

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6195022号
(P6195022)

(45) 発行日 平成29年9月13日(2017.9.13)

(24) 登録日 平成29年8月25日(2017.8.25)

(51) Int.Cl.		F I	
B 2 9 C 65/00	(2006.01)	B 2 9 C	65/00
C 0 8 J 7/00	(2006.01)	C 0 8 J	7/00 3 0 2
		C 0 8 J	7/00 C E R
		C 0 8 J	7/00 C E Z

請求項の数 4 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2016-541689 (P2016-541689)	(73) 特許権者	000102212 ウシオ電機株式会社 東京都千代田区丸の内一丁目6番5号
(86) (22) 出願日	平成28年2月25日(2016.2.25)	(74) 代理人	100078754 弁理士 大井 正彦
(86) 国際出願番号	PCT/JP2016/055580	(72) 発明者	和佐本 真 東京都千代田区丸の内1丁目6番5号 ウシオ電機株式会社内
(87) 国際公開番号	W02016/147828	(72) 発明者	竹元 史敏 東京都千代田区丸の内1丁目6番5号 ウシオ電機株式会社内
(87) 国際公開日	平成28年9月22日(2016.9.22)	(72) 発明者	鈴木 信二 東京都千代田区丸の内1丁目6番5号 ウシオ電機株式会社内
審査請求日	平成28年6月20日(2016.6.20)		
(31) 優先権主張番号	特願2015-55676 (P2015-55676)		
(32) 優先日	平成27年3月19日(2015.3.19)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ワークの貼り合わせ方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

樹脂よりなる第1のワークと、樹脂よりなる第2のワークとを貼り合わせる方法であって、

前記第1のワークおよび前記第2のワークの各々の貼り合わせ面を真空紫外線または大気圧プラズマによって処理する表面活性化工程と、

前記第1のワークおよび前記第2のワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した状態で、下記(1)～(4)のいずれかの方法によって接合する接合工程とを有し、

前記表面活性化工程において、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマの積算処理量が、当該積算処理量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線における初期減少区間内にある時点において、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止することを特徴とするワークの貼り合わせ方法。

(1) 第1のワークおよび第2のワークを加熱する方法

(2) 第1のワークおよび第2のワークを厚み方向に加圧する方法

(3) 第1のワークおよび第2のワークを厚み方向に加圧しながら加熱する方法

(4) 第1のワークおよび第2のワークを厚み方向に加圧し、加圧を解除した後に加熱する方法

【請求項2】

前記表面活性化工程において、前記貼り合わせ面の水の接触角が30°未満になる前に

10

20

、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止することを特徴とする請求項 1 に記載のワークの貼り合わせ方法。

【請求項 3】

前記表面活性化工程において、前記貼り合わせ面の水の接触角が前記表面活性化工程前における初期接触角より低下した後に、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止することを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載のワークの貼り合わせ方法。

【請求項 4】

前記第 1 のワークおよび前記第 2 のワークを構成する樹脂が、シクロオレフィン樹脂、アクリル系樹脂またはシリコン樹脂であることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 3 のい

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、合成樹脂、ガラス、シリコンウエハ、水晶またはサファイアからなるワーク同士を貼り合わせる方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、生化学分野において、マイクロリアクタを用いて微量の試薬の分離、合成、抽出または分析などを行う手法が注目されている。このマイクロリアクタは、例えばシリコン、シリコン樹脂またはガラスなどよりなる小さな基板の上に、半導体微細加工技術によってマイクロスケールの分析用チャンネルなどが形成されたマイクロチップよりなるものである。

20

このようなマイクロリアクタを用いた反応分析システムは、マイクロ・トータル・アナリシス・システム（以下、「 μ TAS」という。）と称されている。この μ TASによれば、試薬の体積に対する表面積の比が大きくなることなどから高速かつ高精度の反応分析を行うことが可能となり、また、コンパクトで自動化されたシステムを実現することが可能となる。

【0003】

マイクロチップにおいては、マイクロチャンネルと称される流路に、試薬が配置された反応領域など、各種機能を有する領域を設けることにより、様々な用途に適したチップを構成することができる。マイクロチップの用途としては、遺伝子解析、臨床診断、薬物スクリーニングなどの化学、生化学、薬学、医学、獣医学の分野における分析、あるいは、化合物の合成、環境計測などが挙げられる。

30

【0004】

このようなマイクロチップは、典型的には一對の基板が対向して接着された構造を有する。そして、少なくとも一方の基板の表面に微細な流路（例えば、幅 $10 \sim$ 数 $100 \mu\text{m}$ 、深さ $10 \sim$ 数 $100 \mu\text{m}$ 程度）が形成されている。マイクロチップを構成する基板としては、製造が容易であり、光学的な検出も可能であることから、主にガラス基板が用いられている。また、最近では、軽量でありながらガラス基板に比べて破損しにくく、かつ、安価な樹脂基板を用いたマイクロチップの開発が進められている。

40

【0005】

マイクロチップの製造において、基板の貼り合わせ方法としては、接着剤を使用する方法、熱融着による方法が考えられる。しかしながら、これらの方法は、以下のような問題がある。

接着剤によって貼り合わせる方法においては、接着剤が微小流路に染みだして流路が閉塞したり、微小流路の一部が狭くなって流路の径が不均一となったり、また、流路壁面の均質な特性に乱れが生じたりする、という問題がある。

また、熱融着によって貼り合わせる方法においては、加熱溶融温度以上で融着すると加熱段階で流路がつぶれてしまったり、流路が所定の断面形状に保持されなかったりするた

50

め、マイクロチップの高機能化が困難となる、という問題がある。

そこで、近年、真空紫外線を基板の表面に照射することによって、当該基板の表面を活性化させ、その後、基板を貼り合わせる方法が提案されている（特許文献1乃至特許文献5参照。）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特許第3714338号公報

【特許文献2】特開2006-187730号公報

【特許文献3】特開2008-19348号公報

【特許文献4】W02008/087800A1号公報

【特許文献5】特許第5152361号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、従来の貼り合わせ方法においては、基板の表面に十分な量の紫外線を照射したにも関わらず、接合体において高い強度の接合状態が得られないことがある、という問題があることが判明した。

【0008】

そこで、本発明の目的は、得られる接合体において高い強度の接合状態を確実に達成することができるワークの貼り合わせ方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者らは、上記の課題について鋭意検討を重ねた結果、ワークの貼り合わせ面における紫外線の積算光量が過大になると、得られる接合体の接合強度が低下することを見だし、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0010】

すなわち、本発明のワークの貼り合わせ方法は、樹脂よりなる第1のワークと、樹脂よりなる第2のワークとを貼り合わせる方法であって、

前記第1のワークおよび前記第2のワークの各々の貼り合わせ面を真空紫外線または大気圧プラズマによって処理する表面活性化工程と、

前記第1のワークおよび前記第2のワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した状態で接合する接合工程とを有し、

前記表面活性化工程において、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマの積算処理量が、当該積算処理量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線における初期減少区間内にある時点において、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止することを特徴とする。

(1) 第1のワークおよび第2のワークを加熱する方法

(2) 第1のワークおよび第2のワークを厚み方向に加圧する方法

(3) 第1のワークおよび第2のワークを厚み方向に加圧しながら加熱する方法

(4) 第1のワークおよび第2のワークを厚み方向に加圧し、加圧を解除した後に加熱する方法

【0011】

本発明のワークの貼り合わせ方法においては、前記表面活性化工程において、前記貼り合わせ面の水の接触角が30°未満になる前に、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止することが好ましい。

また、前記表面活性化工程において、前記貼り合わせ面の水の接触角が前記表面活性化工程前における初期接触角より低下した後に、前記貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止することが好ましい。

また、前記第1のワークおよび前記第2のワークを構成する樹脂が、シクロオレフィン

10

20

30

40

50

樹脂、アクリル系樹脂またはシリコン樹脂であることが好ましい。

【発明の効果】

【0012】

本発明のワークの貼り合わせ方法においては、表面活性化工程において、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマの積算処理量が、当該積算処理量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線における初期減少区間内にある時点において、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止する。そのため、得られる接合体において高い強度の接合状態を確実に達成することができる。

【図面の簡単な説明】

10

【0013】

【図1】大気圧プラズマ装置の一例における構成を説明図である。

【図2】実施例で使用したワークAについて測定された、貼り合わせ面の積算光量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線を示すグラフである。

【図3】実施例で使用したワークBについて測定された、貼り合わせ面の積算光量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線を示すグラフである。

【図4】実施例で使用したワークCについて測定された、貼り合わせ面の積算光量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線を示すグラフである。

【図5】実施例で使用したワークAについて測定された、大気圧プラズマによる処理時間に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線を示すグラフである。

20

【図6】実施例で使用したワークBについて測定された、大気圧プラズマによる処理時間に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線を示すグラフである。

【図7】実施例で使用したワークCについて測定された、大気圧プラズマによる処理時間に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線を示すグラフである。

【図8】実験例1～4においてワークA、ワークBおよびワークCについて測定された、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図である。

【図9】実験例5～8においてワークA、ワークBおよびワークCについて測定された、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

30

以下、本発明のワークの貼り合わせ方法の実施の形態について説明する。

[ワーク]

本発明のワークの貼り合わせ方法は、例えば板状の2つのワーク同士を貼り合わせる方法である。本発明の貼り合わせ方法に適用される2つのワークは、一方のワークが樹脂よりなるものであり、他方のワークが樹脂またはガラスよりなるものである。2つのワークの各々は、互いに同種の材料よりなるものであっても異なる材料よりなるものであってもよい。

ワークを構成する樹脂としては、ポリジメチルシロキサンなどのシリコン樹脂、シクロオレフィン樹脂、アクリル系樹脂などを用いることができる。

ワークを構成するガラスとしては、石英ガラス、サファイアガラス、アルカリガラス、

40

【0015】

[工程]

本発明のワークの貼り合わせ方法は、少なくとも樹脂よりなるワークの貼り合わせ面を真空紫外線または大気圧プラズマによって処理する表面活性化工程と、2つのワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した状態で接合する接合工程とを有する。表面活性化工程においては、樹脂よりなるワークのみに対して処理が行われればよいが、樹脂よりなるワークとガラスよりなるワークとを貼り合わせる場合には、2つのワークの両方に対して処理を行ってもよい。

以下、真空紫外線による表面活性化工程を「紫外線処理工程」といい、大気圧プラズマ

50

による表面活性化工程を「プラズマ処理工程」という。表面活性化工程は、紫外線処理工程およびプラズマ処理工程のいずれか一方の工程である。

【0016】

[紫外線処理工程]

紫外線処理工程は、少なくとも樹脂よりなるワークの貼り合わせ面に、波長200nm以下の真空紫外線を照射することによって行われる。

真空紫外線を放射する光源としては、波長172nmに輝線を有するキセノンエキシマランプ等のエキシマランプ、波長185nmに輝線を有する低圧水銀ランプ、波長120～200nmの範囲に輝線を有する重水素ランプを好適に用いることができる。

【0017】

この紫外線処理工程においては、ワークの貼り合わせ面に照射された真空紫外線の積算光量が、貼り合わせ面に対する真空紫外線の積算処理量とされる。そして、この積算処理量(積算光量)が、当該積算処理量に対する当該貼り合わせ面の水の接触角の変化曲線(以下、「接触角/積算処理量変化曲線」ともいう。)における初期減少区間内にある時点において、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線による処理(真空紫外線の照射)を停止する。

積算処理量が接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間外にある時点において、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線の照射を停止した場合には、得られる接合体において高い強度の接合状態を達成することが困難となる。

【0018】

紫外線処理工程において、接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間は、以下のようにして求められるものをいう。

まず、ワークの貼り合わせ面に、所定の照度の真空紫外線を照射すると共に、貼り合わせ面における積算光量が所定の値に達する毎に、当該貼り合わせ面の水の接触角を測定する。得られた水の接触角の測定値を、縦軸が接触角、横軸が積算光量を示す座標系にプロットする。次いで、得られたグラフにおいて、水の接触角の測定値が積算光量に対してほぼ比例して低下する測定値の範囲を選択し、選択された測定値群の近似直線(以下、「近似直線A」という。)を求める。また、得られたグラフにおいて、先行の測定値との差が小さい測定値の範囲を選択し、選択された測定値群の近似直線(以下、「近似直線B」という。)を求める。そして、近似直線Aと近似直線Bとの交点を変位点とし、真空紫外線の照射の開始点から変位点までの間を、初期減少区間とする。

【0019】

また、紫外線処理工程においては、ワークの貼り合わせ面の水の接触角が30°未満になる前に、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線の照射を停止することが好ましい。ワークの貼り合わせ面の水の接触角が30°未満になった後に、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線の照射を停止した場合には、得られる接合体において高い強度の接合状態を達成することが困難となることがある。

【0020】

また、紫外線処理工程においては、ワークの貼り合わせ面の水の接触角が紫外線処理工程前における初期接触角より低下した後に、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線の照射を停止することが好ましい。ワークの貼り合わせ面の水の接触角が初期接触角より低下する前に、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線の照射を停止した場合には、得られる接合体において高い強度の接合状態を達成することが困難となることがある。

【0021】

ワークの貼り合わせ面に照射される真空紫外線の照度は、例えば10～100mW/cm²である。

また、ワークの貼り合わせ面に照射される真空紫外線の照射時間は、当該貼り合わせ面における積算光量が上記の条件を満たす範囲内において適宜設定される。

【0022】

[プラズマ処理工程]

10

20

30

40

50

プラズマ処理工程は、大気圧プラズマ装置からの大気圧プラズマを、少なくとも樹脂よりなるワークの貼り合わせ面に接触させることによって行われる。

図1は、大気圧プラズマ装置の一例における構成を説明図である。この大気圧プラズマ装置は、例えばアルミニウムからなる直方体状のケーシング10を有する。このケーシング10内には、高周波電源25に電氣的に接続された板状の電極20が水平に配置されている。この電極20の下面には、誘電体層21が形成されている。この例においては、電極20によって高圧側電極が構成され、ケーシング10によって接地側電極が構成されている。

ケーシング10の上面には、ケーシング10内にプラズマ用ガスを供給するガス供給口11が設けられている。ケーシング10の下面には、ケーシング10内に発生した大気圧プラズマを外部に放出する複数のノズル12が形成されている。

【0023】

上記の大気圧プラズマ装置においては、大気圧またはその近傍の圧力下にプラズマ用ガスがガス供給口11からケーシング10内に供給される。この状態で、高周波電源25によって電極20とケーシング10との間に誘電体層21を介して高周波電界が印加されると、電極20とケーシング10の間には誘電体バリア放電が生じ、ケーシング10と誘電体層21との間に存在するプラズマ用ガスが電離または励起されて大気圧プラズマが発生する。そして、発生した大気圧プラズマはケーシング10のノズル12から外部に放出される。

【0024】

プラズマ用ガスとしては、窒素ガス、アルゴンガスなどを主成分とし、酸素ガスが0.01~5体積%含有してなるものを使用することが好ましい。または、窒素ガスとクリンドライエア(CDA)との混合ガスを用いることも可能である。

高周波電源25から供給される電力は、周波数20~70kHz、電圧5~15kVp-pである。

【0025】

このプラズマ処理工程においては、貼り合わせ面に対する大気圧プラズマの積算処理量は、大気圧プラズマ装置に投入される電力と処理時間(大気圧プラズマの接触時間)との積によって算出されるものである。大気圧プラズマ装置に投入される電力が一定であれば、大気圧プラズマによる処理時間を大気圧プラズマの積算処理量とみなすことができる。そして、この積算処理量が、接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間内にある時点において、ワークの貼り合わせ面に対する大気圧プラズマによる処理(大気圧プラズマの接触)を停止する。

【0026】

プラズマ処理工程において、接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間は、以下のようにして求められるものをいう。

まず、所定の電力で大気圧プラズマ装置を作動させ、発生した大気圧プラズマをワークの貼り合わせ面に接触させると共に、貼り合わせ面における積算処理量が所定の値に達する毎に、当該貼り合わせ面の水の接触角を測定する。得られた水の接触角の測定値を、縦軸が接触角、横軸が積算処理量を示す座標系にプロットする。次いで、得られたグラフにおいて、水の接触角の測定値が積算処理量に対してほぼ比例して低下する測定値の範囲を選択し、選択された測定値群の近似直線Aを求める。また、得られたグラフにおいて、先行の測定値との差が小さい測定の範囲を選択し、選択された測定値群の近似直線Bを求める。そして、近似直線Aと近似直線Bとの交点を変位点とし、大気圧プラズマの接触の開始点から変位点までの間を、初期減少区間とする。

【0027】

また、プラズマ処理工程においては、ワークの貼り合わせ面の水の接触角が30°未満になる前に、ワークの貼り合わせ面に対する大気圧プラズマによる処理を停止することが好ましい。

また、プラズマ処理工程においては、ワークの貼り合わせ面の水の接触角がプラズマ処

10

20

30

40

50

理工程前における初期接触角より低下した後に、ワークの貼り合わせ面に対する大気圧プラズマによる処理を停止することが好ましい。

【0028】

[接合工程]

接合工程においては、2つのワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した状態で接合する。

ワーク同士を接合するための具体的な方法としては、(1)2つのワークを積層した状態で加熱する方法、(2)2つのワークを積層した状態で厚み方向に加圧する方法、(3)2つのワークを積層した状態で厚み方向に加圧しながら加熱する方法、(4)2つのワークを積層した状態で厚み方向に加圧し、加圧を解除した後に加熱する方法などが挙げられる。

10

【0029】

接合工程における具体的な条件は、ワークを構成する材料に応じて、当該ワークに変形が生じない範囲内において適宜設定される。

具体的な加熱条件を挙げると、2つのワークを加熱する場合には、加熱温度が100～110である。

また、2つのワークを加圧する場合には、加圧力が0.2～1.0MPaである。

【0030】

上記のワークの貼り合わせ方法においては、表面活性化工程において、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマの積算処理量が、接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間内にある時点において、ワークの貼り合わせ面に対する真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止する。そのため、得られる接合体において高い強度の接合状態を確実に達成することができる。

20

【0031】

このような効果が得られる理由は定かではないが、以下のように推定される。

例えば紫外線処理工程においては、ワークの貼り合わせ面に真空紫外線を照射することにより、当該貼り合わせ面に付着した有機物が分解・除去される。これと共に、ワークの貼り合わせ面において、当該ワークを構成する重合体が酸化することにより、当該重合体にOH基が導入される。これにより、ワークの貼り合わせ面が活性化される。然るに、このような状態が達成された後、更にワークの貼り合わせ面に真空紫外線が照射されると、ワークの貼り合わせ面近傍において、当該ワークを構成する重合体の一部が分解される。その結果、接合工程において、2つのワークについて高い強度の接合状態を達成することが困難となる。

30

而して、本発明によれば、積算処理量が、接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間内にある時点において真空紫外線または大気圧プラズマによる処理を停止するため、ワークを構成する重合体の一部が分解されることを防止または抑制することができる。従って、接合工程において、2つのワークについて高い強度の接合状態を達成することが可能となると推定される。

【実施例】

【0032】

以下、本発明のワークの貼り合わせ方法の具体的な実施例について説明するが、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。

40

【0033】

[ワークの作製]

下記のワークA～ワークCを作製した。

ワークAは、シクロオレフィン樹脂(日本ゼオン株式会社製「ゼオネックス480R」)よりなり、寸法が25mm×45mm×3mmの矩形の板状のものである。

ワークBは、アクリル系樹脂(住友化学株式会社製「スミベックス」)よりなり、寸法が25mm×45mm×2mmの矩形の板状のものである。

ワークCは、シリコーン樹脂(信越化学工業株式会社製「シリコーン印象材SIM-2

50

60」)よりなり、寸法が25mm×45mm×4mmの矩形の板状のものである。

【0034】

[初期減少区間の変位点における積算処理量の測定]

(1)真空紫外線による処理

ワークA、ワークBおよびワークCの各々の貼り合わせ面に、照度が14.4~15.3mW/cm²となる条件で、真空紫外線を照射すると共に、貼り合わせ面における積算光量が所定の値に達する毎に、当該貼り合わせ面の水の接触角を測定した。得られた水の接触角の測定値を、縦軸が接触角、横軸が積算光量を示す座標系にプロットした。ワークAについて得られたグラフを図2に示す。また、ワークBについて得られたグラフを図3に示す。また、ワークCについて得られたグラフを図4に示す。そして、得られたグラフから初期減少区間の変位点を求め、この変位点における積算光量を測定した。

10

その結果、ワークAについての変位点における積算光量は約250mJ/cm²、ワークBについての変位点における積算光量は約450mJ/cm²、ワークCについての変位点における積算光量は約1700mJ/cm²であった。

【0035】

(2)大気圧プラズマによる処理

図1の構成に従い、下記の仕様の大気圧プラズマ装置を作製した。

ケーシング(10)の材質：アルミニウム

電極(20)の材質：スーパーインバー(溶射によって表面に500μmのアルミナよりなる被膜が形成されてなるもの)

20

電極(20)の表面の寸法：50mm×300mm

ケーシング(10)と誘電体層(21)との離間距離：0.5mm

電圧：7.0kVp-p、周波数：60kHz、定格電力：1100VA

【0036】

ワークA、ワークBおよびワークCの各々を、その貼り合わせ面と上記の大気圧プラズマ装置のノズル12との距離が3mmとなる位置に配置した。次いで、大気圧プラズマ装置のケーシング(10)内に、プラズマ用ガスとして、流量が150L/minの窒素ガスおよび流量が1L/minのクリーンドライエアを供給しながら(プラズマ用ガス中の酸素濃度が約0.14体積%)、1100VAの電力で大気圧プラズマ装置を作動させることにより、ノズル(12)から放出された大気圧プラズマを、ワークA、ワークBおよびワークCの各々の貼り合わせ面に接触させ、所定の処理時間が経過する毎に、当該貼り合わせ面の水の接触角を測定した。得られた水の接触角の測定値を、縦軸が接触角、横軸が積算光量を示す座標系にプロットした。ワークAについて得られたグラフを図5に示す。また、ワークBについて得られたグラフを図6に示す。また、ワークCについて得られたグラフを図7に示す。そして、得られたグラフから初期減少区間の変位点を求め、この変位点における処理時間を積算処理量として測定した。

30

その結果、ワークAについての変位点における処理時間は4秒間、ワークBについての変位点における処理時間は5秒間、ワークCについての変位点における処理時間は15秒間であった。

【0037】

40

実験例1

2つのワークAについて、下記の紫外線処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

[紫外線処理工程]

キセノンエキシマランプを用い、2つのワークの各々の貼り合わせ面に、照度が14.4mW/cm²で、照射時間が下記表1に示す時間で、真空紫外線を照射した。

また、紫外線処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表1に示す。

[接合工程]

2つのワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した。ここで、2つ

50

のワークの各々の貼り合わせ面における互いに接触する接触面積は 625 mm^2 である。次いで、加圧力が 2 MPa 、加圧時間が 300 秒間の条件で、加圧することによって、2つのワークを接合した。

得られた接合体について、JIS K 6850 に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表 1 に示す。

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図 8 に示す。

【0038】

実験例 2

2つのワーク B について、下記の紫外線処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。 10

[紫外線処理工程]

キセノンエキシマランプを用い、2つのワークの各々の貼り合わせ面に、照度が 14.4 mW/cm^2 で、照射時間が下記表 1 に示す時間で、真空紫外線を照射した。

また、紫外線処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表 1 に示す。

[接合工程]

2つのワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した。ここで、2つのワークの各々の貼り合わせ面における互いに接触する接触面積は 625 mm^2 である。次いで、加圧力が 2 MPa 、加圧時間が 300 秒間の条件で、加圧することによって、2 20

得られた接合体について、JIS K 6850 に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表 1 に示す。

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図 8 に示す。

【0039】

実験例 3

2つのワーク C について、下記の紫外線処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

[紫外線処理工程]

キセノンエキシマランプを用い、照度が 15.3 mW/cm^2 、照射時間が下記表 1 に示す時間となる条件で、2つのワークの各々の貼り合わせ面に真空紫外線を照射した。

また、紫外線処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表 1 に示す。

[接合工程]

2つのワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した。ここで、2つのワークの各々の貼り合わせ面における互いに接触する接触面積は 625 mm^2 である。次いで、加圧力が 2 MPa 、加圧時間が 300 秒間の条件で、加圧することによって、2 30

得られた接合体について、JIS K 6850 に準拠して引張せん断強度を測定した。 40

結果を表 1 に示す。また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図 8 に示す。

【0040】

実験例 4

互いに材質の異なるワーク A およびワーク B について、下記の紫外線処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

[紫外線処理工程]

キセノンエキシマランプを用い、ワーク A およびワーク B の各々の貼り合わせ面に、照度が 14.4 mW/cm^2 で、照射時間が下記表 1 に示す時間で、真空紫外線を照射した 50

。また、紫外線処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表 1 に示す。

【接合工程】

ワーク A およびワーク B をそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した。ここで、2 つのワークの各々の貼り合わせ面における互いに接触する接触面積は 625 mm^2 である。次いで、加圧力が 2 MPa 、加圧時間が 300 秒間の条件で、加圧することによって、2 つのワークを接合した。

得られた接合体について、JIS K 6850 に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表 1 に示す。

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図 8 に示す。

【0041】

【 表 1 】

実験例	ワークの種類	変位点の積算光量 (mJ/cm ²)	真空紫外線の照度 (mW/cm ²)	真空紫外線の照射時間 (sec)		積算光量 (mJ/cm ²)		接触角 (°)	引張せん断強度 (MPa)	
				ワークA	ワークB	ワークA	ワークB			
実験例1	ワークA/ワークA	250	14.4	0	0	0	0	92	0	
				5	5	72	72	64	1.176	
				10	10	144	144	40	1.47	
実験例2	ワークB/ワークB	450	14.4	20	20	288	288	32	1.274	
				300	300	4320	4320	25	0.392	
				0	0	0	0	86	0	
実験例3	ワークC/ワークC	1700	15.3	10	10	144	144	56	0.3234	
				20	20	288	288	42	0.343	
				30	30	432	432	26	0.147	
実験例4	ワークA/ワークB	450	14.4	300	300	4320	4320	30	0	
				0	0	0	0	111	0	
				40	40	612	612	73	0.2842	
実験例4	ワークA/ワークB	450	14.4	60	60	918	918	39	0.343	
				90	90	1377	1377	25	0.294	
				300	300	4590	4590	4	0.0882	
実験例4	ワークA/ワークB	450	14.4	ワークA	ワークB	ワークA	ワークB	ワークA	ワークB	
				0	0	0	0	92	86	0
				5	10	72	144	64	56	0.55
				10	20	144	288	40	42	0.62
				20	30	288	432	32	26	0.60
				300	300	4320	4320	25	30	0.52

【 0 0 4 2 】

表1の結果から明らかなように、貼り合わせ面における積算光量が、接触角/積算光量変化曲線における初期減少区間内にある時点において、貼り合わせ面に対する真空紫外線の照射を停止することにより、得られる接合体において高い強度の接合状態を達成することができることが確認された。

【 0 0 4 3 】

実験例5

2つのワークAについて、下記のプラズマ処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

10

20

30

40

50

[プラズマ処理工程]

2つのワークの各々を、その貼り合わせ面と上記の大気圧プラズマ装置のノズルとの距離が3mmとなる位置に配置し、下記の条件で大気圧プラズマ装置を作動させることにより、2つのワークの各々に対して大気圧プラズマによる処理を行った。

プラズマ用ガス：窒素ガス（流量 = 150 L / min）およびクリーンドライエア（流量 = 1 L / min）

投入電力：1100VA

処理時間：下記表2に示す時間

また、プラズマ処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表2に示す。

10

[接合工程]

2つのワークをそれぞれの貼り合わせ面が互いに接触するよう積層した。ここで、2つのワークの各々の貼り合わせ面における互いに接触する接触面積は625mm²である。次いで、加圧力が2MPa、加圧時間が300秒間の条件で、加圧することによって、2つのワークを接合した。

得られた接合体について、JIS K6850に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表2に示す。

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図9に示す。

【 0044 】

20

実験例6

プラズマ処理工程における処理時間を下記表2に従って変更したこと以外は実験例5と同様にして、2つのワークBについて、プラズマ処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

また、プラズマ処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表2に示す。

また、得られた接合体について、JIS K6850に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表2に示す。

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図9に示す。

30

【 0045 】

実験例7

プラズマ処理工程における処理時間を下記表2に従って変更したこと以外は実験例5と同様にして、2つのワークCについて、プラズマ処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

また、プラズマ処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表2に示す。

また、得られた接合体について、JIS K6850に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表2に示す。

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図9に示す。

40

【 0046 】

実験例8

プラズマ処理工程における処理時間を下記表2に従って変更したこと以外は実験例5と同様にして、互いに材質の異なるワークAおよびワークBについて、プラズマ処理工程および接合工程を行うことによって貼り合わせを行った。

また、プラズマ処理工程が終了した後、ワークの貼り合わせ面における水の接触角を測定した。結果を表2に示す。

また、得られた接合体について、JIS K6850に準拠して引張せん断強度を測定した。結果を表2に示す。

50

また、貼り合わせ面における水の接触角と引張せん断強度との関係を示す曲線図を図9に示す。

【 0 0 4 7 】

【 表 2 】

	ワークの種類	変位点における 処理時間 (sec)	大気圧プラズマ による処理時間 (sec)		接触角 (°)	引張せん断 強度 (MPa)	
			ワークA	ワークB			
実験例5	ワークA/ワークA	4	0		90	0.00	
			1		45	0.21	
			2		32	0.42	
			3		28	0.4	
			5		22	0.36	
			120		14	0.11	
実験例6	ワークB/ワークB	5	0		96	0.00	
			1		54	0.09	
			5		48	0.14	
			10		44	0.10	
			120		41	0.00	
実験例7	ワークC/ワークC	15	0		113	0.00	
			3		102	0.10	
			5		78	0.18	
			6		60	0.25	
			10		31	0.39	
			120		20	0.06	
実験例8	ワークA/ワークB	ワークA =4	ワークA	ワークB	ワークA	ワークB	
			0	0	90	96	0.00
		ワークB =5	1	1	45	54	0.10
			1	5	40	48	0.16
			2	5	29	48	0.14
			5	10	22	45	0.11
			120	120	14	41	0.00

【 0 0 4 8 】

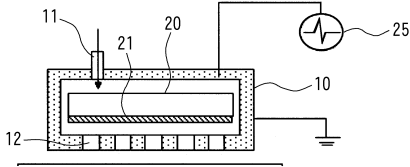
表2の結果から明らかなように、大気圧プラズマによる処理時間（積算処理量）が、接触角/積算処理量変化曲線における初期減少区間内にある時点において、貼り合わせ面に対する大気圧プラズマによる処理を停止することにより、得られる接合体において高い強度の接合状態を達成することができることが確認された。

【 符号の説明 】

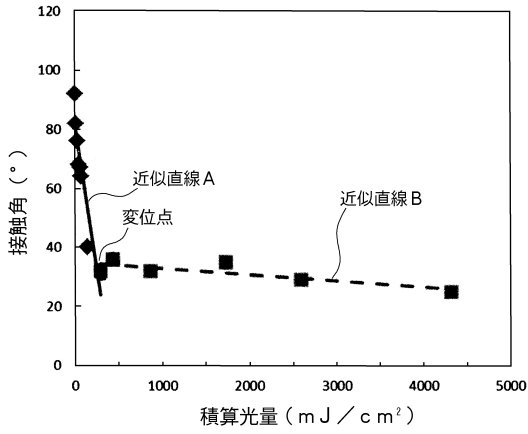
【 0 0 4 9 】

- 1 0 ケーシング
- 1 1 ガス供給口
- 1 2 ノズル
- 2 0 電極
- 2 1 誘電体層
- 2 5 高周波電源

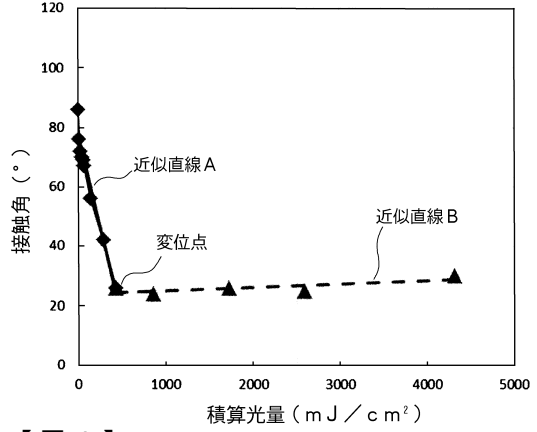
【図1】



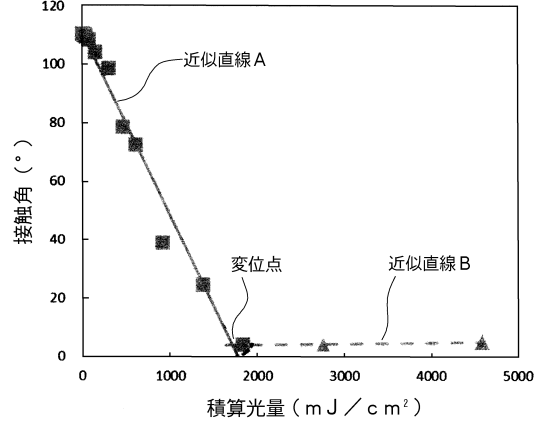
【図2】



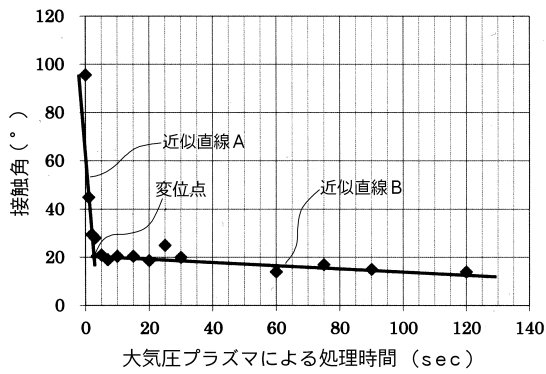
【図3】



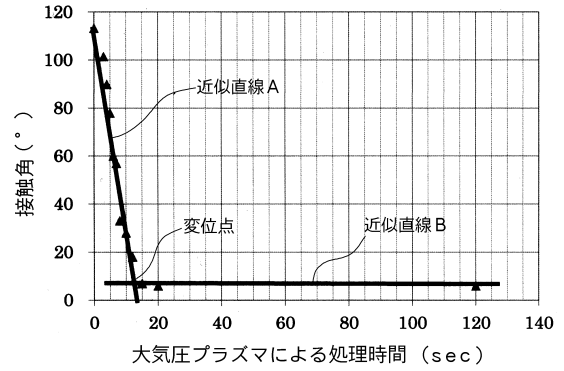
【図4】



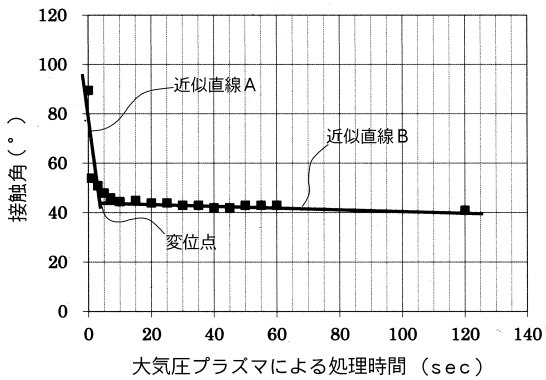
【図5】



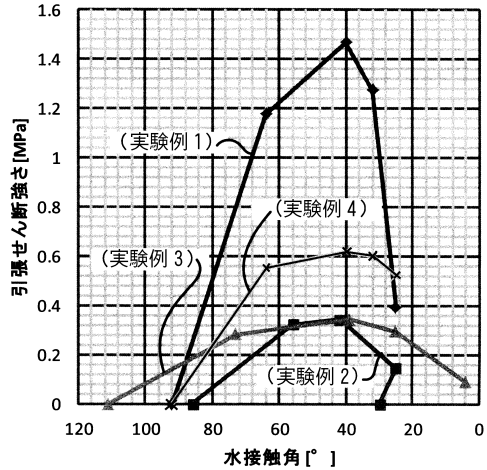
【図7】



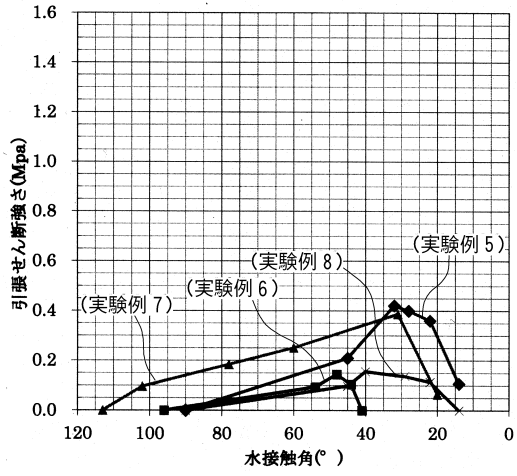
【図6】



【図8】



【 図 9 】



フロントページの続き

審査官 関口 貴夫

- (56)参考文献 特開2007-130836(JP,A)
国際公開第2011/010738(WO,A1)
特開2014-024340(JP,A)
国際公開第2014/051054(WO,A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B29C 65/00
C08J 7/00