

# 大気圧プラズマ処理を施した PTFE の経時変化に及ぼす雰囲気の影響

## Effect of Atmosphere on Aging of PTFE Treated with Atmospheric Pressure Plasma

中山真斗<sup>1)</sup>

指導教員 黒木雄一郎<sup>1)</sup>, 研究協力者 坂口雅人<sup>2)</sup>, 加藤聖隆<sup>3)</sup>

- 1) サレジオ工業高等専門学校 専攻科 電子セラミックス研究室
- 2) サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 複合材料構造研究室
- 3) 有限会社サーフクリーン

キーワード: PTFE, 大気圧プラズマ処理, FTIR

### 1. 緒言

フッ素樹脂の一つである PTFE (Polytetrafluoroethylene) は、耐熱性・耐薬品性・低摩擦性・非粘着性・難燃性といった特性に優れる。また、誘電正接が低く ( $\tan \delta = 0.0007 \sim 0.0035 @ 10 \text{ GHz}$ ) [1] 絶縁性が高いことから高周波基板への応用が期待されている。しかし接着性が低く、回路形成のために銅膜を密着する際は何らかの脱フッ素処理が必要である。今までは湿式エッチング処理とプラズマ処理を施していた[2]。しかし湿式エッチング処理は特殊な薬品を使用するため環境負荷が大きい[3]。我々の研究室ではこれまで、大気圧プラズマ処理により、PTFE 表面の接着強度が向上することを報告してきた(図 1) [4]。

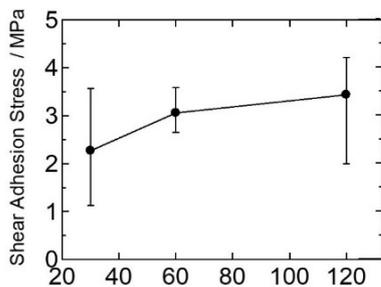


図 1 大気圧プラズマ処理時間とせん断応力の関係 [4]

更に未処理の PTFE に水素原子が僅かに結合していることがわかり、大気圧プラズマ処理を施すと表面の水素が脱離し、酸素が結合することも報告した[5]。また、試料表面は時間経過により、C=O 結合が消失し、CH<sub>2</sub> 結合が増大することを明らかに

した[6]。これらの実験結果より、接着強度の向上には表面化学種が大きな役割を果たしていることが示唆された。しかし、プラズマ処理後の適切な保管環境は明らかになっていない。そこで本研究では、大気圧プラズマ処理を施した試料を真空中と大気中に一定期間静置し、表面化学種の変化を比較することにより、経過時間と保管の際の雰囲気は PTFE 表面の化学種に及ぼす影響を調査することを目的とした。

### 2. 方法

#### (1) 試料製作

1.5mm 厚の PTFE を約 15mm×15mm のサイズに切り出し、洗浄液として 2-プロパノールを使用し、10 分間超音波洗浄した。その後 2-プロパノールを揮発させる目的で 24 時間以上乾燥させた。

#### (2) 大気圧プラズマ処理

洗浄した試料に 10 分間の大気圧プラズマ処理を施した。Ar ガス 5L/min、O<sub>2</sub> ガス 468mL/min をプラズマ発生ユニットとアース板の間に流入させ、100V の交流電圧を印加しプラズマを発生させた。

#### (3) 一点反射 ATR 法による FTIR 測定

測定条件として波数範囲 700~4000cm<sup>-1</sup>、分解能 4.0cm<sup>-1</sup>、積算回数 20 回で赤外反射強度を測定した。表面の結合状態の経時変化を調査するために、測定後、試料を一定期間、常温、常圧の大気中と真空中にそれぞれ静置し、再度振動解析を実施した。

### 3. 結果

図2に未処理および10分間の大気圧プラズマ処理を施した試料、その後大気中真空中にそれぞれ静置し、1日経過した試料、さらに21日経過した試料のIRスペクトルを示す。

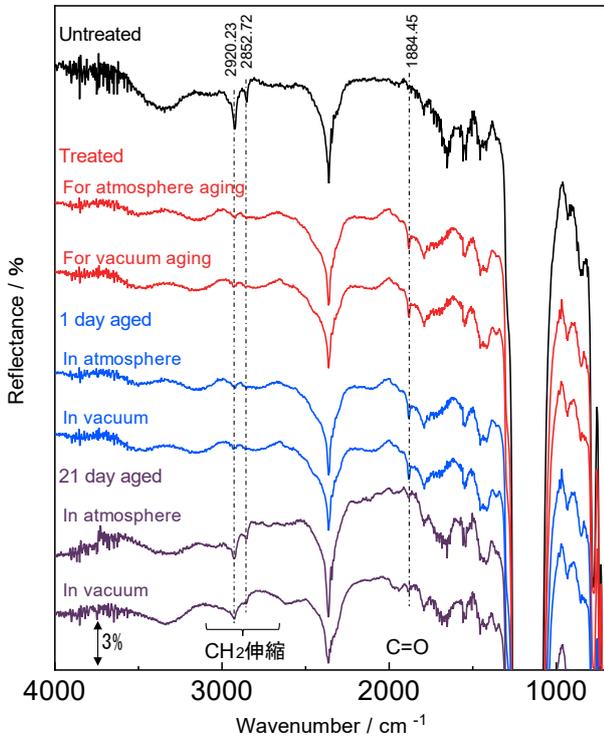


図2 大気中と真空中に静置した試料のIRスペクトル

まず、未処理の試料のIRスペクトルにCH<sub>2</sub>伸縮に起因するピーク(2920.23と2852.72cm<sup>-1</sup>)を確認した。10分間の大気圧プラズマ処理を施した試料のIRスペクトルにC=Oに起因するピーク(1884.45cm<sup>-1</sup>)を確認し、CH<sub>2</sub>伸縮に起因するピークが消失していることを確認した。大気圧プラズマ処理後1日経過した試料では大気中と真空中、どちらのIRスペクトルにも変化は見られなかった。一方、21日経過した試料では、C=Oに起因するピークが消失し、CH<sub>2</sub>伸縮に起因するピークが再度出現することを確認した。また真空中の試料に比べ、大気中のものではCH<sub>2</sub>に起因するピークが鋭いことがわかった。これにより真空中に比べ、未処理のCH<sub>2</sub>結合に近い均一な結合が生成されたことがわかった。以上の結果より、CH<sub>2</sub>結合の回復には、図3に示すように、大気中に存在する水素を含む分子(H<sub>2</sub>OやH<sub>2</sub>)が関係していることが示唆された。

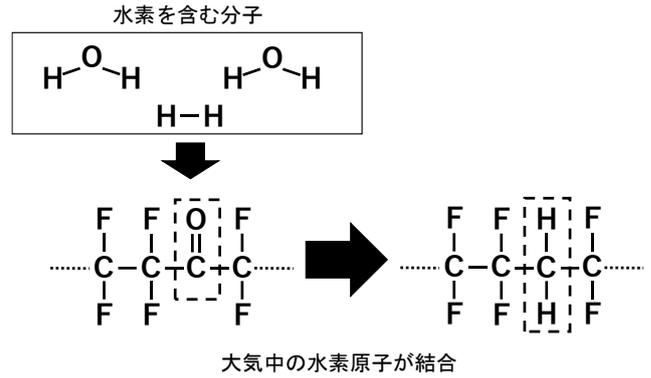


図3 PTFE試料表面の化学種の回復過程

### 4. 結言

PTFE表面に大気圧プラズマ処理を施し、一点反射ATR法FTIR測定による振動解析を行った。大気圧プラズマ処理を施すことにより、試料表面のCH<sub>2</sub>結合が減少し、C=O結合が増大することを確認した。また21日経過した試料表面はCH<sub>2</sub>結合が増大することを明らかにした。CH<sub>2</sub>結合の回復には、大気中に存在する水素を含む分子(H<sub>2</sub>OやH<sub>2</sub>)が関係していることが示唆された。

### 5. 参考文献

- [1]浜戸 喜之,福永 浩之,“高速/高周波基板の基礎と選び方”,RFワールド,40(2017)97
- [2]柴原正文, 赤松正守, 神崎仁, 山村和也: 一般社団法人表面技術協会,表面技術,58巻7(2007)420
- [3]藤井政徳,上林裕之,下浦斉,宮下芳次,“PTFEと金属の接着技術の開発—プラズマ照射を用いたPTFE表面改質—”,三菱電線工業時報,99(2002)78
- [4]松本悠希,“第9回大学コンソーシアム八王子学生発表会要旨集”,125(2017)170
- [5]村山大地,“大気圧プラズマ処理によるPTFEの表面処理とFTIRによる振動解析”,132(2018)178
- [6]中山真斗,“大気圧プラズマ処理を施したPTFEの経時変化とFTIRによる振動解析”,サレジオ工業高等専門学校卒業論文(2019)