mu\text{C}/\text{m}^2$  となり、両者とも未処理時 ( $-0.0712 \mu\text{C}/\text{m}^2$ ) に比べ大幅に増加したもの、処理後の条件の違いによる差はほとんどみられなかった。

### 3.2 処理後の空気への暴露時間と帯電特性の変化

Ar プラズマ処理後、試料を空気に暴露するまでの時間を変化させ、帶電電荷密度がどのように変化したかを調べた。結果を図3に示す。これから、空気暴露までの時間が数分以内ではこの時間の増加に対して電荷密度が低下する傾向が見られるが、それ以降はほとんど変化していないといえる。

### 3.3 Ar ガスへの置換条件の違いによる帯電特性の変化

Ar ガス導入時の条件として、最高真空度を  $4.0 \times 10^{-4} \text{Torr}$  とし置換を1回を行なった場合と、 $4.0 \times 10^{-5} \text{Torr}$  とし置換を5回行なったものとで処理直後の帶電特性にどのような変化が生じるかを調べた。その結果、前者の方が後者よりも約 17% 高い電荷密度が得られた。結果を図4に示す。

## 4. 考察

本実験で使用した高真空系による実験では Ar プラズマ処理で、低密度ポリエチレンの銅ビーズの滑落による帶電電荷密度の変化は、処理後の試料の空気暴露によってほとんど影響を受けないことが分かった。また、空気から Ar ガスに置換する際、到達真空度を高くし、置換回数が多くなると、帶電

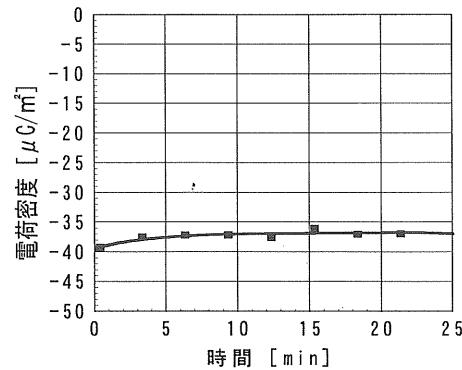


図3 処理後の空気暴露までの時間と帯電特性の変化

Fig.3 Relation between the time before exposure to the air and charging characteristics.

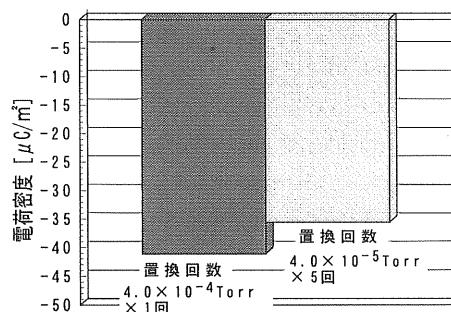


図4 Ar ガスへの置換条件の違いによる帯電特性の変化

Fig.4 The effect of Ar-substitution condition on charging characteristics.

電荷密度は少なくなった。これらと、試料への酸素導入量に伴い負極性への帶電特性が強くなるという報告<sup>6)</sup>により、Ar プラズマ処理による酸素の導入は、処理後の空気暴露によるものではなく、処理ガス中の残留酸素あるいは処理装置内面からなどの放出酸素による可能性が高いものと思われる。今後、処理試料の表面元素分析を行うとともに、超高真空装置を用い、残留酸素を低下させた実験を行うことによって、本実験の結果を検証する予定である。

## 5. まとめ

高真空系を用いた Ar プラズマ処理では低密度ポリエチレンの帶電電荷密度の変化は主に処理中に起こり、処理後に酸素と接触することによる影響は少ない。

## 参考文献

- 1) H.Takeda and Y.Murata : Jpn.J.Appl.Phys., 35 (1996)
- 2) 長田義仁：プラズマ重合 pp.236-278, 東京化学同人 (1986)
- 3) 畑田研司, 小林弘明 : 表面科学, 5 (1984) 408
- 4) H.W.Gibson : J.Am.Chem.Soc., 97 (1975) 3832
- 5) 小口寿彦 : 静電気学会誌, 15 (1991) 349
- 6) 松田雄一, 小阪拓之, 村田雄司 : 静電気学会講演論文集'96 pp.61-64 (1996)

## ノート

# 大気圧 N<sub>2</sub> プラズマ処理によるポリエチレン粉体の帯電特性の変化

長澤俊之<sup>\*1</sup>, 村田雄司\*

(2000年8月3日受付, 2000年9月11日受理)

## Change in Charging Characteristics of Polyethylene Powder Particles by Plasma Treatment in N<sub>2</sub> Gas of Atmospheric Pressure

Toshiyuki NAGASAWA<sup>\*1</sup> and Yuji MURATA\*

(Received August 3, 2000; Accepted September 11, 2000)

In order to improve the characteristics of contact and frictional charging of polyethylene powder, the effect of plasma treatment in N<sub>2</sub> gas of the atmospheric pressure was investigated using a fluidized bed. After 30 minutes treatment with plasma of 300mW, the charge to mass ratio of polyethylene powder particles of 160 μm in mean diameter by contact and friction with glass beads increased 3 times as much as that before treatment.

### 1. はじめに

電子写真や静電粉体塗装のように高分子の帯電現象を利用した技術が普及してきている。このような技術において粉体の帯電量の制御が必要とされている。

古くから高分子材料の表面改質の方法としてプラズマ処理が行われている。このプラズマ処理によって高分子フィルムの帯電特性を変化させられることはわかつており<sup>1)</sup>、粉体への適用も研究されている<sup>2,3)</sup>。しかし、プラズマ処理は一般に装置内を低圧に保つ必要がある。そのため、粉体を処理装置に送り込むことが容易でなく、粉体を大量に処理する場合には、装置が複雑で高価になる。同様のプロセスを大気圧下で行うことが出来れば、コストなど多くの点で有益なはずである。

本研究では高分子フィルム表面の接触角を変化させられることが確かめられている大気圧下でのプラズマ処理<sup>4,5)</sup>を適用し、粉体の帯電特性を変化させることを試みた。

粉体を処理する上での問題点として、比表面積が大きく、形状やサイズの異なる粒子を凝集させることなく、個々の表面を均一に処理しなければならないという点があげられる<sup>6)</sup>。そこで本研究では粉体に流動層を形成させることで、均一に処理することを試みた。

**キーワード:** 粉体、大気圧、プラズマ処理、帯電特性、流動層  
\*東京理科大学理工学部 (278-8510 千葉県野田市山崎 2641)

Faculty of Science and Technology, Science University of Tokyo,  
Yamazaki 2641, Noda Chiba, Japan  
1:j7300629@ed.noda.sut.ac.jp

### 2. 実験方法

#### 2.1 プラズマ処理装置

本実験に用いた大気圧プラズマ処理装置は、50Hz 交流高圧電源、プラズマ処理管、ウインドボックス、ガス供給源で構成している。プラズマ処理管はアクリル棒(直径 10mm)にらせん状に直径 50 μm のステンレスワイヤをピッチ 10mm で巻いたワイヤ電極、アクリル円筒(内径 34mm)、及び円筒外壁に密着した網状の接地電極で構成されている。図 1 にプラズマ処理装置の概略を示す。ウインドボックス内に送り込まれた処理ガスがエアフィルタを通してプラズマ処理管に入り、試料粉体 10g を流動化させる。一方、ワイヤ電極に高圧交流電圧を加えることによりプラズマを発生させて処理を行う。本実験は処理ガスとして窒素ガスを、試料粉体として高密度ポリエチレン粉体(三井石油化学工業、Hi-Zex Gp, 平均粒径 160 μm)を使用した。

#### 2.2 プラズマ処理直後の試料粉体の帯電量

プラズマ処理直後の試料粉体 1g の帯電量をファラデーケージによって測定し、比電荷を求めた。

#### 2.3 試料粉体の接触摩擦帯電特性

ガラス容器の中に粉体 1g と粒径 2.0~2.6mm のガラスピース 40g を入れ、この容器を 29 rpm で 10 分間回転させることにより粉体とピースを混合帯電させる。その後、プローオフ法によって比電荷を求めた。

### 3. 実験結果

平均電力 300mW で処理した直後の粉体の比電荷を図 2 に示す。比電荷は未処理の粉体が 3.8nC/g であったのに対し、プラズマ処