

(様式第 5 号)

入射 X 線エネルギー可変光電子分光法によるプライマー処理した
被着体表面の化学結合状態の解析

Analysis of the chemical bond state on adherend surfaces
with primer treatment by X-ray photoelectron spectroscopy

林田 丈博, 淵上 正樹
Takehiro Hayashida, Masaki Fuchikami

株式会社 戸上電機製作所
Togami Electric Mfg. Co., Ltd.

1. 概要 (注：結論を含めて下さい)

接着剤のぬれ性良好のシランカップリング剤とぬれ性不良のシランカップリング剤の被着体表面における化学結合状態を確認し、接着剤のぬれ性が異なる要因を検討した。分析の結果、両者共に塗布膜の最表面と内部では、Si の結合状態が異なることが示唆されたが、両者の化学結合状態に差異は確認されなかった。このことから、今回の分析によるシランカップリング剤のぬれ性の差異要因を見出すことは出来なかった。

(English)

Chemical-bonding states of the silane coupling agents having good and poor wettability on the adherend surface were confirmed, and the causes of wettability difference were examined. The analysis implied that the bonding states of Si for each type were different in the outermost surface and inside of the coated layer. However, no difference on the chemical-bonding states for each wettability type were confirmed. In conclusion, difference factors in wettability of silane coupling agents could not be found in this analysis.

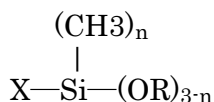
2. 背景と目的

シランカップリング剤と接着剤を用いた材料の接着を検討している。その検討において、同系統のプライマーでも、接着剤のぬれ性に差が生じており、そのぬれ性の差が接着性にも影響していることがわかった (検討に用いている接着剤は同一)。この原因として、プライマー塗布後の被着体表面の化学結合状態に差異があり、それが影響している可能性が考えられる。そこで、入射 X 線エネルギー可変光電子分光法による深さ方向分析手法を用いて、シランカップリング剤の塗布膜の最表面と内部の化学結合状態の違いを、接着剤のぬれ性が異なるシランカップリング剤で比較し、原因の特定を行う。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

①試料の作成

測定上の問題から、実際の接着対象物を用いることは困難であったため、シリコンウエハを被着体とした。まず、シリコンウエハの表面をアセトンにて脱脂し、常温乾燥後、刷毛にてシランカップリング剤を塗布した。その後、常温にて30分乾燥を行い、測定試料とした。



X : 反応性官能基 OR : 加水分解性基
アミノ基等 OCH₃

OC₂H₅

OCOCH₃

Fig.1 シランカップリング剤の化学構造

②試料の分析

XPS/NEXAFS測定装置を用いて、通常の直入斜配置で入射X線のエネルギーを変え、シランカップリング剤塗布膜の最表面及び内部の各元素の化学結合状態を調べた。なお、ナローズキャンはシランカップリング剤の構成元素であるC・O・Si・Nにて行い、最表面の分析を各元素の結合エネルギーより高い600eVのエネルギーで、内部の分析を1000eVのエネルギーで行った。

4. 実験結果と考察

Fig.2 に 1000eV で分析した Si2p のナローズキャンを、Fig.3 に 600eV で分析した Si2p のナローズキャンを示す。ぬれ性良好品及び不良品共に内部と最表面で Si の化学結合状態が異なる可能性が示唆された。しかし、ぬれ性良好品と不良品の両者に差異がなく、ぬれ性と化学結合状態の違いの関係を見出すことは出来なかった。なお、他の元素 (C・O・N) に関しては、全分析条件において差異は確認されていない。

また今回の分析結果において、ノイズの発生が著しいものがあるなど確認が難しいものがあった。これに関しては、シリコンウエハへのシランカップリング剤の塗布状態が影響している可能性があるため、今後分析する際は、塗布条件の適正化も必要であると考えられる。

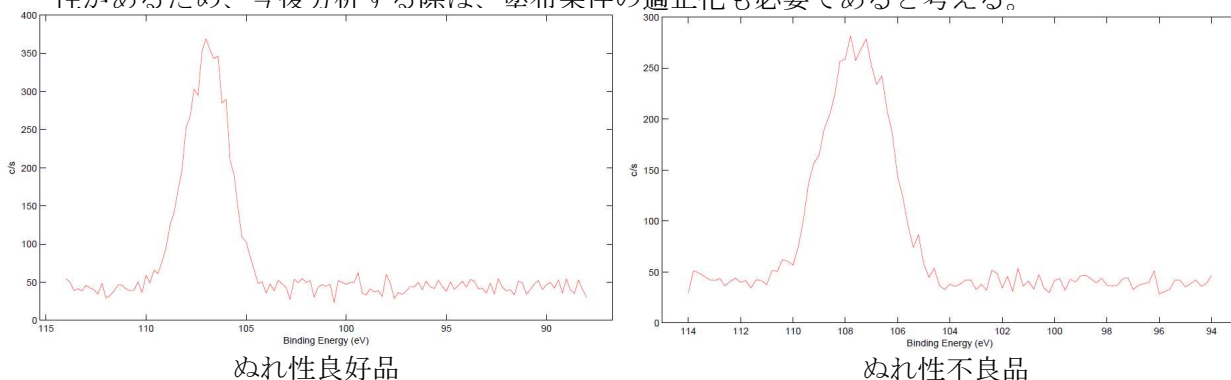


Fig.2 分析エネルギー1000eVにおけるSi2pのナローズキャン

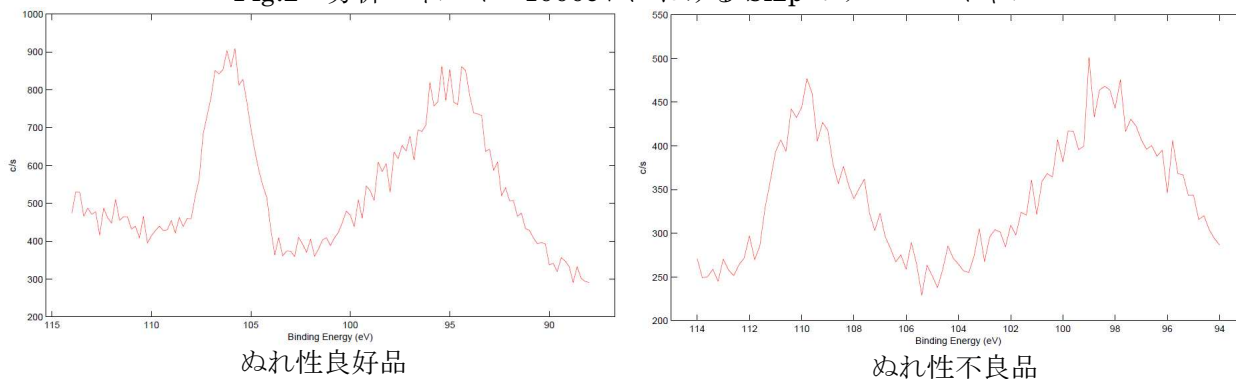


Fig.3 分析エネルギー600eVにおけるSi2pのナローズキャン

5. 今後の課題

シランカップリング剤の塗布状態が測定結果に影響している可能性が考えられる。今回は実際の接着作業が刷毛塗りであったため、試料作成も同様に行ったが、塗布状態が一定となるような試料の作成方法も検討する必要があると考える。

6. 参考文献

該当なし

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

該当なし

8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3)

シランカップリング剤・光電子分光法

9. 研究成果公開について (注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください(2013年度実施課題は2015年度末が期限となります。))

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文(査読付)発表の報告	(報告時期：	年	月)
② 研究成果公報の原稿提出	(提出時期：	年	月)