

異種材料接合の表面処理における 固体ソース H₂O プラズマ分布均一化のための改良

遠西 美重

東京科学大学 リサーチインフラ・マネジメント機構 コアファシリティセンター

1. はじめに

固体ソース H₂O プラズマ装置は、水の状態変化を利用した自作のプラズマ発生装置である。ポリジメチルシロキサン (PDMS) 流路を作製する際、流路をガラスで封止する前に貼合わせ面をプラズマによって親水化させる表面処理を行うが、これまで本装置による H₂O プラズマ処理により、ガラスと PDMS の強い接合を達成することができた^[1]。しかしながら、プラズマが多く集中している電極および H₂O ガス供給源の近傍で処理した場合は接合が強く、それ以外は接合が弱い傾向があった。広い面積の流路デバイスでも全面を均一に接合させるために、本装置の H₂O ガス供給源の設置位置の検討、および電極形状の改良を行った^[2]。ここでは、H₂O プラズマ処理後のガラスと PDMS 表面の接触角測定、AFM 観察、および接合強度の破壊検査を行い、改良した固体ソース H₂O プラズマ装置を用いることにより、直径 4 インチの領域で均一な結果が得られたので報告する。

2. H₂O プラズマ発生装置の概要

図 1 に装置の概要を示す。直径 200 mm の SUS チャンバーには直径 35 mm のポートが複数あり、排気用ロータリーポンプ、RF 電源、圧力ゲージおよびリーク弁を取り付けている。蓋は透明な 20 mm 厚の石英板とした。チャンバー本体からサンプルおよび供給容器へ熱が伝わらないよう、チャンバー底にも 30 mm 厚の石英板を設置した。H₂O ガスの供給源となる水 5 mL をガラス製の供給容器に入れてチャンバー内に置いた。ロータリーポンプ (RP) でチャンバー内を減圧すると、状態変化によって水は凍り始め、200 Pa で完全に固体になった。更に圧力を下げると固体の水は昇華して H₂O ガスとなる。H₂O ガス流量は容器の開口径に依存するため、本実験では圧力を 150 Pa 以下にすることができる直径 15 mm のガラス容器とした。13.56 MHz の高周波 (RF) を 10 W 印

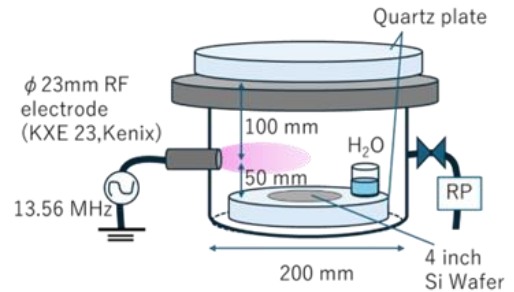


図 1 H₂O プラズマ発生装置

加してプラズマを発生させ分光器で観測すると、発光スペクトルから OH、H、O の H₂O 由来のピークが観察された。

3. 実験と結果

3.1 プラズマ分布均一化のための改良

図 2 に改良前と改良後の放電の様子およびレジスト膜厚減少量の分布を示す。4 インチの Si 基板上に中央から放射状に 13 か所のパターンを付けたレジスト (AZ5214E) 膜厚の減少量から、プラズマ分布を測った。アンテナの設置、純水を入れるガラス容器の位置変更と水跳ね防止の蓋を追加したことにより、レジスト膜厚減少量は均一となった。以降は改良した装置を使用し、試料として 15×15 mm² のガラスと PDMS を用いて直径 4 インチの領域での H₂O プラズマ表面処理の位置依存性を検証した。

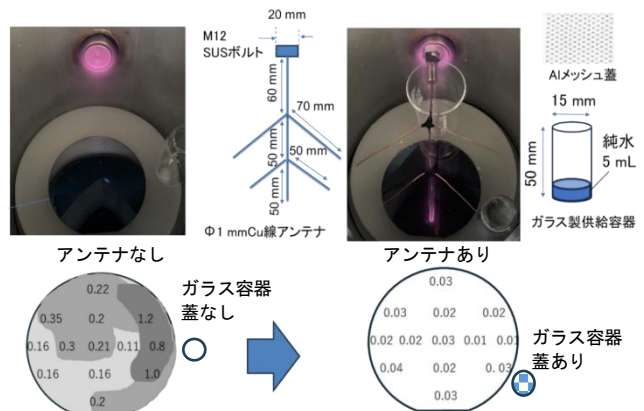


図 2 装置改良前後の放電の様子とレジスト膜厚の減少量(μm)の分布

3.2 表面処理後の接触角と表面粗さ

改良した装置での表面処理後の接触角と表面粗さの位置依存性を調べるために、図3に示す直径4インチのSi基板上的①から⑤の位置に試料（ガラスとPDMS）を設置し、100 Pa、10 W、1 minのH₂Oプラズマ処理を行った。図4にガラスとPDMSの処理後の純水滴の接触角とAFMで測定した表面粗さを示す。接触角は、ガラスでは±2°、PDMSでは±5°以内、表面粗さは、ガラスでは±0 nm、PDMSでは±3 nm以内であり、直径4インチの領域で均一性が示された。

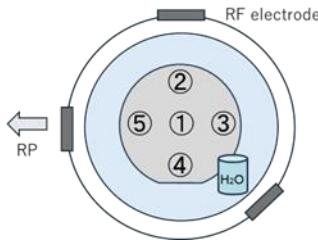


図3 試料の設置位置

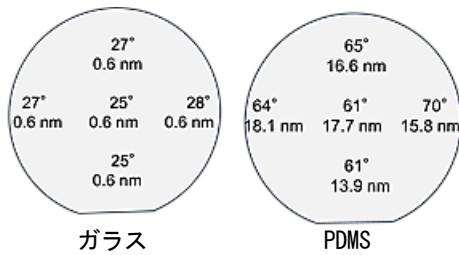


図4 試料の接触角と表面粗さの位置依存性

3.3 接合強度試験

次に、改良した装置でH₂Oプラズマ処理し、貼り合せたガラスとPDMSの接合強度の位置依存性を調べた。図5に接合強度試験の概要を示す。3.2と同条件でプラズマ処理したガラスとPDMSの処理面の半分を貼り合わせ、90°Cで10 minベークした中心部をフォースゲージの先端で押し、PDMSが破壊したときの最大値を接合強度とした。図6に示すように、接合強度は①から⑤の位置において±0.8 N/cm²であった。これより、接合強度試験においても直径4インチの領域での均一性が示された。

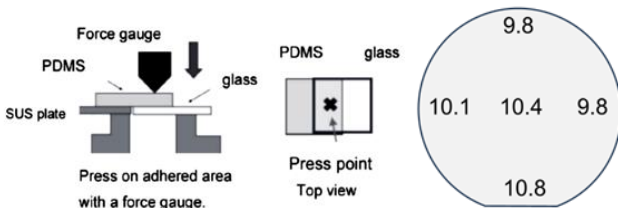


図5 接合強度試験の概要

図6 接合強度(N/cm²)の位置依存性

3.4 流路デバイスの評価

最後に、改良した装置による広い領域でのプラズマ処理への効果を、封止用ガラスとL=40 mm、W=100 μm、D=130 μmのPDMS矩形流路を貼り合せた流路デバイスに純水を流して評価した。図6に処理時の試料の設置位置と作製した流路デバイスを示す。①チャンバー壁際、②チャンバー中心に試料を置き、処理後直ちに貼り合わせて90°Cで10 minベークした。表3に示すように、改良後の装置でプラズマ処理した試料の流路デバイスは、シリンジポンプの最大流速3 mL/minでも破壊せず、直径4インチの領域外に設置した試料であっても接合が可能であることが示された。

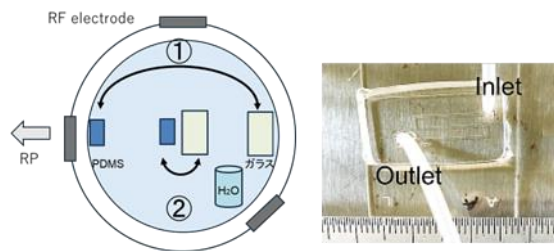


図7 試料の設置位置と作製した流路デバイス

表3 装置改良前後の純水流速と水漏れの関係

	①壁際	②中央
装置改良前	水漏れあり	<0.3 mL/min 水漏れなし
装置改良後	>3 mL/min 水漏れなし	>3 mL/min 水漏れなし

4. まとめ

水の状態変化を利用した簡易な装置構成の固体ソースH₂Oプラズマ装置を改良し、プラズマ分布の均一化を図った。改良した装置を用いてガラスとPDMSの表面処理を行い、表面の接触角測定、AFM観察および接合強度試験を行った結果、直径4インチの領域での均一性が示された。流路デバイス評価においても、改良後の装置では、広い領域でのプラズマ処理が可能であった。

参考文献

[1] M. Tohnishi, and A. Matsutani, Sensors and Materials, Vol. 33, No. 2 569 (2021).

[2] 遠西 美重, 第30回機器・分析技術研究会 2024 広島大学, P-33 (2024).

謝辞

本研究は科研費奨励研究(24H02547)の助成を受けた。