

การตรวจสอบสารปนเปื้อนชนิดโพลีไซลออกเซนของสารซีดีดีไวแรงกด

นางสาว กิ่งฟ้า กิจชัยนกุล



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาดำเนินการตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2542

ISBN 974-334-944-8

ลิขสิทธิ์ของ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**TRACE ANALYSIS OF POLYSILOXANE FROM PRESSURE SENSITIVE  
ADHESIVE RELEASE LINERS**



**Miss Kingfa Kitchainugool**

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science  
Program of Petrochemistry and Polymer Science**

**Faculty of Science  
Chulalongkorn University**

**Academic Year 1999**

**ISBN 974-334-944-8**

Thesis Title           TRACE ANALYSIS OF POLYSILOXANE FROM  
PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE RELEASE  
LINERS  
By                       Miss Kingfa Kitchainugool  
Program               Petrochemistry and Polymer Science  
Thesis Advisor       Associate Professor Amorn Petsom, Ph. D.  
Thesis Co-Advisor   Duangporn Sompongse, Ph. D.

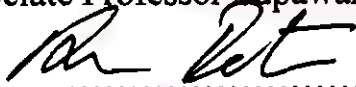
---


Accepted by Faculty of Science, Chulalongkorn University in  
Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.


  
.....Dean of Faculty of Science  
(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

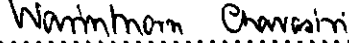
Thesis Committee

  
.....Chairman  
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

  
.....Thesis Advisor  
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

  
.....Thesis Co-Advisor  
(Duangporn Sompongse, Ph.D.)

  
.....Member  
(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

  
.....Member  
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

นางสาวกิ่งฟ้า กิจชัยนุกูล: การตรวจสอบสารปนเปื้อนชนิดโพลีไซลอกเซนของสารยึดติดไวแรงกด  
(TRACE ANALYSIS OF POLYSILOXANE FROM PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE  
RELEASE LINERS) อ.ที่ปรึกษา: รศ. ดร. อมร เพชรสม, อ.ที่ปรึกษาร่วม: ดร. ดวงพร สมพงษ์; 130  
หน้า. ISBN 974-334-944-8

มาตรฐานที่กำหนดสำหรับปริมาณของสารประกอบจำพวกซิลิโคนและเอไมด์ในรีลีสไลเนอร์ของสาร-  
ยึดติดไวแรงกดที่ใช้ในขบวนการผลิตฮาร์ดดิสก์หรือในขบวนการผลิตชิ้นส่วนของฮาร์ดดิสก์ คือ ห้ามมีสาร-  
ประกอบชนิดนี้ในรีลีสไลเนอร์ของสารยึดติดไวแรงกด

สำหรับงานวิจัยนี้ รีลีสไลเนอร์ที่ทำการตรวจสอบคือ รีลีสไลเนอร์และสารยึดติดไวแรงกดจากบริษัท  
Flex Con ได้แก่ 90 PFW 150 Poly STH-9 Specsok-8 EX200 Poly SC-9 ST-2412014 ST-2412024 ST-2412034  
และ ST-2412044 ปริมาณของสารประกอบโพลีไซลอกเซนสามารถหาได้โดยการล้างรีลีสไลเนอร์ด้วยเฮกเซน  
แล้วนำมาหาปริมาณด้วยเครื่องเอฟทีไออาร์ (FT-IR) มีค่านี คือ 0.09 นาโนกรัมต่อตารางเซนติเมตร 0.08  
นาโนกรัมต่อตารางเซนติเมตร 0.60 นาโนกรัมต่อตารางเซนติเมตร 0.42 นาโนกรัมต่อตารางเซนติเมตร 0.11  
นาโนกรัมต่อตารางเซนติเมตร ในรีลีสไลเนอร์ และสารยึดติดไวแรงกดต่อไปนี้ 90 PFW 150 Poly STH-9  
Specsok-8 EX200 Poly SC-9 ST-2412014 ST-2412024 ST-2412034 และ ST-2412044 ตามลำดับ ชนิดของ  
โพลีไซลอกเซนสามารถหาได้ โดยใช้เมทิลสลิคลอไรด์ล้างเฉพาะที่บนรีลีสไลเนอร์แล้วนำมาฉีดเข้าเครื่องแก๊ส-  
โครมาโตกราฟี แมสสเปคโตรมิเตอร์ และหาชนิดของโพลีไซลอกเซนที่สามารถระเหยออกมาได้ที่อุณหภูมิ 85  
องศาเซลเซียสในเวลา 3 ชั่วโมง โดยการนำไปอบในเครื่องมือไดนามิคเฮดสเปคโตรเมเตอร์ แล้วเก็บแก๊สที่ระเหย  
ออกมาไปวิเคราะห์ โดยใช้เครื่องมือออกโอดีเทอร์มอลลิซอร์บชั่นแก๊สโครมาโตกราฟีแมสสเปคโตรมิเตอร์ คือ 3-  
Isopropoxy-1, 1, 1, 7, 7, 7-hexamethyl-3, 5, 5 tris (trimethyl-siloxy) tetrasiloxane ผสมอยู่กับ 1, 1, 1, 5, 7, 7, 7-  
heptamethyl-3, 3-bis (trimethylsiloxy) tetrasiloxane และตรวจพบสาร dodecamethyl cyclohexasiloxane  
นอกจากนี้เรายังสามารถตรวจพบสารประกอบอินทรีย์ชนิดอื่นที่อาจเป็นอันตรายต่อฮาร์ดดิสก์ในอนาคต  
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์.ลายมือชื่อนิสิต.....  
หลักสูตร วิศวกรรมเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์.ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....  
ปีการศึกษา.....2542.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

# 4073401123: MAJOR PETROCHEMISTRY

KEYWORD: RELEASE LINER/PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE/SILICONE

KINGFA KITCHAINUGOOL: TRACE ANALYSIS OF POLYSILOXANE FROM PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE RELEASE LINERS. THESIS ADVISOR: ASSOCIATE PROFESSOR AMORN PETSOM, Ph.D. THESIS CO-ADVISOR: DUANGPORN SOMPONGSE, Ph.D. 130 pp. ISBN 974-334-944-8

According to the required standard of silicone and amide content in the release liner of pressure sensitive adhesive (PSA) in the hard disk assembly process, there should not be silicone and amide compounds present in the release liner of PSA.

In this research, various types of release liners and PSAs from Flex Con, including 90 PFW, 150 Poly STH-9, Specsok-8, EX200 Poly SC-9, ST-2412014, ST-2412024, ST-2412034 and ST-2412044, were used as samples. The amount of polysiloxane compounds were determined by using FTIR analysis technique, the amounts of polysiloxanes were detected at 0.09 ng/cm<sup>2</sup>, 0.08 ng/cm<sup>2</sup>, 0.60 ng/cm<sup>2</sup>, 0.42 ng/cm<sup>2</sup>, 0.11 ng/cm<sup>2</sup>, in release liners 90PFW, 150 Poly STH-9, Specsok-8, EX200 Poly SC-9, labels namely ST-2412014, ST-2412024, ST-2412034 and ST-2412044, respectively. The types of polysiloxane compounds were also determined by using localized extraction with methylene chloride, which subsequently injected into GC/MSD. The vapor of polysiloxane compounds that volatilize at 85°C within 3 hours in the DHS chamber was collected and later thermally desorbed via ATD (Auto Thermal Desorption instrument) into GC/MSD. Some of the polysiloxane compounds in release liners of PSA were identified as 3-Isopropoxy-1, 1, 1, 7, 7, 7-hexamethyl-3, 5, 5 tris (trimethylsiloxy) tetrasiloxane mixed with 1, 1, 1, 5, 7, 7, 7-heptamethyl-3, 3-bis (trimethylsiloxy) tetrasiloxane and also dodecamethyl cyclohexasiloxane. Moreover, the other harmful organic compounds to the hard disk performance were detected.

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์.....ลายมือชื่อนิติศ.....

หลักสูตร วิศวกรรมเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ปีการศึกษา.....2542.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

## ACKNOWLEDGEMENTS



I would like to express my sincere thanks to my advisor, Associate Professor Dr. Amorn Petsom for his encouraging guidance, supervision and helpful suggestions throughout this research. I am grateful to Dr. Duangporn Sompongse, my co-advisor for her valuable comments, suggestion and support. In addition, I am also grateful to Associate Professor Dr. Supawan Tantayanon, Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran, Associate Professor Dr. Vimolrat Trakarnproek and Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D. serving as Chairman and members of my Thesis committee, respectively, for their valuable comments.

Special thank is due to Seagate Technology Thailand. Co., Ltd., for their help in permitting use of some equipments and for their support during this research. And I would like to express gratitude to Paul Kalil, Seagate adhesive specialist, for his coordination to Flex Con, label and pressure sensitive adhesive manufacturer for their samples.

Finally, I would like to express my greatest appreciation to my family and my friends, namely Mr. Suchat Wongwaitrakran, Mr. Thanee Kongnu, Miss Juetong Wattanacheep and Miss Ratchadaporn Zraingam for their support throughout my entire master program.

## CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (IN THAI).....	iv
ABSTRACT (IN ENGLISH).....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
LIST OF TABLES.....	x
LIST OF FIGURES.....	xiii
ABBREVIATION.....	xvi
<b>CHAPTER</b>	
1. INTRODUCTION.....	1
Objective, scope and benefits of this research.....	4
2. THEORETICAL AND LITERATURE REVIEW.....	5
2.1 General information of hard disk drive failure function.....	5
2.1.1 Types of contaminant and its effect to drive operation...5	
2.1.2 Contamination concerns.....	7
2.2 General information of Pressure Sensitive Adhesive.....	13
2.2.1 What is the composition of Pressure Sensitive Adhesive and release liner?.....	13
2.2.1.1 Pressure Sensitive Adhesive.....	13
2.2.1.2 Adhesive Composition.....	14
2.2.1.3 Release Liners.....	16
2.2.1.4 Silicones.....	20
2.2.1.5 Methods of Application.....	28
2.3 Literature Review.....	29



## **CONTENTS (continued)**

	<b>PAGE</b>
<b>3. RESEARCH METHODOLOGY.....</b>	<b>36</b>
<b>3.1 Determination of Silicone content on various release liner and     label adhesive site via FT-IR analysis.....</b>	<b>36</b>
3.1.1 Procedure.....	36
3.1.2 Methods for Creating Standard Curve.....	36
3.1.3 Standard Curve Criteria.....	40
3.1.4 FT-IR Sample Recovery.....	41
3.1.5 Sample Extraction for FT-IR Analysis.....	42
<b>3.2 DHS Outgassing Test Analysis.....</b>	<b>44</b>
3.2.1 Procedure.....	44
3.2.2 Measurement Methods.....	45
3.2.3 Sampling Method.....	46
3.2.4 Calculation.....	48
<b>3.3 GC\MSD PROCEDURE.....</b>	<b>48</b>
3.3.1 Measurement Methods.....	48
<b>4. RESULTS AND DISCUSSION.....</b>	<b>50</b>
4.1 Sample Collection.....	50
4.2 FT-IR, DHS Outgassing Test and GC/MSD Analysis result and discussion for Flex Con Release Liners and Labels Adhesive Site on Silicone Content.....	51



**CONTENTS (continued)**

	PAGE
5. CONCLUSION.....	98
REFERENCES.....	100
APPENDIX .....	105
APPENDIX A.....	106
VITA.....	130



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
2.1 Factors Affecting Release Level.....	25
2.2 Supporting Release Data.....	28
4.1 The various release liner and label samples from FlexCon.....	51
4.2 Silicone amount was detected from FT-IR analysis.....	52
4.3 Outgassing analysis results for 90 PFW release liner from Flex Con.....	53
4.4 Outgassing analysis results for 150 Poly STH-9 release liner from Flex Con.....	56
4.5 Outgassing analysis results for Spec Sok-8 release liner from Flex Con.....	58
4.6 GC/MSD analysis results for 90 PFW release liner from Flex Con.....	60
4.7 GC/MSD analysis results for 150 poly STH-9 release liner from Flex Con.....	62
4.8 GC/MSD analysis results for Specsok-8 release liner from Flex Con.....	63
4.9 Outgassing analysis results for EX200 Poly SC-9 release liner from Flex Con.....	67
4.10 GC/MSD analysis results for EX200 Poly SC-9 release liner from Flex Con.....	68
4.11 Outgassing analysis results for ST-2412014 label from Flex Con.....	74
4.12 Outgassing analysis results for ST-2412024 label from Flex Con.....	75

**LIST OF TABLES (continued)**

<b>TABLE</b>	<b>PAGE</b>
4.13 Outgassing analysis results for ST-2412034 label from Flex Con.....	76
4.14 Outgassing analysis results for ST-2412044 label from Flex Con.....	77
4.15 GC/MSD analysis results for ST-2412014 Label from Flex Con.....	80
4.16 GC/MSD analysis results for ST-2412024 Label from Flex Con.....	81
4.17 GC/MSD analysis results for ST-2412034 Label from Flex Con.....	82
4.18 GC/MSD analysis results for ST-2412044 label from Flex Con.....	83
4.19 Outgassing analysis results for ST-2412014 release liner from Flex Con.....	86
4.20 Outgassing analysis results for ST-2412034 release liner from Flex Con.....	87
4.21 GC/MSD analysis results for ST-2412014 release liner from Flex Con.....	89
4.22 GC/MSD analysis results for ST-2412034 release liner from Flex Con.....	90
4.23 Outgassing analysis results for ST-2412024 release liner from Flex Con.....	94
4.24 Outgassing analysis results for ST-2412044 release liner from Flex Con.....	95

**LIST OF TABLES (continued)**

TABLE	PAGE
4.25 GC/MSD analysis results for ST-2412024 release liner from Flex Con.....	96
4.26 GC/MSD analysis results for ST-2412044 release liner from Flex Con.....	97



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1 Schematics showing a disk-drive head (a) sliding and (b) flying on a rigid disk.....	5
2.2 Overhead view (top) and cross section of a typical disk drive.....	7
2.3 Cleanliness Requirement: Contamination VS Flying Height.....	11
2.4 Head Disc Interface Failure.....	12
2.5 Schematic cross section of a pressure-sensitive laminate.....	24
2.6 Effect of crosslink density on release values.....	26
2.7 Formation of a thermoplastic material having rheological properties.....	31
3.1 Silicone peak height determination and identification.....	39
3.2 Dynamic Headspace Sampler (DHS Fixture).....	44
4.1 FT-IR Spectrum of 90-PFW Release Liner .....	52
4.2 FT-IR Spectrum 150 Poly STH-9 Release Liner .....	53
4.3 FT-IR Spectrum of Specsok-8 Release Liner .....	53
4.4 Outgassing Chromatogram of 90 PFW Release Liner.....	54
4.5 Outgassing Chromatogram of 150 Poly STH-9 Release Liner.....	56
4.6 Outgassing Chromatogram of Specsok-8 Release Liner.....	57
4.7 GC/MSD chromatogram of 90 PFW Release Liner.....	59
4.8 GC/MSD chromatogram of 150 Poly STH-9 Release Liner.....	61

## LIST OF FIGURES (continued)

FIGURE	PAGE
4.9 GC/MSD chromatogram of Specsok-8 Release Liner.....	61
4.10 FT-IR Spectrum EX200 Poly SC-9 Release Liner .....	65
4.11 Outgassing Chromatogram of EX200 Poly SC-9 Release Liner.....	66
4.12 GC/MSD chromatogram of EX200 Poly SC-9 Release Liner.....	66
4.13 FT-IR Spectrum of ST-2412014 Label .....	69
4.14 FT-IR Spectrum of ST-2412024 Label .....	70
4.15 FT-IR Spectrum of ST-2412034 Label .....	70
4.16 FT-IR Spectrum of ST-2412044 Label .....	71
4.17 Outgassing Chromatogram of ST-2412014 Label.....	71
4.18 Outgassing Chromatogram of ST-2412024 Label.....	72
4.19 Outgassing Chromatogram of ST-2412034 Label.....	72
4.20 Outgassing Chromatogram of ST-2412044 Label.....	73
4.21 GC/MSD chromatogram of ST-2412014 Label.....	78
4.22 GC/MSD chromatogram of ST-2412024 Label.....	78
4.23 GC/MSD chromatogram of ST-2412034 Label.....	79
4.24 GC/MSD chromatogram of ST-2412044 Label.....	79
4.25 FT-IR Spectrum of ST-2412014 Release Liner.....	84
4.26 FT-IR Spectrum of ST-2412034 Release Liner .....	84
4.27 Outgassing Chromatogram of ST-2412014 Release Liner.....	85
4.28 Outgassing Chromatogram of ST-2412034 Release Liner.....	86
4.29 GC/MSD chromatogram of ST-2412014 Release Liner.....	88

## LIST OF FIGURES (continued)

FIGURE	PAGE
4.30 GC/MSD chromatogram of ST-2412034 Release Liner.....	90
4.31 FT-IR Spectrum of ST-2412024 Release Liner .....	91
4.32 FT-IR Spectrum of ST-2412044 Release Liner .....	92
4.33 Outgassing Chromatogram of ST-2412024 Release Liner.....	93
4.34 Outgassing Chromatogram of ST-2412044 Release Liner.....	94
4.35 GC/MSD chromatogram of ST-2412024 Release Liner.....	95
4.36 GC/MSD chromatogram of ST-2412044 Release Liner.....	96
A1 Nicolet Magna 760 E.S.P. with MCT detector FT-IR.....	105
A2 Vertical ATR.....	117
A3 Crystal Position.....	118
A4 Angle of VATR Accessory.....	118
A5 Mirror Adjustment.....	119
A6 HP GC/MSD attached with Perkin Elmer ATD 400.....	120
A7 Automated Thermal Desorber ATD 400 Perkin-Elmer.....	120
A8 Gas Chromatography/Mass Spectrometre Detector GC/MSD HP5890/5972.....	127



## LIST OF ABBRIVIATIONS

HDA <sub>s</sub>	=	Head Disc Assemblies
HDI	=	Head Disc Interface
PSA	=	Pressure Sensitive Adhesive
FT-IR	=	Fourier Transform Infrared Spectrometer
ATR	=	Attenuated Total Reflectance
VATR	=	Vertical ATR
KRS-5	=	Thallous bromide-Iodide
MCT	=	Mercury-Cadmium-Tellurium(Hg-Cd-Te)
IG	=	Interferogram
NSB	=	Number of Background Scans
NSS	=	Number of Sample Scans
GC/MSD	=	Gas Chromatography/Mass Spectrometer Detector
DHS	=	Dynamic Headspace Sampler
ATD	=	Automated Thermal Desorber
DOP	=	Diethyl Phthalate
HPLC	=	High Performance Liquid Chromatograph
PR	=	Pesticide Low Residue