



熱硬化高分子薄膜の表面解析

所属	日産化学工業株式会社	ビームライン	BL05
利用者氏名	野原 雄貴	利用分野	産業分析
利用年度	2012年度	活用技術	X線吸収分光

利用成果の概要

カルボン酸含有ポリマーとエポキシ系架橋剤を用いた熱硬化膜について、熱硬化の過程での化学結合状態の変化をNEXAFSにて解析することを目的とした。測定サンプルはSiウエハ上に塗布して燃焼させた膜を用い、全電子収量(TEY)法を用いたX線分光測定を行った。C-K端スペクトルでは焼成温度の違いによって、285.3eV付近と288.6eV付近のピーク強度比に違いが観測された。その他、ポリイミド、シロキサン薄膜の測定も実施し、スペクトルを取得することができた。

〈利用目的〉

高分子薄膜材料の特性には、表面の形状、組成、化学結合状態など物理的・化学的状态が大きく関与している。中でも、表面(nmオーダー)の化学結合状態や構造は特性を把握する上で非常に重要であり、XPS(X-ray Photoelectron Spectroscopy)、ToF-SIMS(Time of Flight - Secondary Ion Mass Spectrometry)等の表面分析法を利用することで幅広い材料の解析が行われている。XPSは化学シフトから表面の化学結合情報が得られるという特徴があるが、結合状態によってはシフト幅が小さくFT-IRのように多くの官能基を区別することが困難である。例えば、カルボン酸とエステル、アルコールとエーテルなどはピークが互いにオーバーラップし通常のXPS測定では区別することができない。今回は、カルボン酸含有ポリマーとエポキシ系架橋剤を用いた熱硬化膜について、熱硬化処理条件を変えたサンプルをNEXAFS測定し、この測定の優位性を確認し、それぞれの過程での化学結合状態の変化を解析することを目的とした。

〈実験方法〉

カルボン酸含有ポリマーとしてMMA-MAA copolymerを用い、エポキシ系架橋剤としてTetraglycidyl Diaminodiphenyl methaneを用いた。サンプルはSiウエハ上に塗布し各温度で焼成させたものを用意した。温度は、100度、150度、220度である。測定は全電子収量(TEY)法にて行った。

〈実験結果〉

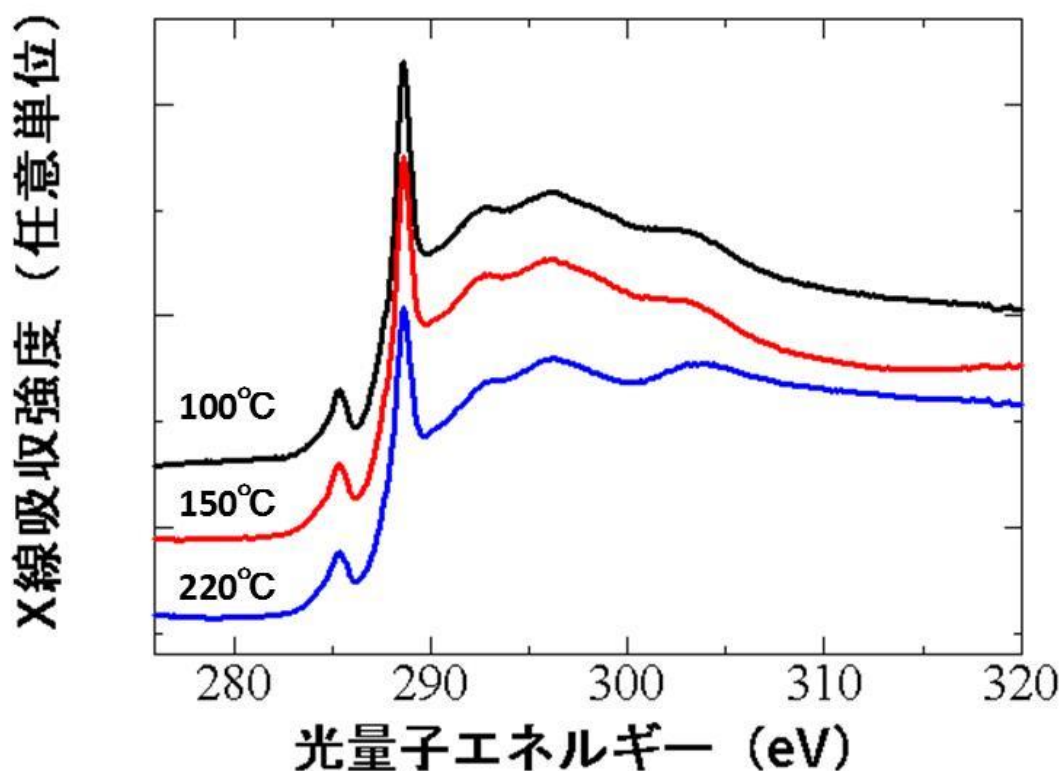
C-K端スペクトルで焼成温度の違いによって、285.3eV付近と288.6eV付近のピーク強度比に違いが観測された(図参照)。架橋反応の進行による化学結合状態の違いが、スペクトルの違いに表れている可能性が示唆された。

〈今後の見通し〉

XPSでは区別できない化学結合状態の違いをNEXAFSでは評価できる可能性があることが分かった。その他、ポリイミド、シロキサン薄膜の測定も実施し、スペクトルを取得することもできた。今回得られた結果が、化学結合状態の違いによるものかについては、別の分析方法や理論計算と併せて解析を実施する予定である。

<図面等>

C-K端 XANESスペクトル



C-K edge XANES spectra of MMA- MAA co-polymer films with TGDDM at various temperature

問い合わせ先

兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所
ニュースバル放射光施設 共用促進室

〒678-1205 兵庫県赤穂郡上郡町光都1-1-2
TEL : 0791-58-2543 FAX : 0791-58-2504
E-mail : kyoyo@lasti.u-hyogo.ac.jp