

# インジウム金属スパッタ処理樹脂成形品における

## アンダーコート - インジウム薄膜界面の 化学状態検出の試み

および

## 耐久試験後の変色原因解析

小島プレス工業株式会社 松本優雅、田畑瑠乃

## 背景・目的

- **背景：**

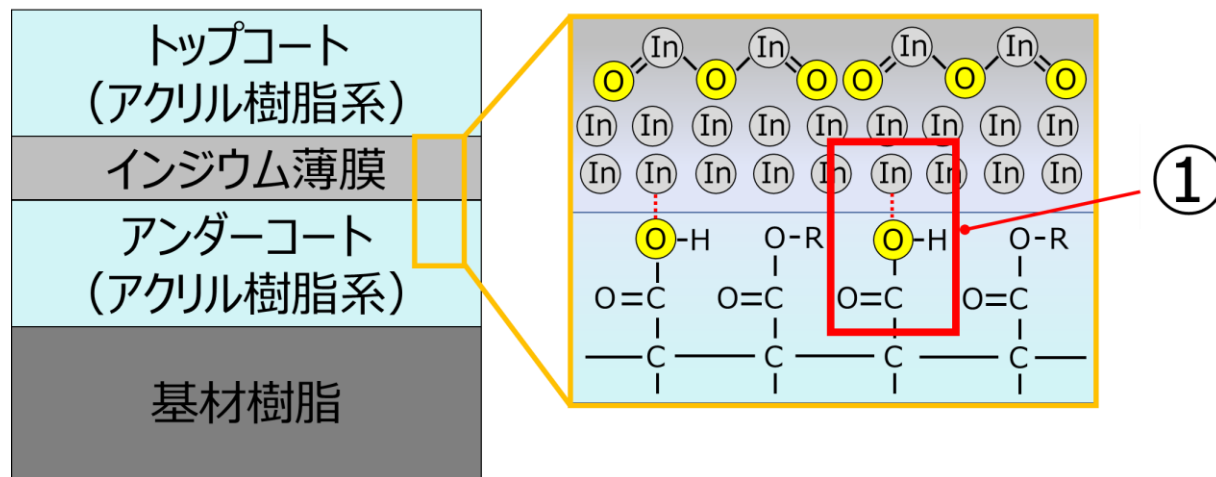
インジウム金属スパッタ処理樹脂成形品（以下成形品；構成は下図）における、「アンダーコート - インジウム薄膜」の密着メカニズム

(想定)

「インジウムがアンダーコート側鎖（-COOH基）の酸素に引かれる（下図①）」

↓

インジウムが酸化状態にある



- **目的：**

上記のインジウムの酸化状態をXAFS測定で検出する

## 方法・結果

### 方法 :

成形品 :

インジウム薄膜 (10 nm)
アクリル樹脂系 アンダーコート (20 μm)
基材樹脂

X線

ビームライン : BL6N1

取得データ : In L<sub>3</sub>吸収端XANES

測定手法 : 転換電子収量(CEY)法、および部分蛍光収量(PFY)法

測定環境 : 大気圧(Heガス雰囲気)、室温

### 結果 :

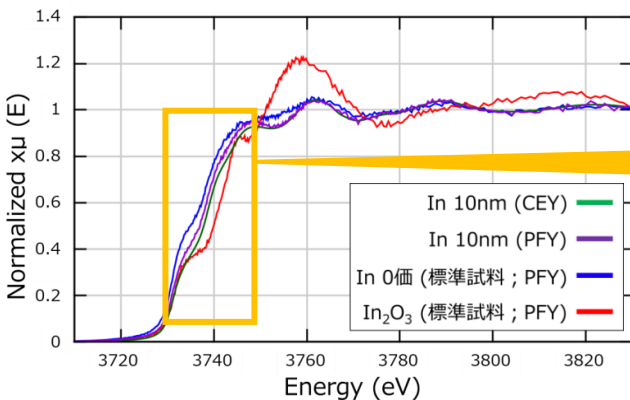
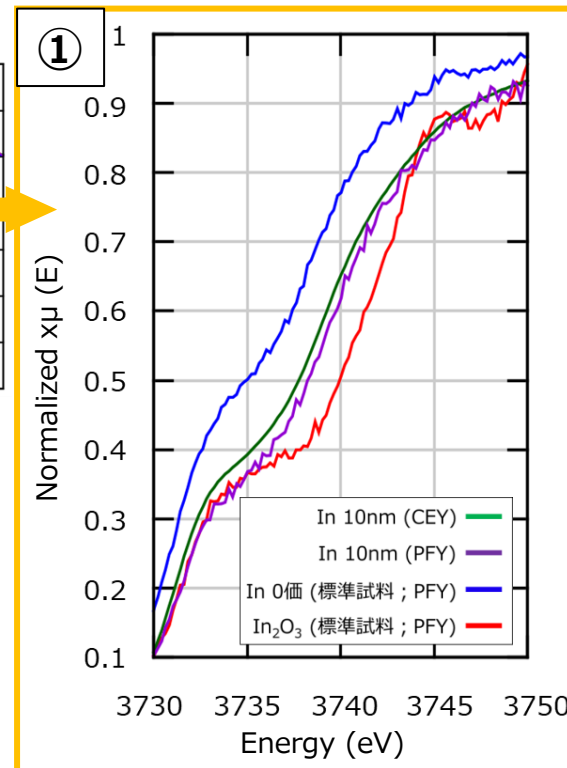


図 In 10 nmのIn L<sub>3</sub>吸収端 XANESスペクトル



・スペクトル立ち上がり位置 (図①)

・In 0価 (PFY) vs In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (PFY)

In 0価(PFY) < In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (PFY)

→酸化情報多いと高エネルギー側へシフト

・In 0価 (PFY) vs In 10nm (PFY)

In 0価(PFY) < In 10nm(PFY)

→アンダー界面の酸化? In表面の酸化?

・In 10nm (CEY) vs In 10nm (PFY)

In 10nm(CEY) < In 10nm(PFY)

→PFYの方が酸化情報 多

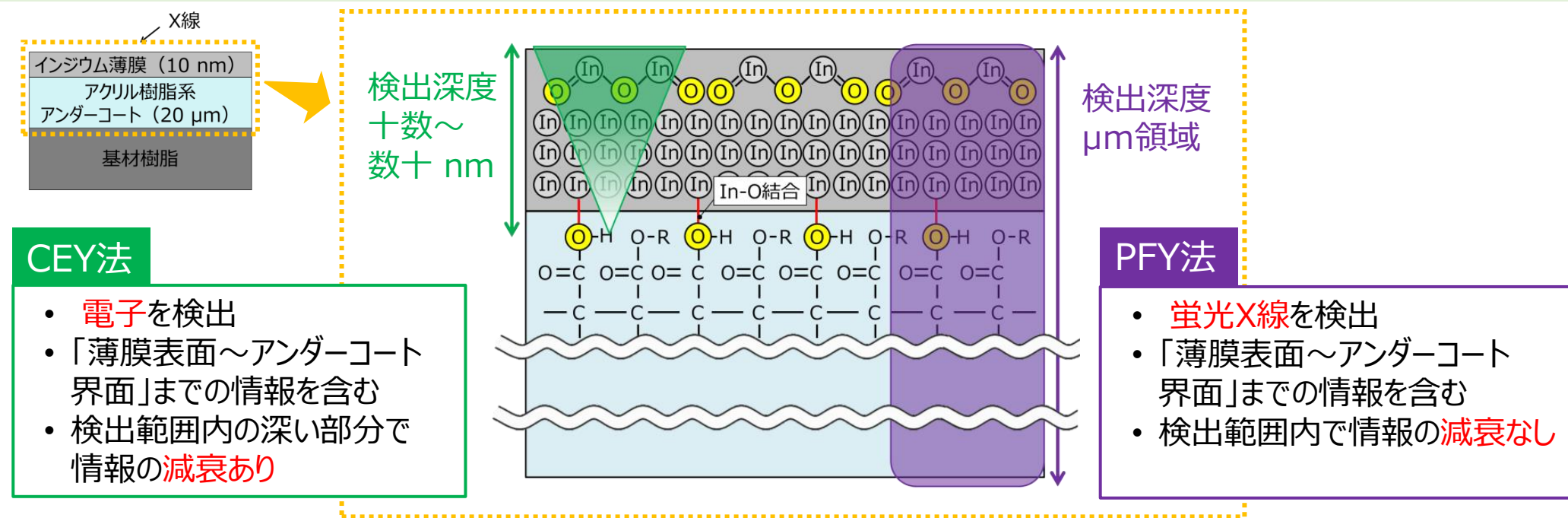
## 考察 1

- なぜ、In 10nm (PFY) スペクトルの方が、In 10nm (CFY) よりも酸化情報が多いのか？

		CEY法	PFY法
測定法 特徴	X線照射時の検出物質	試料から放出される <u>電子</u> <i>試料表面より深い部分では脱出しにくい (非弾性散乱の影響)</i>	試料から放出される 蛍光X線
	検出深度 (In L <sub>3</sub> 吸収端)	十数~数十 nm	μm領域
得られる 情報 (想定)	検出範囲	インジウム薄膜表面~「アンダーコート - インジウム界面」 <i>インジウム薄膜厚さが10 nmと薄いため 検出範囲は同じ</i>	
	検出範囲内の深い部分における 情報の減衰有無	減衰あり	減衰なし

PFY法では検出範囲内における情報の減衰がなく、相対的に酸化情報が多くなっている

## 考察 2



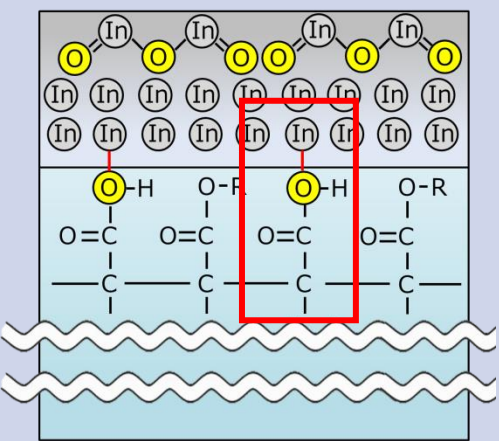
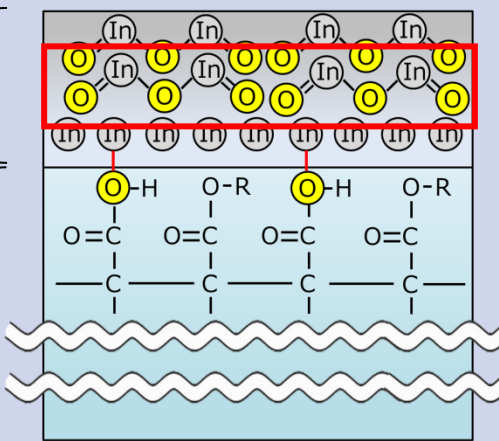
- PFY法で取得したIn 10nmのIn L<sub>3</sub> 吸収端XANESスペクトル  
→ インジウム薄膜の深い部分のインジウムの酸化状態を情報の減衰なく反映

「アンダーコート - インジウム薄膜界面の酸化状態」の情報が含まれる

CEY法とPFY法を併用することで、  
「アンダーコート - インジウム薄膜界面のインジウムの酸化状態」の存在を浮き彫りにした

## 考察3・今後の課題

- 「インジウム薄膜の深い部分のインジウムの酸化状態」の例（想定）

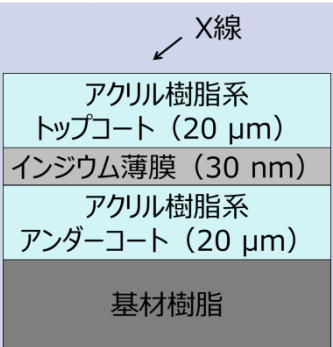
アンダーコート - インジウム薄膜 界面のIn-O結合（※今回検出試み）	インジウム薄膜が10 nmと薄いため、 薄膜表面からの酸化が深部まで進行
 <p data-bbox="590 606 859 706">インジウム薄膜 (10 nm)</p> <p data-bbox="611 828 849 878">アンダーコート</p>	 <p data-bbox="1471 1006 1989 1092">比較：厚膜の場合 表面からの酸化は進行しにくい</p>

- 今後の課題：  
「アンダーコート - インジウム薄膜界面のIn-O結合」以外の  
インジウムの酸化状態の影響の切り分け

## 背景・目的・方法

- **背景：**  
成形品（装飾用途）のインジウム薄膜部分が耐熱試験、および耐紫外線試験後に変色
- **目的：**  
インジウム薄膜の変色原因をXAFS測定により解明
- **方法：**

表 試験水準

	未試験	耐熱	耐紫外線
構成			
変色度合 $\Delta E^*$ (※ <sup>1</sup> )	-	7.51	13.21

ビームライン：BL6N1

取得データ：In L<sub>3</sub>吸収端XANES

測定手法：部分蛍光収量(PFY)法

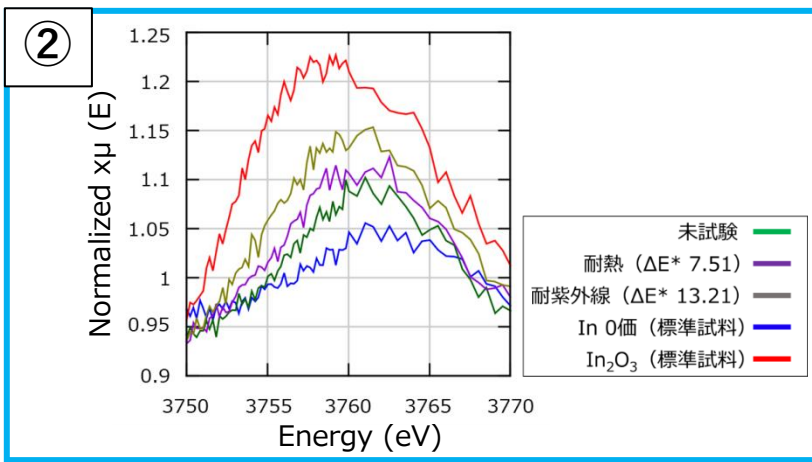
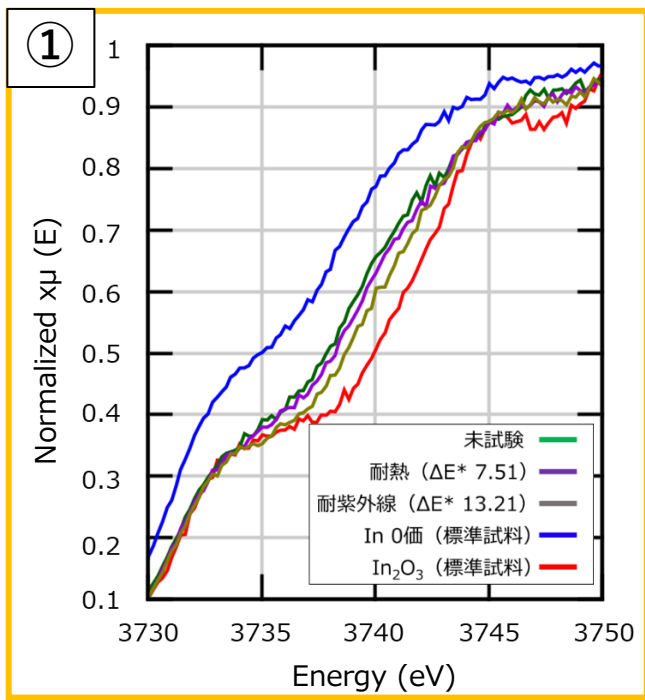
測定環境：大気圧(Heガス雰囲気)、室温

※<sup>1</sup>... Lab色空間で数値化した試験前後の色をそれぞれ、 $(L_1^*, a_1^*, b_1^*)$ 、 $(L_2^*, a_2^*, b_2^*)$  として

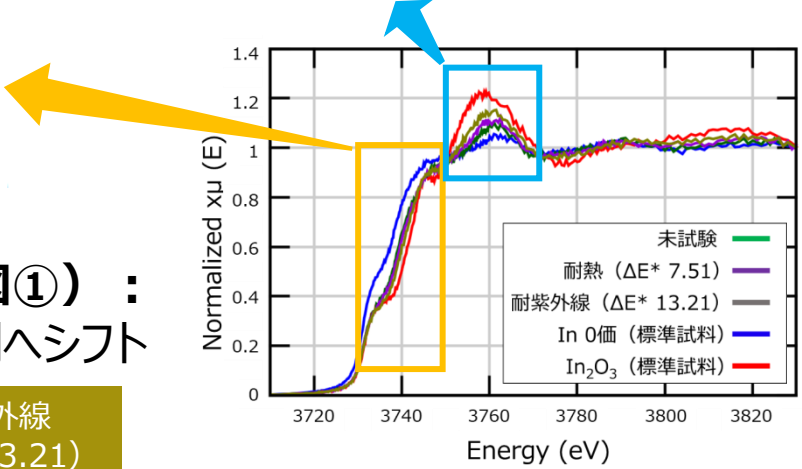
$$\Delta E^* = \sqrt{((L_2^* - L_1^*)^2 + (a_2^* - a_1^*)^2 + (b_2^* - b_1^*)^2)}$$

$\Delta E^*$ の値が大きいほど未試験よりも変色が激しい

## 結果・今後の課題



ホワイトラインのピーク高さ (図②) :  
変色が激しいほど高くなる



スペクトル立ち上がりの位置 (図①) :  
変色が激しいほど高エネルギー側へシフト



図 成形品のIn L<sub>3</sub>吸収端XANESスペクトル

- 変色が激しいほど、スペクトル概形が酸化インジウム (In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) に近付く  
→変色の原因はインジウムの酸化
- 今後の課題: インジウムの酸化抑制方法構築