

TOF-SIMS による汚染粘着剤除去評価

1. はじめに

表面、塗装や接着の不具合の原因を調べるため、表面汚染の分析に関する技術相談があります。例えば、製品や部品の製造・搬送時に、加工油や粘着剤が予期せず付着・残存することがあります。しかし、このような油や粘着剤の付着量は極めて少ない場合が多く、不具合が起こっていても、汎用分析装置では表面汚染物質を検出できないことがあります。ここでは、当センターの高度計測分析機器の1つである飛行時間型二次イオン質量分析装置（TOF-SIMS）を表面汚染の評価に用いた例を紹介します。

2. 粘着剤汚染除去の TOF-SIMS による評価

TOF-SIMS で粘着剤の除去の程度を評価するため、①清澄なガラス、②養生テープを貼って剥がしたガラス、③エタノールを含浸させた紙ウエスで②を1回拭取りしたもの、④エタノールを含浸させた紙ウエスで②を5回拭取りしたものを試料として用意しました。試料②について、目視では粘着剤の付着は確認できず、顕微 ATR 赤外分光分析でも、粘着剤の付着は確認できません（図1）。

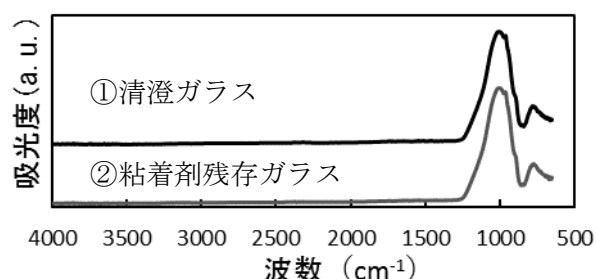


図1 ガラス表面の IR スペクトル(顕微 ATR)

一方、試料②を TOF-SIMS で測定すると、ガラスに由来する Si^+ (m/z 28)、 SiO_2H_3^+ (m/z 63) のフラグメントがほとんど消失し、反対に粘着剤由来の C_3H_5^+ (m/z 41)、 C_3H_7^+ (m/z 43)、 C_4H_7^+ (m/z 55)、 $\text{C}_4\text{H}_{11}^+$ (m/z 57)、 C_5H_9^+ (m/z 69)、 $\text{C}_5\text{H}_{11}^+$ (m/z 71) の有機物フラグメントが明瞭に現れます（図2）。表1は試料①～④の TOF-SIMS のフラグメントイオン強度比です。ゴム系粘着剤の成分であるイソプレンなどの飽和炭化水素に由来するイオン（網掛け部分）が拭取り回数が増えるほど減少しています。また、5回拭取りしても有機フラグメントが劇的に減少して元の清澄面に戻ることはなく、汚染付着物の除去の難しさもわかります。

表1 TOF-SIMS フラグメントイオン強度比

イオン	① 清澄面	② 粘着剤残存	③ 1回拭取	④ 5回拭取
Si^+	0.0217	0.0054	0.0308	0.0399
C_3H_5^+	0.0141	0.0596	0.0534	0.0567
C_3H_7^+	0.0075	0.0942	0.0543	0.0497
C_4H_7^+	0.0047	0.0529	0.0319	0.0371
C_4H_9^+	0.0063	0.0982	0.0436	0.0275
C_5H_9^+	0.0011	0.0284	0.0108	0.0131
$\text{C}_5\text{H}_{11}^+$	0.0005	0.0400	0.0146	0.0069

3. おわりに

TOF-SIMSは非常に表面に敏感で有機物の汚染の調査には有効な手法ですが、定性分析であるため比較試料が必要です。候補物質や処理前後など比較対照試料を用意すれば、課題解決のためのより多くの情報が得られます。

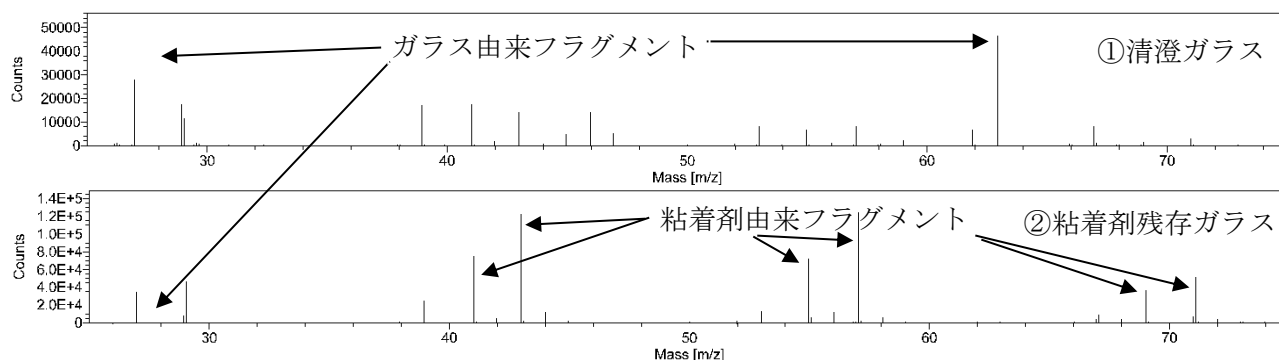


図2 ガラス表面の TOF-SIMS スペクトル



共同研究支援部 計測分析室 中尾俊章 (0561-76-8315)

研究テーマ：表面分析・X線構造解析

担当分野：材料分析