

熱脱着 (TD) – GC/MSによるアクリル系粘着剤の臭気分析

【背景】 アクリル系粘着テープは半導体の製造工程に用いられている。本報では、半導体製造に使用されるアクリル系粘着テープのうち、加熱工程において異臭がした不良品と良品とを発生ガス分析 (EGA) -MSおよびTD-GC/MSにより分析し、不良品における臭気の原因を解析した。

【方法】 アクリル系粘着テープの不良品とその良品について、テープから粘着剤のみを採取し、測定した。測定にはマルチショット・パイロライザーをGC注入口に直結した熱分解-GC/MSシステムを用いた。EGA-MSでは加熱炉温度を100 °Cから700 °Cまで毎分20 °Cで昇温し、EGAサーモグラムを得た。また、TD-GC/MSでは加熱炉を100 °Cから200 °Cまで毎分20 °Cで昇温し、試料から発生した揮発成分を冷却捕集した後、分離分析を行った。

【結果】 良品・不良品のEGAサーモグラムを図1に示す。両者のサーモグラムは類似していたが、100 °Cから200 °C (画分A) におけるピーク形状が異なることが分かった。続いて、異臭が発生した工程の加熱温度である画分Aにおける発生ガスをTD-GC/MSにより分離分析して得られたクロマトグラムを図2に示す。主として溶剤や粘着剤のモノマーに由来するピークが観測された。不良品にのみ微量でも不快臭のある二硫化炭素が観測された。また、良品と比較して不良品ではモノマーであるアクリル酸-2-エチルヘキシルのピークが大きく観測された。以上より、不良品には異臭成分である二硫化炭素が含まれていることがわかった。さらに、粘着剤のポリマーの重合が不十分であり、加熱工程で臭気のあるアクリル酸-2-エチルヘキシルが多く発生したことが示唆された。

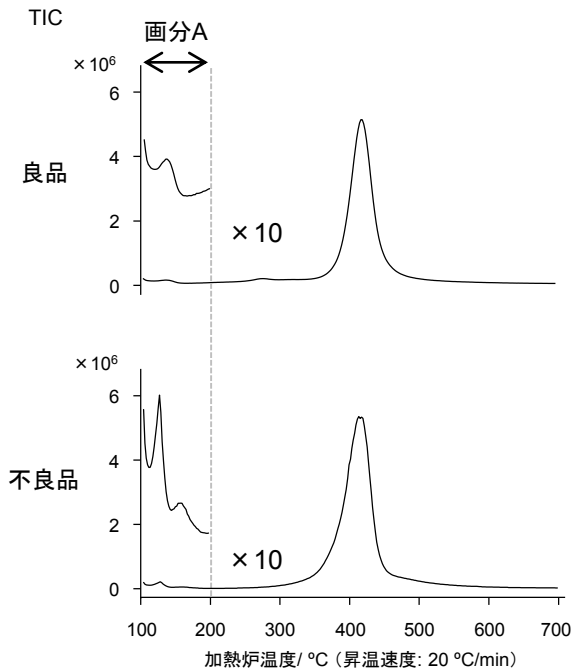


図1 良品・不良品のEGAサーモグラム

熱分解炉温度: 100 °C – 700 °C (20 °C/min),
EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm),
チューブ流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/50,
GCオープン: 300 °C, 試料量: 約0.2 mg

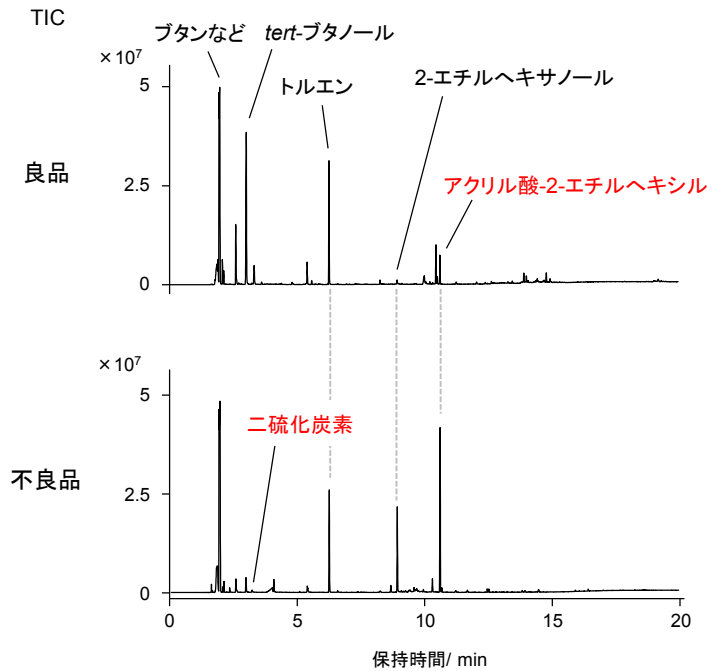


図2 良品・不良品の画分AにおけるTD-GC/MSクロマトグラム

熱分解炉温度: 100 °C – 200 °C (20 °C/min, 1 min保持),
分離カラム: Ultra ALLOY-1
(ジメチルポリシロキサン, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=1.0 μm),
カラム流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/10,
GCオープン: 40 °C (2 min保持) – 320 °C (20 °C/min, 4 min保持),
試料量: 約5 mg,
熱脱着成分をマイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集

Keywords : 不良品解析, 品質管理, アクリル系粘着剤, EGA-MS, TD-GC/MS

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, オートショット・サンプラー, UA⁺-1, エコカップLF, F-Search, ペントフリーGC/MSアダプター, マイクロジェット・クライオトラップ

応用分野 : 高分子分析全般, 品質管理

関連テクニカルノート : [PYA1-088](#), [PYA1-006](#)

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>