

【技術資料】ESCA による離型剤の成分・膜厚解析

概要

離型剤は成形品を型から取り外しやすくするために使用される薬剤や添加物の総称です。離型剤の成分や膜厚は、成形品との接着/剥離性能に影響するため重要となります。材料に塗布された離型剤は非常に薄いため、試料表面の化学構造を解析できる X 線光電子分光法 (ESCA または XPS) による分析を行いました。

分析装置

- ・装置 : VersaProbe II (アルバック・ファイ製)
- ・条件 : X 線源 AlK_{α} (1486.6eV)、スパッタ種 Ar ガスクラスターイオン銃 (Ar-GCIB) 分析

試料

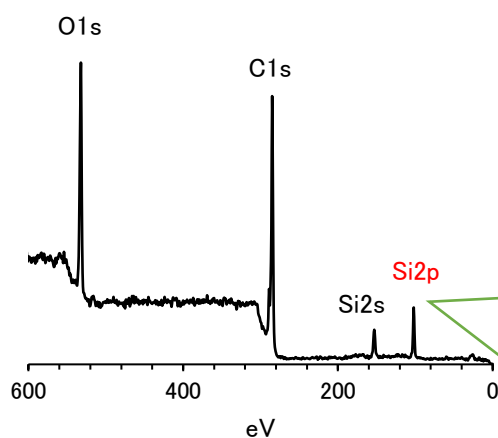
市販 ポリエチレンテレフタレート (PET) フィルム

結果及び考察

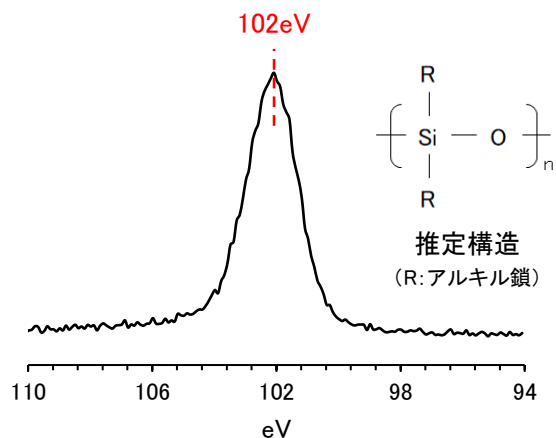
ESCA は試料に X 線を照射し、発生する光電子を検出する手法です。X 線により励起された光電子の脱出深さは試料表面から数 nm のため、分析深さは極表面の数 nm となります。ESCA では、含有元素のピーク位置 (結合エネルギー) より離型剤の成分を解析できます。また、Ar イオンビームで試料を削り、測定と交互に繰り返すことで深さ方向分析ができるため、離型剤の膜厚も解析可能です。

1) 離型剤の成分解析

市販 PET フィルムの全元素分析結果 (ワイドスキャンスペクトル) を図 1 に示します。炭素 (C)、酸素 (O) に加えて、ケイ素 (Si) のピークが検出されました。ピーク位置より、Si はシロキサン結合 (Si-O-Si) に帰属され、離型剤の成分はシリコーン樹脂と推定できます【図 2】。



【図 1】市販 PET フィルムの
ワイドスキャンスペクトル

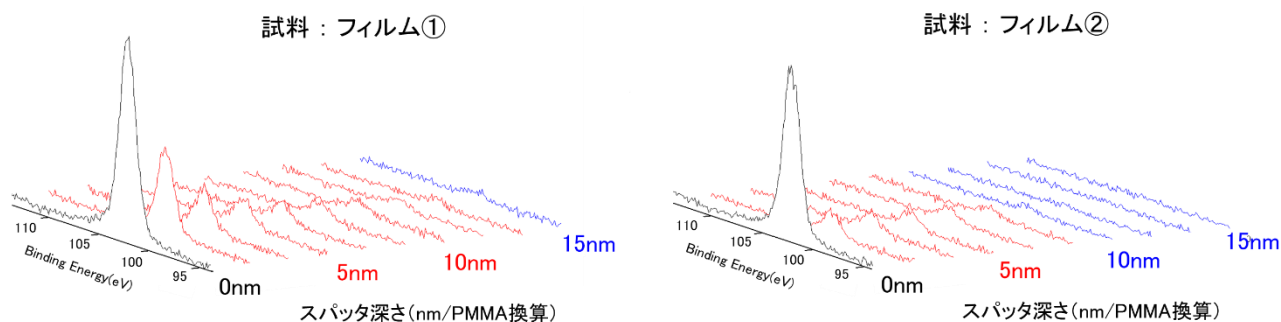


【図 2】Si2p 高分解能スペクトル

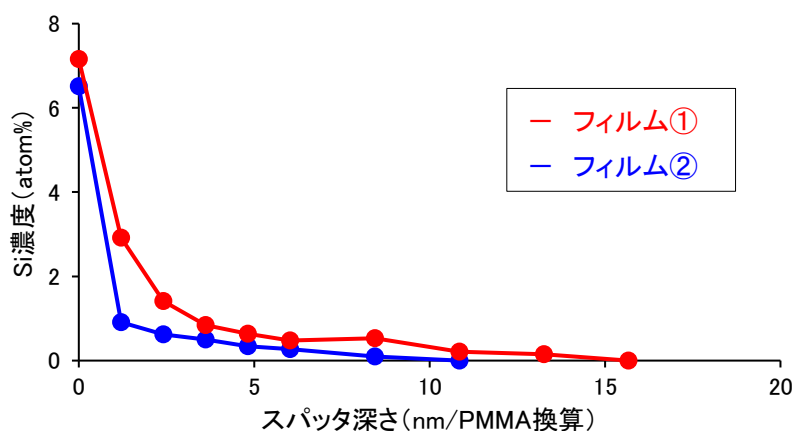
2) 離型剤の膜厚解析

市販 PET フィルム 2 種類(フィルム①、フィルム②)の ESCA 深さ方向分析結果を図 3 に示します。Si ピーク(離型剤由来)は試料表面(スパッタ深さ 0nm)から徐々に減少し、最終的に消失しました。Si ピークが非検出となるスパッタ深さはフィルム①で約 15nm※、フィルム②で約 10nm※のため、離型剤の膜厚はフィルム①>フィルム②と推定できます。(※PMMA(ポリメチルメタクリレート)を用いた換算値)

各スパッタ深さにおける Si 濃度※※を図 4 に示します。ピーク強度から組成を算出することで、試料間の離型剤を定量的に比較できます。(※※検出元素の百分率表示)



【図 3】市販 PET フィルムの ESCA 深さ方向分析結果(Si2p 高分解能スペクトル)



【図 4】各スパッタ深さにおける Si 濃度

まとめ

ESCA は薄膜(nm オーダー)の成分解析に有用な分析手法であり、Ar イオンビームによるスパッタを組み合わせることで膜厚解析も可能となります。

市販フィルム表面に存在する離型剤を分析し、離型剤の成分(シリコーン樹脂)や試料間の膜厚差異を推定できました。本手法は表面改質したポリマー材料や劣化解析にも適用でき、試料表面から内部における化学構造を評価可能です。

適用分野：その他汎用樹脂、ゴム、難溶解性樹脂

キーワード：離型剤、成分、膜厚、表面分析、XPS、ESCA