

S24005

ドライプロセスの表面処理が
高分子樹脂表面および界面の接着性に与える影響調査
**Investigation of the Effects of Dry Process Surface Treatment
on the Adhesion Properties of Polymer Resin Surfaces and Interfaces**

有本 太郎^{a,b}, 才津 良太^a, 大久保 雄司^a, 入澤 明典^c, 今田 真^c
Taro Arimoto^{a,b}, Ryota Saitsu^a, Yuji Ohkubo^a, Akinori Irizawa^c, Shin Imada^c

^a大阪大学大学院工学研究科, ^bウシオ電機株式会社, ^c立命館大学 SR センター
^aGraduate School of Engineering, Osaka University, ^bUSHIO Inc., ^cThe SR Center, Ritsumeikan University

e-mail: tr.arimoto@ushio.co.jp

フッ素樹脂は X 線に対する試料損傷が大きく、材料評価が難しいことが課題としてあげられる。Cu 薄膜／フッ素樹脂界面の非破壊分析が HAXPES 測定で可能かを検証するため、Cr 線源を用いた HAXPES により試料損傷の影響を調査した。放射光による HAXPES 評価ではスペクトルの積算ごとにフッ素樹脂が改質されてしまい、ピークの形状が変化した。Cr 線源での HAXPES 評価では積算回数を重ねても改質とみられる変化はなく、HAXPES 評価が可能であることがわかった。

Fluoropolymer present a significant challenge in material evaluation due to their susceptibility to sample damage under X-ray irradiation. To assess the feasibility of nondestructive analysis of the Cu thin film/Fluoropolymer interface using Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy (HAXPES), we investigated the effects of sample damage induced by HAXPES measurements employing a Cr source. While synchrotron-based HAXPES evaluations exhibited changes in peak shapes with increasing exposure, indicating modification of the Fluoropolymer, measurements using the Cr source showed no such modifications even after multiple accumulations. These results demonstrate that HAXPES analysis of the Cu/fluororesin interface is feasible without inducing sample damage when using a Cr source.

Keywords: Plasma treatment, HAXPES, Fluoropolymer, Adhesion, Non-destructive interface analysis

背景と研究目的

次世代通信規格である Beyond 5G/6G デバイスや自動運転を目指す車載機器などの技術開発により、プリント配線基板に求められる電気信号の高周波化が進んでいる。従来の製造方法では基板と配線界面の凹凸に起因するアンカー効果によりその接着を得ていた。しかし、高周波帯域では、電気信号が導体表面に集中して流れる表皮効果の影響が顕著に表れるため、表面粗度に依存する伝送損失が新たな課題となっている。伝送損失を低減するために、基材と回路の間には、nm レベルの平坦性が求められており、従来の粗化による凹凸を利用したアンカー効果がなくても回路と基板の密着を得られるプロセスが要求されている。さらに材料側からのアプローチとして、伝送損失を低減するため、比誘電率 D_k と誘電正接 D_f が共に小さい材料への代替が進められている。フッ素樹脂の 1 種である FEP（パーフルオロエチレンプロペンコポリマー）は D_k と D_f が共に小さいため、FPC の基板材料として適しているが、異種材料との接着性が乏しいという欠点を有している。そこで、我々の研究グループでは、FEP 表面に対して大気圧プラズマ処理をおこない、FEP の表面粗さを増加せずに高い接着性が得られる条件を探索し、Cu スパッタリング膜／FEP の間で高い接着強度が得られた^[1]。界面の接着メカニズムを解明するため、脱出深さが深い HAXPES（硬 X 線光電子分光法）による非破壊での Cu／FEP 界面の化学状態評価に取り組んでいる。事前に SPring-8 BL-09XU で行った放射光 ($h\nu = 7.94 \text{ keV}$) による HAXPES 評価では時間経過とともに放射光により FEP が改質してしまい、スペクトルの積算毎にピークの形状が変化した。そのため、本研究では、X 線源に Cr ($h\nu = 5.4 \text{ keV}$) を搭載した HAXPES 装置（ULVAC-PHI、PHI Quantes）を用いて Cr 線源での FEP に対する改質ダメージの影響を調査した。

実験

フッ素樹脂試料として、FEPシート（ダイキン工業、ネオフロン NF-0250）を70 mm×45 mm に切り分けたものを使用した。これらの試料をアセトン（キシダ化学、純度99.0 %以上）と純水でそれぞれ1 minずつ、超音波洗浄器（アズワン、US-4R）を用いて超音波洗浄した。その後、N₂ガス（イワタニファインガス、純度99.99 %）を吹き付けて試料を乾燥させた。

立命館大学SRセンター内にあるSA-1所有の走査型デュアルX線光電子分光分析装置（ULVAC-PHI, PHI Quantes）にてCr-K α 光源（5415 eV）によるHAXPES測定を実施した。照射径 ϕ 100 μ m, 加速電圧20 kV, パスエネルギー26.00 eV, ステップサイズ0.05 eV, 光電子の脱出角 90° を条件とし、測定中は低速電子線と低速Arイオンの照射により、帯電中和処理をおこなった。

結果、および、考察：

Fig. 1 に FEP 表面 HAXPES スペクトルを示す。F1s および C1s スペクトルにおける積算回数 1 回から 5 回までの比較ではピーク形状の変化やピークシフトがないことが確認できた。このことよりフッ素樹脂に対する Cr 線源での HAXPES 測定の有用性が示された。

今回の実験では、未処理とプラズマ処理をおこなった FEP 表面上に Cu 膜を成膜したサンプルを作製し、Cr 線源による HAXPES 評価により、プラズマ処理の有無による Cu の状態（Cu⁰ または Cu⁺ の状態）の違いを検証していく。

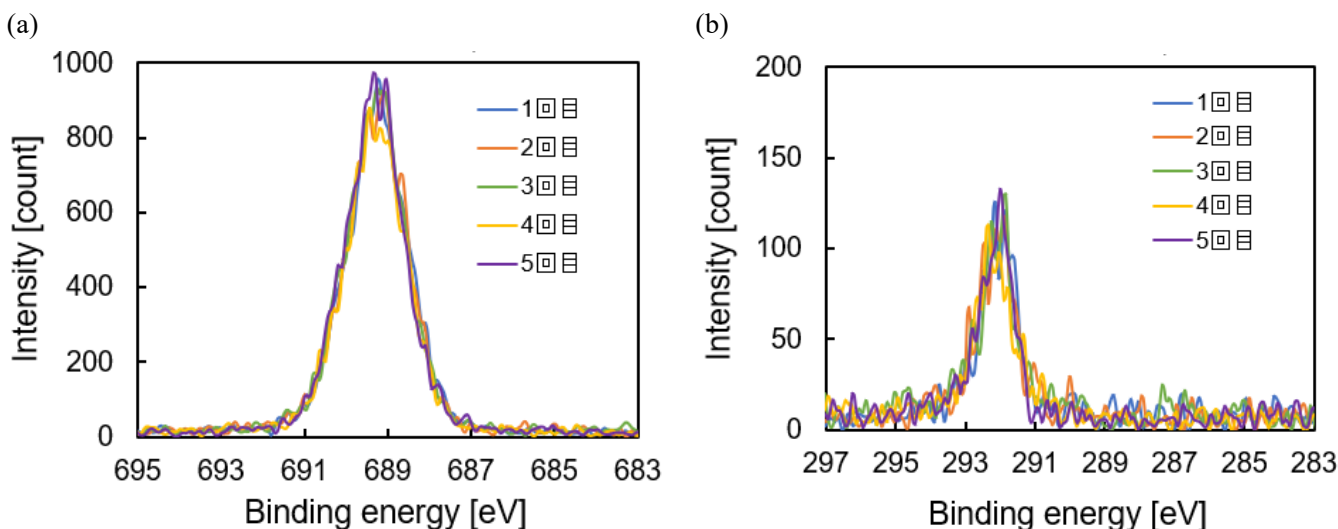


Fig. 1 FEP 表面の HAXPES スペクトル (a) F1s, (b) C1s

参考文献

[1] 才津良太 他, 接着界面科学研究会 接着界面科学シンポジウム 講演要旨集 (2023) pp.25.

研究成果公開方法／産業への応用・展開について

・本研究成果は「表面技術協会 第 151 回講演大会（2025 年 3 月 12 日）」にて成果公開した。