

異種材料接合のための新型プラズマ照射装置の開発（第3報）

機械電子科 高木 誠 稲葉彩乃 井出達樹 真野 毅

Development of new-style plasma irradiation equipment for bonding dissimilar materials
(3rd Report)

Makoto TAKAGI, Ayano INABA, Tatsuki IDE and Tsuyoshi MANO

There are expectations regarding the use of composite materials in next-generation vehicles. For the purpose of manufacturing composite materials, which is seen as a technology that requires bonding for simplicity and lightness. However, with regard to adhesive bonding for automobiles, the current technology does not satisfy the performance requirements. Plasma irradiation technology has promise for surface cleaning and activation, and it improves adhesion strength. Last year, we developed new-style plasma irradiation equipment to solve this problem. Currently, we are creating a database, measuring the operation of a prototype and the effect of irradiation. Sufficient performance was confirmed, namely, uniformity of plasma irradiation and the ability to follow the shape of an object.

Keywords : plasma, EV, Adhesive, dissimilar materials

キーワード : プラズマ、電気自動車、接着、異種材料

1 はじめに

昨年度の第1報に引き続き、新型プラズマ照射装置の開発を行なったので、その結果について報告する。

輸送機器関連産業の振興は静岡県的重要政策課題と位置づけられているが、今後電動自動車（EV）化が進む中では車体重量の大幅軽量化が必要で、それに用いられる複合材料の開発が望まれている。複合材料の製造・接合手段として接着が安価で早く面接合が可能という特長のため注目されているが、複合材料利用の信頼性がまだ充分ではない¹⁾。そこで簡便な接着強度向上手段と、その強度検証データが希求されている。この課題に取り組むことで、県内企業が複合材料部品開発を行うリスクを減らし、EV製造の優位性を得ることが期待できる。

プラズマ照射は放電で生じたイオンやラジカルを被接着物に照射し、表面の接着力向上（活性化）を図る前処理手段として利用されている。元来、半導体用途での利用が多かったが、その用途が拡がり、輸送機器関連産業にも一部導入され始めている。大気圧下で処理可能でインラインでの使用が可能な「大気圧プラズマ照射」が広く関心を集めているが、我々は、従来より利用されている真空（低圧）プラズマ照射に着目した。大気圧プラズマ照射装置では困難な、広範囲、複数物体への一括処理や複雑形状への処理が可能で、

一般的な真空（低圧）プラズマ照射装置で問題となる排気時間の短縮、装置の低価格化が実現できれば、多品種・少量生産や試作を行なう県内中小企業でも利用拡大が可能と考えた。当研究では、プラズマ照射装置の製品化と、それを利用した前処理事業の展開を見据え、実用的プラズマ処理能力を得るための実証装置開発と、試験データを企業へ提供するライブラリ構築を目的としている。

昨年度我々は、全固体型高周波発振器を利用した広範囲の真空領域で作動可能な新型プラズマ照射装置の実証装置を製作した²⁾。この実証装置の概要を写真1、写真2に示す。今年度は実証装置について、安定稼働の確認と性能検証を行った。

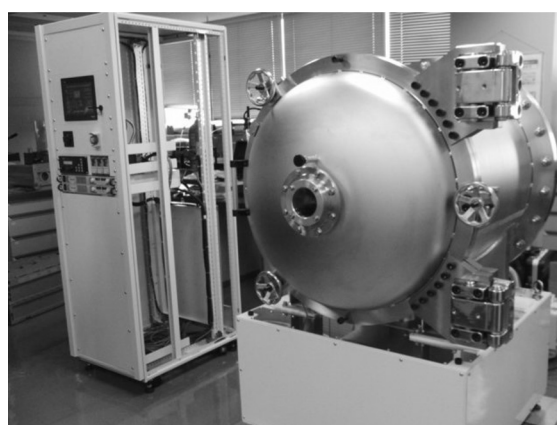


写真1 実証用プラズマ照射装置
左が制御系 右が真空チャンバー本体



写真2 実証用プラズマ照射装置内部
ステージ（バイアス電極）のサイズは幅420mm、奥行600mm。写真のガロン瓶は比較のために置いたもの。

2 方法

2.1 プラズマ照射評価法について

プラズマ照射実証装置を様々な条件で稼働させ、安定的稼働条件（真空度、高周波出力、バイアス出力）を求めた。この安定的稼働可能で最も放電電流の大きな条件でプラズマ照射を行なうことを決め、プラズマ照射対象物に均質な照射が可能であるか、について分析を行なった。

接着を行なう対象物は、その全体に十分なプラズマ照射が行われなくてはならない。小さくても複数の対象物に照射を行なう場合は重要な点である。特に、スリットや孔等の凹部など複雑な形状に追従して照射できるかは実用性で問題となる。このため、ステージ（バイアス電極）上全体にプラズマ照射が行われるかを調べる必要がある。そこで、写真3に示すようなプラズマに

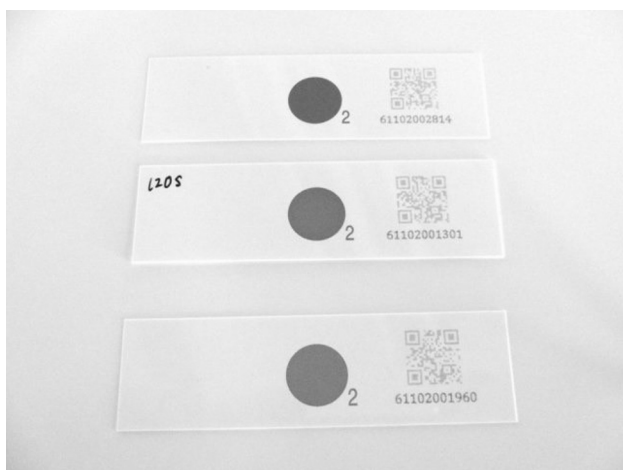


写真3 サクラクレパス社製のPLAZMARK®
上段：未使用、中下段：プラズマ照射後のもの。色が薄くなっている。

曝露されると変色するプラズマインジケータ（以下PIと略す サクラクレパス(株)製 PLAZMARK®）を用いて、均質性の評価を行った。一般的にプラズマ密度はラングミュアプローブによって定量的に測定されるが³⁾、チャンバー内の任意の各位置にラングミュアプローブを配置するのが困難であることと、プラズマ照射による表面処理はイオンだけでなく中性ラジカルの効果も大きいとされている⁴⁾。このため、ラングミュアプローブよりも簡便で、ラジカルによる影響も併せることが可能なPIの方が適していると判断した。PIはプラズマ密度の精密な測定を行なうには適さないが、照射量による変化を比較する目的には充分である。

PIの変色は色差計で数値化できるため、プラズマ照射量の多寡は色差（色の変化量）によって判断できる。つまり、より色差が大きい方がプラズマへ照射量が多いということである。

PIによる実験は、次の方法で行った。PI変色のプラズマ照射時間依存性を測定し、PIがプラズマ照射量の指標となるかを確認した。測定条件は、高周波（RF）電圧70V、直流印加（バイアス）電圧600V、真空度40Pa、使用ガス種は空気である。その後、均一性評価と形状追従性の評価を行なった。

2.2 均一性評価

バイアス電極上の四隅と中央部など全9カ所にPIを配置してプラズマ照射し、各位置における色差を確認した（写真4）。測定条件は、RF電圧70V、バイアス電圧600V、真空度40Pa、照射時間60s、使用ガス種は空気である。

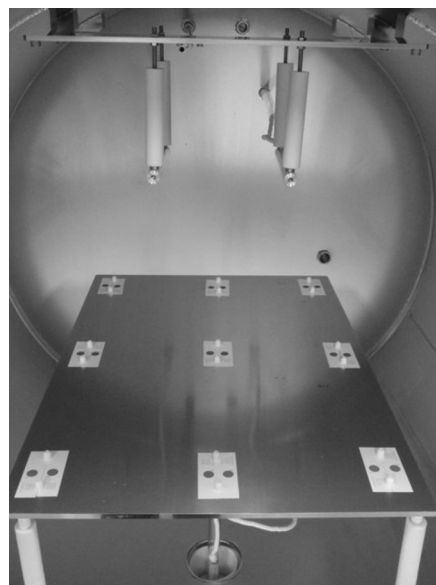


写真4 プラズマ照射均一性を測定するためステージ上に配置したPLAZMARK®
9カ所に配置してプラズマ分布を測定した。

2.3 形状追従性評価

次いで、スリットや孔等の凹部へ充分プラズマが到達するか、についても実験を行なった。物体の隙間や孔に侵入することを模して、バイアス電極板上にそれぞれ200mm角の板を配置し、板の四隅と中央部にPIを置き、8mmのスペーサを挟んでギャップを空けて板を載せる（写真5）。この状態でプラズマ照射を行ない、PIの色差を確認した。板中央部のPIは100mmの奥行きで8mmのギャップにプラズマが侵入するか調べることができる。アルミ板とガラス板の二種について行い、導電体と絶縁体で違いがあるか、についても確認した。測定条件は、RF電圧70V、バイアス電圧600V、真空度40Pa、照射時間60s、使用ガス種は空気である。

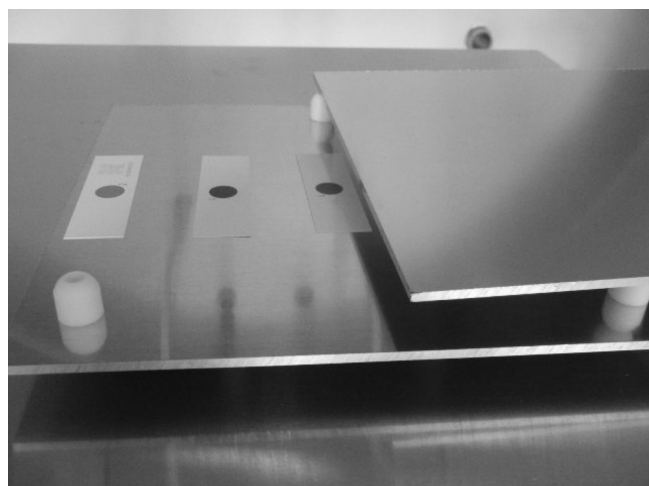


写真5 プラズマ照射の形状追従性測定
200mm角のアルミ、ガラス板に高さ8mmスペーサを挟み重ねて、隙間の各所にPIを配置した。

3 結果と考察

3.1 プラズマインジケータ色差時間依存性評価

PIをバイアス電極の中央部に配置し、時間を変えてプラズマを照射した。変色したPIを色差計（コニカミノルタ製 分光測色計 CM-700d）で測定、数値化した結果が図1である。照射時間を対数軸として色差が直線上に乗ることから指数的变化することが判る。これはPI表面に担持された色素が一定比率で減少している、と推測される。このことから、PIによる色変化はプラズマ照射量の測定に利用可能であると判断される。

3.2 均一性評価

バイアス電極上四隅と中央部を含めた全9カ所で色差を比較した結果が、図2である。四隅の色差の割合は中央部に比べて8割程度である。プラズマ照射の分布は中心部を中心として、面内でほぼ対称である。

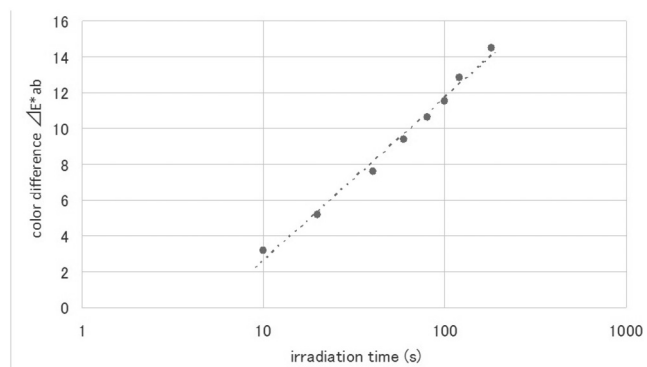


図1 PI変色のプラズマ照射時間依存性
縦軸は変色度（色差）、横軸は照射時間（対数表示）

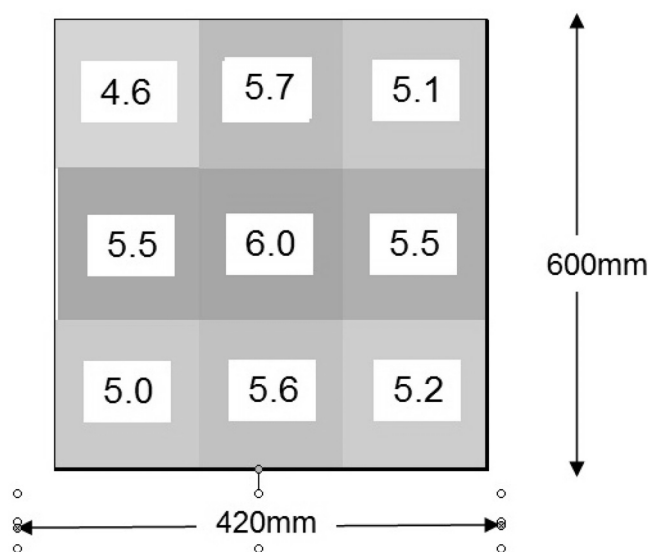


図2 プラズマ照射の均一性測定結果
ステージ上各所に配置したPIの色差を、各位置になぞらえて表示

配置高さを変えた場合も値は大きく変化することはなく、約8割程度の色差であった。バイアス電極上のプラズマは上部高周波電極間放電による生成だけでなく、チャンバー内壁とバイアス電極間での放電により生成されているために比較的均一だと考えられる。また、真空度40Paで室温下の気体分子の平均自由行程は約0.1mmであることから⁵⁾、イオンが衝突で再生成されることは少なく、PIを変色させる主体はイオンや電子によって励起され拡散しているラジカルだと推測される。

3.3 形状追従性評価

重ねた板のギャップにおける色差は、アルミ板では中央部は端部の8割程度であり、ガラスでは中央部は端部の5割程度である（図3）。バイアス電極上で電氣的に接触させず、離れた状態で配置した場合、対象物には浮動電位が生じる⁶⁾。この浮動電位は絶縁物と導電物では異なる。また、放電時に発生する紫外

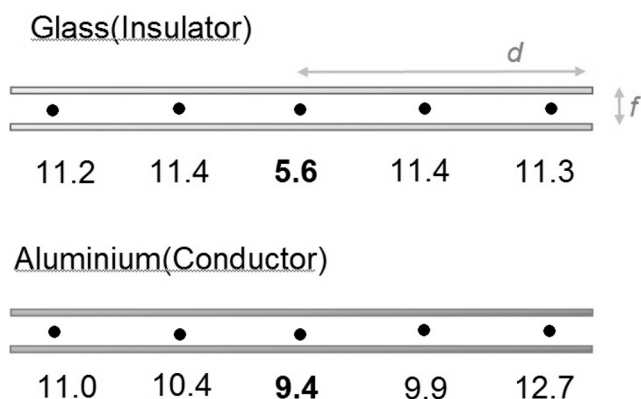


図3 プラズマ照射の形状追従性測定結果

上がガラス、下がアルミ。奥行dは100mm、隙間高さfは8mmをステージ上各所に配置したPLAZMARK®の色差を、各位置になぞらえて表示

(UV) 光もPIを変色させる可能性がある。このため、アルミとガラスに対して測定を行った。この両者とも浮かせた状態で配置したサンプルでも変色していることは、バイアス電位で加速されたイオンではなく、拡散するラジカルが変色の主因であることを示唆している。そして、色差が中央部ほど小さく、端部ほど大きいことから、ラジカルが拡散侵入し変色させていることをほぼ裏付けている。ガラスはある程度UV光を透過させるが、アルミはUV光を遮断するため、アルミとガラスでは放電で発生するUVの効果を確認できる。アルミ板のギャップ内で変色していることから、変色は大部分ラジカルの影響と考えられる。両者の結果から、奥行100mm、隙間8mmという狭隘部でもプラズマ照射効果があることがわかった。大気圧プラズマ照射などでは、狭隘部への処理効果はほぼ無いため、当実証機の照射効果は形状追従性において優れていると考えられる。

4 まとめ

大容量・高速排気・簡易的で低コストのプラズマ照

射装置を開発、試作した。そのチャンバー内部でプラズマは高い均質性を持ち、大サイズや、孔やスリット等の複雑形状を持つ被照射物に対しても十分な照射効果を持つ事を確認した。

今後、さらに装置の検証と改良を行い、各種材料に対するプラズマ照射効果を評価することで、県内中小企業がプラズマ照射装置を導入・使用しやすい環境を作り出していく方針である。

参考文献

- 1) 原賀康介,佐藤千明：第4章 自動車の材料多様化に対応する接着技術の課題 1. 接着接合に何を期待するか 2. 組立用接着剤に必要な性能と接着剤の現状 3. 車体組立における接着接合活用の方向性,「自動車軽量化のための接着接合入門」, 初版 (日刊工業新聞社,), P109-118 (2015).
- 2) 高木誠 他：「異種材料接合のための新型プラズマ照射装置の開発 (第1報)」. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第11号, P106-107 (2018).
- 3) 堤井信力：第3章 プラズマの診断1 プローブ法,「プラズマ基礎工学」, 初版 (内田老鶴圃), P121-207 (1986).
- 4) 市川幸美 他：1.1 半導体デバイス作製へのプラズマの応用 「プラズマ半導体プロセス工学」, 第一版 (内田老鶴圃), P1-2 (2003).
- 5) 小島啓安：2-4 平均自由行程とは何か? 「現場のスパッタリング薄膜Q&A」, 第一版 (日刊工業新聞社), P27-29 (2008).
- 6) 市川幸美 他：7. 8 プラズマ電位と浮動電位,「プラズマ半導体プロセス工学」, 第一版 (内田老鶴圃), P278-279 (2003).