

走査プローブ顕微鏡 (SPM) を用いた粘着剤の糊残り解析

Analysis of adhesive deposit on adherend surface by scanning probe microscopy



(株)三井化学分析センター ○生井 勝康

Mitsui Chemical Analysis & Consulting Service, Inc., 580-32, Nagaura, Sodegaura, Chiba 299-0265, Japan

【Introduction】

粘着テープなどの粘着剤を剥離した後の被着体表面での糊残りの評価法として、目視での観察や接触角測定などが一般的な方法である。しかしながら、接触角法では、ブランク表面よりも、接触角が小さくなってしまいう現象が見られており、このようなケースでの原因解析は、局所領域での分析手法が必要となる。

これまでに、走査プローブ顕微鏡 (SPM) を用いて、高分子の表面物性に寄与すると考えられている表面の分子運動性及び表面官能基などの化学状態を評価することにより、ナノメートルスケールでの表面の劣化解析に適用し、報告してきた[1, 2]。今回、これらの手法を用いて、局所領域での糊残り解析を試みた。

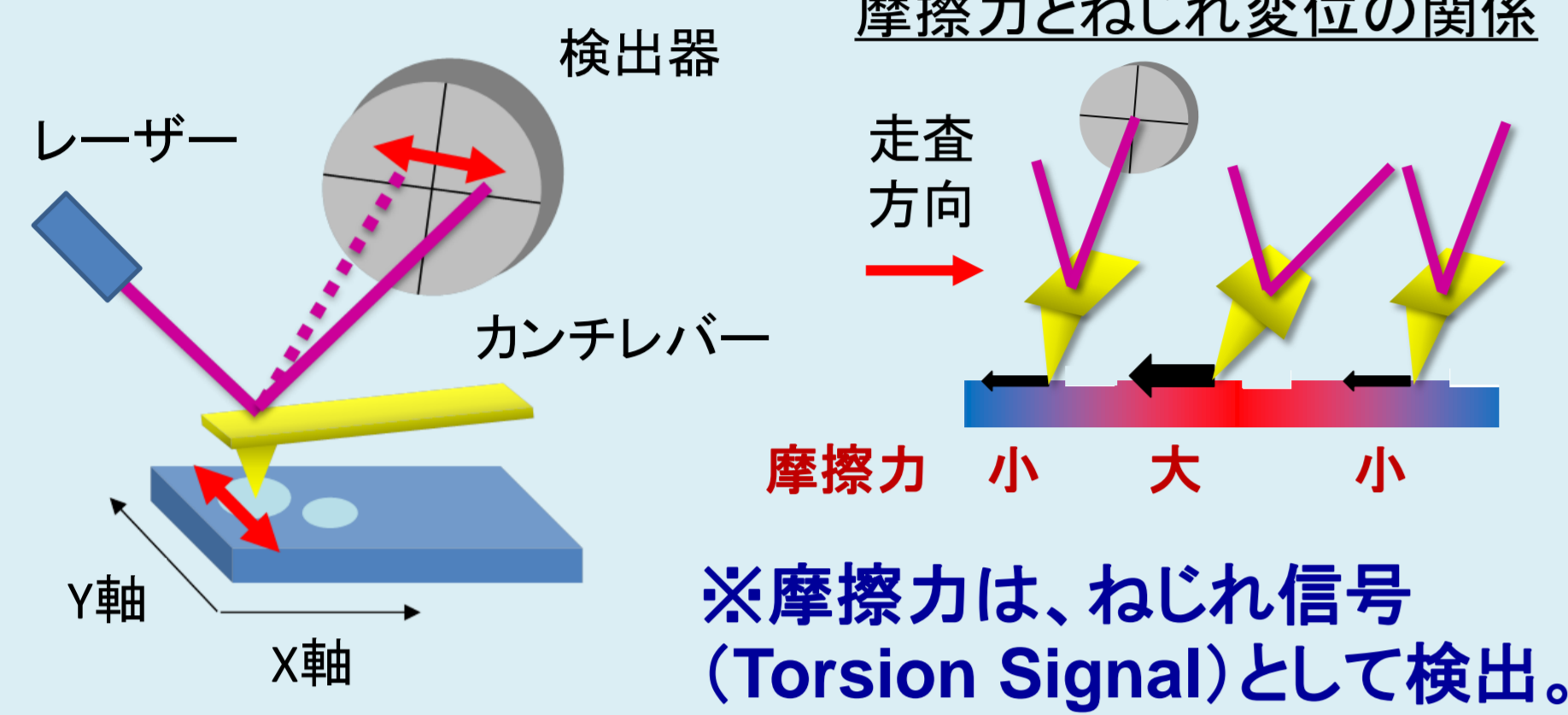
【Methods】

・水平力顕微鏡 (LFM) による摩擦力の温度依存性測定

高分子の摩擦挙動は、分子鎖の熱運動特性と相関があることから、摩擦力の温度依存性測定による表面Tgなどの転移温度及び表面の分子運動性を評価出来る。

(Ref.) K. Tanaka et al., *Macromolecules* **2000**, 33, 7588-7593.

水平力顕微鏡の原理



・化学力顕微鏡 (CFM) による高分子表面の表面官能基評価
ある分子で修飾した探針と試料表面との間の相互作用を摩擦力 (或いは、凝着力) として検出する。表面の官能基分布などを評価出来る。

(Ref.) J. L. Wilbur et al., *Langmuir*, **1995**, 11, 825-831.

【Experiment】

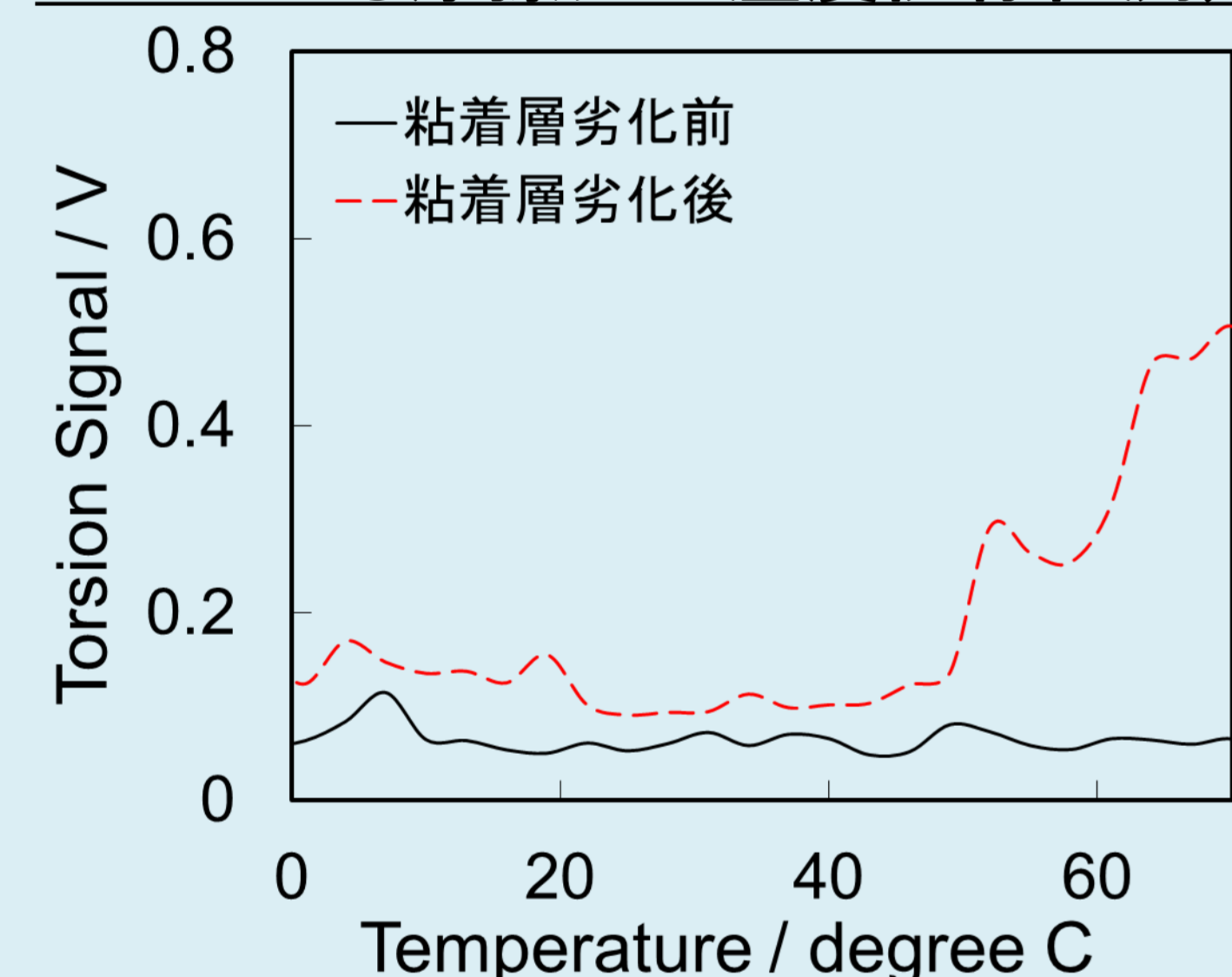
市販の剥がしても糊残りの見られない表面保護テープを使用した。テープの粘着層を劣化させるため、真空紫外光処理や熱処理を実施した。熱処理時間を変えることで、粘着力を調整した。被着体として、市販のシリコンウエハを用いて、熱処理前後での表面保護テープを貼りつけて、剥離試験を実施した (180° 剥離)。剥離試験後の被着体表面にて接触角測定を行った。

【Results and Discussions】

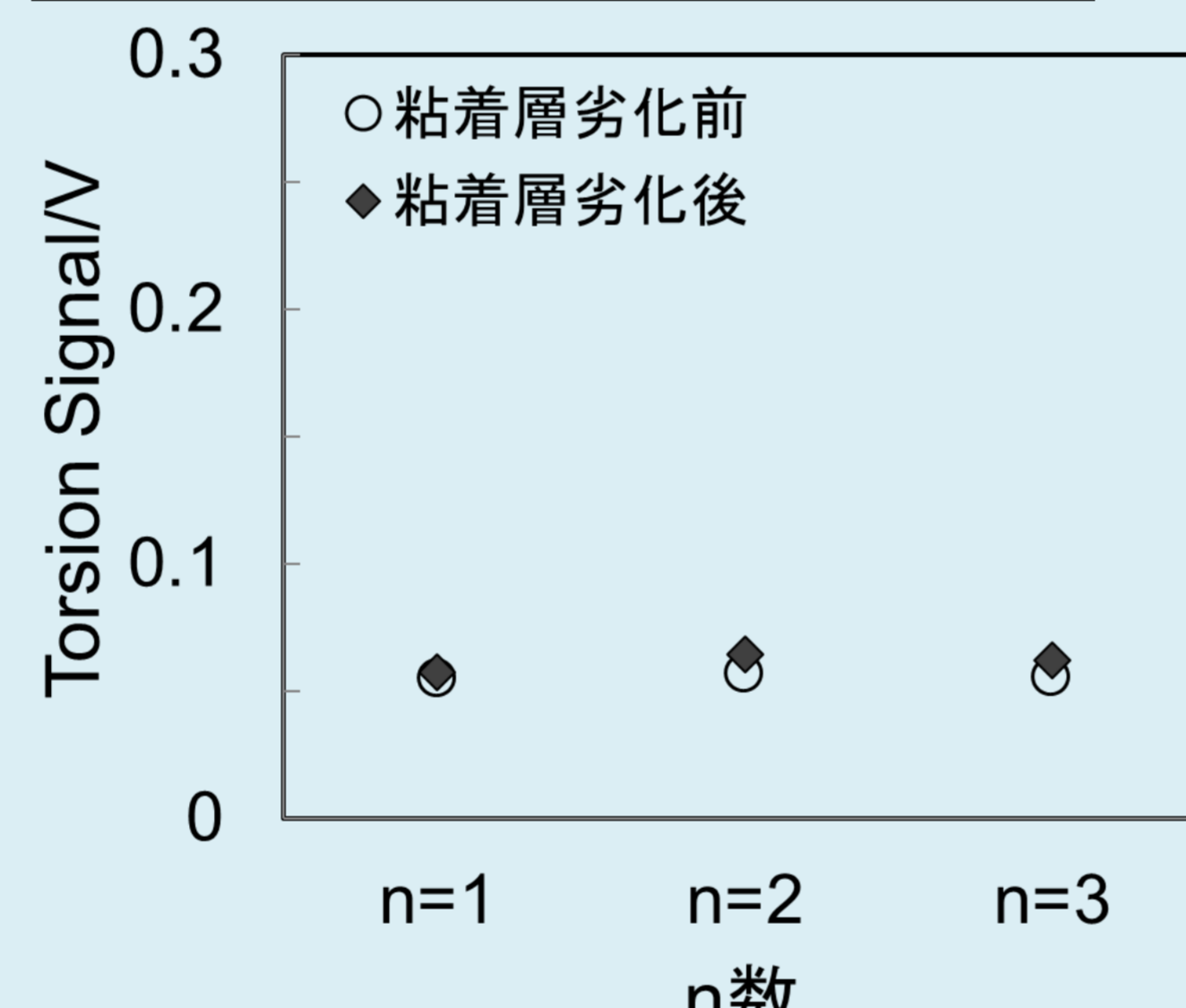
表面保護テープの粘着層の劣化処理前後での評価

※粘着層表面は、真空紫外光を照射して劣化させた。

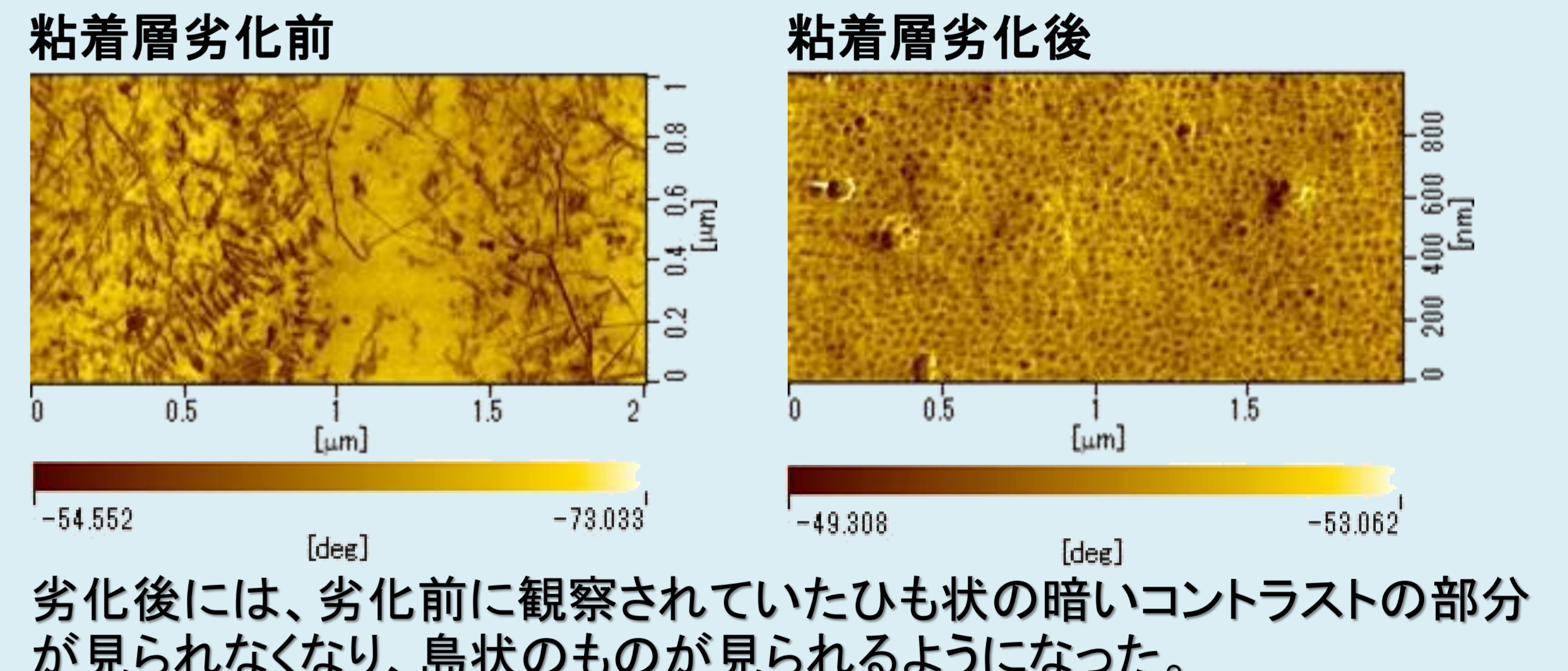
LFMによる摩擦力の温度依存性測定



親水化処理探針でのCFM測定



DFMIによる粘着層表面の観察 (位相像)



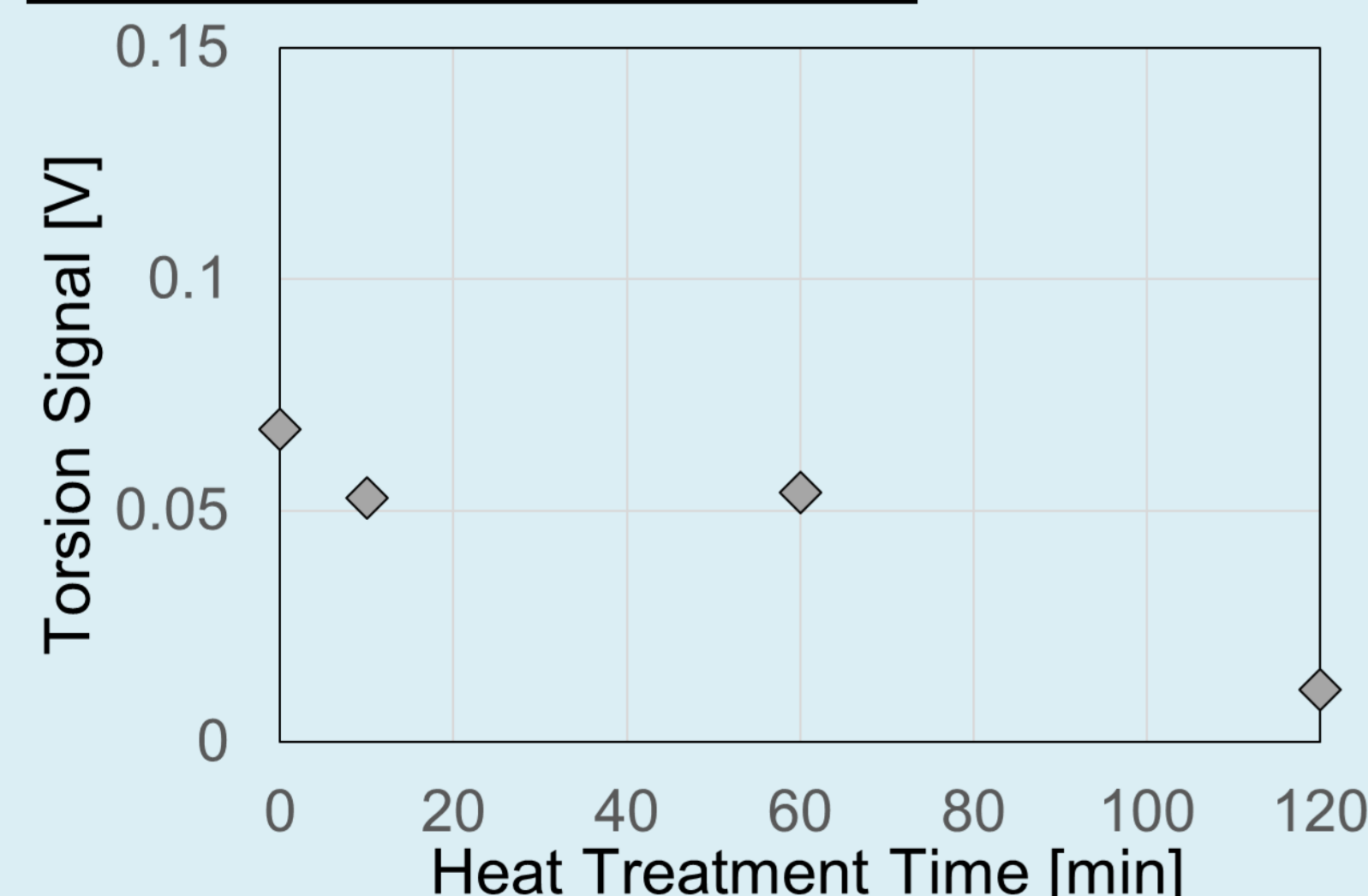
粘着層劣化処理後には、分子運動性の高い成分が、表面上に形成されたが、酸化劣化ではないことが分かった。

⇒このように、粘着層表面の状態の違いを評価出来ることから、SPM表面物性評価手法を粘着剤の糊残り解析に適用した。

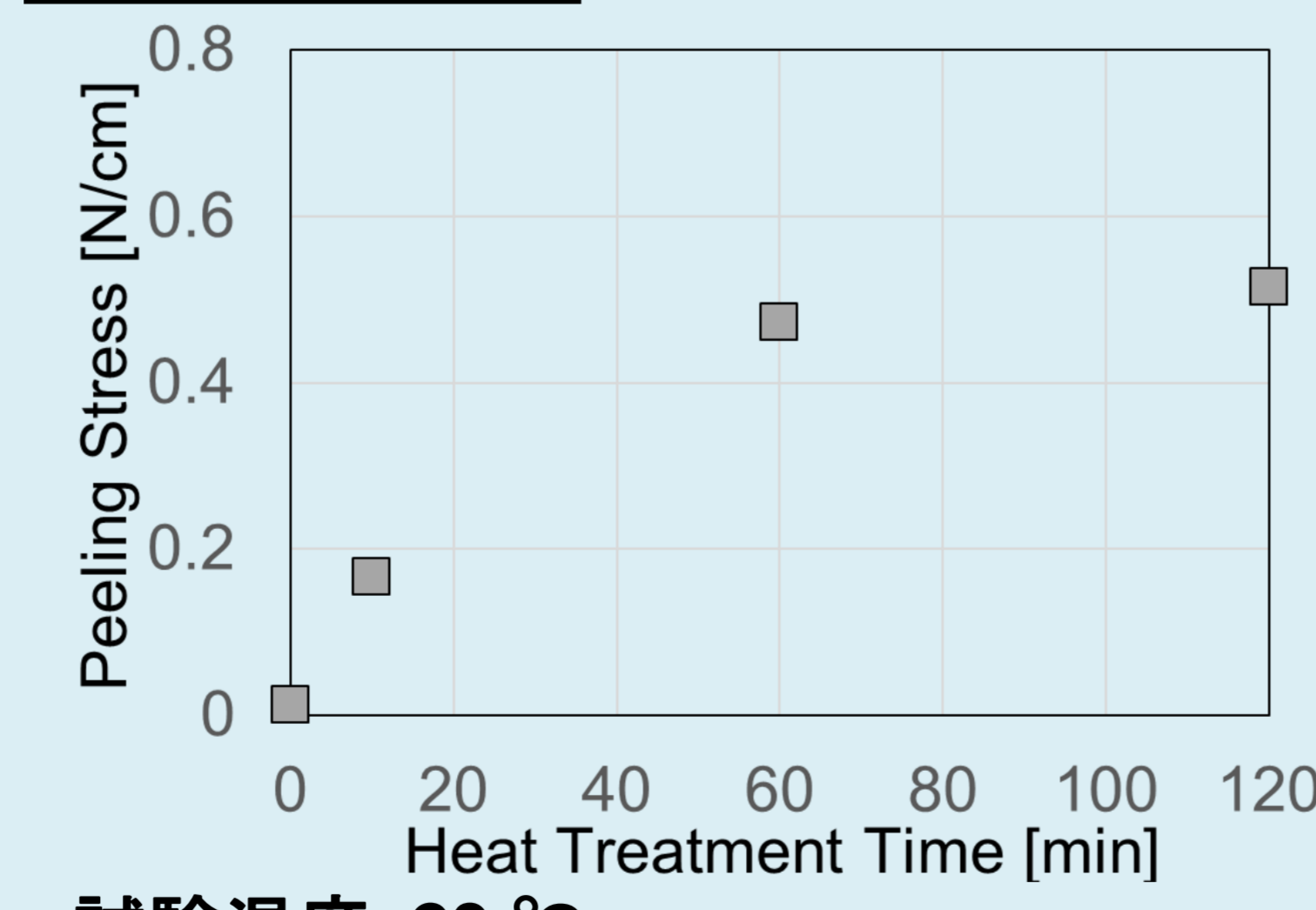
◎熱老化試験により、表面保護テープの粘着層を劣化させ、180° 剥離試験、接触角測定、CFMIによる局所分析を実施した。

※テープの被着体として、市販のSi waferを使用し、開封後すぐにテープを貼って、剥離試験を実施し、剥離後のSi waferの評価を行った。

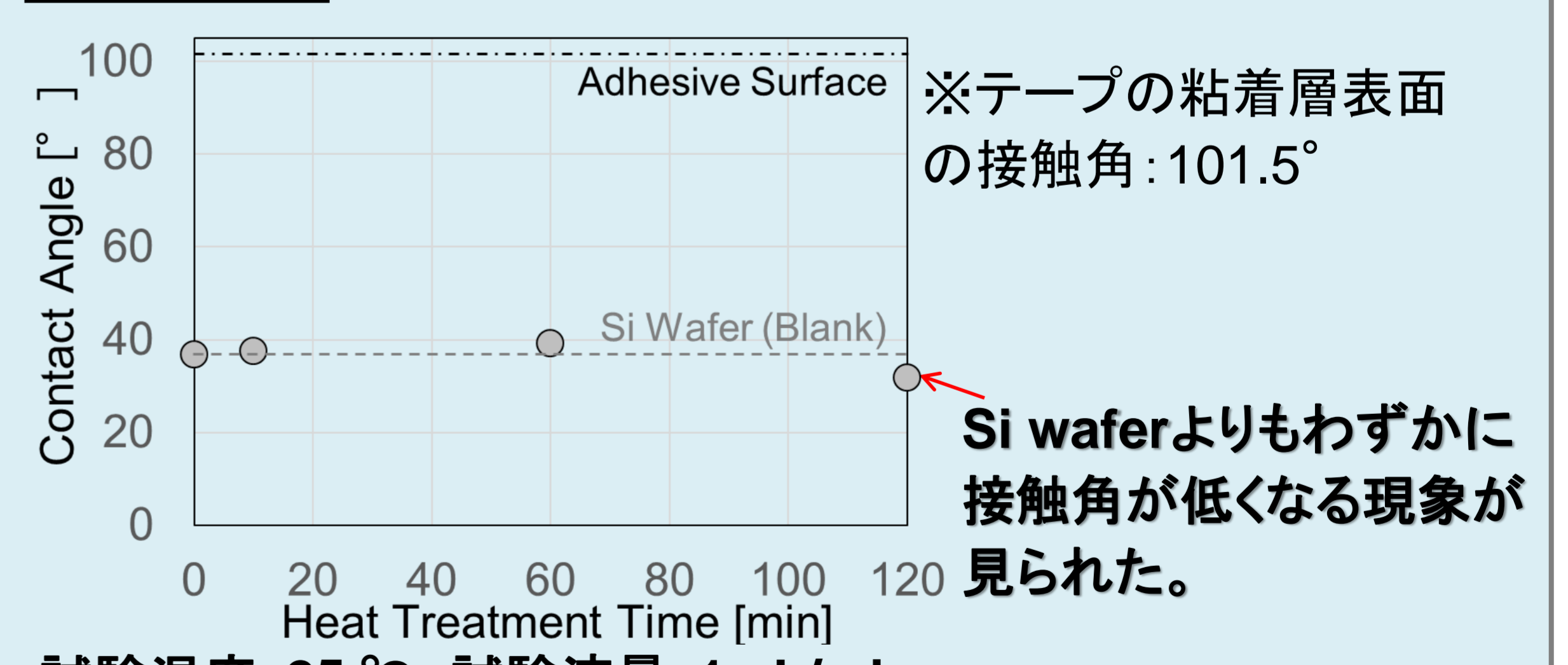
CFMIによる親疎水性評価



180° 剥離試験



接触角測定

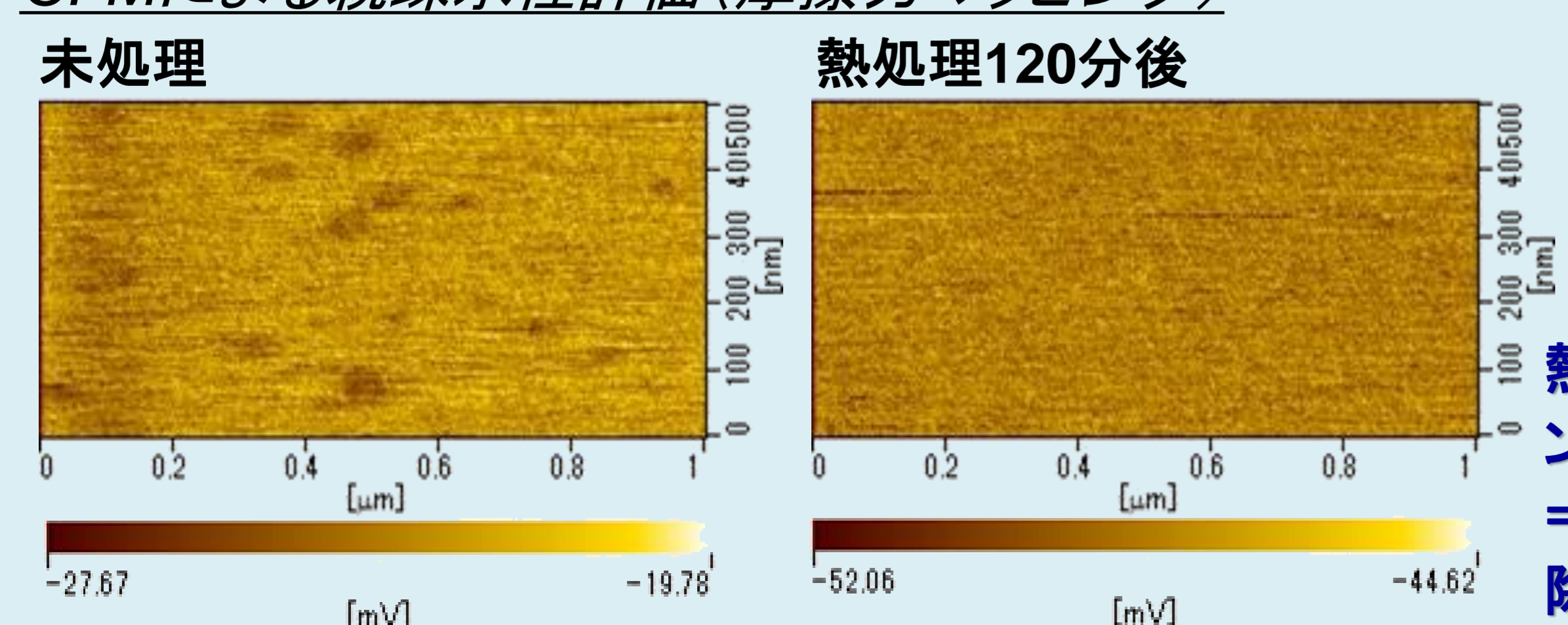


・親水化処理した探針との相互作用を評価した。

試験温度: 23 °C
試験速度: 300 mm/min 試験片幅: 20 mm

試験温度: 25 °C 試験液量: 1 μL/min
・着液後、1秒後の接触角をプロットした。

CFMIによる親疎水性評価 (摩擦力マッピング)



CFMIにより、熱処理時間とともに、剥離後の表面での親水基との相互作用は弱くなり、接触角も、基板のSi waferよりも、わずかに減少することが分かった。

熱処理120分後では、島状の暗いコントラスト部分が見られにくくなる。
⇒剥離後に基板表面の異物などが除去され清浄化されたものと推測。

【Summary】

接触角試験のみでは説明出来ないような糊残りの評価に関して、SPMIによる局所表面物性解析が適用出来ることが示された。

[1] 生井 勝康, 樋野 知雅子 第64回高分子討論会 2Pe039
[2] 生井 勝康: 塗装工学, 52, 324 (2017)