ナノスケール赤外分光法による界面分析

○馬殿直樹，浦山憲雄，　(株)日本サーマル・コンサルティング

はじめに

金属／ポリマー界面における化学構造や組成分析は、接着性や絶縁性に関連するため重要である。ナノスケール赤外分光法AFM-IRはナノスケールでの化学構造、組成分析が可能であるが、高空間分解能測定のためには試料の薄片化が必要である（※）。今回、薄片化が難しい金属／ポリマー界面をAFM-IRで高空間分解能で測定するために、斜め切削との組み合わせを検討した。

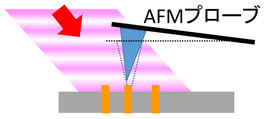
（※）サンプルが厚いほど空間分解能が劣化し、断面出しのみの厚いサンプルでは空間分解能は約400 nm

斜め切削：　測定面を拡大できる

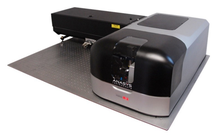
ナノスケール赤外分光法：AFM-IR

●原理

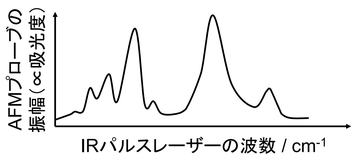
波長可変IRパルス
レーザー照射



●装置外観（nanoIR2）



●AFM-IRスペクトル



●空間分解能：10 nm ～約400 nm

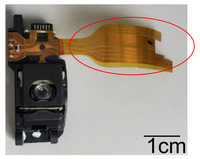
高空間分解能のためには、試料を薄片化して熱伝導性の高い基板に載せる。

●今回使用した装置

nanoIR2、OPOレーザー、コンタクトモード

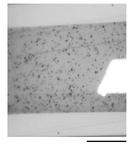
サンプル

フレキシブルプリント基板

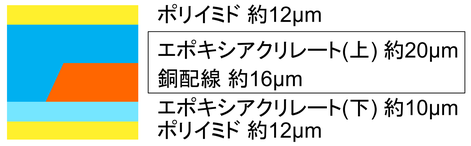


デジタルカメラの部品

断面の光学顕微鏡像



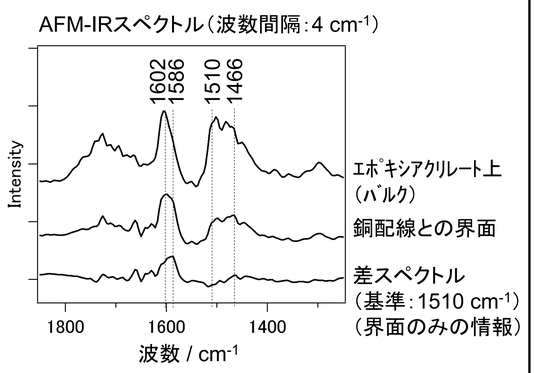
●層構成と分析界面



✓ エポキシアクリレート(上)と銅配線の界面を測定した。垂直断面での測定によりカルボン酸塩が存在することが分かっている。

●垂直断面測定結果

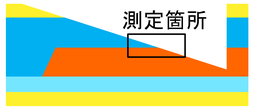
AFM-IRスペクトル（波数間隔：4 cm^{-1}）



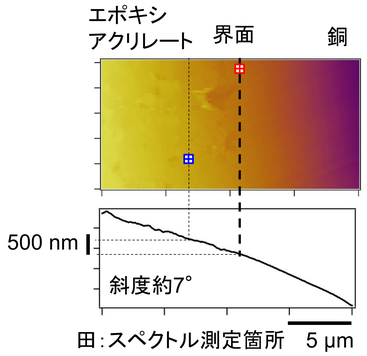
✓ 空間分解能不足のため、バルクとの差スペクトル算出が必要

結果

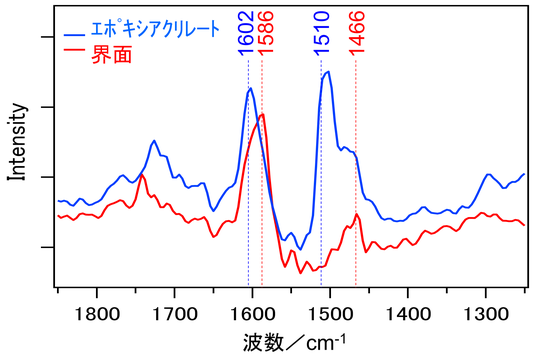
●斜め切削面を測定



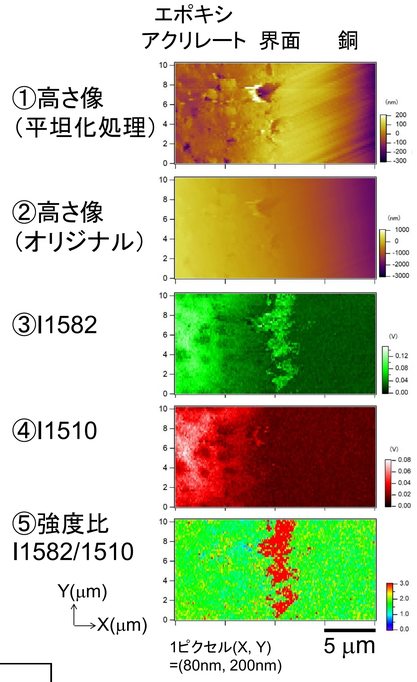
●AFM高さ像とスペクトル測定箇所



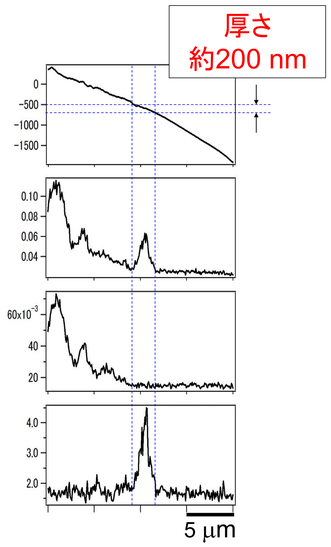
●AFM-IRスペクトル（波数間隔：4 cm^{-1}）



●AFM-IRマッピング結果



X方向プロファイル（Y=5.2 – 6.2 μm の領域で平均）

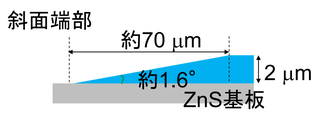


✓垂直断面の場合と異なり、界面のみのスペクトルが得られた（エポキシアクリレートの1510 cm^{-1}の重畳がない）。

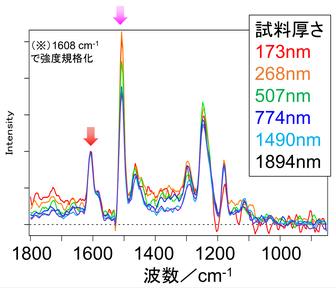
✓界面層を明瞭に可視化できた。界面では1510 cm^{-1}の強度が弱く、1580 cm^{-1}付近の強度が強い。界面相の厚さは約200 nmと考えられた。

補足データ

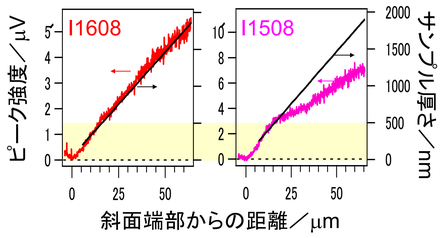
- エポキシの斜め切片（斜め切削モデルサンプル）でピーク強度と試料厚さの線形関係を調査した。



●斜面でのAFM-IRスペクトル



●ピーク強度プロファイル



✓ 厚さ500 nm程度まではピーク強度と試料厚さに線形関係がある。差スペクトルの算出やピーク強度比の比較ができる。

まとめ

●斜め切削により、金属／樹脂界面を高い空間分解能でAFM-IR分析可能

●ただし、界面から厚さ500 nm程度以内に限る。