

平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「電子部品の超微細化に対応できる多層・複合めっき技術及び量産技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成23年 9月

委託者 関東経済産業局
委託先 株式会社エルグ

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 当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論

1. 極細ブランジャー用めっきの開発	6 ~ 13
1) 微細製品に対する製品間(ロット内)、製品内膜厚均一化技術の確立.....	6
設備に起因するめっき膜厚ばらつきの改善	
めっき条件に起因するめっき膜厚ばらつきの改善	
2) 難形状に対する形状維持めっき技術の確立(精密加工品の形状維持技術の開発).....	9
前処理条件の検討	
3) 多層化による薄膜金めっきピンホールの低減技術の確立.....	10
フェロキシル試験	
密着試験	
4) 試作ラインでの量産技術の確立.....	11
2. はんだ非付着性めっき技術の確立	14 ~ 16
1) はんだ非付着性、低接触抵抗を実現する技術の開発.....	14
金めっき液中のカーボン添加量の違いによるめっき皮膜へのカーボン含有量の比較試験	
めっき条件の検討	
カーボン種類の検討	
評価方法の検討	

最終章

全体総括.....	19
-----------	----

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

川下製造事業者等の抱える課題及びニーズ

イ. ダウンサイジングに資するめっき技術の向上及び開発

近年のパソコン、携帯電話をはじめとする情報家電業界では、機器や付帯設備のダウンサイジングが求められており、小型化のみならず高機能化、長寿命化についても対応を要求されている。

それに伴って、機器に搭載する半導体パッケージについても高密度化、長寿命化の要求が急速に高まってきている。めっき技術の開発は、これらの実現の為には欠かせないものである。

本研究開発の目的は、半導体部品や実装電子基板の電気的特性検査に用いる電気接触子(コンタクトプローブ)先端のプランジャーに、均一なめっき皮膜で低接触抵抗・非はんだ付け性などの特性を付与する多層・複合めっき技術及び量産技術を確立することである。この方法の確立により、ダウンサイジングが求められる情報家電製品に搭載する為に、更に小型化が進んでいる半導体パッケージ検査治具部品の超微細化コンタクトプローブの安定供給を可能にする。

上記を踏まえた高度化目標

カ. その他性能(膜厚精度、膜硬度、高集積化、高積層化、高平滑化)の向上

本研究では、上記の課題、ニーズを踏まえ、以下の課題に取り組む。

1. 極細プランジャー用めっきの開発

1) 微細製品に対する製品間(ロット内)、製品内膜厚均一化技術の確立

難形状品(先端の尖った形状)などの微細製品に対し、電流の集中する箇所への膜厚過多の問題を設備やめっき条件を開発することで、めっき膜厚のばらつきを改善する。

2) 難形状に対する形状維持めっき技術の確立(精密加工品の形状維持技術の開発)

被めっき物が微細化するほど困難となる被めっき物の洗浄や表面を整える前処理工程を開発する。

3) 多層化による薄膜金めっきピンホールの低減技術の確立

一般に、厚み $2\mu\text{m}$ 以下の電気金めっきでは、ピンホールを除去することは不可能と云われている。然しながら、単価の高い金を厚くめっきすることはそのまま製品価格に跳ね返り市場ニーズにそぐわない。この問題を解決する為に、金めっきを薄膜化し、伝導性の良い代替金属めっきを下地めっきとして施すことで、ピンホールを低減し、製品のコストダウン更に貴重資源の節約を実現する。

4) 試作ラインでの量産技術の確立

実験室レベルの試作と量産ラインでの出来栄の差異の問題を解決する為に「微細品多層・複合量産試作めっき装置」を設計し、上記1)～3)で確立した条件を基に量産化へ向けた量産試作を実施する。

2. はんだ非付着性めっき技術の確立

1) はんだ非付着性、低接触抵抗を実現する技術の開発

プランジャー先端にパッド金属(例えば、はんだ)が付着すると、その金属の酸化膜等により、接触抵抗が高くなってしまふという問題に対し、適正量のカーボン粒子を金めっき皮膜に複合させることで、パッド金属の難付着性、加えて、耐摩耗性、低接触抵抗を兼ね備えためっき技術を開発する。

本研究開発は、2つのメインテーマ5つのサブテーマから構成される。サブテーマ毎の開発技術、開発目標、担当団体などを<表1>に示す。

<表1> サブテーマ毎の開発技術、開発目標、担当研究団体

1. 極細ブランチャー用めっきの開発

	開発技術	開発目標	主担当
1) 微細製品に対する製品間(ロット内)、製品内膜厚均一化技術の確立	先端の尖った形状(難形状品)などの微細製品に対し、電流の集中する箇所への膜厚過多の問題を設備やめっき条件を開発することで、めっき膜厚のばらつきを改善する。	<表2>に示しためっき種毎の膜厚範囲内で工程能力指数(Cpk)を $1.67 > Cpk > 1.33$ とする。	株式会社エルグ
2) 難形状に対する形状維持めっき技術の確立(精密加工品の形状維持技術の開発)	被めっき物が微細化するほど困難となる被めっき物の洗浄や表面を整える前処理工程を開発する。	ブランチャー先端部を $R0.05\text{mm}$ 以下に保つものとする。 (但し、別途顧客要求がある場合はそれに従う)	株式会社エルグ
3) 多層化による薄膜金めっきピンホールの低減技術の確立	金めっきを薄膜化し、伝導性の良い代替金属めっきを下地めっきとして施すことで、ピンホールを低減し、製品のコストダウン更に貴重資源の節約を実現する。	多層化による不具合の密着不良発生率を0%、レイティングナンバー9以上とする。	株式会社エルグ
4) 試作ラインでの量産技術の確立	実験室レベルの試作と量産ラインでの出来栄えの差異の問題を解決する為に「微細品多層・複合量産試作めっき装置」を設計し、上記1)~3)で確立した条件を基に量産化へ向けた量産試作を実施する。	量産試作品に対する不具合発生率を1%未満とする。	株式会社エルグ

<表2> めっき種毎の膜厚範囲

めっき種	膜厚(μm)	めっき種	膜厚(μm)	めっき種	膜厚(μm)
電気銅	0.5~1.0	無電解ニッケル	2.0~3.0	金ニッケル	1.0~1.5
電気ニッケル	1.0~2.0	金コバルト	2.0~2.5	パラジウム	0.5~1.0
				ロジウム	0.1~0.3

2. はんだ非付着性めっき技術の確立

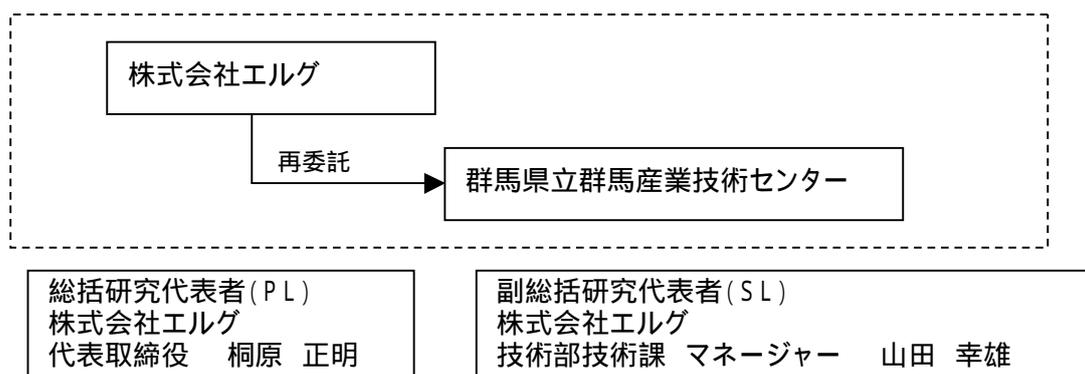
	開発技術	開発目標	主担当
1) はんだ非付着性、低接触抵抗を実現する技術の開発	ブランチャー先端にパッド金属(例えば、はんだ)が付着すると、その金属の酸化膜等により、接触抵抗が高くなってしまいう問題に対し、適量のカーボン粒子を金めっき皮膜に複合させることで、パッド金属の難付着性、加えて、耐磨耗性、低接触抵抗を兼ね備えためっき技術を開発する。	はんだ非付着性めっき品に対し、接触抵抗値 230m 以下、コンタクトプローブのクリーニング頻度を現状の1/2とする。	株式会社エルグ 群馬県立群馬産業技術センター

3. プロジェクトの運営・管理

	開発技術	開発目標	主担当
プロジェクトの運営・管理			株式会社エルグ

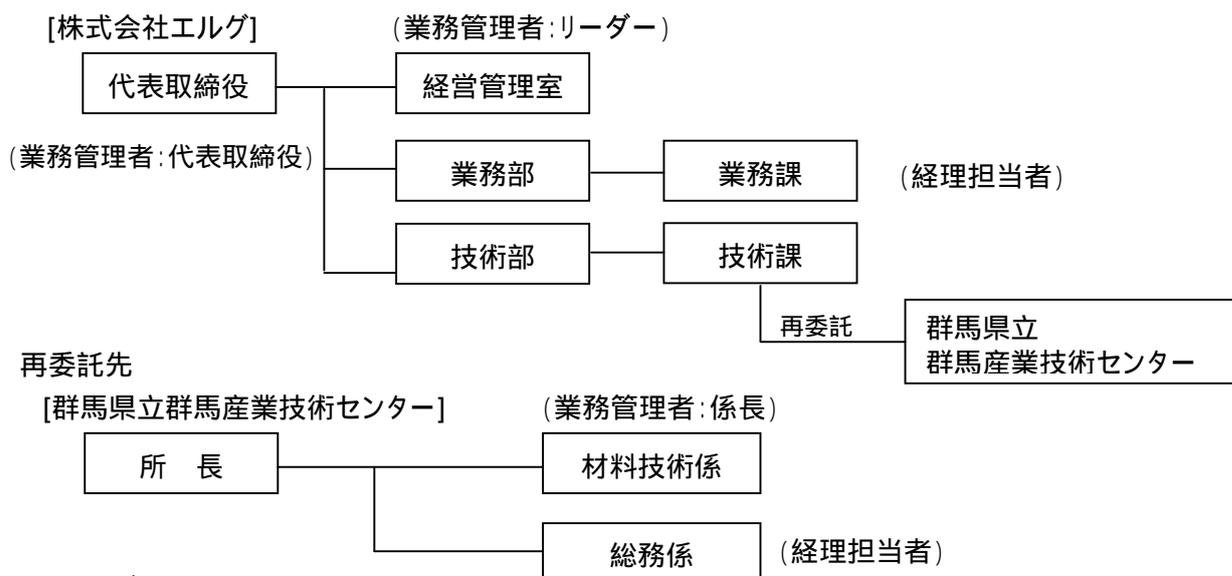
1 - 2 研究体制

1) 研究組織(全体)



2) 管理体制

事業管理機関



3) 研究員及び管理員

【事業管理機関、研究機関】 株式会社 エルグ

管理員

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
横塚 由美子	経営管理室 リーダー	3.
今井 由美子	業務部 業務課	3.

研究員

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
桐原 正明	代表取締役	1. 2.
山田 幸雄	技術部 技術課 マネージャー	1. 2.
相川 智主	技術部 技術課 サブリーダー	2.
都丸 勝広	技術部 技術課	1.
横塚 由美子(再)	経営管理室 リーダー	1. 2.

【再委託先】 群馬県立群馬産業技術センター

研究員

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
山本 亮一	材料技術係 係長	2.
河合 貴士	材料技術係 技師	2.

4)他からの指導・協力者

研究開発推進委員会 委員

氏名	所属・役職	備考
桐原 正明	株式会社エルグ 代表取締役	PL
山田 幸雄	株式会社エルグ 技術部技術課マネージャー	SL
横塚 由美子	株式会社エルグ 経営管理室リーダー	
相川 智主	株式会社エルグ 技術部技術課サブリーダー	
都丸 勝広	株式会社エルグ 技術部技術課	
山本 亮一	群馬県立群馬産業技術センター 材料技術係係長	
河合 貴士	群馬県立群馬産業技術センター 材料技術係技師	
田口 恭二	財団法人 群馬県産業支援機構 販路・産学連携グループ主幹	アドバイザー
長谷川 奉彦	長谷川経営事務所 代表	アドバイザー
新井 進	国立大学法人信州大学 工学部 物質工学科 教授	アドバイザー
星野 芳明	星野技術士事務所 所長	アドバイザー
福島 康夫	株式会社ヨコオ 生産革新本部 要素技術部長	アドバイザー

5)研究実施場所

【事業管理機関】

- * 株式会社エルグ(最寄駅:上信電鉄株式会社 / 上信線 / 上州一ノ宮駅)
〒370-2451 群馬県富岡市宇田250番地6

【研究実施場所】(主たる研究実施場所に下線表記)

- * 株式会社エルグ(最寄駅:上信電鉄株式会社 / 上信線 / 上州一ノ宮駅)
〒370-2451 群馬県富岡市宇田250番地6
- * 群馬県立群馬産業技術センター(最寄駅:東日本旅客鉄道株式会社 / 高崎線 / 高崎駅)
〒379-2147 群馬県前橋市亀里町884番地1

1-3 成果概要

1. 極細プランジャー用めっきの開発

1) 微細製品に対する製品間(ロット内)、製品内膜厚均一化技術の確立

設備やめっき条件に起因する膜厚ばらつきを改善するための各種条件を検証し、微細製品に均一なめっきを施すのに最適なバレルやリード線等の治具選定及び供給電気量や処理時間等のめっき条件を確立することで、工程能力指数(Cpk)を $1.67 > Cpk > 1.33$ とすることに成功した。

2) 難形状に対する形状維持めっき技術の確立(精密加工品の形状維持技術の開発)

精密な加工を施した微細製品の形状を損ねることのない、最適な脱脂剤や化学研磨剤を選定し、その処理条件を検討することで、めっきの前処理技術を確立することに成功した。

3) 多層化による薄膜金めっきピンホールの低減技術の確立

多層めっきによる耐食性向上の有孔度試験による評価と、多層化による密着不良を抑制できる活性化時間の検討行なった。

耐食性の評価としてフェロキシル試験を行ったが、この方法ではレイティングナンバーの等級付けによる耐食性評価には適切でないことが分かった。しかし、代替評価試験として硝酸ばっ気試験を実施することで本技術の有効性を評価することができた。

また、多層化によって発生する不具合の抑制は、活性化時間を30~60秒にすることで、密着不良発生率を0%とすることも可能になった。

4) 試作ラインでの量産技術の確立

「多層・複合量産試作ライン」を設計し、上記1)~3)で確立した工程、条件において作製した試作品の外観などの不具合発生率を1%未満とすることに成功した。

2. はんだ非付着性めっき技術の確立

1) はんだ非付着性、低接触抵抗を実現する技術の開発

本研究で得られた最も良いと考えられる条件で作製したサンプルは、接触抵抗値として、目標とした230mΩ以下を達成した。一方、はんだ非付着性は、従来品と比較して有意な改善は実現出来なかった。

クリーニング頻度低減については、実際のコンタクトプローブに装着し実使用での評価を行なうことは出来なかった。代替として、実使用を模した「耐久性試験」を行った。結果、本技術によるめっきを施したサンプルは従来品に比べ、10倍以上長寿命であった。これは、当初の仮説「はんだ非付着を実現し寿命を延ばし、その結果クリーニング頻度を低減する」という機構によるものではないが、結果的には、極めて優れた技術が確立出来た。

1 - 4 当該研究開発の連絡窓口

株式会社エルグ(担当:代表取締役 桐原 正明)

連絡先 Tel 0274-62-2421 Fax 0274-64-2379

～専門用語の解説～

用語	解説
コンタクトプローブ	はんだ付けやコネクタ接続をせずにプリント基板や電子部品の検査を行なう為の治具
ブランジャー	コンタクトプローブを構成する部品
(ブランジャー)先端	ブランジャークラウン部 ブランジャーの先端は様々な形状がある
ピンホール	めっき皮膜に発生する素地にまで達する孔
電気めっき	直流電流を使うめっき法で、めっきしたい物質を含む溶液から陽イオンを還元させ、電導性のある物体にその物質(金属など)の薄い層を形成させる
無電解めっき	めっき液に含まれる還元剤の酸化によって放出される電子により、液に含浸することで被めっき物に金属皮膜を析出させる
整流器	交流電力を直流電力に変換(整流、順変換)する電力変換装置
ハルセル板	様々な電流密度における電極表面の状況を観察する特殊な試験に使用する標準板
レイティングナンバー	腐食面積と有効面積との割合によって腐食の程度を示す評点 0(全面腐食)～10(腐食無し)
バレル	回転めっき用の容器
リード線	電気めっき時の直流電源供給用電極(陰極)
不具合	めっきで云う不具合には、ふくれ・はがれ・無めっき・ピンホール・ピット・ざらつき・しみ・つきまわり・こげ・くもり・変形・きず・変色・異物付着などがある
Ep - / Cu	電気銅めっき : 素材記号 例えば鉄の場合Fe、銅・銅合金の場合Cu 多層の場合は、/の後に下記のめっき種を「,」で続けて記載する。 例: Ep - Fe / Cu, Ni, Au-Co など (Ni: ニッケル Au-Co: 金コバルト Au-Ni: 金ニッケル Pd: パラジウム Rh: ロジウム)
ELp - / Ni-P	無電解ニッケルめっき

第2章 本論

1. 極細プランジャー用めっきの開発

1. 1) 微細製品に対する製品間(ロット内)、製品内膜厚均一化技術の確立

1. 1) - 設備に起因するめっき膜厚のばらつきの改善

(a) バレルの回転速度

1 目的及び実験内容

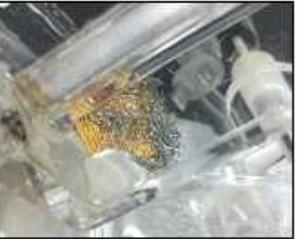
めっき液中の被めっき物(以降サンプルと標記する)及びダミーボールの攪拌状態を検証する為、図 1-1の水中バレルを使用し、異なる回転数で一定時間回転させた後、サンプルとダミーボールの混ざり具合を調査した。

尚、調査した回転数を No.1~3 の3種類に分類した。



図 1-1 水中バレル

2 実験結果及び考察

実験No.	1	2	3
回転数	低速度回転	中速度回転	高速度回転
実験前			
実験後 (70分後)			

金色球:ダミーボール

図 1-2 攪拌速度の違いによるサンプルとダミーボールの攪拌状態

図 1-2の実験結果より、No.1の低速度回転では、サンプルとダミーボールが均一に攪拌されず、ほとんどのサンプルがダミーボールの表面に残ってしまった。

また、No.3の高速度回転では、バレルの回転速度が重力による落下速度を上回り、リード線の位置にあるサンプルが少なくなることによって電気接点部に接触しにくくなることが判った。

No.2の中速度回転では、70分後にはダミーボールとサンプルが均一に混ざり、かつ電気接点部への接触も維持されていることが確認できた。

したがって、膜厚のばらつきを低減するのに適した攪拌速度は、No.2 中速度回転の条件である。

(b) 整流器の選定

1 目的及び実験内容

出力範囲や出力精度の異なる3種類の整流器を使用して、図 1-4の工程で処理したサンプルの金コバルトめっきの膜厚を工程能力指数(Cpk)で評価する。

目標とする工程能力指数の範囲を、 $1.67 > Cpk > 1.33$ とし、めっき外観やその他の不具合なども考慮して、最適な整流器を選定した。

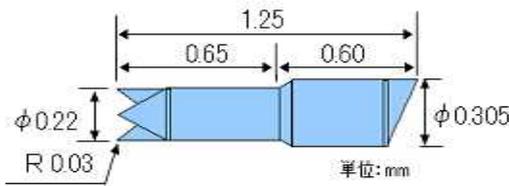


図 1-3 評価用プランジャーA

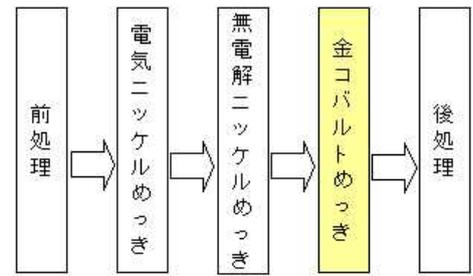
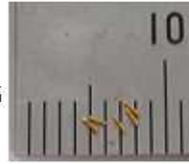


図 1-4 めっき工程

2 実験結果及び考察

表 1-1より、微細製品をめっきするのに適した整流器は、No.3であり、検証を行った範囲の最低電圧においても制御が可能であった。

膜厚ばらつきを抑え、目標とする工程能力を満たすには、No.3 の規格を満足する整流器が妥当であると考えます。

表 1-1 整流器の選定結果

No.	出力範囲	出力精度	Au-Co 平均膜厚(μm)	工程能力指数 (Cpk)
1	10V-200A	± 3.0%以下	1.14	0.641
2	15V-30A	0.5%以下	1.31	0.283
3	8V-3A	0.5%以下	1.02	1.356

(c) バレル構造及びリード線形状の選定

1 目的及び実験内容

めっきに使用する装置の違いによるめっき膜厚均一性の差を検証するために、素材の異なるサンプル A、B に対してバレル形状、リード線の先端材質を変えて、図 1-4の工程でめっきを行った。

バレルは 傾斜角度:L(低角度)、N(中程度)、H(高角度) と 形状:角(角柱形)、円(円筒形)、リード線は 先端の材質:I(良導電性)、II(安定) をそれぞれ実験ごとに変更した。

得られた結果から、Cpk の値が目標とする範囲: 1.67>Cpk>1.33 に最も近いものを最適とした。

2 実験結果及び考察

表 1-2 バレル・リード線の選定結果

サンプル	バレル構造		リード線先端	Au-Co 平均膜厚(μm)	工程能力指数 (Cpk)
	傾斜角度	形状			
A	N	角	II	1.02	1.437
B	N	角	II	0.84	1.500

表 1-2の条件が、微細品プランジャーに適したものであった。

サンプル A、B のどちらに対しても、同じ条件のバレル、リード線が最適な条件であり、工程能力指数は目標範囲内に収まっていた。

傾斜角度が L、H の条件ではサンプルが十分に混合されず、めっき膜厚の不足や不均一などの不具合が生じ、形状:円でも十分な攪拌効果は得られなかった。

1. 1) - めっき条件に起因する膜厚ばらつきの改善

(a) 製品間(ロット内)の膜厚分布

1 目的及び実験内容

各めっき種の膜厚の製品間ばらつき(同一作業内で得られたサンプル同士の膜厚差)を軽減するために、電流・電圧と温度の条件を変えて検証実験を行い、目標とする工程能力指数の範囲(1.67>Cpk>1.33)を満たすものを最適として、めっき条件を決定した。

2 実験結果及び考察

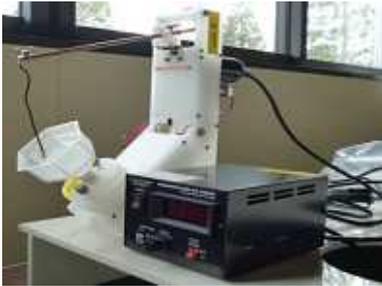


図 1-5 精密傾斜バレル

検証実験の結果、表 1-3の条件が各めっき種の最適なめっき条件であり、この条件でめっきしたサンプルの工程能力指数は図 1-6 に示す結果となった。

各めっき種の工程能力指数は全て $1.67 > Cpk > 1.33$ の範囲に収まり、外観上にも問題はなかった。

表 1-3の条件以外では、フクレやつまわり、荒れなどの不具合が発生し、また、膜厚ばらつきも大きくなった。

表 1-3 めっき条件

めっき種	電圧・電流	温度()
銅(Cu)	2.0V	45
電気ニッケル(Ni)	25A	50
金コバルト(Au-Co)	H 3.5V / L 2.5V	40
パラジウム(Pd)	H 2.2V / L 1.6V	45
ロジウム(Rh)	3.0V	40
金ニッケル(Au-Ni)	4.5V	40

サンプル数量:1,000 本 治具:精密傾斜バレル

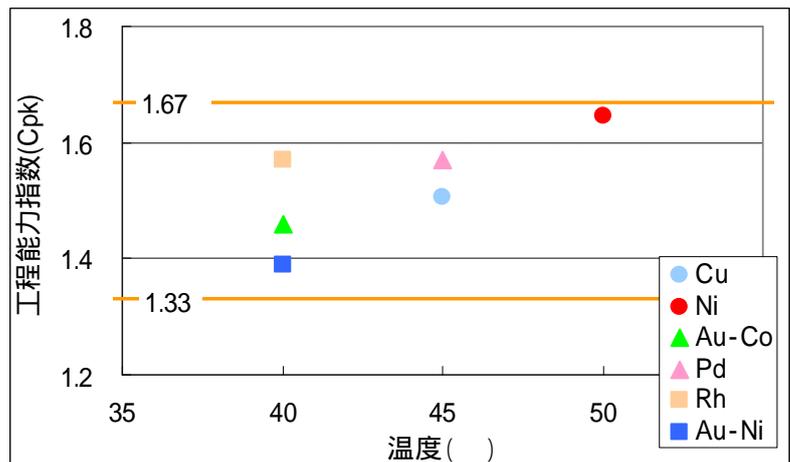


図 1-6 各めっき種における工程能力指数

(b)製品内の膜厚分布

1 目的及び実験内容

同一サンプル内の異なる2点において、蛍光X線膜厚計を用いて各めっき種の膜厚を測定し、2点間の膜厚の差から製品内の膜厚ばらつきを評価した。

比較のため、最適条件である条件Aとそれ以外の条件Bでめっきを行った2種類のサンプルに対して検証を行い、最適条件が、製品内の膜厚均一化にも有効であることを確認した。

2 実験結果及び考察

図 1-7中の条件Aは、表 1-3に示す各めっき種の最適条件である。

図に示される実験結果のとおり、めっき条件を最適化することで、ひとつのサンプルの測定位置の違いによるめっき膜厚の差は小さくなり、製品間の膜厚均一性だけでなく、製品単体の均一性も改善された。

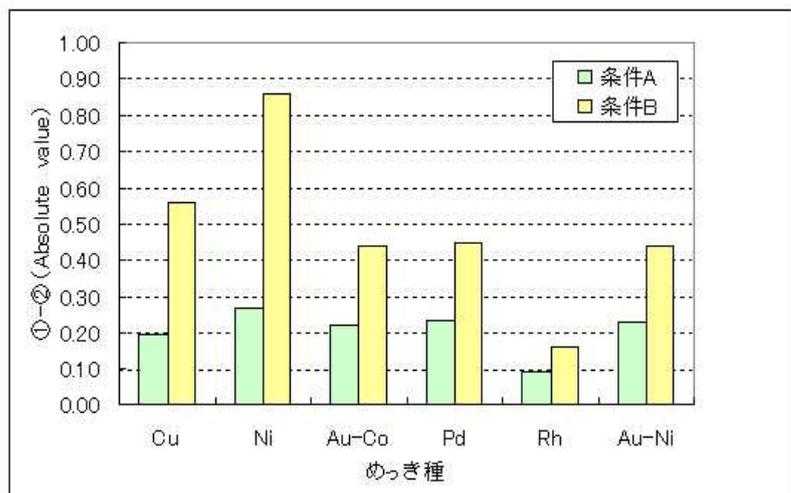


図 1-7 各めっき種の測定箇所、の平均膜厚差

1.2) 難形状に対する形状維持めっき技術の確立(精密加工品の形状維持技術の開発)

1.2)- 前処理条件の検討

(a) 脱脂

1 目的及び実験内容

油脂の付着した真鍮板を異なる脱脂液に 5 分間浸漬し、処理後の水濡れ性を確認することで脱脂の効果を確認し、その結果を元に最適な脱脂剤を選定した。

尚、水濡れ性の評価目視によって行い、確認を容易にするため薄めた墨汁を用いた。

2 実験結果及び考察

図 1-8 に示す実験の結果から、実験に使用した脱脂液はすべて、付着した切削油を 5 分間の浸漬で完全に除去することができ、切削油の種類によらず効果があった。

脱脂液 C、B は含有成分や液の濃度に問題があるため、水質・作業環境を考慮すると、脱脂液 A が最適な脱脂液であるといえる。

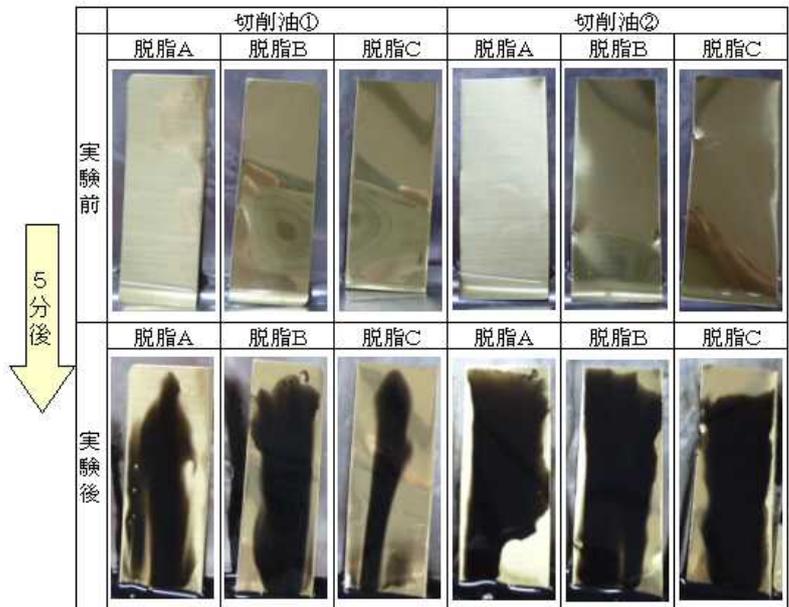


図 1-8 浸漬時間 5分後の状態

(b) 化学研磨

1 目的及び実験内容

サンプルの表面を荒らさず先端形状にも影響を与えない化学研磨剤を選定するために、形状維持の試験用に用意したプランジャーのサンプルを、数種の化学研磨剤を用いて処理した後、表面状態を卓上顕微鏡にて観察した。

2 実験結果及び考察

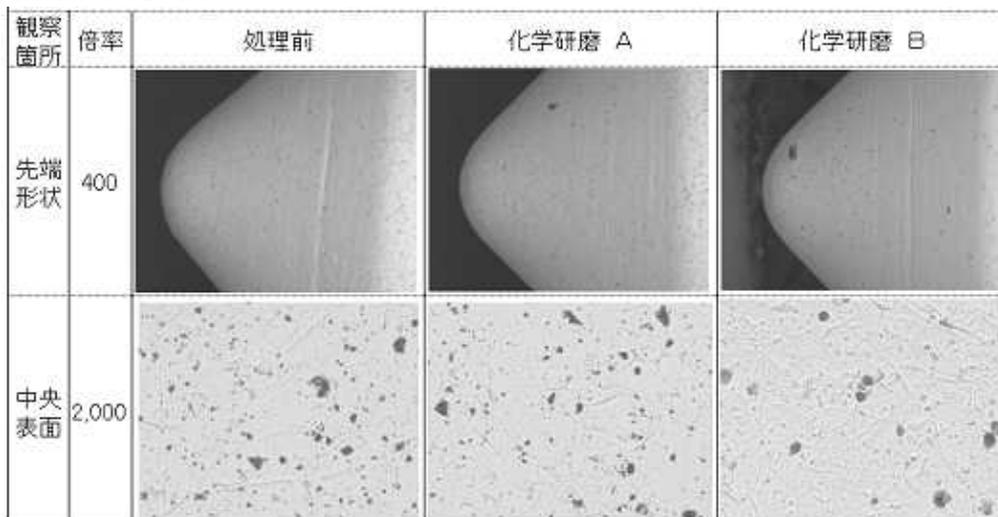


図 1-9 プランジャーの先端及び表面状態(反射電子像)

図 1-9に示す実験結果から、どちらのサンプルも先端形状の維持は問題無いが、化学研磨 A の処理を行ったサンプルは、表面に化学研磨の効果としての適度な荒れが生じているのに留まり、処理前の状態を維持しているが、化学研磨 B の処理を行ったものは過度に荒れていることが判る。

表面状態の維持性能から、化学研磨 A の条件が最適であると考えられる。

1.3) 多層化による薄膜金めっきピンホールの低減技術の確立

1.3)- フェロキシル試験(耐食性評価)

1 目的及び実験内容

金コバルトめっき薄膜化によるピンホールの増加を代替金属の多層めっきにより抑制したかを確認するため、フェロキシル試験で検証を行った。

2 実験結果及び考察

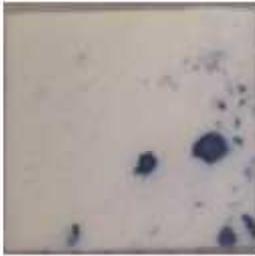
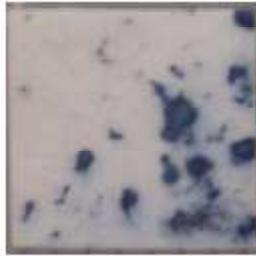
表面処理/金めっき膜厚(μm)		Cu, Ni/-	Cu, Ni, Au/3以上	Cu, Ni, Pd, Au/1~2
試験結果 (ろ紙面積:5cm ²)				
斑点の 個数	< φ1mm	41	12	19
	φ1mm ≤ < φ3mm	1	1	2
点数(合格:5点未満)		8.8	3	5

図 1-10 フェロキシル試験結果

図 1-10の結果、金コバルトめっきの膜厚が 3 μm以上のものと多層めっきしたものはピンホールが低減されたことが確認出来るが、この実験結果では多層化が厚い金めっきの代替として有用であるかどうかを評価することは難しい。

よって、金コバルトめっきの有孔試験に実施される硝酸ばっ気試験にて追加調査を行なうこととした。

1.3)- 密着試験

1 目的及び実験内容

多層めっきにより発生が予想される「密着不良」を抑制するために、活性化の条件を検討し、密着性試験を行なった。

密着性評価用のサンプルは、図 1-11に示す条件でめっきし、漬し試験、転がし試験によって密着性を評価した。

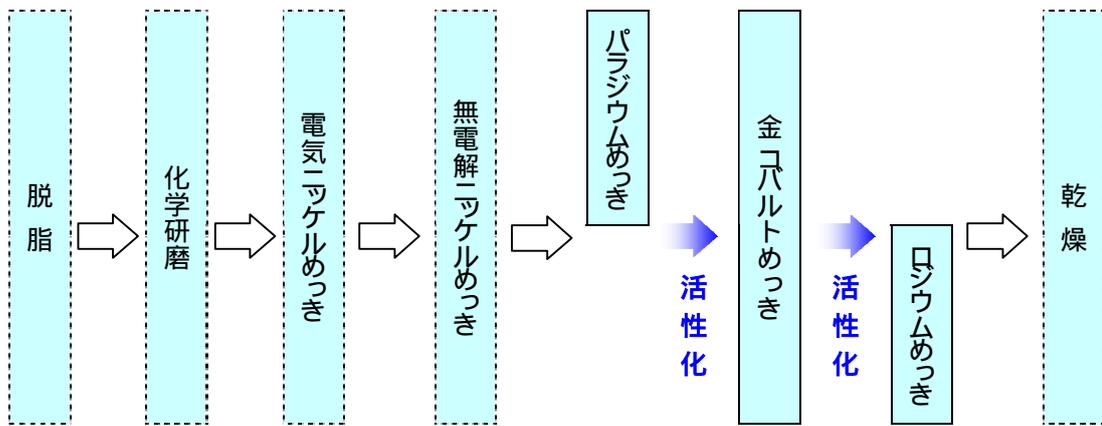


図 1-11 めっき工程

2 実験結果及び考察

表 1-6 に実験で得られた活性化の最適時間及び、図 1-12 にこの条件で多層めっきを施したサンプルの密着試験後のサンプル状態を示す。

本実験では、30～60 秒の活性化処理により、密着不漁の発生を抑制することが出来た。

表 1-6 各めっきにおける最適な活性化時間

No.	表面処理	最適な活性化時間
1	Ni/Au-Co	30～60 秒
2	Ni/Pd/Au-Co	30～60 秒
3	Ni/Au-Co/Rh	60 秒

No.	表面処理	活性化時間(秒)	転がし試験	潰し試験
1	Ni/Au-Co	30		
2	Ni/Pd/Au-Co	30		
3	Ni/Au-Co/Rh	60		

図 1-12 密着試験後のサンプルの状態

1.4) 試作ラインでの量産技術の確立

1 目的及び実験内容

量産ラインでの生産を考慮して、1. 1)～3)の実験において得られた最適な条件を用いて、微細品多層・複合量産試作めっき装置(以後、量産試作ラインと表記する)による量産試作実験を行った。

得られたサンプルに対して、めっき膜厚の均一性、外観、密着性、先端形状維持の評価を行った。

先端形状の維持は、群馬産業技術センター保有の低真空走査型電子顕微鏡(SEM)によるサンプルの先端形状の観察結果を元に評価した。

また、ピンホールの低減の評価として硝酸ばっ気試験を行い、試験後の表面状態から腐食の度合いを評価した。

2 実験結果及び考察

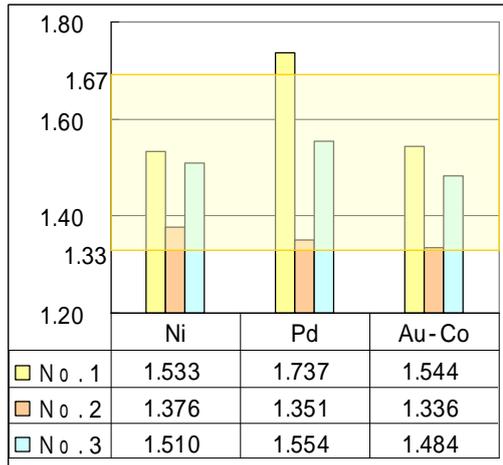


図 1-13 Ni/Pd/Au-Co の工程能力指数(n=30)

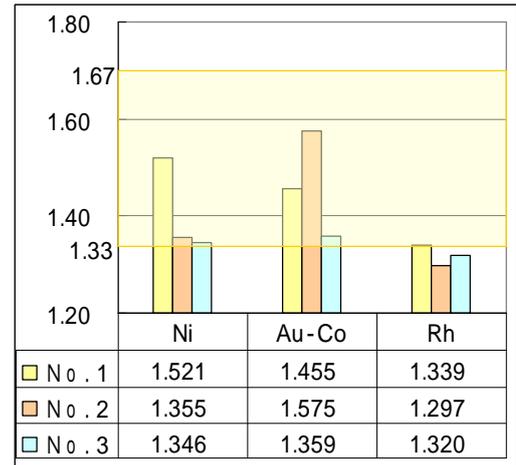


図 1-14 Ni/Au-Co/Rh の工程能力指数(n=30)

作製したサンプルのめっき膜厚均一性を工程能力指数によって評価し結果を図 1-13、14に示す。
 図 1-13、14より、工程能力指数を、目標とする $1.67 > Cpk > 1.33$ の範囲内に収めることができる多層めっきは、「Ni/Pd/Au-Co」であった。

表 1-7 量産試作サンプルのめっき外観評価(外観不良発生率)

.	表面処理	外観検査結果		不具合内容
		NG数/検査数	不具合発生率	
1	Ni/Au-Co	0/300	0.00%	-
2	Ni/Pd/Au-Co	0/300	0.00%	-
3	Ni/Au-Co/Rh	37/300	12.30%	つきまわり、無めっき

作製したサンプル外観の評価結果を上表 1-7に示す。

No.1、2はつきまわりも良く、外観上に問題はみられなかったが、No.3のサンプルではつきまわり不良や無めっきが発生した。

作製したサンプルに対して行なった、密着性試験の結果を図 1-15に示す。

図中の反射電子像に黒くなっている箇所があるが、これは、試験によって生じたキズであり、密着性には問題はないと考えられる。

試験の結果、めっき皮膜の剥がれ等は確認されず、密着不良発生率は0%に改善することができた。

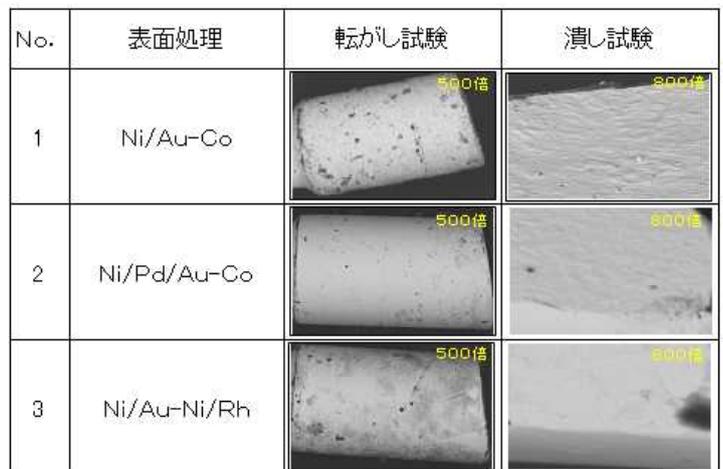


図 1-15 量産試作サンプルの密着試験(反射電子像)

図 1-16に SEM を用いて観察した先端の画像を示す。

No.1、4は電圧の設定を変え、No.2、3は膜厚の均一化に最適の電圧条件でめっき時間を変えてPd/Au-Coめっきを行った。

No.2、3は先端の形状維持性に優れ、膜厚の均一化の最適条件で先端形状の維持も可能であることが確認された。

また、No.3のサンプルは、めっき膜厚が厚く、異常析出が発生していた。

従って、形状を維持しつつ、安定した析出を得るためには、電圧を最適値に設定し、金コバルト、パラジウム合計膜厚を一定値(3 μm程度)以下にすると良いと考えられる。

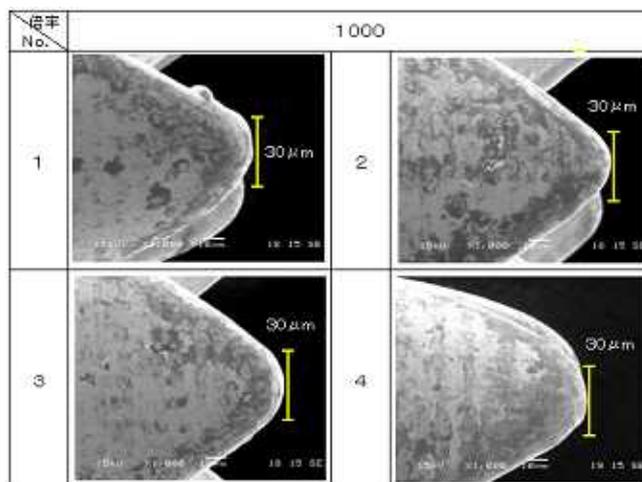


図 1-16 量産試作サンプルの先端形状(SEM 像)

図 1-17 量産試作サンプルの耐食性評価

図 1-17に硝酸ばっ気試験後のサンプルの表面状態を示す。

No.1 は金コバルトめっきを薄膜化したことによってピンホールが多数発生し、No.3については、ロジウムめっきのつきまわりが悪いためにピンホールがカバー出来ず腐食が進行してしまった。

よって、金めっき薄膜化によるピンホールを抑制する多層めっきは、No.2 が最適である。

No.	表面処理	デジタル画像	反射電子像
1	Ni/Au-Co		
2	Ni/Pd/Au-Co		
3	Ni/Au-Ni/Rh		

以上の評価試験結果より、薄膜化し多層化した金コバルトめっき品はめっき皮膜の均一性に優れ、表面状態、密着性、有孔度に対するいずれの試験でも良好な結果が得られた。

2. はんだ非付着性めっき技術の確立

2.1) はんだ非付着性、低接触抵抗を実現する技術の開発

2.1) - 金めっき液中のカーボン添加量の違いによるめっき皮膜へのカーボン含有量の比較試験

2.1) - めっき条件の検討

2.1) - カーボン種類の検討

(a)複合に適したカーボン材料の検討

1 目的及び実験内容

金コバルトめっき皮膜中にカーボン粒子を複合させるのに適したカーボン材料とその処理方法を検討する目的で、3種類のカーボン C-A～C を用いて、添加剤を D1～3 の条件で添加した液を以下に示す方法で分散混合し、それぞれに対してカーボン粒子分散性の観察、めっき試験を行った。

また、めっき液の成分分析は液中のカーボンを除去した状態で行う必要があるため、分析管理を考慮して、めっき液とカーボン粒子の分離が可能かどうかの検証も行った。

【カーボンの液中分散方法】

超音波：機械攪拌 + 超音波装置を用いた処理

分散装置：専用の装置を用いた高分散化処理

2 実験結果及び考察

表 2-1 カーボンの差による分散性・めっき皮膜の性質の違い

カーボン	液の状態				金-カーボンめっき		
	添加剤	処理方法	分散性	C 分離 ¹	膜厚均一性 ²	炭素検出 ²	外観 ²
C-A	D1	分散装置	B	やや難	×	×	
	D3	超音波	D	容易	×	×	
C-B	D1	分散装置	A	困難		×	
	D3	超音波	C	容易			
		分散装置	B	容易			
C-C	D2	超音波	A	困難	×	×	×
	D3		S	ほぼ不可能		×	×

1 液とカーボン粒子の分離。

2 :優れている、 :要求基準を満たす、 :やや劣る、 × :不適合または有意な検出無し

分散性の評価方法

S	長時間の放置でも分離せず分散
A	長時間の放置でもほとんど分離しないが、僅かに沈澱が生じる
B	10時間程度は分散を維持
C	混合するが10時間以内に分離
D	混合自体が困難

表 2-1 に示した実験結果から以下のことが判る。

カーボン C-A と C-B を比較すると、同じ条件で添加剤を使用した場合 C-B の方が分散性に優れ、C-A は D3 の条件で添加剤を使用した液では液中に混合すること自体が困難であった。

また、めっき試験において得られた皮膜中から有意な値のカーボンが検出されたのは、条件 D3 で添加剤を使用したカーボン C-B だけであり、この組み合わせが複合めっきに最適であると考えられる。

C-C はめっき液に対して非常に良い分散性を示したが、カーボンと液の分離が困難で分析管理に向かず、カーボンの複合も確認されなかったため、複合めっきには不相当と判断された。

(b)液組成、めっき条件の検討

1 目的及び実験内容

金-カーボンめっき皮膜中にカーボン粒子を安定して、物性の改善に十分な量複合させるのに適切なめっき液やめっき条件を検討した。

最適条件の検討として、実際の製品に近い形状のプランジャーサンプルとダミーボールを用い、実験用バレル装置を用いた回転めっきによって評価用のサンプルを作製した。

尚、サンプルの作製には、適宜、水中バレル装置及び精密傾斜バレル装置を用いた。

また、条件の検討に用いるカーボンはすべて分散装置を用いた処理を行って液中分散させた。

【めっき方法】

水中バレル：実験用バレルめっき装置を用いた回転めっき試験

傾斜バレル：量産レベルまでサイズアップすることを目的とした回転めっき試験
めっき中に分散装置を連続運転して分散性の維持が可能

2 実験結果及び考察

表 2-2 液組成やめっき条件を変えた実験

試験種別	水中バレル				傾斜バレル	
	A	B-1	B-2	B-3	B-4	B-5
サンプル名称	A	B-1	B-2	B-3	B-4	B-5
カーボン種	C-A	C-B			C-B	
外観	2	×				
析出速度 ³	C	D	B	B	A	
膜厚均一性 ⁴						
炭素検出	×					

1 ○：優れている、□：要求基準を満たす、△：やや劣る、×：不適合または有意な検出無し

2 析出速度：金-カーボンめっき膜厚/めっき時間、A:速い D:遅い

3 膜厚均一性：金-カーボンめっき膜厚の均一性

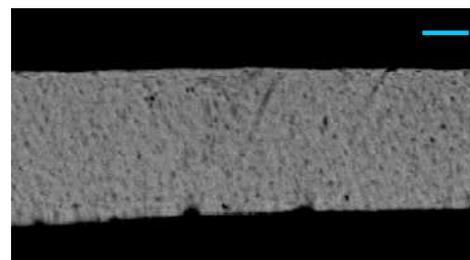


図 2-1 めっき後サンプル

図 2-2 B-3 断面：(— :1 μm)

上記の結果から以下のことが言える。

C-A を使用したサンプルは、めっき後の外観は良く、通常金のめっき品と遜色がなかったが、カーボンの複合は確認されず、複合には適さなかった。

C-B 系のサンプルは、作業条件の変更によってカーボンの複合状態が改善され、外観も図 2-1 に示されるように改善された。

また、図 2-2 に示すように、B-3 の皮膜断面からは明らかなカーボンの複合が確認され、C-B を添加した系はカーボンの複合に適していると考えられる。

傾斜バレル装置を使用したサンプルは、水中バレル装置のものと比較して、金-カーボンめっき皮膜の析出速度とカーボンの複合量では勝るが、膜厚の均一性や外観は劣る。

めっき装置による皮膜状態の差は一長一短であり、目的に応じた使い分けを行うと良いと思われる。

(c)カーボン粒子の複合確認と最適なカーボンの決定

1 目的及び実験内容

金コバルトめっき皮膜中にカーボン粒子が複合されていることを確認するため、複合めっきに用いたカーボン材料の粒子状態と、作製したサンプルを長野県工業技術総合センター保有の低加速電圧高分解能走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

2 実験結果及び考察

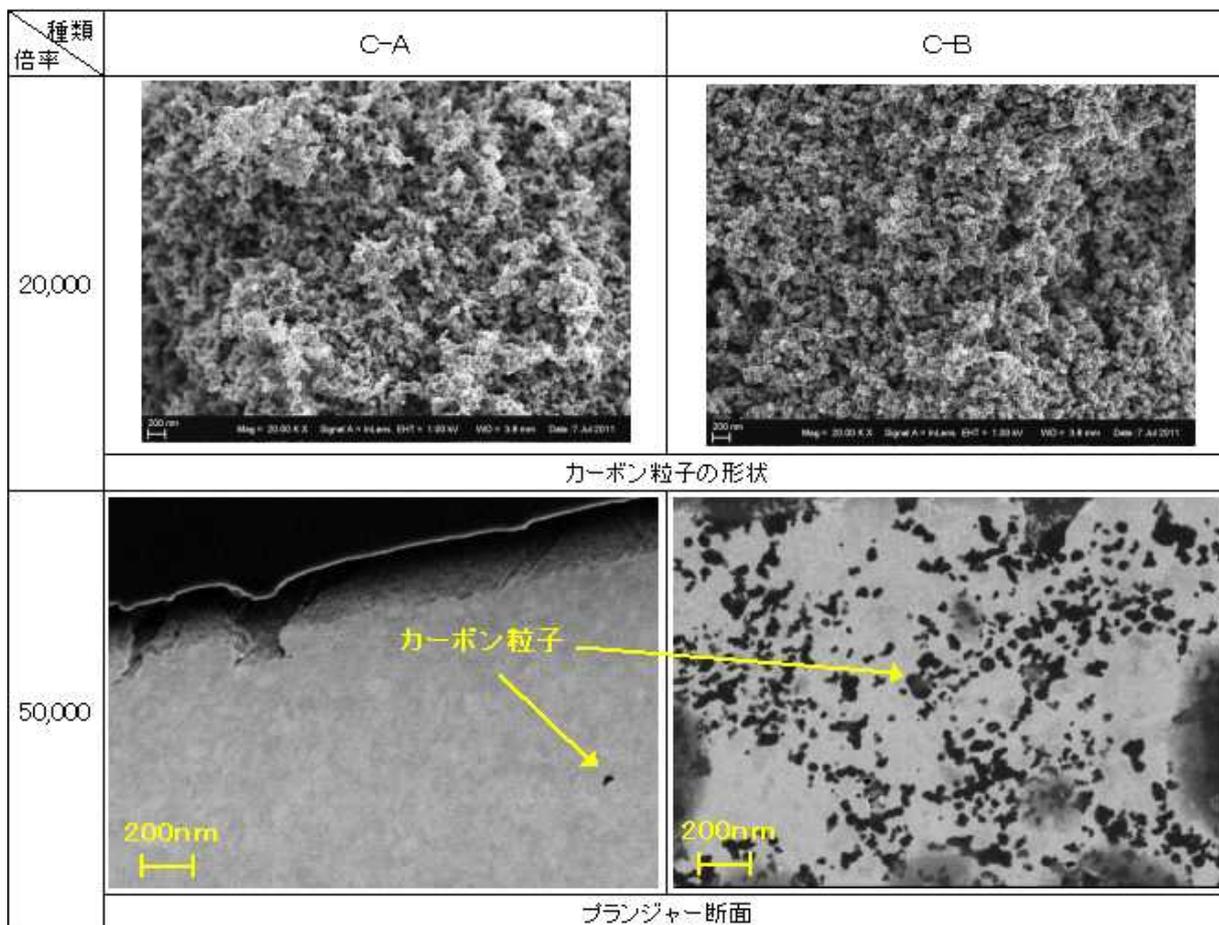


図 2-3 カーボン粒子の形状とブランジャー断面のSEM像

上記の結果から、C-A、C-B は共にカーボンの一次粒子そのものの大きさは大きな差は無いが、凝集状態が異なっていることが判った。C-A は粒子同士が大きく固まった部分と隙間の開いた部分とが混じった不均一な状態であるが、C-B は全体がほぼ均一な状態で凝集している。

C-Bのサンプル断面からは多数の黒点が観察され、この黒点は上記のカーボン粒子と大きさ、形状がほぼ一致しているため、カーボン粒子の複合を証明している。

一方で、C-A のサンプル断面には、カーボン粒子の黒点はほとんど存在せず、複合はされていないことが確認された。

このことから、複合に適したカーボン材料は C-B である。

2. 1) - 評価方法の検討

1 目的及び実験方法

製作した金-カーボン複合めっきの低接触抵抗、接触抵抗値の安定及び非はんだ付着を評価するために、製作した耐久性試験装置を使用して、10万回を目標にしたはんだ板へ接触させる耐久試験を実施した後、一定サイクル毎に試験装置を停止し、四端子法(定電流電圧測定法)による接触抵抗値の測定や先端の観察を行った。尚、評価には各サンプル10本を使用した。

表 2-3 評価サンプル一覧

上層めっき種	Au-Co	Au-C	Au-C		
サンプル名	現行品	A	B - 1	B - 2	B - 3
カーボン種類	-	A	B		

2 実験結果

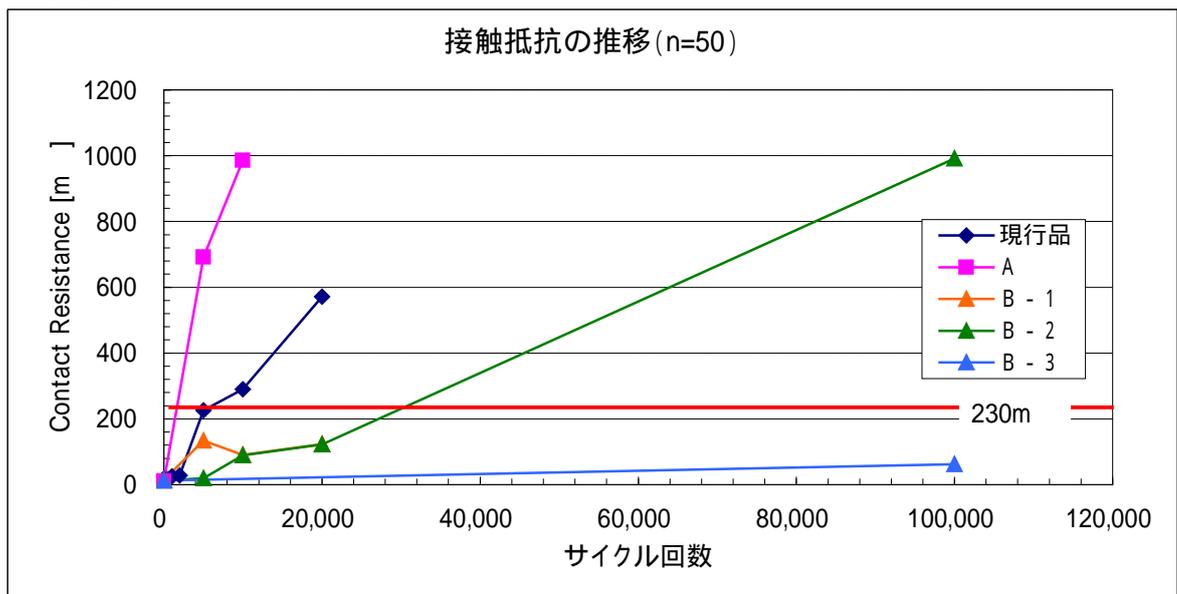


図 2-4 各評価サンプルの接触抵抗の推移

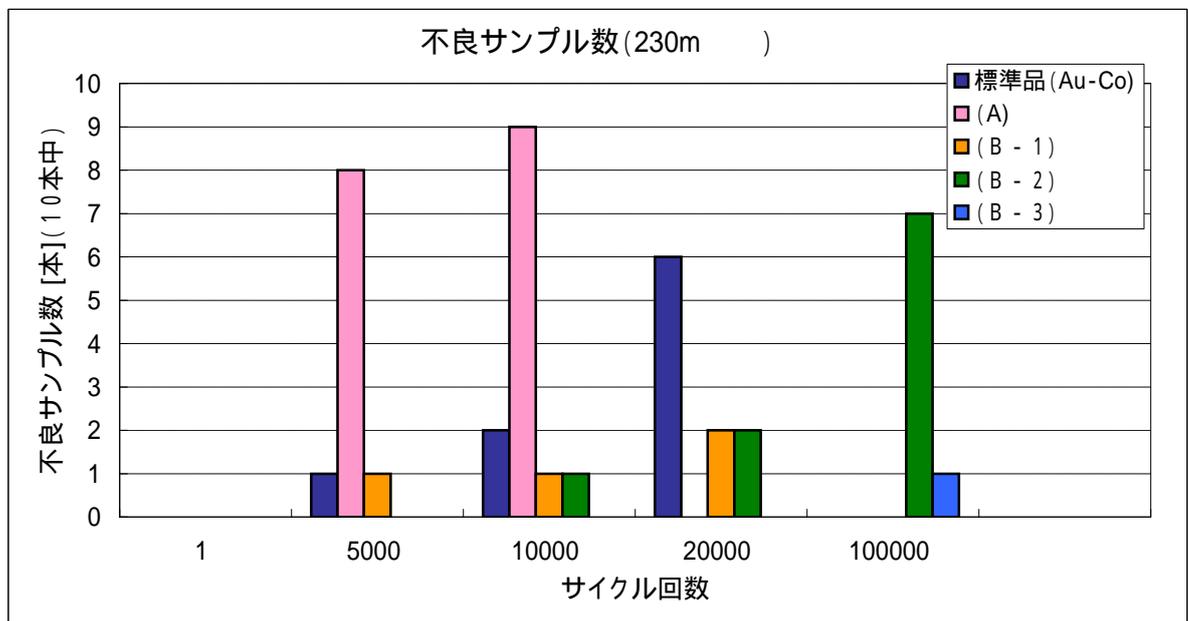


図 2-5 不良サンプル数(接触抵抗値 230mΩ 以上)

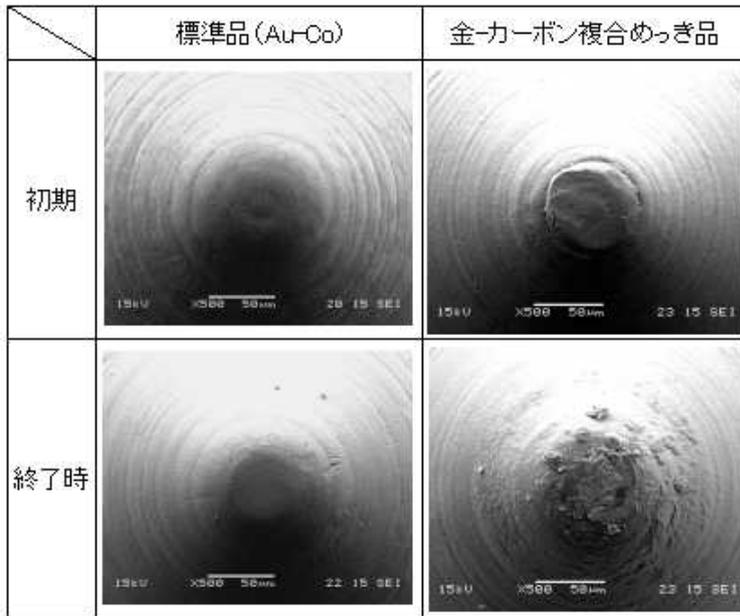


図 2-6 耐久試験前及び後のプランジャー先端 (SEM 像)

本研究で得られた最も良いと考えられる条件で作製したサンプルは、接触抵抗値として、目標とした 230m 以下を達成した。一方、はんだ非付着性は、従来品と比較して有意な改善は実現出来なかった。

クリーニング頻度低減については、実際のコンタクトプローブに装着し実使用での評価を行うことは出来なかった。代替として、実使用を模した「耐久性試験」を行った。結果、本技術によるめっきを施したサンプルは従来品に比べ、10倍以上長寿命であった。これは、当初の仮説「はんだ非付着を実現し寿命を延ばし、その結果クリーニング頻度を低減する」という機構によるものではないが、結果的には、極めて優れた技術が確立出来た。

最終章 全体総括

1. 極細ブランジャー用めっきの開発

微細製品の表面処理時の問題を解決する為の技術開発に成功し、量産試作ラインで作製した量産試作品については、めっき皮膜としての評価項目において、全ての基準を満たす良好な結果となった。

この開発技術は、既に量産ラインで活用されており、ユーザーからも有用性を評価されている。



1) 微細製品に対する製品間(ロット内)、製品内膜厚均一化技術の確立

微細製品に対する製品間・製品内の膜厚ばらつきに関して、「設備」と「めっき条件」の2つの要素に注目して研究を行った。

めっき膜厚の均一性は、バレル形状や回転数などの装置的要因に依存することが確認され、最適な装置、及び使用条件を選ぶことで改善された。

同様に、整流器も膜厚の均一化に寄与し、適切な電圧範囲を制御可能なものを用いる必要がある。

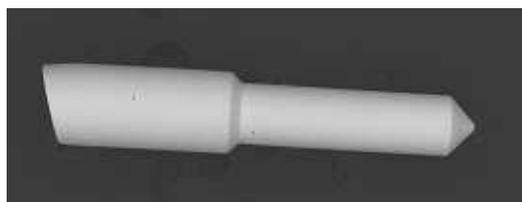
これらの膜厚均一化に適した設備を用いて、適切な電圧範囲でめっき作業を行うことによって、目標としていた工程能力指数(Cpk) $1.67 > Cpk > 1.33$ を得ることができた。

2) 難形状に対する形状維持めっき技術の確立(精密加工品の形状維持技術の開発)

精密加工品先端部の形状維持に関して、「脱脂剤」、「化学研磨剤」の2種類の薬液による影響を考慮して、最適な薬品を選定した。

脱脂剤は最適なものを選ぶことで、処理時間の短縮と、それに伴うエッチングの低減が可能になり、化学研磨剤は不適切なものでは過度のエッチングが生じることがわかった。

適切な薬剤を用いることで、目標としていた精密加工品の先端形状を維持することが可能になった。



3) 多層化による薄膜金めっきピンホールの低減技術の確立

多層めっきによる耐食性向上の有孔度試験による評価と、多層化による密着不良を抑制できる活性化時間の検討を行った。

耐食性の評価としてフェロキシル試験を行ったが、この方法ではレイティングナンバーの等級付けによる耐食性評価には適切でないことが分かった。しかし、代替評価試験として硝酸ばっ気試験を実施することで本技術の有効性を評価することができた。

また、多層化によって発生する不具合の抑制は、活性化を適切に行うことで、密着不良発生率を 0% とすることが可能になった。

4) 試作ラインでの量産技術の確立

設計した多層・複合量産試作ラインにおいて量産試作を行い、実際の生産に近い数量で要求を満たすことができる適切なめっき条件を確認した。

量産試作に最適な設備、めっき条件を上記の1)～3)と同様に検討し、得られた適切な条件を用いて量産試作を行った結果、不具合発生率を 1% 未満とすることができた。

2. はんだ非付着性めっき技術の確立

プランジャーの先端にはんだが付着する不具合を改善し、接触抵抗の増大を防止するめっき皮膜の開発を目的に研究を行ってきた。接触抵抗値として目標とした 230mΩ 以下を達成したが、はんだ非付着性は、従来品と比較して有意な改善は実現できなかった。

クリーニング頻度の低減については、実際のコンタクトプローブに装着しての評価を行うことができなかったが、代替として、実使用を模した耐久性試験装置を製作して、はんだ板にプランジャーを接触させる耐久試験を行った。その結果、本技術によるめっきを施したサンプルは、従来品に比べ 10 倍以上寿命を延ばすことに成功した。これは、当初の仮説である「はんだ非付着性を実現し、プランジャーの寿命を延ばすことでプランジャーのクリーニング頻度を低減する」という機構によるものではないが、優れた特性を持つめっき皮膜であることが立証された。

1) はんだ非付着性、低接触抵抗を実現する技術の開発

はんだの付着が無く、接触抵抗値維持されるめっき皮膜の開発するため、金めっき皮膜中にカーボン粒子を複合させるのに最適な条件を検討した。

カーボン粒子の複合状態は、めっき条件よりもカーボンの添加量と分散状態に強く依存し、めっき条件のうち電圧以外の要素は、複合量よりも皮膜の表面状態や金の析出速度に影響するため、作業性や外観を考慮して選択すると良い。

最適な条件で複合めっきしたサンプルは、耐久評価試験でも良い結果を示し、10 万回の耐久評価試験でも接触抵抗値の上昇は見られず接触抵抗の目標値: 230mΩ を達成していた。また、前述のとおり、低接触抵抗は、はんだの非付着に由来せずとも実現可能であることも分かった。

3. 研究開発後の課題及び事業化展開

本研究で評価したプランジャーは、形状や大きさの種類が数多くある中の極一部であるが、使用した「多層・複合量産試作めっき装置」は、より量産に近い条件での試作を可能とし、他の種類のプランジャーにも十分応用が可能であると考えられる。よって、今後の量産に向けて品質の向上や安定性に寄与することは確実であると言える。

また、金-カーボン複合めっきについては、ひとつの目標としていた「はんだ非付着」の効果は確認出来ていない。然しながら、本研究の成果のひとつである「カーボンの低濃度化」を今後発展させていくことで、求める皮膜特性の付与が確認出来ることに期待している。

そして、本研究の成果を実装品に展開し量産化を目指して取り組んでいきたいと考える。