

弊社におけるPI分析事例の紹介

○ 新井秀子、赤堀廉一、永野広作
鐘淵化学工業株式会社
電材事業部電子材料開発研究グループ
滋賀県大津市比叡辻二丁目1-1
E-mail: hideko.arai@kaneka.co.jp

要旨

ポリイミドフィルム表面について、各種解析を試みているが、最近の事例を形態解析を中心に紹介する。宇宙暴露PIについては、特に損傷の著しい表面の形態を、三次元SEM、研磨断面等について観察した結果、表層のダメージ層の厚み等が明確になった事例、ピール強度評価したフィルムの、ピール界面の、PI表面の剥離の様子、最新の三次元形状解析装置を用いたフィルム表面の解析事例を図表で紹介する。

内容

1. 宇宙暴露PIの表面分析

宇宙空間に暴露され、地球に戻ったPIフィルムは、その表面性が著しく劣化することが知られている。そのフィルムの一部を当社にて解析する機会を得た。

太陽側に暴露されていた部分と、一部陰になっていた部分で各種解析を実施した。SEM観察、EPMAによる元素分析、X線光電子分光分析(ESCA)、顕微ATR法によるIR分析等を行った。

形態的には、表層の1 μ m程度が著しくダメージを受けており、残部分の表面からSiが検出、IRからもシロキサンらしいピークが認められた。

また、ESCAでのC1sピークの解析から、イミド結合が一部開裂していることが推定できた。

2. ピール界面の分析

ピール剥離により、PIの表面が剥離していることは、これまで、ESCAによる分析が報告されてきたが、数nm以下と予測でき、また接着剤を介しているため、剥離厚みそのものの観察は困難としてきた。今回、剥離方法を工夫することにより、PI表面の剥離の状態をSEM観察することに成功した。

3. PI表面の三次元形状解析

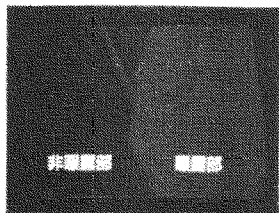
ZYGOの三次元形状解析顕微鏡を用いて実験的に製膜したPIフィルムの表面を解析した。装置はZYGO New View 200、方式は走査型白色干渉計に周波数領域解析法を付加したもの。垂直分解能0.1nm/mmの領域でも、nmオーダーの凹凸を評価できる。データは実験的にフィラーを添加した系としない系で比較した。

謝辞

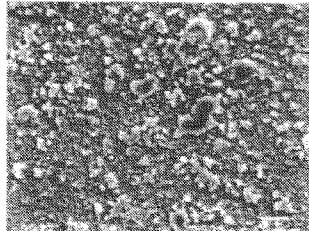
宇宙暴露のPIフィルムは、人工衛星に保護層(MLI)として被覆されていたもので、宇宙研横田先生に御提供いただきました。貴重なサンプルを分析する機会をいただきました先生にこの場を借り御礼申し上げます。

①宇宙暴露PIの表面分析

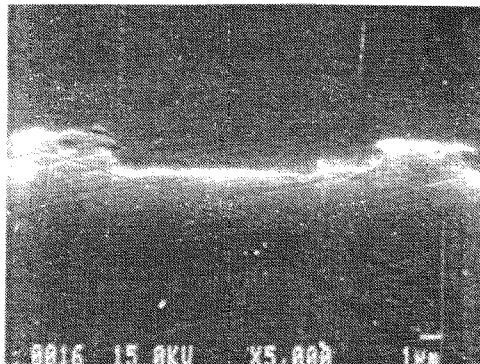
○顕微鏡像



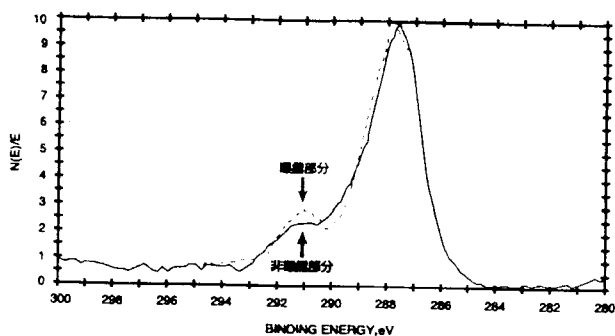
○SEM像 (曝露部)



○断面SEM像



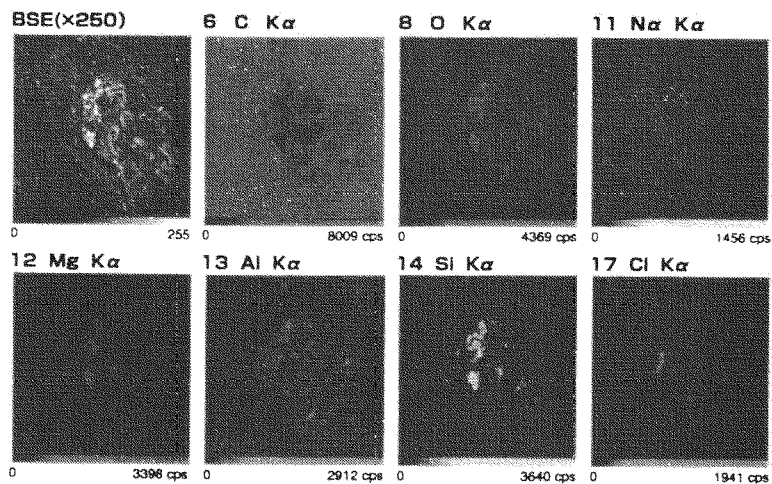
○ESCAによる炭素 (C 1s) ピーク



○ESCAによる組成分析結果

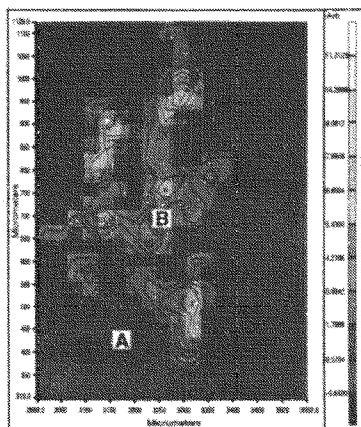
	C 1s	O 1s	N 1s	Si 1s	F 1s
曝露部	56.0	30.6	6.2	6.7	0.5
	54.7	31.4	5.5	7.4	0.9
	50.4	33.9	5.0	10.0	0.7
非曝露部	51.6	34.8	1.8	9.7	2.1
	52.8	33.9	3.0	9.5	0.8

○EPMAによる元素マッピング像

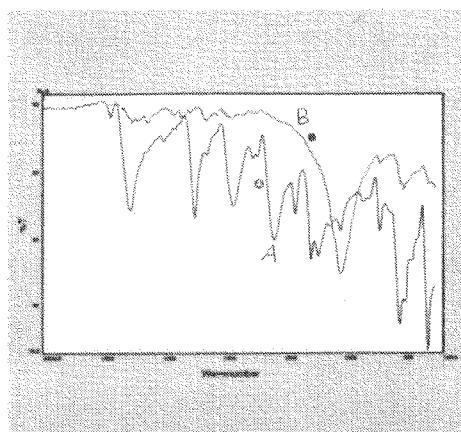


○顕微ATR-IR

■SiO₂の吸収によるケミマップ (等高線表示)

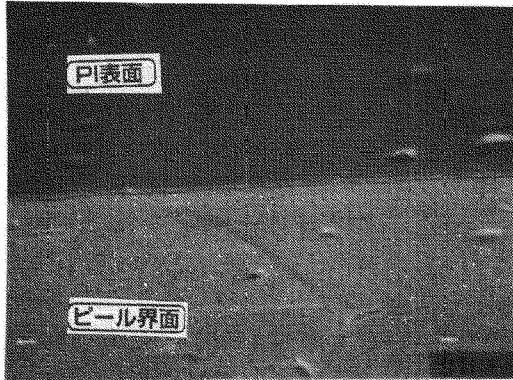


■ポイントA,BのIRスペクトル



②ピール界面の分析

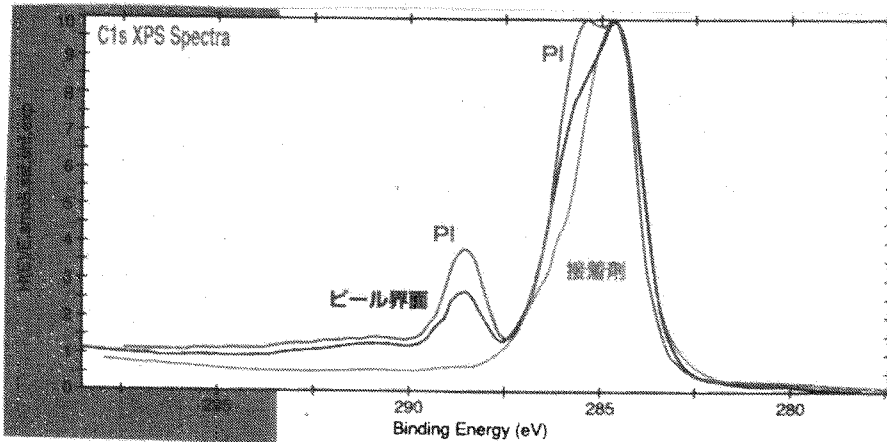
○ピール箇所のSEM像



OESCAによる組成分析結果 atm%

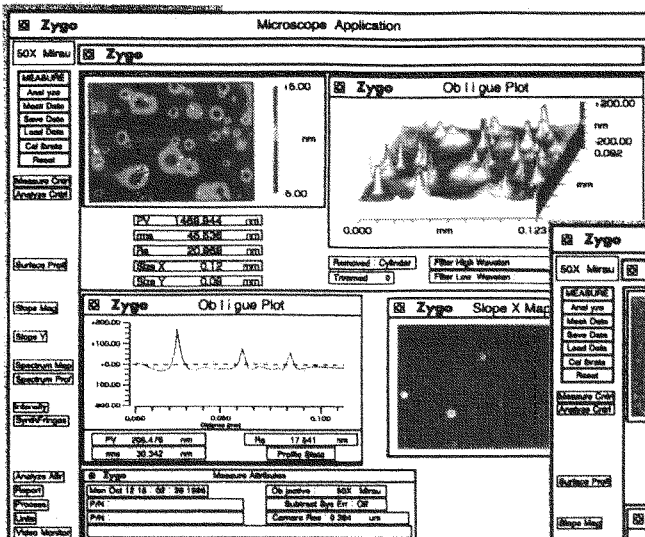
	C 1 s	O 1 s	N 1 s
ピール界面 接着剤側	80	15	5
接着剤	87	11	2
PI組成	76	17	7

OESCAによる炭素 (C 1 s) ピーク



③PI表面の三次元形状解析

<フィルター添加あり>



<測定装置>

ZYGO New View200

<測定方式>

走査型白色干渉計+周波数領域解析法

<フィルター添加なし>

