

平成18年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「微小部品に対応した機能性めっき技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成21年3月

委託者 北海道経済産業局
委託先 株式会社日本アレフ

～ 目 次 ～

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的・及び目標

1-2 研究体制

1-3 成果概要

1-4 当該プロジェクト連絡窓口

第2章 本論

第3章 全体総括

1－1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1) 研究の背景・研究目的

情報家電部品および半導体関連部品等に使用される電子部品は、小型・高性能・高機能化が進んでおり、それに伴い半導体集積回路の高密度化が進むとともに半導体集積回路検査機器のテストヘッドの心臓部であるコンタクトプローブも極微小化が進んでいる。

コンタクトプローブは、電気伝導性、耐食性、耐摩耗性、密着性等を目的として、めっきを施し高機能膜を作成する必要があるが、現在の技術ではめっき溶液の表面張力の影響で筒内にめっきすることはできないことから、大手半導体評価装置メーカーのニーズである微小コンタクトプローブに対応できていない。

そのため本研究開発により、微小コンタクトプローブへのめっき技術を確立し、極小化する半導体集積回路の評価が可能なコンタクトプローブやスプリングスイッチ等の微小部品に対応した機能性めっき技術の確立を目指した。

2) 研究の目標

情報家電、半導体関連部材の小型化が進展している中、超微小化した部材へのマイクロめっき技術と耐摩耗性、耐食性、密着性、電気伝導性を兼ね備えためっき技術の確立が急務となっている。本研究開発では、大手半導体評価装置メーカーのニーズに基づき、100 μ m以下の極小化する半導体集積回路の評価が可能なコンタクトプローブ等の微小部品に対応した機能性めっき技術の確立を目指した。

3) 具体的な実施目標

①微小部材へのマイクロめっき膜の作製および量産化

新規にマイクロめっき膜作製装置を作製し、開発用サンプルを試作する。さらに作成したサンプルの評価データを収集、検討することで量産化に向けて装置を改良する。またマイクロオーダの膜厚で制御されためっき膜を形成する作成条件を探索するために、めっき条件を変化させた時の膜形成条件データ収集および解析を実施する。具体的には整流器の電流波形・極性転換などの検討し電流波形に適するめっき液作成条件の探索を兼ねた、めっき膜作成条件の探索を行い100 μ 以下の内面にめっき膜を形成させる。

②低温プラズマ表面処理法の確立

低温プラズマを用いた表面処理の検討を行い、微小部材にマイクロめっき膜を作製する上での前処理プロセスの構築を実施する。基材表面プラズマ処理条件を見つける目的で、プラズマ出力(10～100W)、照射時間(10 秒～30 分)を変化させることにより表面元素の化学状態、元素構成比を収集・解析し、表面改質処理条件を見出す。

③マイクロめっき膜の表面分析評価

マイクロめっき膜の微小表面分析評価を行うために XPS、高分解能顕微鏡を活用した表面観察、元素構成比率の分析、化学結合状態の解析を行いマイクロオーダのめっき膜の評価手法を確立する。

④微小めっき部品の市場・技術調査(株式会社生野製作所、三明化成株式会社)

微小めっき部品の市場、技術を情報機関、情報誌、展示会、学会等から情報収集し、今後の研究開発課題に照らし合わせて情報分析する。

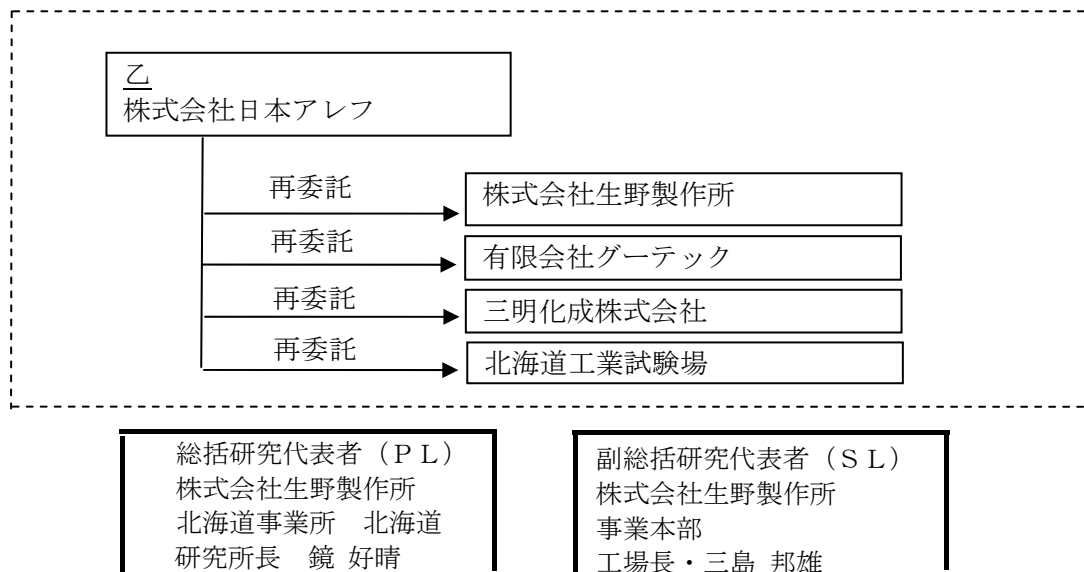
⑤プロジェクトの運営・管理(株式会社日本アレフ)

各々の研究開発の進捗管理、成果報告書の作成、今後の研究課題に向けて進めるべき方向などを議論する研究開発委員会を開催する。

1－2. 研究体制

(1) 研究組織及び管理体制

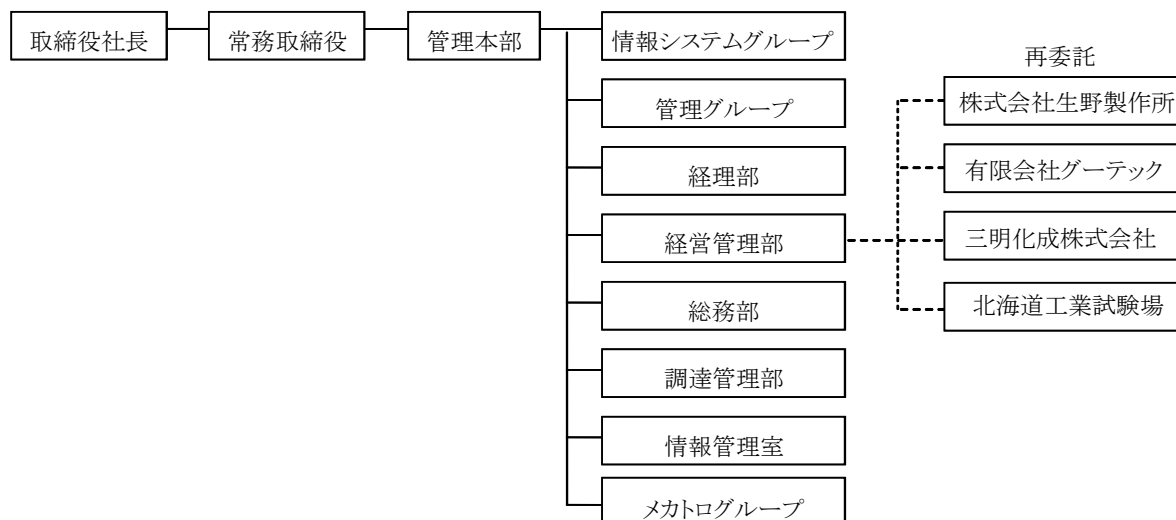
1) 研究組織(全体)



2) 管理体制

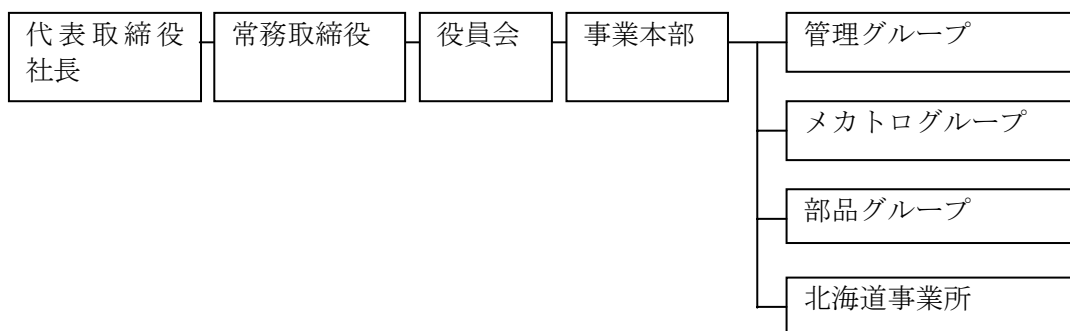
①事業管理者

[株式会社日本アレフ]

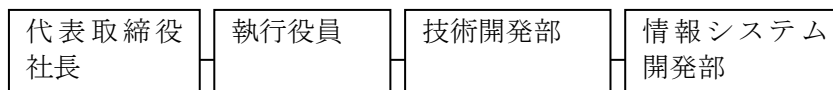


②(再委託先)

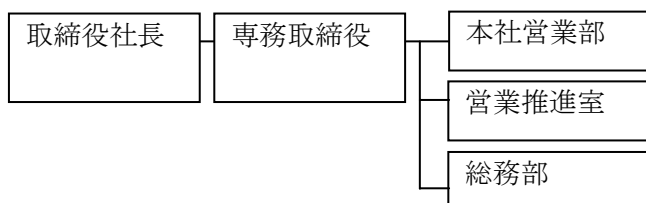
株式会社生野製作所



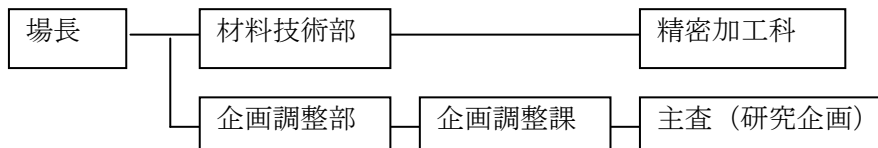
有限会社グーテック



三明化成株式会社



北海道工業試験場



(2) 管理員及び研究員

【事業管理者】株式会社日本アレフ

①管理員

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
高橋洋之	経営管理部長	⑦
長澤晃	経営管理部次長	⑦

【再委託先】

株式会社生野製作所

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
三島邦雄	事業本部・工場長	①②③④⑤⑥
隈元佳彦	メカトログループ・課長	①
湯浅三郎	メカトログループ	①
森田悟	部品グループ・課長	⑥
大河原真也	部品グループ	①②③④⑤⑥
熊倉安則	部品グループ・次長	①②③④⑤⑥
佐藤義之	部品グループ	①②③④⑤⑥
並木一男	部品グループ・係長	①②③④⑤⑥
伊藤順也	部品グループ	①②③④⑤⑥
高橋巖	部品グループ・係長	①②③④⑤⑥
二宮泰雄	部品グループ	①②③④⑤⑥
鏡好晴	北海道事業所・北海道研究所長	①②③④⑤⑥
庄子敦	北海道事業所・北海道研究所研究員	①②③④⑤⑥

有限会社ゲーテック

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
永井拓史	情報システム開発部・グループリーダー	④

三明化成株式会社

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
玉村聡二郎	本社営業部・取締役営業本部長	②⑥
小林理一	営業推進室・室長	②⑥
大久保信彦	営業推進室・室長	②⑥

北海道立工業試験場

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
片山直樹	材料技術部・精密加工科長	④
斎藤隆之	材料技術部・精密加工科	④
飯野潔	材料技術部・精密加工科	④

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

株式会社日本アレフ

(経理担当者) 経営管理部 次長

長澤 晃

(業務管理者) 経営管理部 部長

高橋洋之

(再委託先)

株式会社生野製作所

(経理担当者) 管理グループ 課長

梁取哲也

(業務管理者) 事業本部 工場長

三島邦雄

有限会社グーテック

(経理担当者) 情報システム開発部 経理担当

深川貴之

(業務管理者) 情報システム開発部 グループリーダー

永井拓史

三明化成株式会社

(経理担当者) 取締役総務部長

小田部尚文

(業務管理者) 取締役営業本部長

玉村聡二郎

北海道立工業試験場

(経理担当者) 企画調整部 企画調整課 主査 (研究企画)

守谷光章

(業務管理者) 材料技術部長

勝世敬一

1-3 成果概要

概要

情報家電、半導体関連部材の小型化が進展している中、超微小化した部材へのマイクロめっき技術と耐摩耗性、耐食性、密着性、電気伝導性を兼ね備えためっき技術の確立が急務となっている。本研究開発では、大手半導体評価装置メーカーのニーズに基づき、極小化する半導体集積回路の評価が可能なコンタクトプローブ等の微小部品に対応した機能性めっき技術の確立を目指した。

成果内容

①微小部材へのマイクロめっき膜の作製および量産化

新規にマイクロめっき膜作製装置を作製し、開発用サンプルを試作した。さらに作成したサンプルの評価データを収集、検討することで量産化に向けて装置を改良した。さらにマイクロオーダの膜厚で制御されためっき膜を形成する作成条件を探索するために、めっき条件を変化させた時の膜形成条件データ収集および解析を実施した。具体的には整流器の電流波形・極性転換などの検討し電流波形に適するめっき液作成条件の探索を兼ねた、めっき膜作成条件の探索を行い100 μ 以下の内面にめっき膜を形成させることができた。

②低温プラズマ表面処理法の確立

低温プラズマを用いた表面処理の検討を行い、微小部材にマイクロめっき膜を作製する上での前処理プロセスの構築を実施した。基材表面プラズマ処理条件を見つける目的で、プラズマ出力(10~100W)、照射時間(10 秒~30 分)を変化させることにより表面元素の化学状態、元素構成比を収集・解析し、表面改質処理条件を見出した。

③マイクロめっき膜の表面分析評価

マイクロめっき膜の微小表面分析評価を行うために XPS、高分解能顕微鏡を活用した表面観察、元素構成比率の分析、化学結合状態の解析を行いマイクロオーダのめっき膜の評価手法を確立した。

④微小めっき部品の市場・技術調査(株式会社生野製作所、三明化成株式会社)

微小めっき部品の市場、技術を情報機関、情報誌、展示会、学会等から情報収集し、今後の研究開発課題に照らし合わせて情報分析した。

⑤プロジェクトの運営・管理(株式会社日本アレフ)

各々の研究開発の進捗管理、成果報告書の作成、今後の研究課題に向けて進めるべき方向などを議論する研究開発委員会を開催した。

1-4 当該プロジェクト連絡窓口

株式会社日本アレフ 総務部 長澤 晃
電話:045-575-1111、FAX:045-580-1676
E-mail:nagasawa@nippon-aleph.co.jp

第2章 本論

課題名：微小部品に対応した機能性めっき技術の開発

1. 概要

情報家電、半導体関連部材の小型化が進展している中、超微小化した部材へのマイクロめっき技術と耐摩耗性、耐食性、密着性、電気伝導性を兼ね備えためっき技術の確立が急務となっている。本研究開発では、大手半導体評価装置メーカーのニーズに基づき、極小化する半導体集積回路の評価が可能なコンタクトプローブ等の微小部品に対応した機能性めっき技術の確立を最終目的としている。本研究開発では大きく5つの項目に分類して各項目について研究開発を行った。項目は以下に示す通りである。

- ①微小部材へのマイクロめっき膜の作製および量産化
- ②低温プラズマ表面処理法の確立
- ③マイクロめっき膜の表面分析評価
- ④微小めっき部品の市場・技術調査
- ⑤プロジェクトの管理・運営

2. 研究内容

①微小部材へのマイクロめっき法の確立

袋穴構造の内径 $100\ \mu\text{m}\phi$ 以下の微小空間内面にマイクロめっき膜を作製する場合、めっき溶液を注入することが困難である。これは、部材内面の汚れに起因する内表面の濡れ性が低いことまた水の表面張力に起因する問題が原因である。



図 1-1 真空めっき装置

当該研究開発において図 1-1 に示す真空めっき装置

を図 1-2 のように装置改良を行い、図 1-3 に示すような 2 段階真空脱気プロセスを確立することで内径 $25\ \mu\text{m}\phi$ の液注入用サンプル部材へめっき液の注入が可能となった。(図 1-4)

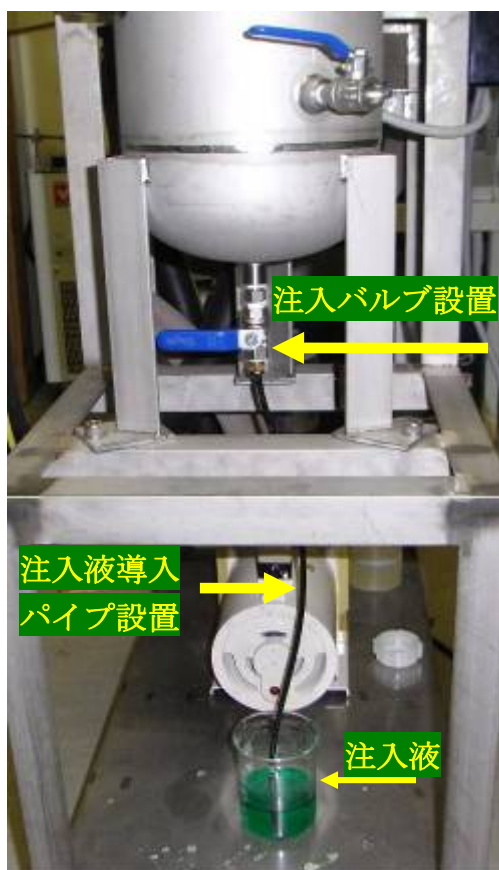


図 1-2 装置改良図

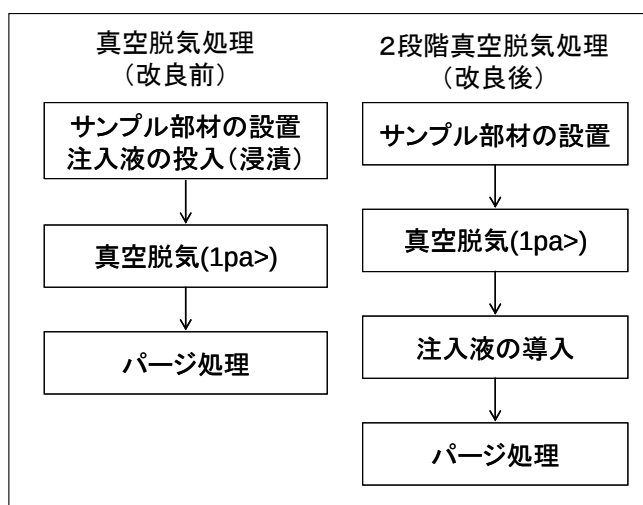


図 1-3 プロセス変更図

さらに量産へ向けて当該装置の構造を応用し極少量～数十万個までの袋穴部材へめっき液を確実に注入可能な量産用 2 段階真空注入装置 (図 1-5) の開発を行った。

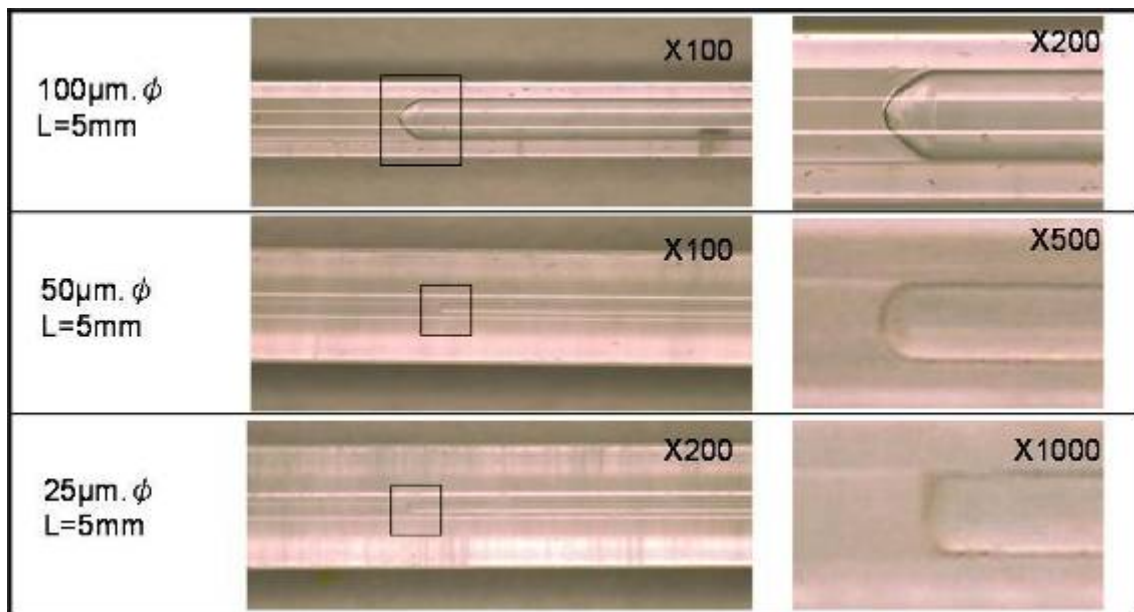


図 1-4 液注入用サンプル部材の注入結果（100 $\mu\text{m} \phi$ - 25 $\mu\text{m} \phi$ ）



図 1-5 量産用 2 段階真空注入装置

量産型 2 段階注入装置は、従来の装置よりも大幅に小型化することで作業性・操作性が向上したことにより、量産において確実なめっき液注入作業が可能となった。

量産工程中において、一連のめっき液注入作業を図 1-6 に示す。

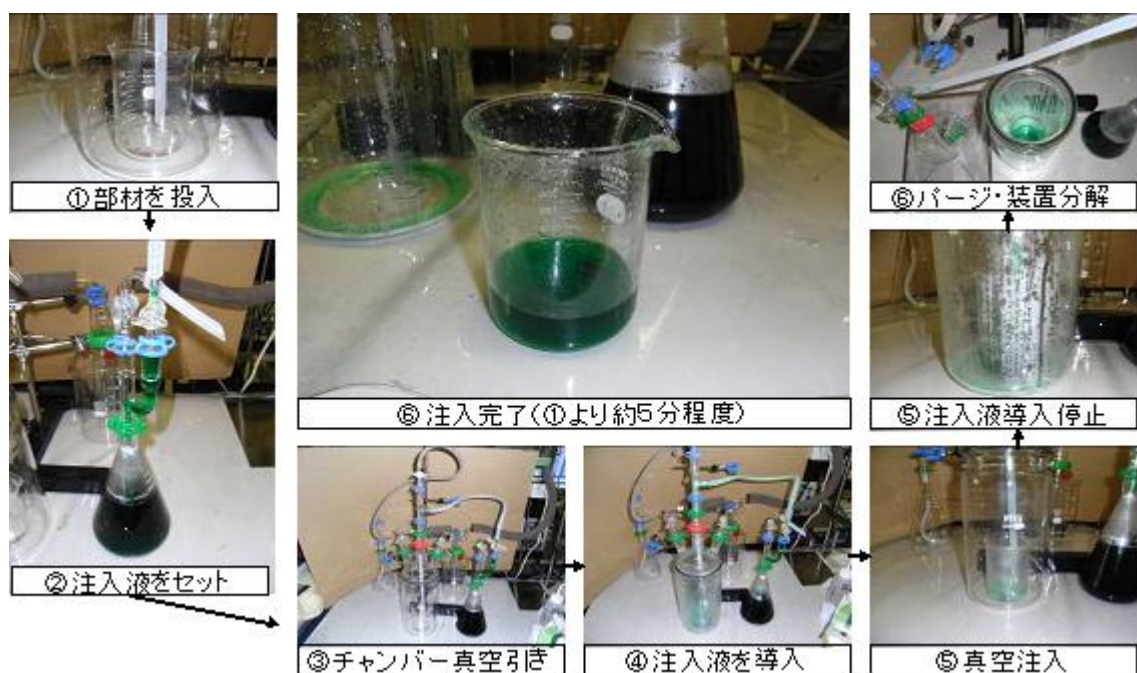


図 1-6 めっき液注入工程

めっき膜厚の制御には、一般的に電流密度と反応時間の条件が重要となる。電流密度値や反応時間が過少である条件では膜厚不足、めっき膜不形成となり、過大であると、めっき焼け、膜厚過多、ざらつきなどの問題が生じる。またこれら問題に付随し、膜厚の不均一化が起こる。当初析出しためっき膜厚からめっき電流密度条件、電源波形の条件探索を行い、微小空間を想定した 100 μm の狭小隙間間隔部材においてめっき処理が可能となったが、めっき膜厚について内外面膜厚差が大きく問題が残っていた。

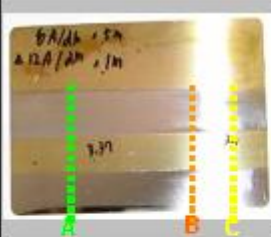
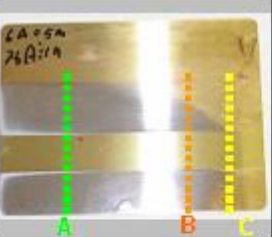
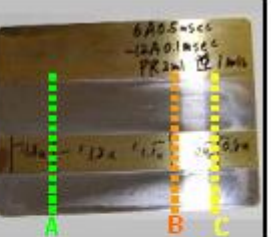
そこで 100 μm の狭小隙間間隔部材の結果を元にさらに電流密度条件と電流波形条件の探索を行った。一般的にめっき液と電流条件を考慮する場合ハルセル試験法を用いるが、さらに高速 PR 電源と共用することで微小空間内の電流密度差を考慮しためっき膜の形成条件探索が可能である。図 2-1 に微小空間の内面及び外面の空間電流密度を想定可能であるテストピース、図 2-2 にハルセル試験装置、図 2-3 にその膜厚データを示す。



図 2-1 テストピース



図 2-2 ハルセル試験装置

			
PR +6A/dm ² -12A/dm ² めっき時間2min 1.66KHz, duty-20%	PR +6A/dm ² -18A/dm ² めっき時間2min 1.66KHz, duty-20%	PR +6A/dm ² -26A/dm ² めっき時間2min 1.66KHz, duty-20%	PR1 +6A/dm ² -12A/dm ² 2min 1.66KHz, duty-20% PR2 -6A/dm ² +12A/dm ² 1min 1.66KHz, duty-20%
めっき膜厚比 A:B:C=1 : 0.3 : 0.1 :膜質良好	めっき膜厚比 A:B:C=1:0.54 : 0.46 :膜質良好	めっき膜厚比 A:B:C=1 : n : n :一部焼け・無光沢	めっき膜厚比 A:B:C=1: 0.9 : 0.66 :部分無光沢

※100 μm空間 A=外面B=内面開口部C=内面袋穴部

図 2-3 内外面を考慮しためっき膜厚

微小空間での電流密度差を想定した PR めっき試験にて、良質なめっき膜における内外面膜厚差を減少させることが可能となる電流密度・波形の条件が見出せた。

内径 100 μm φ のコンタクトプローブとなる素材を図 3-1 に示す。

先の研究開発において、袋穴形状の微小空間内にめっき膜を形成する技術について、素材の前処理からめっき液の注入、めっき膜形成条件について開発を行いマイクロめっき技術を確立したが、その量産製造プロセスを図



図 3-1 内径 100 μm φ コンタクトプローブ素材 (Be-Cu 材)

3-2 に、その Ni めっき後 図 3-2 マイクロめっき製造プロセスを図 3-3 に示す。各行程の詳細な条件等はそれぞれの開発項目を参照されたい。



図 3-2 マイクロめっき製造プロセス

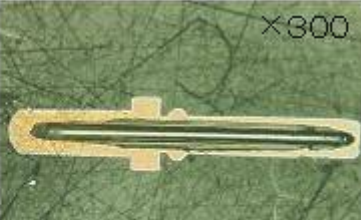
(参考)直流めっき法	めっき条件 光沢Niめっき $0.5A/dm^2$ 30min		
RFめっき法	めっき条件 光沢Niめっき $+1A/dm^2 - 3A/dm^2$ 30min		

図 3-3 マイクロめっき技術による Ni めっき膜の形成

従来の方法では不可能であった微小空間内面 Ni めっき膜の形成が可能となり、その条件を応用し Au めっき膜を施した部品内面を図 3-4 に、その膜厚データを図 3-5 に、そのコンタクトプローブ部品概観を図 3-6 に示す。

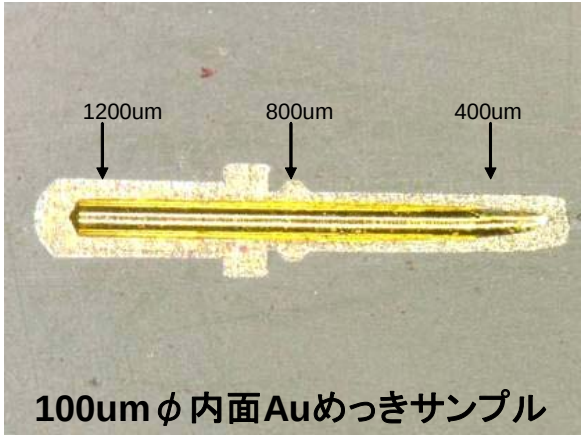


図 3-4 Au めっき後の内面

膜厚DATA(um.)				
	外面	400um	800um	1200um
Au	≒0.8	0.140	0.025	0.104
Ni	≒6.0	1.17	0.454	0.556

上記膜厚結果より素材形状による内面中央付近の膜厚減少が確認されるが、開口部—最深部でのAu均一化に成功

図 3-5 めっき膜厚測定結果

量産製造プロセスにおいて試作した、コンタクトプローブ部品は内面のめっき膜の形成及び膜厚の均一化に成功したことから実用化条件を満たした。

当該開発プロジェクトにて作成した成果物であるコンタクトプローブ部品概観を図 3-6 に示す。

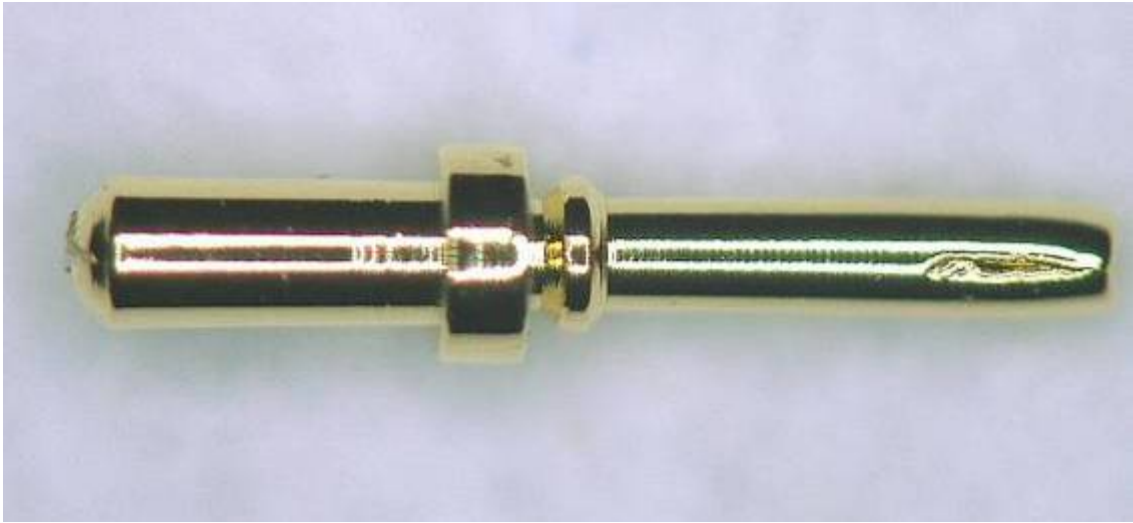


図 3-6 コンタクトプローブ部品概観 (Au めっき後-完成品)

さらに量産化に向けての検討を行った。現在のめっき生産技術は、経験則やその部分からくる主観によるものが主として存在する。その人が持ち合わせる技術や経験を活用して、めっきの条件を調整しているということが現場では発生している。そうした所謂勘や経験に頼った生産から、負担を極力減らすために、その部分をシステムチックに行うシステムの開発を目指すことにより品質不良を削減し、コストの低減を試みた。究極的には、めっきすべき材料を投入すると、自動的にめっきが施されるようなシステムを開発することを予定している。

はじめに金濃度の自動制御を行うために必要なシステム系を以下に示す（図4）。

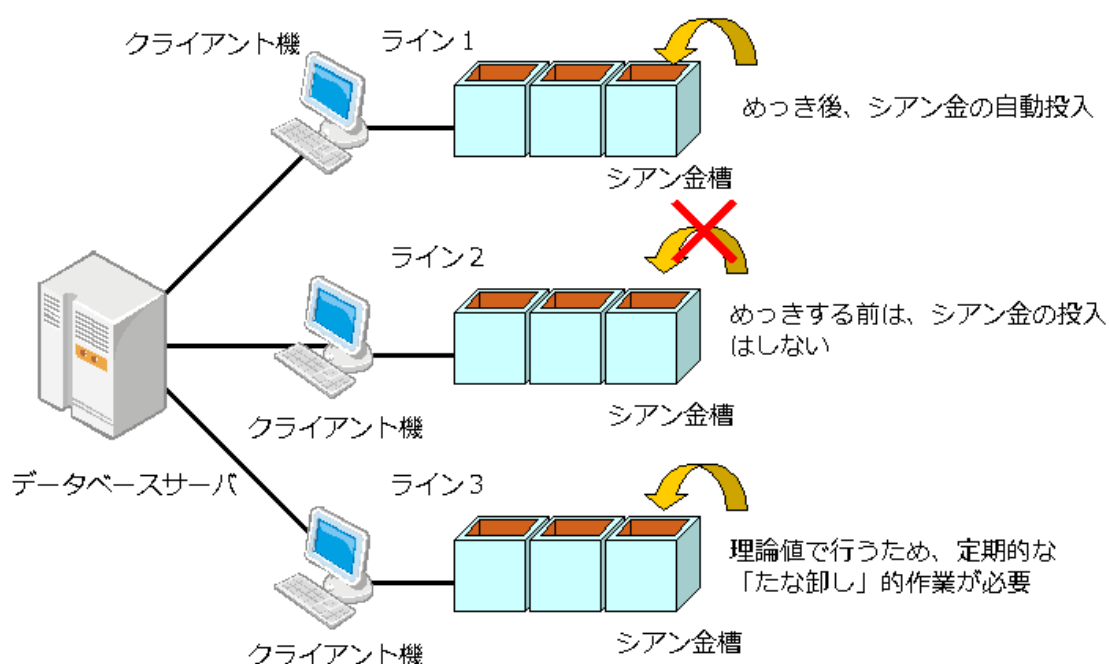


図4．金濃度自動制御システム系

図4は、金濃度を調節する場合について示した図である。めっきを施した後は、当然のことながら、めっき液の補充を行う。めっきを行う前は、めっき液の補充はしない。また、めっき液の濃度計算は理論値で行う予定であるために、実績値と誤差が生じる。その際に、たな卸しの作業が必要となる。この際には、めっき液の補充を行う。

上記のようなシステムを構築するためには、被めっき物の表面積・金の比重などから求められる金の使用量を理論的に求める必要がある。金の理論的使用量は、被めっき物の表面積と金の比重と膜厚の積から求められる。このようなパラメータをデータベースに格納し、実際に計算・表示部を構築した（図5）。

サンプル		数量		
サンプルA		1,000		
表面積	0.06 cm^2	総表面積	0.60 dm^2	
メッキ種	メッキ厚(μm)	電流(A)	時間(分)	メタル量
Ni	2-4	0.3	20	0.1
Au	1.5	0.1	90	0.3
	なし			
	なし			
	なし			
	なし			
備考				
なし				

図5. 金使用量表示インターフェース

予めデータベースに登録したサンプル（被めっき物）を選択し、数量を入力することで、自動計算を行う。これにより、理論値を求めることが可能となった。また、膜厚ばらつきを測定することにより、今後の分析も可能となるため、実際の膜厚データを記録するインターフェースの開発を行った。

実メッキ厚					
メッキ種	1	2	3	4	5

外観目視ツブレ		顕微鏡メッキムラ	
外観目視マガリ		顕微鏡ザラツキ	
外観目視備考		顕微鏡内面など	
加熱テスト温度			
加熱テスト温度での個数			
加熱テスト時間			
加熱テスト時間での個数			

図6．実績値入力インターフェース

図6 上部の青部分にめっきの種類，右側に膜厚値を入力する．ばらつき具合を検討するために最大5サンプルまで可能である．ほかの項目が下部にあり，これらも数値化することにより，今後の分析に役立てる予定である．こうしたデータの活用方法の一つとして，

- ・ この膜厚はばらつきが小さい（この条件化で行っためっき方法は正しいといえる）
- ・ この膜厚はばらつきが大きい（この条件化で行っためっき方法は不正解といえる）

という観点で考えることにする．つまり，各種条件で正解・不正解を学習させる必要がある．それを可能にするアルゴリズムとしてニューラルネットワークをここでは採用した．

自動化を行うためには，各種条件下で判断を自動で行う必要がある．以下にニューラルネットワークの概念的考え方を示す．

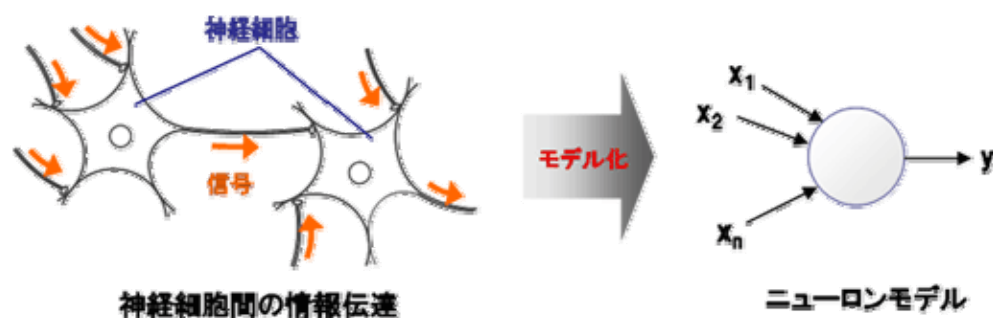


図 7. 脳神経細胞の模式図とモデル化†

† 東北大学大学院 工学研究科 電気・通信工学専攻 阿曾研究室 HP,
<http://www.aso.ecei.tohoku.ac.jp/>

ニューラルネットワークの模式図を図 7 に示す。ニューラルネットワークは、人間の脳の神経細胞をモデル化したアルゴリズムとなっている。本アルゴリズムは、非線形のデータを学習するのに適しており、人間の勘や経験もそのような非線形のデータに類似することから、本システムに適用することとした。

本研究開発で取り組むニューラルネットワークは基本的に以下のような構造を持つ（図 8）。

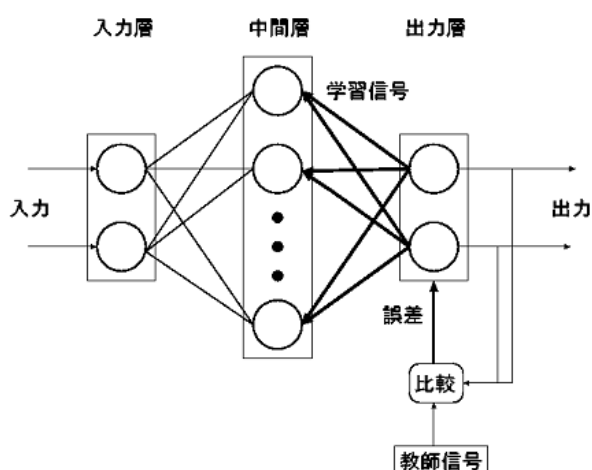
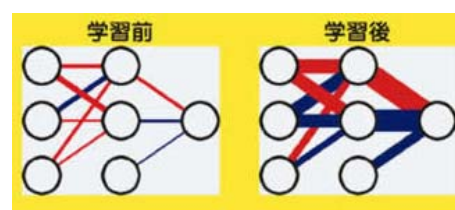


図 8. ニューラルネットワーク



$$S_i = b_i + \sum_{j=1}^n w_{i,j} \mu_j$$

図 9. 重み付け係数

ニューラルネットワークは入力層・中間層（隠れ層）・出力層を持ち、入力層からデータを入力し、出力層で、教師信号と比較することで学習を行う。その学習は、各層のノード（節）自体とノード同士を繋ぐものにどれだけの関係性があるかによって、決定する。それがバイアス(bias)であり、重み付け係数(weight)である。その関係式を図 9 に示す。学習前に比べて、学習後は各ノードの関係性が強いものは太く、弱いものは細い状態にな

っている．ノード i の加重結合出力 S_i の関係を図 9 下に示している．ここに b_i はノード i のバイアス， w_{ij} はノード i の j 番目の重み付け， u_j は各ノードからの入力を示す．

出力は図 9 の式から，重み付け係数をかけた入力変数の和と言える．これらのアルゴリズムを用いて，まず，学習させて，モデルを作成する．モデルは，未知の信号を入力したときにそれが正解か不正解を決定する上で重要な概念である．モデルの作成とは，重み付け係数の組合せを決定することである．

最終的な出力を得るためには，活性化関数を用いる．ここではシグモイド関数を用いた(式 1)．

$$f(x) = \frac{1}{1 + \exp(-x)}$$

式 1．シグモイド関数

このようなアルゴリズムを現在の制御系で活用することを考える．ここで，以下のようなシステムを検討する（図 10）．

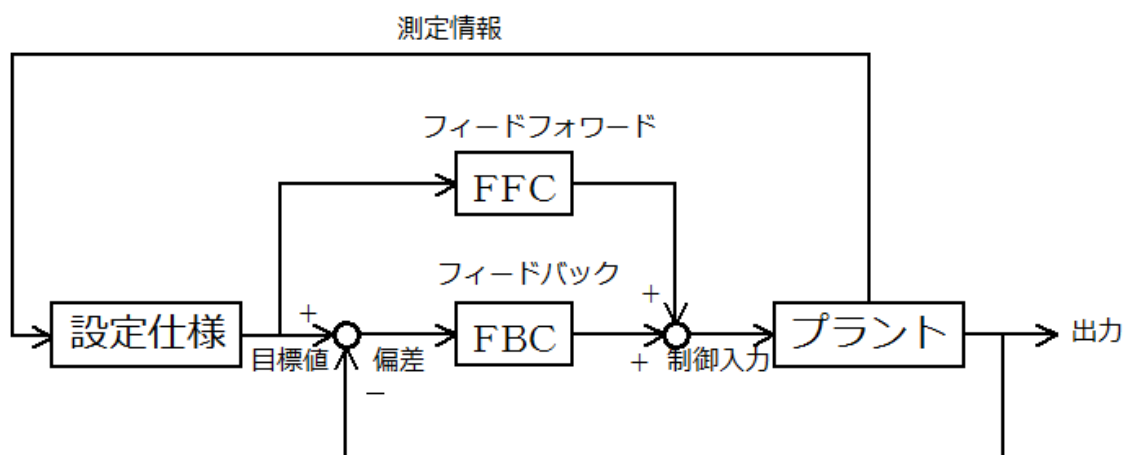


図 10．一般的な制御系システム

図 10 は一般的な制御系システムを示す．設定仕様があり，その目標値を目標にプラント（制御対象）を制御することになるが，その際の出力から，目標値との偏差を算出して，その系に更なる影響を与えるものをフィードバックコントローラという(FBC)．また，出力がその目標値大きく変化しそうな予兆を捉えて，系の変動を最小限に抑えるものをフィードフォワードコントローラ(FFC)という．これらのコントローラにニューラルネットワークアルゴリズムを適用することを検討するが，ニューラルネットワークの性質から考えると，未知の信号から予測をして，結果を判別をするということから，フィードバックコントローラに適用するよりは，フィードフォワードコントローラに適用することが効率が良いと

考える.

ニューラルネットワークをフィードフォワードコントローラに適用する（以下、ニューラルコントローラ）ために、以下の定式化を検討した.

目標出力を生成する入力を求めることは、プラントの逆システムを求めることである. 前提として、以下のように置く（図 1 1）.

プラントのダイナミクス: G

プラントの逆システム: $G^{-1}(y) = u$

目標出力 y_d を生成する入力: $u_d = G^{-1}(y_d)$

図 1 1. 前提

学習を行うためには、ニューラルコントローラがプラントの逆システムになればよく、

$u \in U, y \in Y$ (但し, U, Y はヒルベルト空間)

プラント: $y = G(u)$ ($\because G: U \rightarrow Y$)

ニューラルコントローラ: $G_N: Y \times W \rightarrow U$ ($\because G^{-1}: Y \rightarrow U$)

$\therefore u_N = G_N(y; W)$ ここに $u_N \in U$ はニューラルネットの出力
 W はニューラルネットワークの結合重み行列

$\therefore u_N = u$

このようにニューラルコントローラの出力は入力に一致させる必要があり、誤差 $u_N - u$ に基づき学習を行わせることで、系の学習が行われる.

使用する際には、そのまま用いることはできない. 以下の図を示す.

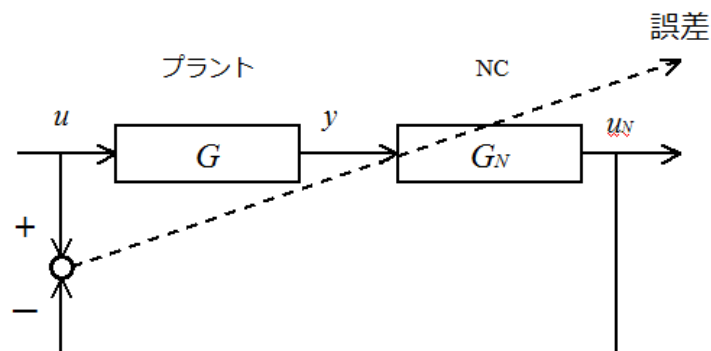


図 1 2. 学習時の系

図 1 2 のまま運用すると、学習され続け、出力の予兆を捉えることができない. 運用時には、図 1 3 のように接続を変える必要がある.

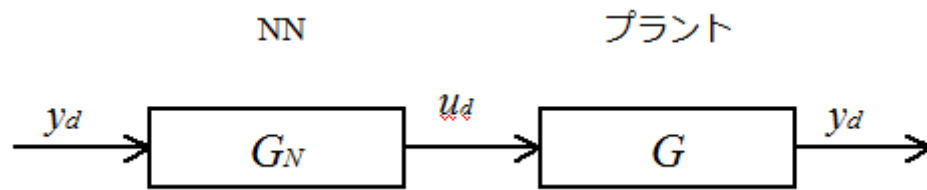


図 1 3．運用時の系

本研究では，制御系にニューラルネットワークを用いるためのスキームやDBの構築，インターフェースの構築を行い，検討・定式化や結果を示した．今後は，このスキームをシステムに実際に組み込み，データを収集しつつ，真に必要な条件を見出し，学習・検証し量産化工程への取り入れを行う．

③低温プラズマ表面処理法の確立

1. 概要

プラズマクリーニングの効果を検証するため、接触角測定法・XPS表面元素分析法による脱脂効果の検証を行った。また、通常の溶液脱脂方法との比較実験を行い、同等の効果が得られること、濡れ性の向上効果があることが分かった。その効果が実際の製品に有効かどうかを調べるため、実際の部材を想定したサンプルを作製し実験を行った結果、微小空間内面にもクリーニング効果が有効であることを確認した。また、微小空間内面に対するクリーニング効果は開口部と内面の面積比に依存することが分かった。サンプル1個単位の検証が終了したため、量産を想定し同時に複数個行った場合の効果を検証、また実際に製品を用いて実験を行い、試作工程に導入するまでを行った。

2. 結果

はじめに、装置内の位置によるクリーニング効果の差異について検証した。プラズマ装置内のステージを15のエリアに分け、各エリアにサンプルを設置しクリーニングした場合の接触角を測定した。処理条件は処理時間1分、使用気体は空気、真空度10paで行い、出力を20W、50W、100Wと変えて実験を行った。その結果を図1～3、表1～3に示す。

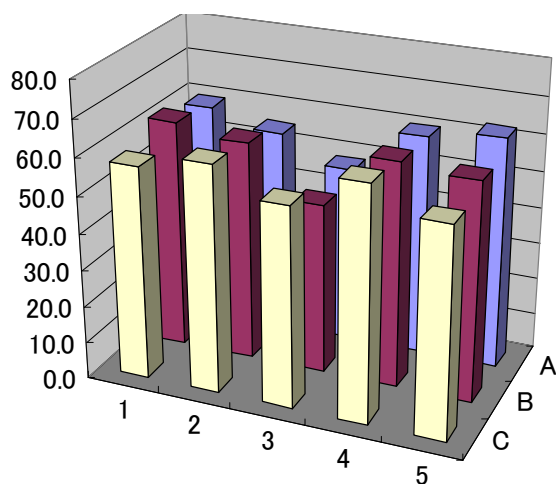


図1-1 20Wでの処理結果グラフ

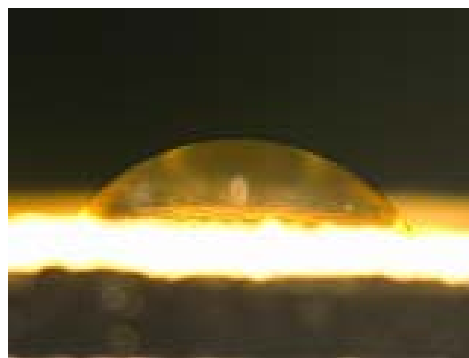


図1-2 20Wでの接触角写真

	1	2	3	4	5
A	59.4	55.2	48.2	60.2	62.9
B	62.2	59.7	46.4	61.0	59.5
C	57.7	61.6	54.4	63.2	56.7

表1 20Wでの処理結果（平均値57.9°）

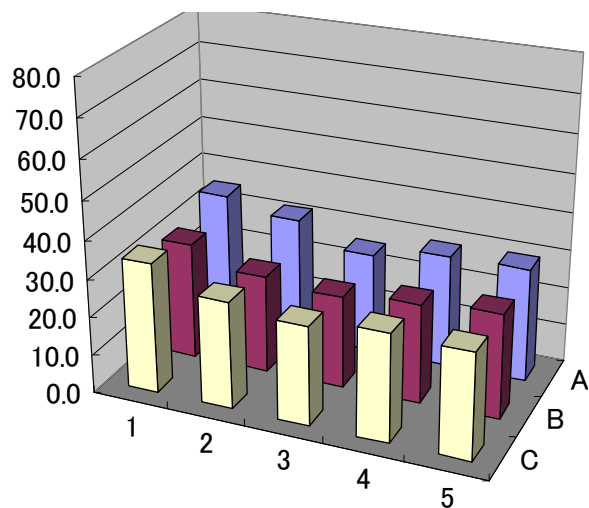


図 2-1 50Wでの処理結果グラフ

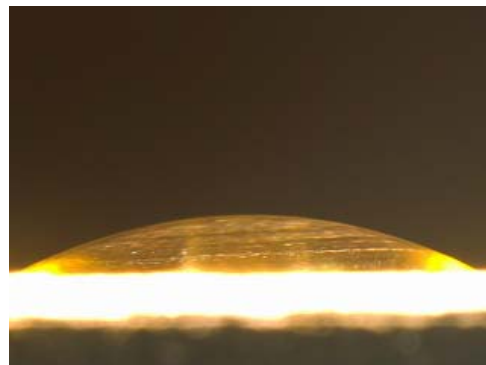


図 2-2 50Wでの接触角写真

	1	2	3	4	5
A	35.4	32.1	26.1	29.4	29.8
B	30.3	25.5	24.0	25.9	27.4
C	34.0	27.9	25.7	28.0	27.6

表 2 50Wでの処理結果（平均値 28.6° ）

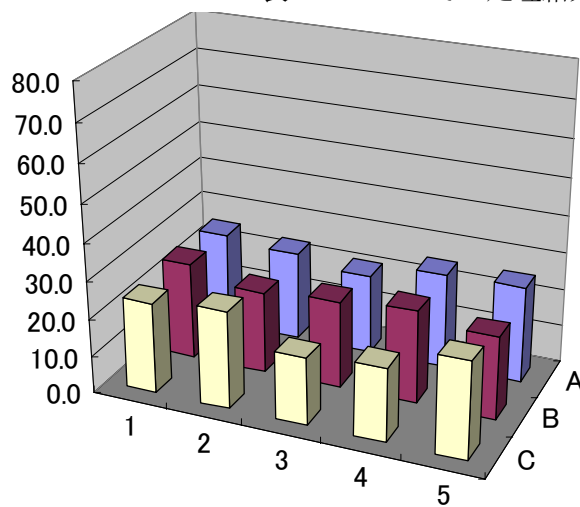


図 3-1 100Wでの処理結果グラフ



図 3-2 100Wでの接触角写真

	1	2	3	4	5
A	25.4	23.8	21.3	25.4	25.6
B	25.8	21.8	23.1	24.8	21.9
C	24.2	26.0	18.0	19.6	25.6

表 3 100Wでの処理結果（ 23.5° ）

出力20Wでの結果を見ると、装置外縁部に比べ装置中央部は若干効果が高い傾向が見られる。しかし、出力が50Wになると接触角の平均値が大幅に下がり中央部と外縁部の差異も小さくなっており、100Wでは全体的に均一でほぼ一定の値となっている。このことからプラズマクリーニング効果は、十分な出力が得られれば装置内の位置に依存しないと言える。

次に、開口部の向きによるクリーニング効果の変化について検証した。今回対象となる部材は袋穴構造のため、クリーニング効果が開口部の向きに依存するのかを検証する必要がある。装置のドア側から見て奥、右、手前、左、上向きにサンプルを設置しクリーニングを行い、接触角を測定した。測定には開口部幅0.5mmのサンプルを使用、処理条件は処理時間1分、出力200W、使用気体は空気、真空度は10Paで行った。その結果を図4に示す。

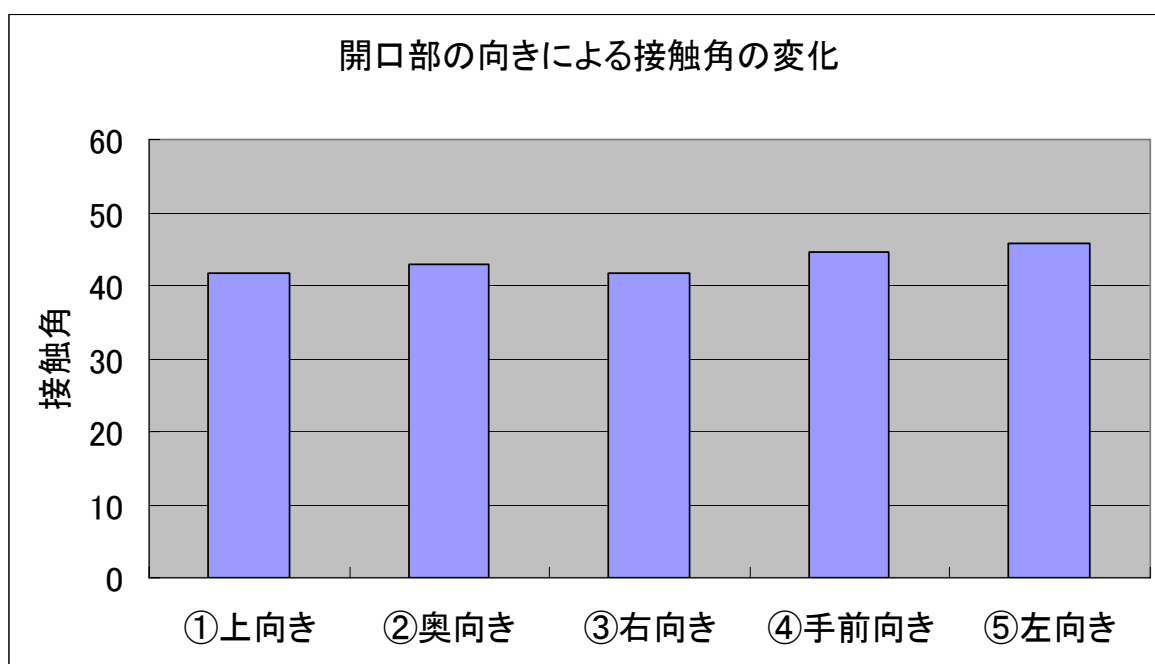


図4 開口部向きによるプラズマクリーニング効果の変化グラフ

図4を見て分かるように全体的にほぼ一定であり、この結果からプラズマクリーニング効果は開口部の向きに依存しないことが分かった。

以上二つの実験結果から、プラズマクリーニング効果は装置内の位置や開口部の向きに依存しないことが分かった。つまりこれは、装置内に製品をランダムに並べてだけで処理が可能ということになり、小サイズの部材を同時多数個処理するのに適したクリーニング

法であると言える。対象の製品サイズは外径0.2mm、長さ1.5mmであり、現在使用している装置(25cm×17cm)に1cm²あたり100個並べたとすると、1度に42500個の処理が可能ということになる。また装置を大型化、多段化することにより、一度に数十万個の処理も可能となる。

同時多数個処理した場合のシミュレーションが完了し、次の段階では実際の製品を使用した実験を行う必要があるが、実際の製品を入手したところ開口部と内面の面積比が予想の1:40よりシビアな1:60であることが分かったため、追加実験として1:60のサンプルを作製し、クリーニング効果の検証を行った。処理条件は、出力300W、使用気体は空気、真空度は10Pa、処理時間は30秒～10分まで変化させて実験を行った。その結果を図5に示す。

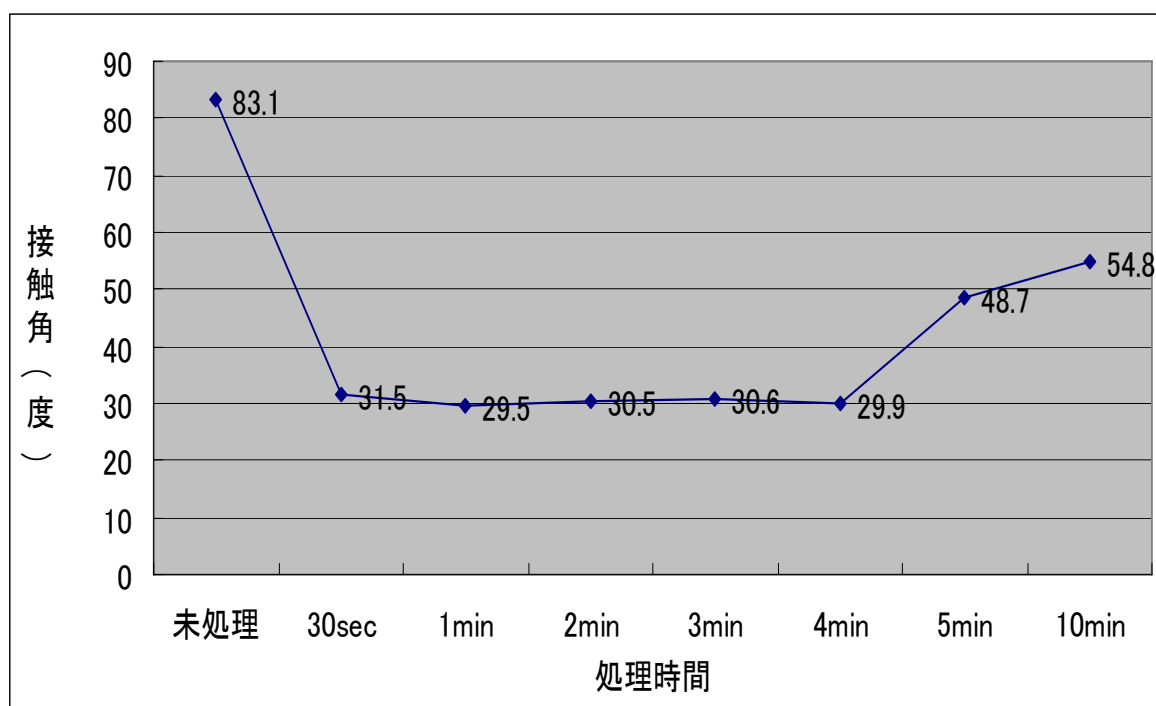


図5 開口部向きによるプラズマクリーニング効果の変化グラフ

未処理状態では80°以上だった接触角が30秒処理した段階で30°程度まで低下しており、この面積比でもクリーニング効果は有効であると言える。しかし、処理時間が4分を超えると接触角が上昇することも分かった。このときの表面の変化状態予想を図6に示す。未処理時では表面に炭素汚れが付着しており接触角が高い状態だが、プラズマクリーニングによって炭素汚れが取り除かれ接触角は低下する。しかしそのまま処理を続けると、使用気体である空気中の酸素が露出した金属表面と反応して酸化皮膜を形成し、接触角が低下するものと考えられる。つまり、プラズマクリーニングは高出力で長時間かけ

れば良いわけではなく、最適な処理条件を見出すことが重要であると言える。

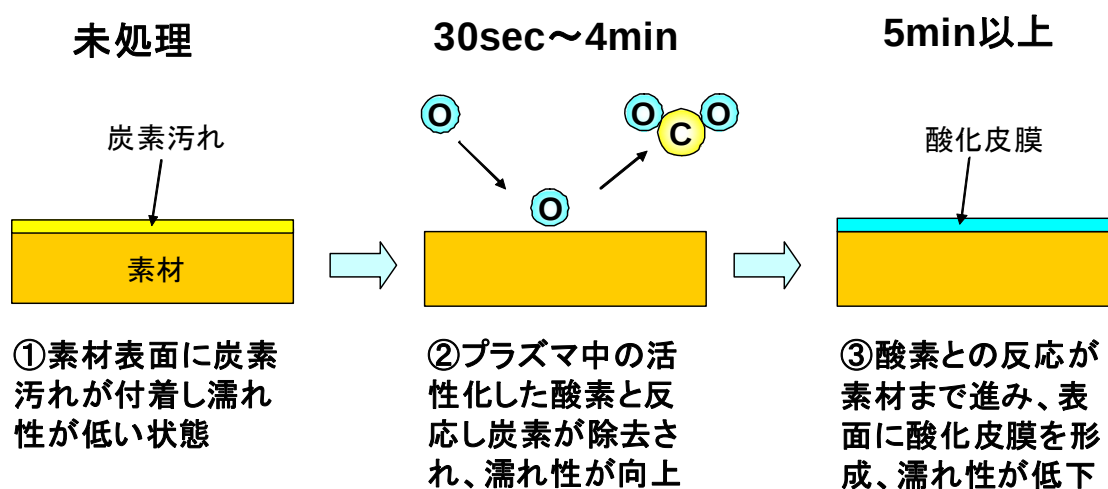


図6 表面状態の変化予想

最終段階として、試作工程にプラズマクリーニングを導入し実際の製品にメッキ処理を行い、内面の皮膜状態を確認した。プラズマクリーニングは前処理として導入し、その後通常の前処理を行いN i メッキ処理を行った。プラズマ処理条件は、処理時間4分、出力300W、使用気体は空気、真空度10p aで行った。作製したサンプルの内面画像を図7に示す。

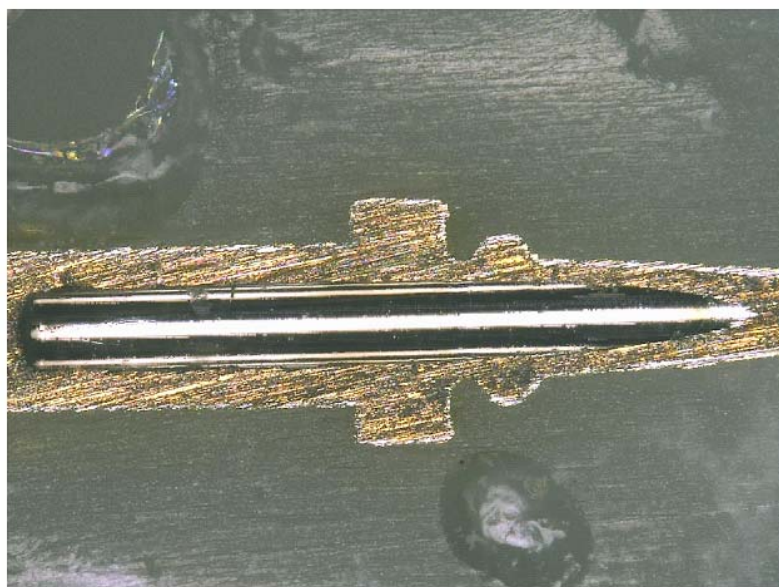


図7 作製したサンプルの内面画像

画像を見て分かるように、内面最深部までN i メッキ膜の析出が確認できる。外観ではメッキ切れや焼け、曇りなども見られず、良好な皮膜が析出していると言える。

③マイクロめっき膜の表面分析評価

1. 概要

微小めっき技術開発のため、プラズマ処理等の清浄化前処理および均一に内面に成膜できるめっきプロセスを検討している。そのため、各ステップでの表面状態を解析するとともに作製される微小プローブ内面のめっきの付着状態の解析を進めてきた。前半に内面めっきが可能になった内径 $400\mu\text{m}$ プローブを、そして後半達成された $100\mu\text{m}$ プローブの内面を、各種分析機器で解析した。

2. XPSとSEM-EDXによるめっき表面の解析

(1) 装置と解析を行った試料

XPS（X線光電子分光装置）は試料表面の構成元素や、着目する元素の化学結合状態を分析できる装置である。またSEM（電子顕微鏡）は微小試料の形態観察を行う装置であるが、SEM-EDXはこれに元素分析機能が備わっている。20年度図2-1（左）に示した内径 $400\mu\text{m}$ のプローブへ内面めっきが可能になった。内面を分析するためには、中心線よりプローブを分割する必要がある。当初、この分割は困難であった。そのため斜切断を行い、プローブ内部を露出させ（図2-1右）上部、中間部および底部の3点を解析した。

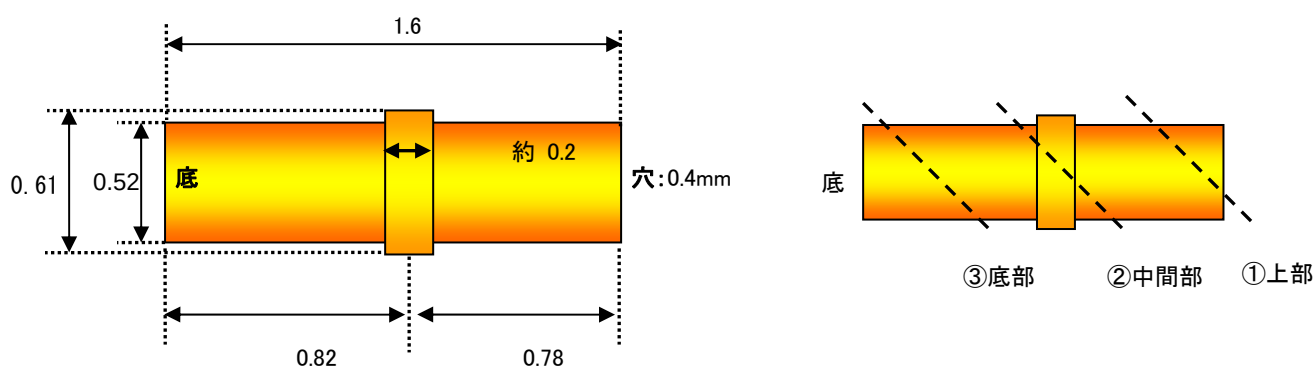


図2-1 内径 $400\mu\text{m}$ プローブのサイズ（左）と分析試料の切断位置（右）

(2) SEM-EDXによる測定と結果

測定を行ったのは、図2-1(右)に示した切断位置を真上から見た位置で、入口側からそれぞれ 0.2 (①:上部)、 0.8 (②:中間部)、 1.1mm (③:底部) に当たる。図2-2に測定した特性X線スペクトルを示す。このスペクトルの横軸はどんな元素が存在しているかを意味する。また、強度は濃度に関連している。しかし定量性があまり高くないため、通常、どんな元素が存在するか（定性分析）に止めることがほとんどである。図には比較のため一番左に、プローブ外面部のスペクトルも併置した。例えば、一番高いピークは金(Au)であり、これは最表面に金が付着していることを反映している。その下地はニッケル(Ni)めっきであり、これも検出されている。基材の銅(Cu)までは検出されていないが、これはニッケ

ルめっきが規格で $4\mu\text{m}$ 程度の厚みに対し、この分析で見ている深さが $2\mu\text{m}$ 程度にとどまるためと考えられる。①②③のスペクトルを見ると外面に比べ内面は金が少ない。その中で上部は金色が見える程度に付着していた（光学顕微鏡観察）。結果を総合すると、上部にはかなり金が付着しているが中間部と底部には存在はするが格段に少なかった。

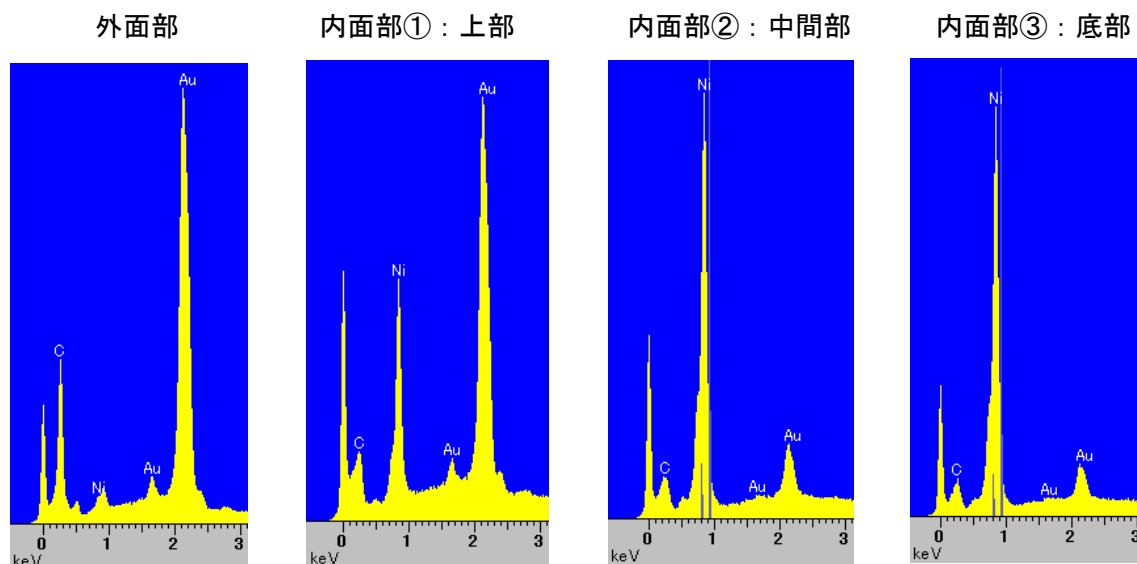


図 2-2 内径 $400\mu\text{m}$ プローブのSEM-EDXによる特性X線スペクトル

(3) XPSによる測定と結果

付着している金の組成を調べるためXPSによる測定を行った。この測定は金が十分付着していたプローブ内面の上部のみについて行った。図2-3に得られたスペクトルを示す。

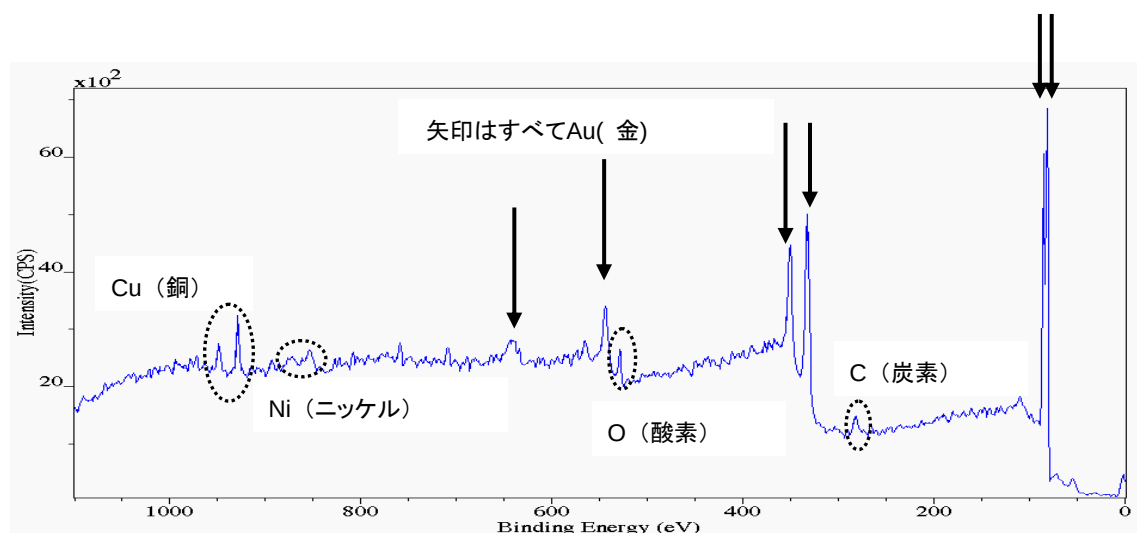


図 2-3 内径 $400\mu\text{m}$ プローブ内面上部のXPSスペクトル

上層のめっきの主成分である金(Au)が最も強く検出されたが、他に下地めっきのNi（ニッケル）と基材のCu（銅）がやや検出された。また、炭素と酸素も現れたが、これは空気中あるいはめっき液からのわずかな汚染と見られる。このスペクトルを基に定量計算した結果を表 2-1 に示した。結果から内径 400 μm プローブの上部にはほぼ純度 90%以上の金が付着していることが分かる。銅とニッケルは金めっきの極めて微小なピンホールを経て検出されている可能性があり、その場合この定量結果よりもさらに高純度である。

表 2-1 XPS スペクトルによる定量結果（質量%）

	Cu	Ni	O	C	Au
試料 1	4.4	未検出	1.1	1.4	93
試料 2	3.0	3.2	2.4	2.5	89
平均	3.7	1.6	1.8	2.0	91

3. XRF によるめっき付着量の定量的評価

（1）XRF

XRF（蛍光X線分析装置）は、試料にX線を照射して発生する蛍光X線を検出して試料の組成分析を行う装置である。本事業の進捗中に北海道立工業試験場にあらたに導入された。装置の外観と仕様を図 3-1 に示した。この機種は微小部(10 μm)の測定や多層めっき膜厚の測定が可能である等いくつか特徴を有しており、本事業の微小部めっきの解析にも有用であるため利用した。

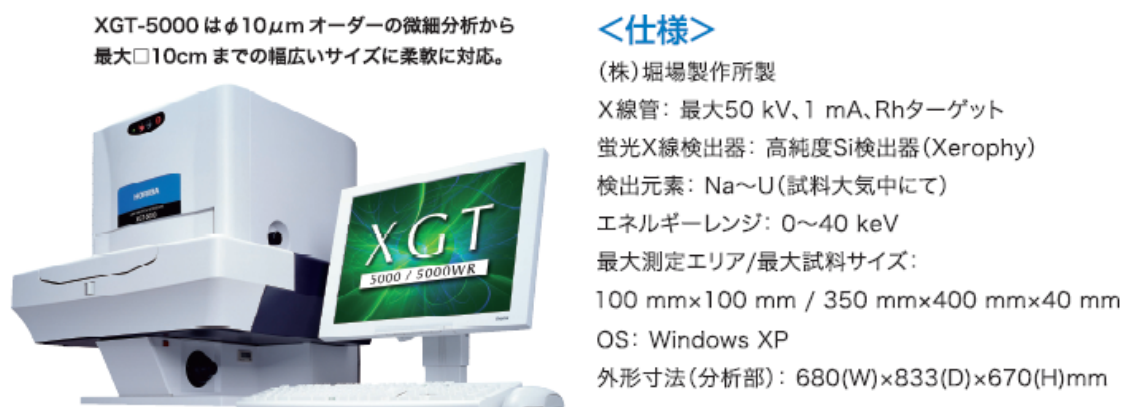


図 3-1 導入したXRFの外観と仕様

（2）解析した試料とその調整

2章での解析結果をもとに、微小試料により均一に成膜するのめっきプロセスを検討し、内径 100 μm のプローブへの内面めっきが概ね可能となった。内面を解析するためには内部を露出した試料を調整する必要がある。このため樹脂埋めして研磨する方法を試みたところ、ほぼ中心線から分割した試料の作製が可能となった。試料の外観を図 3-2 に調整後の

試料を図 3-3 に示す。この分割試料について、入口から 400, 800, 1200 μm の位置で内面の膜厚評価を行った。図 3-2 にはこのおおよその位置も示した。

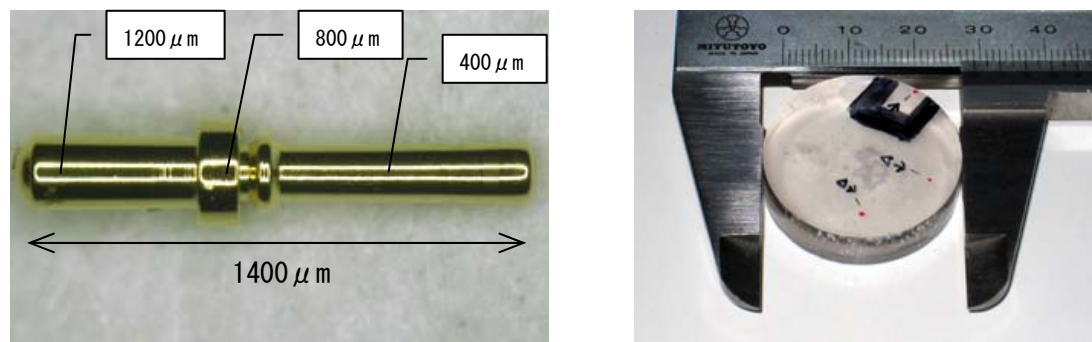


図 3-2 めっきした内径 100 μm プローブ

図 3-3 調整後の試料

（3）内面の膜厚評価結果

この調整試料を用い、XRF による各位置での膜厚解析を行った。測定スペクトルの 1 例を図 3-4 に示す。XRF でのスペクトルはある元素が存在すれば横軸の特定の位置にピークが現れる。また強度は元素の濃度や、めっきの場合膜厚の情報を含んでいる。スペクトルはピークの現れた 0~20kV の範囲を示した。膜厚は Au/Ni/Cu（基材）の多層構造を仮定しスペクトルから FP 計算で求めた。結果を表 3-1 に示す。内面の入口に近い 400 μm 付近は外面の半分程度の金及びニッケルが付着していたが、800 μm より内部側は付着量が極めて少なかった。この試料を初回として、内面めっきを何度か行ったが、内部の顕微鏡観察

により金の付着状態にばらつきが見られた。これは、めっき液中の溶存空気が、真空容器に供給した際、プローブ内面でガス化しめっき液の充填不足となるためと推定された。

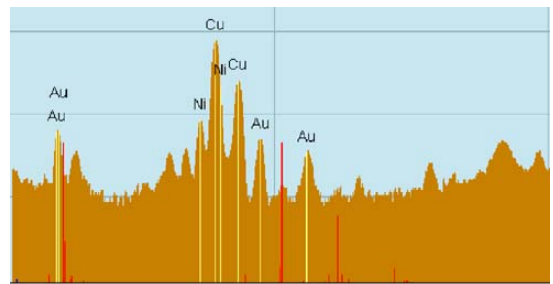


図 3-4 プローブ内面の X R F スペクトル

表 3-1 膜厚解析結果（脱気工程導入前）

	外面	400 μm	800 μm	1200 μm
金	0.21	0.14	0.01	0.01
ニッケル	2.2	1.2	0.45	0.08

めっき液の脱気工程を加えたところ再現性が向上した。この工程導入後の膜厚解析結果を表 3-2 に示す。内面については独立した 3 試料の結果と平均を示した。図 3-5 には各位置での膜厚をグラフで示した。外面は平均で金が 0.88, ニッケルが 6.7 μm 形成されており、位置による差もあまりない。一方、内面は平均すると金、ニッケルとも外面の 1/10 程度になり、かつ金は中間部が薄くニッケルは底に行くほど薄くなっている。しかし内面に金は最低 0.03 μm 、平均して 0.08 μm 形成されており実用上十分な厚みが形成されたと考えられる。

表 3-2 膜厚解析結果（脱気工程導入後）

入口からの距離[μ m]		外面	内面			
		spl	spl1	spl2	spl3	平均
400	Au膜厚	0.790	0.066	0.140	0.153	0.120
	Ni膜厚	5.247	1.251	1.171	1.100	1.174
800	Au膜厚	0.856	0.042	0.025	0.025	0.031
	Ni膜厚	6.053	0.469	0.454	0.432	0.452
1200	Au膜厚	1.000	0.041	0.146	0.081	0.089
	Ni膜厚	8.858	0.107	0.043	0.091	0.080
サンプル内平均		Au膜厚	0.882	0.050	0.104	0.086
		Ni膜厚	6.719	0.609	0.556	0.541

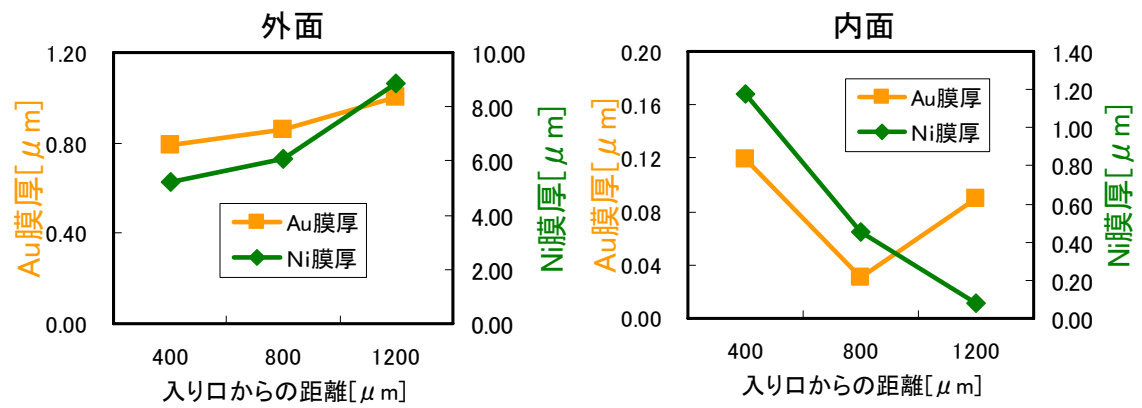


図 3-5 各位置での膜厚（左：外面，右：内面）

④微小めっき部品の市場・技術

1. 微小めっき部品の市場調査

めっき業界の市場および特許検索より技術動向調査を行った。めっき企業の売り上げ高は 2004 年約 6500 億円で年率 3 % 強の伸びを示している。これは、日本国内の不況が回復し、自動車産業を中心に業績の回復が見られたためと考えられる。また、めっき売り上げに対する前年対比伸び率の割合は、100%を上回っている企業が 69%、2006 年度には 88%の企業が上回るとしている。コンタクトプローブに見られる半導体めっき関連では、半導体製造装置の販売高は 2005 年度 1 兆 5654 億円（社団法人日本半導体製造装置協会レポート）で、2003 年度と比較すると 36.9%増加しており、半導体製造装置産業は日本製造企業が国際競争力を有する産業分野と位置づけられている。その中で半導体検査装置の 2005 年度販売高は 3541 億円、半導体検査用デバイス関連の販売高は約 570 億円、コンタクトプローブの販売高は約 420 億円、コンタクトプローブ用めっき部品の販売高は約 40 億円である。また、セミコンジャパン展示会に出席し、めっき関連に対する聞き取り調査を行った結果、コンタクトピン等の半導体微細部品への需要が大きく、また、生体適合性医療器具等の新しいニーズが求められていることがわかった。半導体関連をはじめ、部材の微細化に対する需要は大きく、今後これらの市場についても詳細に検討していきたいと考えている。

2. 微小めっき部品の技術調査

金属に対する需要の増大のため金属材料の高騰が微小めっき部品業界において大きな問題となっている。これは BRICS 諸国および中国の需要拡大、金属資源は地域集中度が高いこと、資源の枯渇等の問題から生じている。マイナーメタル国際会議によるとさらなる先高が予測されている。長期的には金属資源パニックへの対応として、世界的に①省資源化、②代替材料の開発、③リサイクル技術が重要であることが確認されており、日本の精密めっき業界もこれらの技術に対する研究開発を行わなければならないと考えられる。

世界の半導体市場は引き続き 10 % 前後のゆるやかな上昇が見込まれている。コンタクトプローブに関する特許をまとめてみると 2007 年、コンタクトプローブに関する特許は、特にプローブカードの出願件数が増大している。プローブカードは、テストする半導体の使用に合わせて個別に設計・製造されるため新製品ごとに重要が増大するメリットがある。垂直接触型とスプリング接触型、カンチレバー型があり、DRAM、フラッシュメモリー、システム L S I 等の半導体デバイスへの用途拡大が近年顕著をなっており、本研究開発で行っている微小マイクロめっき技術をカード方式に応用するために検討する価値がある。

本研究開発におけるスプリング式コンタクトプローブにおいては、切削技術の量産問題点から、100 μ m が量産限界となっている。研究段階では 50 μ m の試作

も行われているが本研究開発にて使用できる段階ではないことがわかった。更なる切削メーカーの技術革新を期待したいと思う。

北海道地区においても自動車産業の進出、半導体プローブメーカーの進出、大手コネクタメーカー、医療用器具メーカーからのマイクロめっき膜の要望等、市場が形成されつつある。特に次年生産工場稼動予定の半導体プローブメーカーにおいては研究開発後の納品を視野にいれつつ本研究開発で確立された技術を用いて微小コンタクトプローブ開発製品を検討していく予定である。

⑤プロジェクトの管理・運営

各々の研究開発の進捗管理、成果報告書の作成、今後の研究課題に向けて進めるべき方向などを議論する研究開発委員会を開催した。

最終章 全体総括

本研究開発事業を行うことによって当初開発目標であった世界最小口径の内面めっき技術（マイクロめっき法）を確立することができ、微小プローブへの内面めっきがほぼ可能になった。またこれまで困難であった微小部位の表面分析を XPS、レーザ顕微鏡等により評価することが可能となった。実際に内径 $400\text{ }\mu\text{m}$ プローブを SEM-EDX と XPS により解析した結果、内面に Au/Ni は形成されていたが、外面に比べ内面入口付近は金が少なく、中間部より底は格段に少ないこと、入口付近の金の純度は 90%以上であることが判明し、この問題に対して、さらにめっきプロセスの改善の結果、再現性の高い内径 $100\text{ }\mu\text{m}$ プローブへの内面めっき膜の作製が可能となった。膜厚解析の結果、内面は外面よりは少ないが金は最低 $0.03\text{ }\mu\text{m}$ 、平均して $0.08\text{ }\mu\text{m}$ 形成されており製品要求を満足する実用的な微小めっき技術が開発された。