

306 大気中および超高真空中における常温固相接合

北海道大学工学部 ○出村大和 柴田隆行 高橋義美 牧野英司 池田正幸

要旨

大気中におけるシリコン、ガラス、水晶の接合実験と、超高真空中における銅単結晶の接合実験を行った。その結果、ガラスなどの SiO_2 表面は親水性であり中性洗剤による洗浄を行うことにより、常温での接合が可能であることがわかった。また超高真空中において接合前に加熱を行うと、基板表面は清浄になり銅原子の金属結合による常温での接合が可能であることがわかった。

1. はじめに

常温固相接合とは材料表面原子の化学的結合力による自発的な接合を行う方法であり、微細加工された機械・電子部品の組立手段として期待されている¹⁾。本研究では大気中においてシリコン、ガラス、水晶の接合実験を行い、基板の洗浄方法、接合後の加熱処理が接合界面に与える影響について検討した。また超高真空中で銅単結晶の接合実験を行い、金属結合による接合の可能性を検討した。

2. 実験装置および方法

大気中における実験では基板としてシリコン、ガラス、水晶を用いた。各基板は、中性洗剤で洗浄し、メタノール溶液による超音波洗浄を行った基板は表面を近づけた状態で乾燥し、その後基板を重ね合わせて接合した。接合した基板には最高900℃までの加熱処理を行った。

超高真空中における実験は図1に示す装置を試作し行った。 10^{-7} Paまで真空容器内を排気し、タングステンフィラメントの輻射熱により接合前に基板を加熱した。加熱温度は最高400℃とした。接合は基板温度が100℃以下となってから行った。基板には銅単結晶を用いた。片方の基板には点状の凸部をつくり、点と平面による接合とした。基板表面は超精密切削加工によって表面あらかさ約 $20\text{nmR}_{\text{max}}$ に仕上げた。

3. 実験結果および考察

3.1 大気中における接合実験結果

図2および図3にそれぞれ、ガラス-シリコン接合、水晶-シリコン接合の外観写真を示す。接合基板の上下部分に光の干渉縞が認められる。この部分は、接合されていない領域である。基板の中央部分については、図中矢印で示したように点状に接合されていない部分があるが、大部分は接合されている。一般にはこれらの基板の表面は中性洗剤による洗浄後、メタノールなどによる親水化処理により接合が可能になるとされてきた²⁾。しかし、本実験では中性洗剤による洗浄を十分に行えば、基板表面は親水化され接合が可能であることがわかった。基板これは通常油脂分などにより汚染され疎水性となっているが、中性洗剤によって基板表面が清浄となり本来の親水性が現れたためと考えられる。

シリコン、ガラス、水晶の表面は基本的に SiO_2 という組成であり、この表面は水と反応して Si-OH という親水基を生成する³⁾。図2、図3に示すような接合が常温で可能なのは、基板表面の親水基同士の水素結合によるものと考えられる。常温で接合した基板は再びはがすことが可能であったが、これは共有結合にくらべ水素結合の結合力が弱いためと思われる。

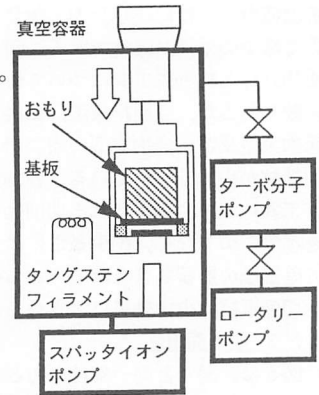


図1 実験装置概略図

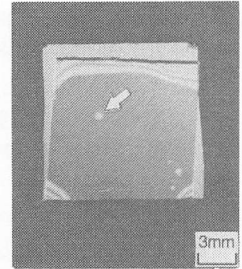


図2 ガラス-シリコン接合

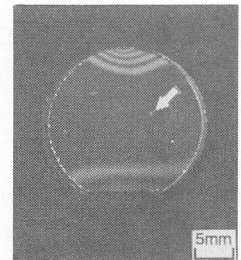


図3 水晶-シリコン接合

図4にシリコン-シリコン接合の断面を示す。常温で接合しただけの基板は割断する時にはがれてしまったが、加熱処理を行うと接合強度が増加し断面を観察することができた。図中ふたつの矢印で結ぶ線上が接合界面である。接合界面上に30 μm 程度の割れが生じているのは局部的に接合されなかった部分と思われる。大部分の領域では基板は一体化し接合界面を識別することはできなかった。これは加熱処理により界面の親水基が脱水縮合を起こし、親水基による水素結合からシリコン-酸素原子間の共有結合へと接合状態が変化したためと考えられる。

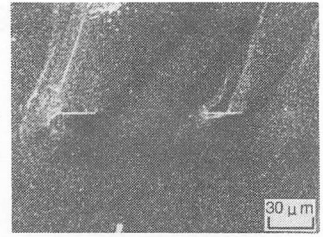


図4 シリコン-シリコン接合断面

ガラス-シリコン接合については、500 $^{\circ}\text{C}$ での加熱処理では割断のときに基板がはがれ、それ以上の加熱温度では熱膨張係数の違いにより接合界面に熱応力が発生しガラス基板が割れるため、断面を観察することはできなかった。

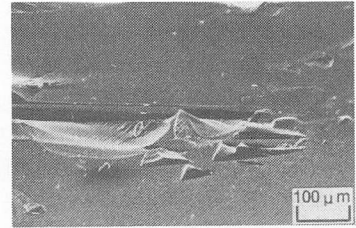


図5 加熱処理後のシリコン表面

図5はガラス-シリコン接合後600 $^{\circ}\text{C}$ で加熱処理し、ガラス基板が割れてはがれたあとのシリコン表面の様子である。平面の部分はシリコン表面であり、中央の山状になっている部分はシリコン表面に付着したガラス片である。このガラス片の付着した箇所はシリコン表面全体に点在していた。これより、ガラス-シリコン接合についても加熱処理によって接合強度が増加したことがわかる。

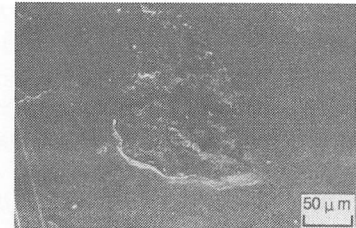


図6 常温固相接合後の銅の表面(1)

3. 2 超高真空中における接合実験結果

超高真空中における接合実験では、銅単結晶(111)面を用いた。基板表面は超精密切削加工によって表面あらさ約20nm R_{max} に仕上げた。基板の一方は直径7.5mm全面を切削し、もう一方の基板にはエッチングによる凹凸をつけ凸部のみを切削し点接触の接合とした。今回の接合実験では荷重は40g、接触面積が $1.07 \times 10^{-2} \text{mm}^2$ であり、接合圧力は 3.74kg/mm^2 となった。



図7 常温固相接合後の銅の表面(2)

真空容器内を 10^{-7}Pa まで排気してから基板を400 $^{\circ}\text{C}$ で加熱した。このとき基板加熱により圧力は 10^{-5}Pa まで上昇した。加熱後100 $^{\circ}\text{C}$ で30分間基板を接合した。その結果、真空容器内で数時間接合された状態を維持した後、再びはがれた。

図6に接合実験後の基板表面の様子を示す。これは全面を切削した方の基板表面の様子である。中央部に相手側の凸部が接触した跡がある。この周りの部分が超精密切削加工された平坦面であるのに対し、中央の接触部分では起伏が生じているのがわかる。

図7に図6の中央部を拡大したものを示す。基板が接触した部分では凹凸の激しい状態となっており、接合界面以外のところから破断したことを示している。このことは接合前の基板加熱により基板表面に不純物のない銅の本来の表面が現れ、基板は表面の銅原子の金属結合によって接合したことを示唆するものである。接合後に破断した理由としては、接合面積を小さくしたことのほかに凹凸をつけた基板の段差によって接触直後に基板が傾いてしまった可能性があり、今後改善していく必要がある。

4. まとめ

- (1)シリコン、ガラス、水晶は一般に行われている親水化処理を施さなくても、中性洗剤による洗浄だけで大気中の常温接合が可能である。また、加熱処理によって接合強度は増加する。
- (2)超高真空中において銅基板を接合前に加熱することで、表面は清浄となり表面の銅原子の金属結合による常温固相接合が可能である。

参考文献 1)須賀唯知：精密工学会誌，59，4（1993）572
 2)R. Stengl：Jpn. J. Appl. Phys.，27，12（1988）L2364
 3)前田正雄：「表面の構造」，朝倉書店（1971）211