

平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「車載等半導体パワーデバイス用の大電流対応型電気接触子の開発」

研究開発成果等報告書

平成23年9月

委託者 九州経済産業局

委託先 財団法人九州産業技術センター

目 次

第1章 研究開発の概要

1-1 研究目的及び目標・研究開発の背景	1
1-2 研究体制	3
1-3 成果概要	6
1-4 当該研究開発の連絡窓口	8

第2章本論（1）

2-1 実験機による成膜条件の把握	9
2-2 接触子の素材・形状の検討	9
2-3 ダイヤモンド薄膜の低抵抗化	12
2-4 ダイヤモンド薄膜の異物の付着試験・評価	17

第3章 本論（2）

3-1 CVD装置による成膜条件の把握	19
3-2 CVD装置での条件出し	19
3-3 CVD装置の改良、パラメーターの数値化対応	21
3-4 試料ホルダーの設計	24

第4章 本論（3）

4-1 導電性ダイヤモンド接触子の耐久評価試験	26
4-2 金メッキ剥離の検討（乾式法）（剥離面の評価）	26
4-3 耐久試験	28
4-4 耐久試験前後の試験片評価	30
4-5 通電能力の確認	34

第5章 本論（4）

5-1 量産化の検討	36
5-2 接触面形状の検討	36
5-3 バネ性を必要とする接触子への対応検討	38
5-4 接触子ハウジングの検討	40
5-5 ダイヤ粒子の制御	41

第6章 全体総括

6-1 全体総括	45
6-2 研究開発の課題	45
6-3 事業化展開	45

第1章 研究開発の概要

1-1 研究目的及び目標・研究開発の背景

1-1-1 研究の目的

次世代エネルギーの利用で、半導体パワーデバイスの需要が急増している。パワーデバイスの電氣的検査工程では検査用接触子が高電流によってはんだ等の付着による接触抵抗の増加や削れ等耐久性が課題となっている。ダイヤモンドは、高い硬度、異物が付着しにくい、ホウ素ドーピングで導電性、高い熱伝導率といった、高電流用接触子に最適な特性を有する。導電性ダイヤモンド膜で被覆した耐久性のある接触子を開発する。

1-1-2 研究開発の背景

地球温暖化防止に向けた世界的取り組みの中で、石油から電気へエネルギーの変換が国民生活・産業界あらゆる分野で進められている。こうした背景のもと、ハイブリット車や電気自動車はますます需要を拡大していくことが予測されている。国の施策においても次世代産業を支える技術として、電気自動車や太陽電池に使用される、高効率な電力変換を可能とする半導体（パワーデバイス）のさらなる開発が求められており、半導体メーカーはこれらの要求に応えるべく開発を進めている。

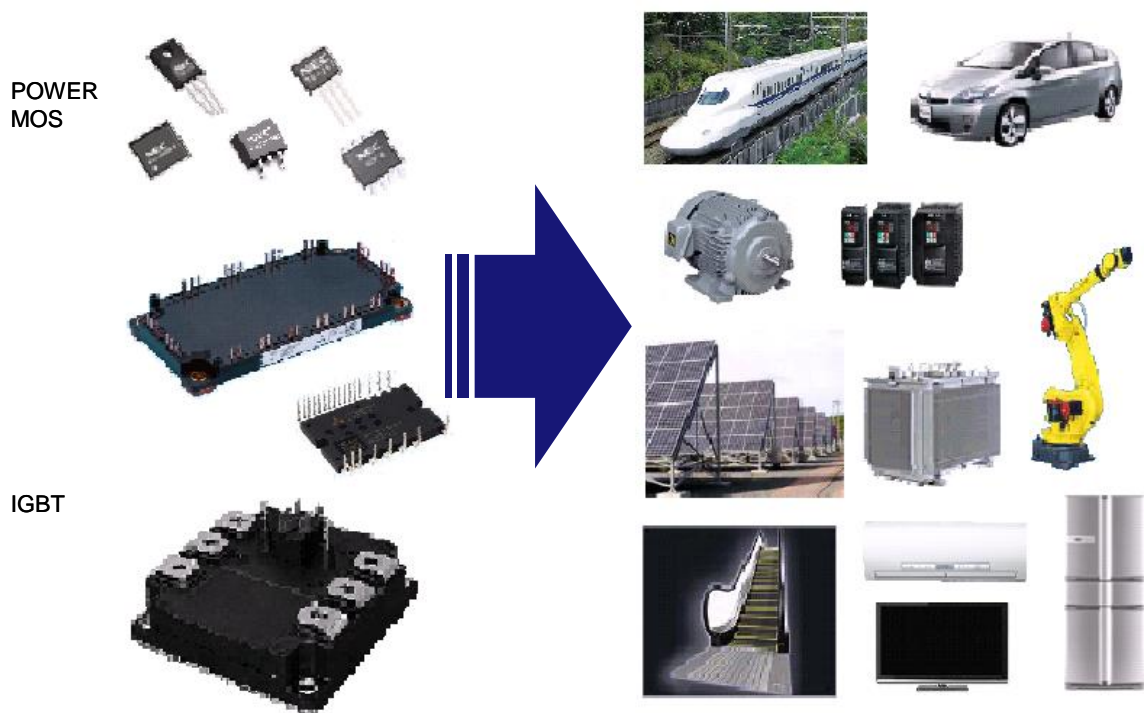


図1-1 パワーデバイスと用途

ハイブリット車・電気自動車のように大容量の2次電池を搭載する場合、走行用モーター以外のシステムの電子化も進められる。特に注目すべきは電源を制御する半導体で、一般的な情報家電用の半導体（メモリーやマイクロコントローラー：数アンペア未満）と比較すると電源を制御する半導体は、非常に大きな電流（数百アンペア）を扱う必要がある。これらはモーターなどを制御する IGBT（絶縁ゲートバイポーラトランジスタ）に代表されるような大型の半導体に加えて、機器の小型化に伴い一般の家電製品に採用されているような小型の半導体パッケージの採用が進んでいる。

半導体の信頼性の確保は自動車メーカーにおいて重要な課題であり、正常に機能することを保障するために出荷前には全数検査を実施しており、機能を保障するための検査は省くことができ

ない。検査は、半導体の信号入出力端子に接触子を配置し接触子を通じて信号を伝達させる必要があるが、非常に多量の製品を検査する必要があるために長期にわたり接触子の信号伝達特性（抵抗値）が安定している必要がある。

接触子の情報家電用半導体における耐久回数は、数十万回以上となるが、高電流における検査においては少ない回数で接触抵抗値が上昇し信号伝達特性が悪化してしまい、車載用半導体における耐久回数は、数百回以下となり、検査ラインを止めて清掃作業や交換を実施する必要があるが生じている。この信号伝達特性の悪化は主に以下に示す要因で発生する。

- ・ 検査を繰り返すと接触子の表面に磨耗が発生し、半導体の端子の表面メッキ材や異物が付着することにより、接触抵抗が上昇する。
- ・ 接触抵抗が増加することで電流を流すと発熱し、酸化が促進してますます接触抵抗が増加する。

この問題を解決するために川下企業から弊社に対しても高電流の検査に対して安定した特性を持つ接触子の開発が求められており対策が急務となっている。

接触子の材質は一般的には銅系や鉄系の材料が使用されているが、これらの材料は酸化が起こりやすいため、接触子の多くは金メッキが採用されている。金は抵抗値が低く、安定した物質であるが、一方、比較的やわらかい金属であるため磨耗が発生しやすい。さらに、金より硬い貴金属メッキを施し耐久性を向上させる取り組みや、接触子の材質自身にメッキを必要としない貴金属材料を採用する取り組みなどが進められているが、高電流を流すテストにおいて顕著に発生する接触子表面への異物の転写に関しては、従来の金メッキ品と比較して目立った改善効果は得られていない。

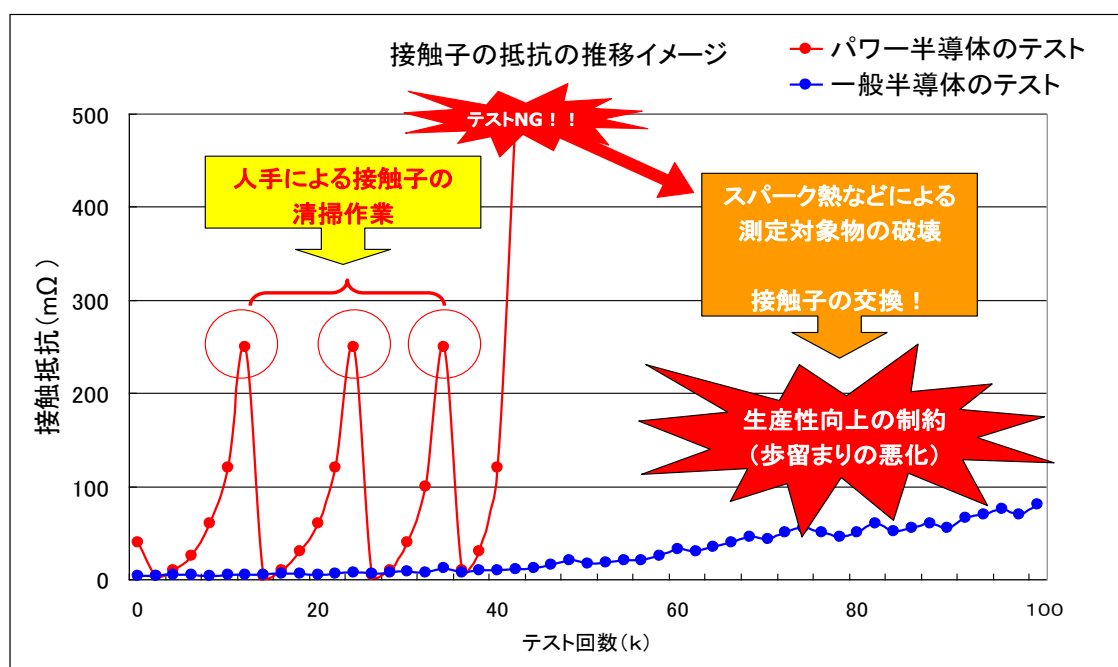


図 1 - 2 半導体テストにおける接触子の抵抗の推移

この問題を解決するために本研究では、従来のメッキ技術に変わる、抵抗値が低く異物の転写を起こさない耐久性の高い皮膜を作る技術を確認し、半導体検査用の接触子の表面に適用することを目標とする。製品の接触子に適応させるためには実際に使用されている接触子に成膜しその評価を行う必要がある、その評価内容を製品に反映させていくことで長期にわたり性能の安定し

た接触子の開発が可能となる。

1-1-3 研究開発の目標

検査用半導体接触子の耐久性について、接触子表面を既存の金めっきから、物質中最も硬く、熱放射率が高く、物が付着しにくい導電性ダイヤモンド薄膜で被覆することにより、接触子の寿命を従来の3倍以上延ばすことを目標とする。

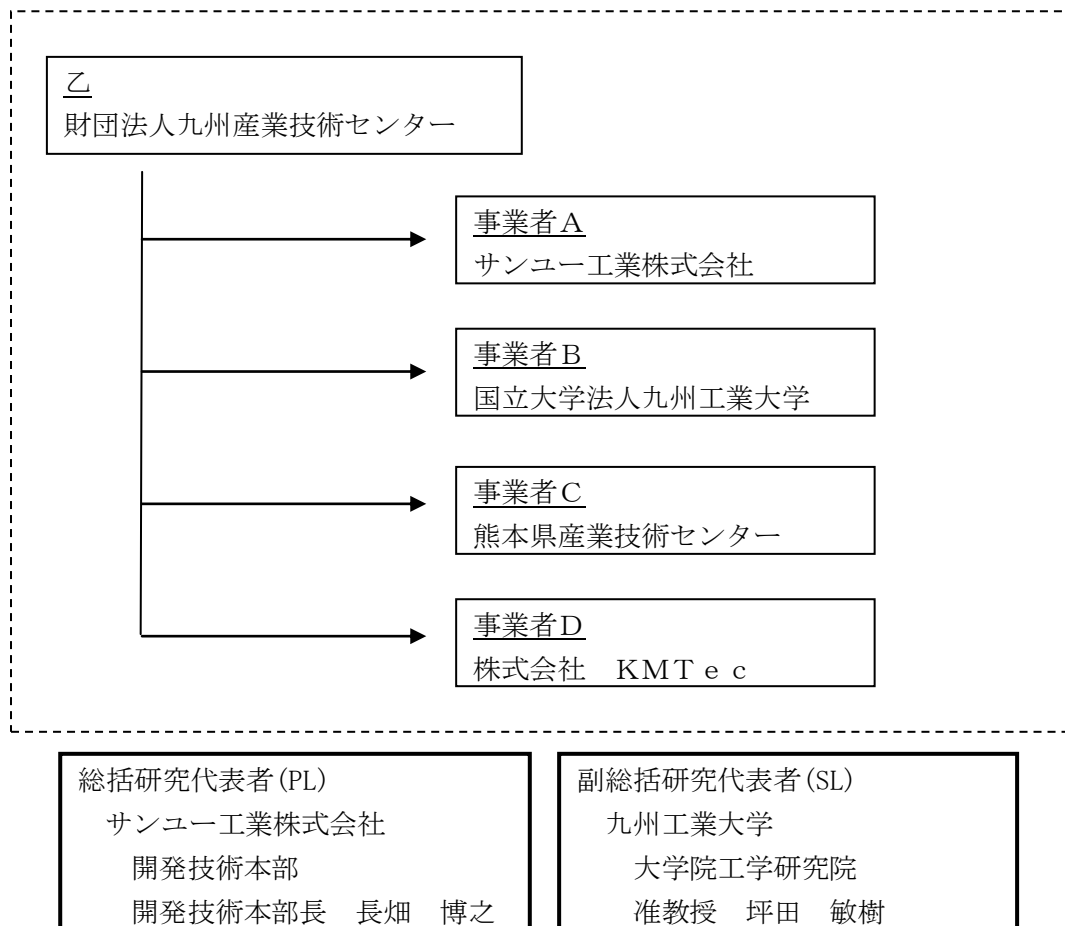
実験的に導電性ダイヤモンドを被覆した接触子について、2万回の繰り返し耐久試験を行った結果、接触子で接触抵抗の増加となる最も大きな原因である異物の転写が、既存の金めっきと比べて大きく抑えられる事が確認できた。

本研究開発において、安定して成膜ができる条件の確立と実際に高電流を通電した試験を実施し、その結果を成膜条件に反映させ早期の実用化を目指す。また導電性ダイヤモンド薄膜生成に関する技術的ノウハウを会得し、さまざまな接触子への展開を図る。

1-2 研究体制

1-2-1 研究組織及び管理体制

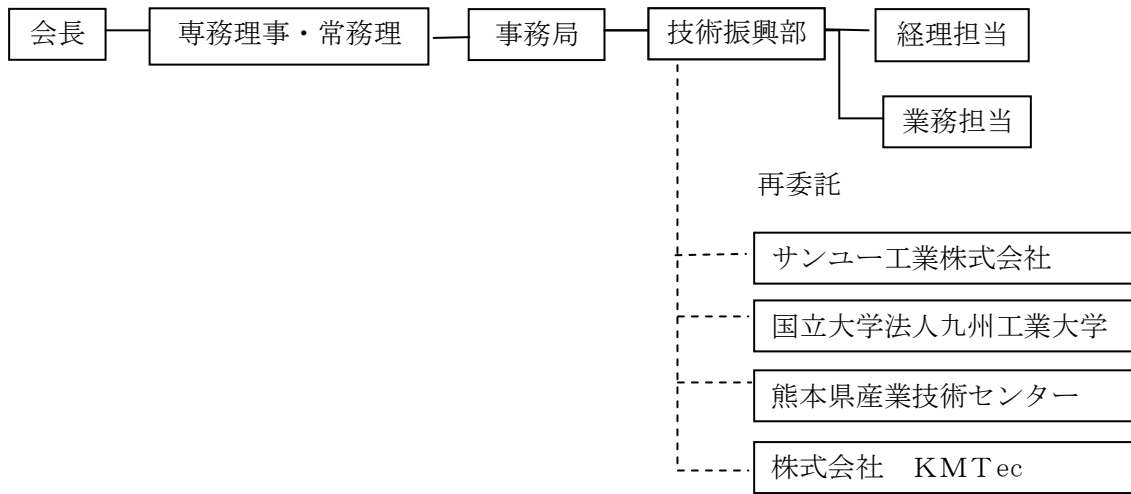
(1) 研究組織（全体）



(2)管理体制

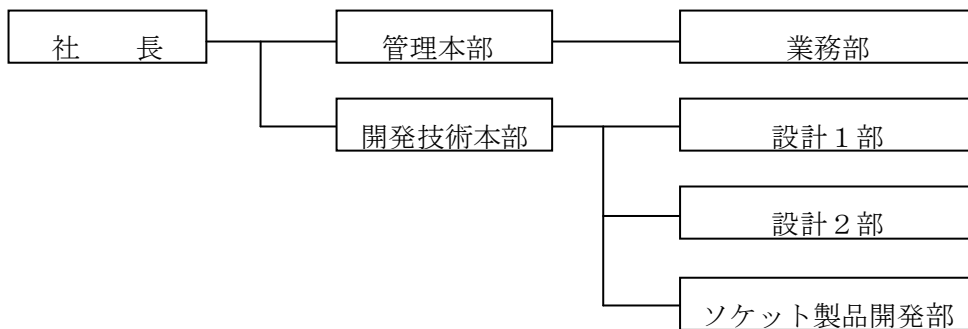
①事業管理者

[財団法人 九州産業技術センター]

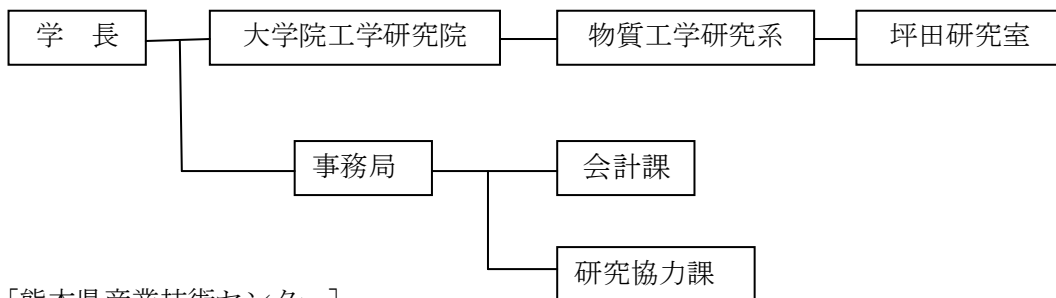


②再委託先

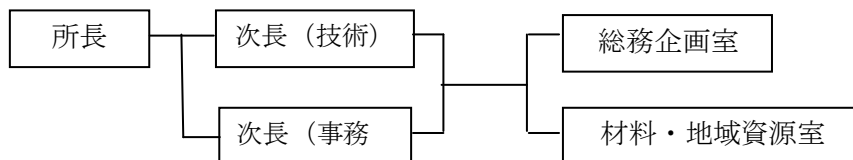
[サンユウ工業株式会社]



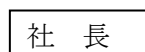
[国立大学法人 九州工業大学]



[熊本県産業技術センター]



[株式会社 KMTec]



1-2-2 管理員及び研究員

①管理員

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
二階堂 正憲	技術振興部長	⑤
田中 和光	技術振興部 部長	⑤

②研究員

【再委託先】

サンユー工業株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
長畑 博之	開発技術本部 開発技術本部長	②-1, ③-2, ③-3, ③-4, ④-1, ④-3
田村 信之	開発技術本部 ソケット製品開発部 マネージャー	①-1, ②-1, ③-1, ③-2, ③-3, ③-4
宮本 敏治	開発技術本部 ソケット製品開発部 チーフエンジニア	①-1, ②-1, ③-1, ③-2, ③-4, ④-1, ④-3
村山 達也	開発技術本部 ソケット製品開発部 チーフエンジニア	①-1, ②-1, ③-1, ③-4, ④-1, ④-3
東川 和幸	開発技術本部 ソケット製品開発部 エンジニア	①-1, ①-3, ②-1, ③-2, ③-3, ③-4, ④-1, ④-3
木村 佳	開発技術本部 ソケット製品開発部 エンジニア	①-1, ②-1, ③-1, ③-2, ③-3, ③-4
松崎 孝宣	開発技術本部 ソケット製品開発部 エンジニア	①-1, ①-3, ②-1, ③-2, ③-3, ③-4, ④-1, ④-3

国立大学法人 九州工業大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
坪田 敏樹	大学院工学研究院・准教授	①-2, ②-1, ②-3, ③-2, ④-4

熊本県産業技術センター

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
末永 知子	材料・地域資源室 研究参事	①-2, ①-3, ③-1, ③-3, ④-2, ④-4
甲斐 彰	ものづくり室 研究員	①-2, ①-3, ③-1, ③-3, ④-2, ④-4

株式会社 KMT e c

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
久米 祐介	代表取締役	②-1, ②-2, ②-3, ④-2

1-3 成果概要

① 実験機による成膜条件の把握 (サンユー工業株式会社・九州工業大学)

大学の実験機においてベリリウム銅のテストピースに安定して導電性ダイヤモンド薄膜成膜するための、原料ガス (メタンガス、水素ガス、ボロンガス) の濃度、及びフィラメント電力、試料-フィラメント間距離などの成膜条件を見出すことが出来た。成膜したダイヤモンド被膜の品質を走査型電子顕微鏡とラマンスペクトルを測定しダイヤモンド膜であることを確認した。得られた条件は新たに導入した CVD 装置の成膜に置ける基礎データとして反映させることが出来た。

①-1 接触子の素材・形状の検討 (サンユー工業株式会社)

接触子の素材はタングステン (W)、ベリリウム銅 (BeCu) を選定した。形状としては、実績のある弊社の L コンタクト製品を基本として実験を進め、成膜の安定性及び通電能力を確認しながら先端接触面形状・表面処理を検討することとした。

①-2 ダイヤモンド薄膜の低抵抗化 (九州工業大学・熊本県産業技術センター)

低抵抗化のためには成膜時のガス濃度を綿密に制御する必要があり、低抵抗化のための基礎的な条件を確認することが出来た。またボロン濃度の基準として 10^{23}cm^{-3} を示す条件を見つける必要があることが確認できた。また中間層導入によって、金属によっては低抵抗化に効果があることを確認できた。更に、ダイヤモンド粒子の大きさを、金属中間層の種類によって制御できる事が分かった。

①-3 ダイヤモンド薄膜の異物の付着試験・評価

溶融したはんだにダイヤモンド薄膜を浸漬させた結果、異物の付着を抑制する効果があることが確認できた。但し僅かではあるがダイヤ粒子の隙間に入り込んでいることが確認された。

② CVD 装置による成膜条件の把握 (サンユー工業株式会社 九州工業大学 KMTec)

導入した CVD 装置にて接触子に対して成膜実験を行ったが、タングステンにおける成膜条件に関しては一定の条件を把握できたが、ベリリウム銅における成膜において煤状の物質の堆積、炭化などの影響が発生し成膜条件を見出すまでに至らず課題が残る結果となった。

②-1 CVD 装置での条件だし

シリコン基板へのダイヤモンド成膜、ベリリウム銅平板において成膜を行いダイヤモンドが膜状に成膜できることを走査型電子顕微鏡とラマンスペクトルから確認できた。

②-2 CVD 装置の改良・パラメーターの数値化対応（サンユー工業株式会社 KMTec）

フィラメントの調整手法、メタン濃度による供給量依存性、ガス圧力と電力の依存性、材料による条件の差をそれぞれ明らかにした。又装置の性能を向上させるための課題が明らかになった。

②-3 試料ホルダーの設計（KMTec）

一度に大量の試料に成膜できる試料ホルダーの設計製作を行い成膜実験に使用した。試料の先端だけを露出させ成膜を行う必要があるか、煤上の物質が堆積するなどの問題が発生しており、試料ホルダーの改良を試みたが一定の成果を得たが課題を残す結果となった。

③ 導電性ダイヤモンド接触子の耐久性評価試験（サンユー工業株式会社、九州工業大学）

導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した接触子の耐久性評価試験を実施することとしたが、CVD 装置の導入までに時間を要したこともあり、実用レベルの導電性ダイヤモンド薄膜を作ることが出来ず基礎データの取得実験を行った。

③-1 金メッキ剥離の検討（サンユー工業株式会社）

導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した接触子全面に金メッキを施し、成膜表面の金メッキを剥離させる条件を見出すことが出来た。

③-2 耐久試験（サンユー工業株式会社 九州工業大学）

(a) 低電流での耐久試験

ベリリウム銅とタングステンの接触子に成膜したサンプルの耐久試験を行い、タングステンにおける結果で異物付着抑制効果があることを確認した。ベリリウム銅は成膜条件が確立しておらず、耐久試験初期に膜の剥離が見られた。又全体的に接触抵抗値が高く、実用に向けては低抵抗化が必要であることが確認された。

(b) 高電流での耐久試験

導電性ダイヤモンド薄膜の接触抵抗値が実用レベルに達していないため、耐久試験を実施することが出来なかった。

③-3 耐久試験前後の試験片評価（サンユー工業株式会社）

低電流耐久試験前後の試験片に関して走査型電子顕微鏡にて試験片の表面を詳細に観察した結果、タングステンに成膜したサンプルの膜の状態にほとんど変化がないことを確認した。

③-4 通電能力の確認（サンユー工業株式会社）

標準品のベリリウム銅接触子にて通電能力の確認を行った。標準品の通電能力が明らかになった。接触面におけるはんだの熔融が発生する電流値、そのときの接触抵抗などの重要な知見が得られた。導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した接触子に関しては接触抵抗値が実用レベルに達しておらず危険なため、通電試験を実施することが出来なかった。

④ 量産化の検討（サンユー工業株式会社）

接触させる対象のメッキに対応させて、接触子の接触面形状を検討した。又、導電性ダイヤモンド薄膜の性質を変える手法としてダイヤモンド粒子径を制御する手法を明らかにした。

④-1 接触面形状の検討（サンユー工業株式会社）

はんだメッキなどの硬度の低いメッキに対して有効な形状を検討した。機械的な耐久試験を行いその形状に効果があることを確認した。

④-2 バネ性を必要とする接触子への対応検討（サンユー工業株式会社 熊本県産業技術センター KMTec）

成膜した素材の硬度への影響を明らかにした。タングステンはほとんど変化がないが、ベリリウム銅にて硬度が低下することを確認し、中間層の導入や、冷却機構などの対策が必要であることがわかった。高温時の素材の応力低下を避けバネ性を確保するための手段として接触子の構造案を検討した。

④-3 接触子のハウジングの検討（サンユー工業株式会社）

通電による発熱に対応する成型樹脂素材を選定し、成型性、耐熱性を確認した。

④-4 ダイヤ粒子の制御（九州工業大学 熊本県産業技術センター）

ダイヤモンド粒子径を制御する条件を明らかにした。粒子径を大きくする方向は問題がないが、小さくする手法に課題があることが改めて明らかになった。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

（事業管理者担当）

財団法人九州産業技術センター

技術振興部 部長：田中 和光

〒812-0013 福岡県福岡市博多駅東二丁目 13 番 24 号

電話番号：092-411-7394

FAX 番号：092-472-6688

E-mail アドレス：tanaka@kitec.or.jp

（総括研究代表者 P L）

サンユー工業株式会社 開発技術本部長：長畑 博之

〒869-1235 熊本県大津町室 1639-2

電話番号：096-293-9000

FAX 番号：096-293-8168

E-mail アドレス：nagahata@kumamoto.sanyu.co.jp

第2章 本論 (1)

2-1 実験機による成膜条件の把握

本研究では安定した導電性ダイヤモンド薄膜を成膜できる CVD 装置を新たに導入する。導電性ダイヤモンド薄膜を成膜するための条件は繊細であり、僅かに設定条件が異なるだけでもその特性は変わってしまう。新たに導入する CVD 装置を効率よく立ち上げるためにも九州工業大学の所有する実験装置における成膜条件を明確にしておく必要がある。

2-2 接触子の素材・形状の検討

接触子の素材はバネ構造を必要としない場合の素材としてタングステン (W)、ベリリウム銅 (BeCu) を選定した。形状としては、実績のある弊社の L コンタクト製品を基本として実験を進め、成膜の安定性及び通電能力を確認しながら先端接触面形状・表面処理を検討することとした。

2-2-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

本研究開発において、早期に CVD 装置を立ち上げるための基礎データの取得と、実際に使用している接触子に成膜が可能であることを確認する。

2-2-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

①高度化目標

導電性ダイヤモンド薄膜を作製する際に、熱 CVD (Chemical Vapor Deposition) フィラメント法により成膜する。このとき使用するガスとしてメタンガス、水素ガス、ボロンガスを原料として使う。また熱源としてフィラメントを使用するが、このときのガスの濃度やフィラメントに通電する電力により、成膜されるダイヤモンドの品質と電気抵抗は大幅に変化する。また接触子の材質や表面の状態によっても設定する条件は異なる。

本テーマでは実験機で安定して導電性ダイヤモンドが成膜できる条件を精密に把握する。

②技術的目標値

実験機にて同様の電気抵抗値が 20mΩ 以下で導電性薄膜が成膜できる条件を確立する。濃度測定や温度、真空度等の条件を明らかにし、新たな CVD 装置で成膜する際の基礎データとする。

2-2-3 研究方法、条件及び装置

本研究では導電性ダイヤモンド薄膜の成膜条件を把握するためにまず、5mm×5mm のベリリウム銅材のテストピースを用意し、安定して成膜できる条件を把握し、その条件で L コンタクトに成膜をすることとした。

成膜された導電性ダイヤモンド被膜が均一に成膜されていることを走査型電子顕微鏡を用いて観察し、成膜された被膜の品質はラマン分光測定装置を用いてラマンスペクトルを確認し生成されている被膜がダイヤモンドであることを確認する。

成膜に際し設定する条件は、出力電圧 (フィラメントに供給する電力)、成膜時間、処理圧力、ガス濃度、フィラメントー治具ホルダー間隔である。

以上の条件を過去の実験データを基に可変させ安定して成膜できる条件を導いていく。

2-2-4 研究結果と研究成果

テストピースにおける実験で最も安定した結果が得られた試料を Sample1 と Sample2 とする。Sample 1 はホウ素ドープをせず、ダイヤモンド薄膜を成膜した場合の条件である。

走査型電子顕微鏡による観察の結果ではダイヤモンド粒子が均一に成膜されていることが確認できる。

ラマンスペクトルからは 1333 cm^{-1} のダイヤモンド特有のシャープなピークが確認できる。このピークはダイヤモンド相特有のピーク¹⁾であることから、Sample1 基板表面にダイヤモンド膜を成膜できたことが確認できた。1500 cm^{-1} 付近に存在するブロードなピークは、膜中に含まれる非晶質炭素相に帰属されると考えられる。

図 2-1 に電子操作型顕微鏡による観察写真と、図 2-2 にラマン分光測定装置により測定したラマンスペクトルを示す。

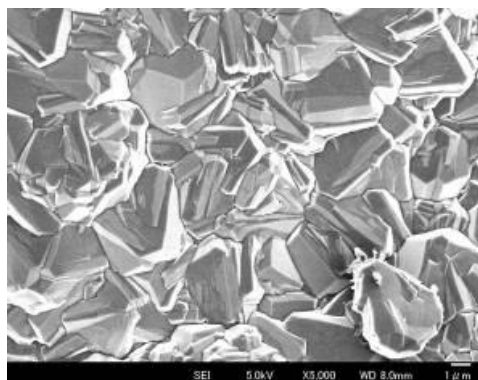


図 2-1 走査型電子顕微鏡写真

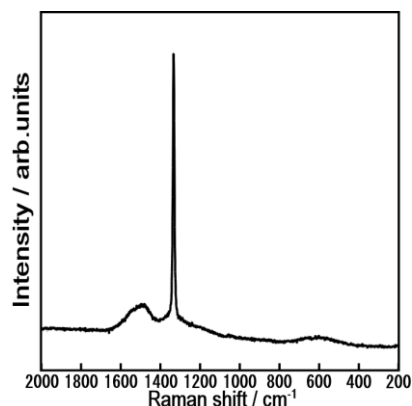


図 2-2 ラマンスペクトル

Sample 2 はホウ素ドープし導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した場合の条件である。

走査型電子顕微鏡による観察の結果ではホウ素ドープを行わない場合と比較して粒子径が小さくなっているが均一に成膜されている様子が確認できる。

ラマンスペクトルからは 1230 cm^{-1} 付近にホウ素ドープダイヤモンド特有のブロードなピークが現れており、1333 cm^{-1} のピークが減少していることが確認できた。

図 2-3 に走査型電子顕微鏡による観察写真と、図 2-4 にラマン分光測定装置により測定したラマンスペクトルを示す。

このスペクトルの形状は、報告されている高濃度にボロンをドープした CVD ダイヤモンドのラマンスペクトルに酷似している²⁾。

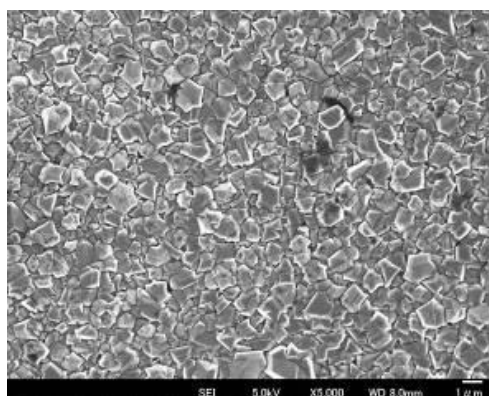


図 2-3 走査型電子顕微鏡写真

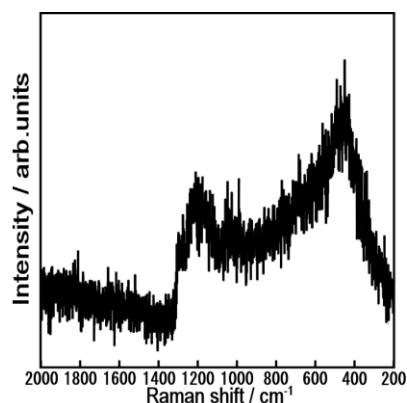


図 2-4 ラマンスペクトル

今回の実験により、実験機によってベリリウム銅のテストピースに安定して導電性ダイヤモンド薄膜が成膜できる条件を見出すことが出来た。この条件を元にLコンタクトへの成膜実験を行い、条件を確認する予定であったが実験機に何らかのトラブルが発生しフィラメントの断線が多発する状態となったため、実験機によるLコンタクトへの成膜条件の確認は断念し、テストピースにおける成膜条件を元に新たに導入するCVD装置において実施することとした。

2-2-5 装置全景



図 2-5 CVD 実験機

2-2-6 参考文献

- 1) R. E. Shroder, R. J. Nemanich ; Phys. Rev. B, **41**, 3738-3745 (1990)
- 2) K. Ushizawa, K. Watanabe, T. Ando, I. Sakaguchi, M. Nishitani-Gamo, Y. Sato, H. Kan da, Diamond Relat. Mater., **7**, 1719-1722 (1998)
- 3) O. A. Williams, M. Nesládek ; Phys. Stat. Sol. (a), **203**, 3375-3386 (2006)
- 4) M. Bernard, A. Deneuve, P. Muret ; Diamond Relat. Mater., **13**, 282-286 (2004)
- 5) L. Li, H. Li, X. Lü, S. Cheng, Q. Wang, S. Ren, J. Liu, G. Zou, Appl. Surf. Sci., **256**, 1764-1768 (2010)

2-3 ダイヤモンド薄膜の低抵抗化

接触子に電流を通電すると接触子の持つ導体抵抗及び接触抵抗により発熱する。抵抗値は可能な限り低い状態であることが望ましい。本来ダイヤモンドは絶縁体である。本研究では熱 CVD 法を用いてホウ素をドーピングすることでダイヤモンドに導電性を持たせることが可能となるがその抵抗値は高い値を示す。導電性ダイヤモンド薄膜を低抵抗とする事が出来れば、大電流による発熱を抑えることが可能となり接触子の耐久性を更に伸ばすことができる。以下の 2 つの手法にて導電性ダイヤモンド薄膜の低抵抗化の可能性を検証する。

①熱 CVD 法による導電性ダイヤモンド薄膜の成膜条件を変えて最も低い抵抗値を模索する。

②高周波スパッタリング装置を使って、接触子とダイヤモンド薄膜の界面に金属薄膜による中間層を検討する。

2-3-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置づけ

導電性ダイヤモンド薄膜の抵抗値を制御する手法を明らかにする。

2-3-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

接触子は低抵抗化及び、酸化防止のために金メッキが施されている。弊社が持つ L コンタクトの接触抵抗値は約 20m Ω である。段階的に抵抗値を下げる手法を明らかにし、接触抵抗値は 20m Ω に可能な限り近づける。

2-3-3 研究方法、条件及び装置

CVD 装置を使用して水素 (H_2)、トリメチルボロン (TMB) とメタン (CH_4) の混合ガスを用いて導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した。また、距離 (基板-フィラメント間距離)、圧力、出力と時間を制御して実験を行った。成膜後の sample 1~6 についてラマン分光と接触抵抗値を測定した。設定条件を変えて導電性ダイヤモンドの成膜を試みた。基板にはベリリウム銅 (BeCu) 材 L コンタクトとタングステン (W) 材 L コンタクトを使用した。また、L コンタクトの成膜には専用のホルダーを使用した。

2-3-4 研究結果と研究成果

①成膜条件による低抵抗化

ベリリウム銅材 L コンタクトにダイヤモンドを成膜し、接触抵抗値測定装置を使用して接触抵抗値を測定した。その結果を図 2-6 に示す。タングステン材 L コンタクトの接触抵抗値の結果を図 2-7 に示す。この結果が示すようにダイヤモンドを成膜したベリリウム銅材 L コンタクトの接触抵抗値は約 2.8 Ω と高い値を示した。この原因として考えられるのは、ダイヤモンドを成膜するときにベリリウム銅材 L コンタクトの側面や裏側に煤状のものが析出してしまったことである。成膜面以外に煤状のものが析出し接触抵抗値を悪化させたと考えられる。現時点ではベリリウム銅材 L コンタクトの場合成膜条件を変更しても煤状のものの析出を抑えることが出来ない。実験機では過去ベリリウム銅材 L コンタクトにて接触抵抗値 32m Ω の導電性ダイヤモンド薄膜の成膜に成功している。今回新たに製作し使用した治具ホルダーに何らかの問題があると考えられる。今後の課題として合成ガスの流れる経路などを見直しが必要である。

同じようにタングステン材 L コンタクトの接触抵抗値を測定した。Sample2 の条件はタングステンにダイヤモンドを成膜するときの基準となる条件である。この基準となる条件における接触抵抗値は高い傾向を示した。特に L コンタクトの実用条件である 0.20mm ストロークさせたときの接触抵抗値は 167m Ω と高い値であった。タングステン材 L コンタクトでは煤状のものの析出は確認されない。これに対して、基板-フィラメント間距離、メタン濃度を変えることにより接

触抵抗値を下げる事が可能であることが確認された。特に、sample 6 の条件は 0.20mm ストローク時に 32mΩ と一番低い値を示した。すべての試料についてラマンスペクトルを確認したところ、ボロンドープダイヤモンド特有のスペクトル形状が確認できた(図 2-8)。したがってベリリウム銅材 L コンタクトの接触抵抗値が高くなった原因は表面に大量の煤状のもの堆積してしまったことにあると考えられる。

以上の結果より

- ・ ベリリウム銅の場合、煤状のものが堆積すると高い抵抗値を示す。
- ・ タングステンは混合ガスの総流量を多く設定した場合、距離を近く、メタン濃度を濃くすることで低抵抗化する。
- ・ タングステンは混合ガスの総流量を少なく設定した場合は、距離・メタン濃度による差は見られず接触抵抗値は低くなる。

したがって導電性ダイヤモンド薄膜の低抵抗化には、成膜時のガス濃度を綿密に制御する必要があることが確認された。

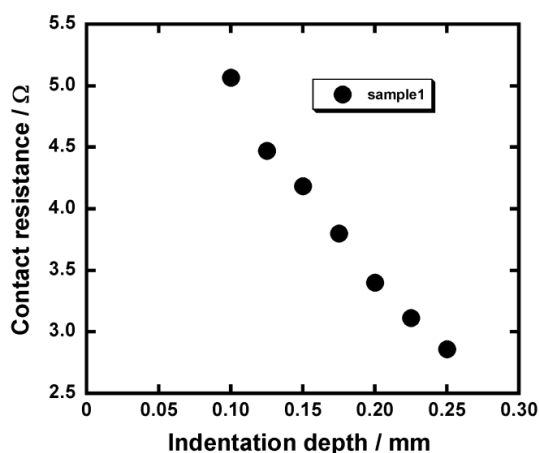


図 2-6 ベリリウム銅材 L コンタクトの接触抵抗値測定結果

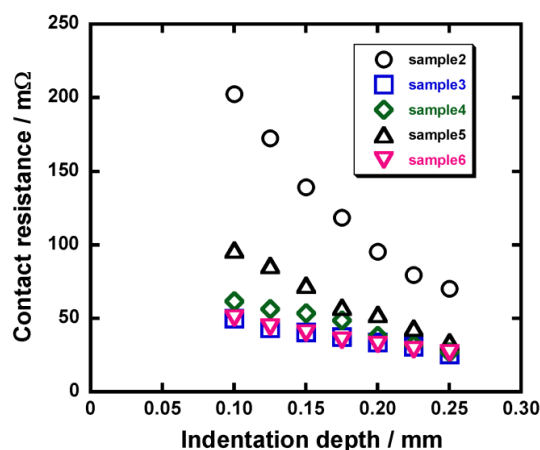


図 2-7 タングステン L コンタクトの接触抵抗値測定結果

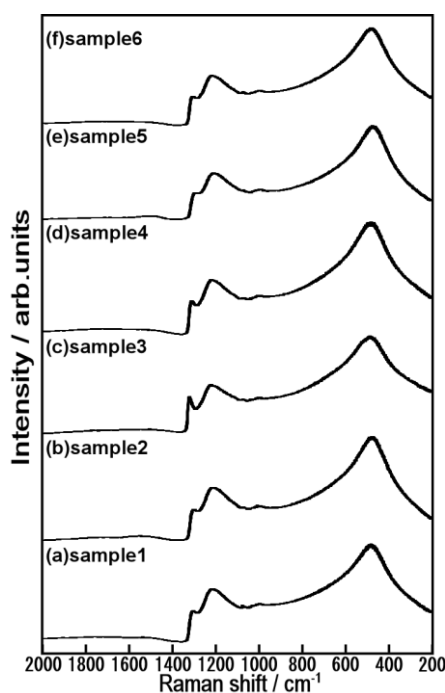


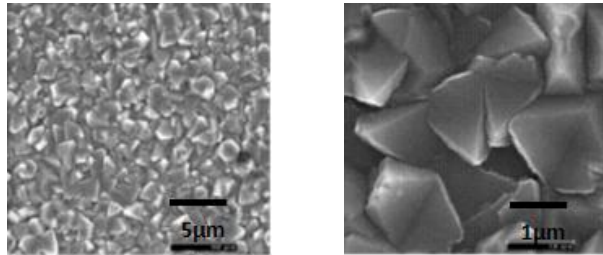
図 2-8 ラマンスペクトル測定結果

②金属薄膜中間層による低抵抗化の検討

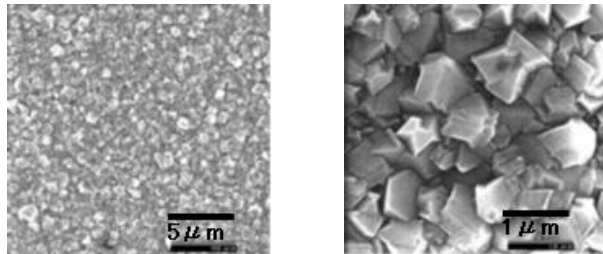
ダイヤモンド薄膜の低抵抗化のためには、ダイヤモンド膜と基板の界面制御は重要である。そこで、基板とダイヤモンド薄膜との界面に金属薄膜を成膜した。銅の平板（5mm×5mm×t0.25mm）に高周波スパッタ装置で複数の金属薄膜を成膜した。

金属スパッタした銅の平板にダイヤモンド薄膜を成膜した。ダイヤモンド薄膜条件はすべての金属薄膜と同一とした。得られた試料の光学顕微鏡の観察結果を図 2-10 に示し、走査型電子顕微鏡による観測結果を図 2-9 に示す。

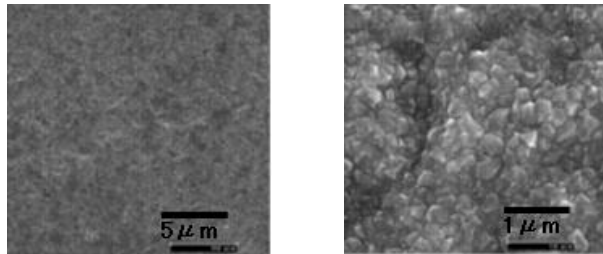
金属中間層なし：タングステン基板



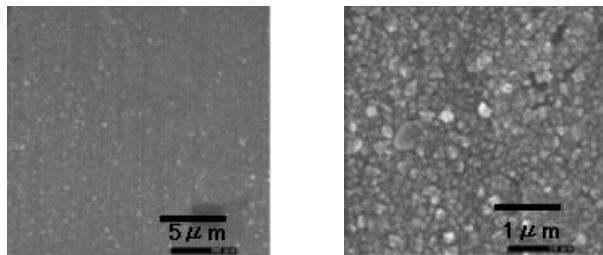
中間層金属：A



中間層金属：B



中間層金属：C



中間層金属：D

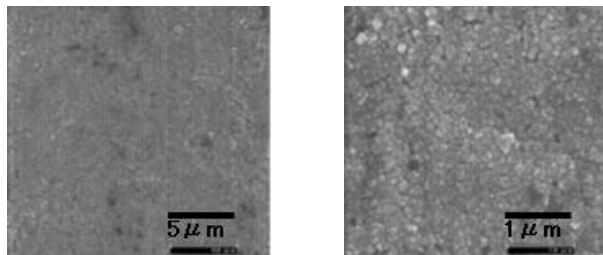


図 2-9 中間層の金属薄膜上のダイヤモンド薄膜の走査型電子顕微鏡写真

光学顕微鏡による観察ではダイヤモンドが基板全体に均一に成膜されていない。走査型電子顕微鏡での観察の結果中間層のないタングステン基板へ成膜したダイヤモンド粒子は、数 μm の大きさに対して、すべての中間層のある金属膜上のダイヤモンド粒子は小さい。特に中間層金属D膜上のダイヤモンド粒子は百nm以下で有ることが分かる。一般的に薄膜成膜における膜の性状は、基板と膜との親和性や成膜時の条件に大きく依存する事が言われている。ダイヤモンド成膜の条件は同一であるため、ダイヤモンド粒子が大きく変化する事の要因は、中間層の金属による基板とダイヤモンドの親和性が関係すると考えられる。しかし、高周波スパッタリングによって金属薄膜を作製する際の出力等が異なるため、基板温度も異なっている事が考えられる。このことは金属スパッタにおける、金属粒子のサイズにも影響するため、今後、金属薄膜の表面観察と表面粗さ等の測定が必要と考えられる。

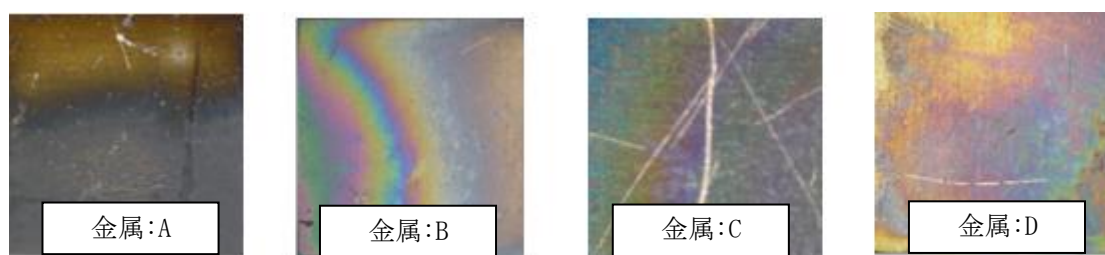


図 2-10 金属中間層があるダイヤモンド薄膜の光学顕微鏡写真

写真からわかるように、ダイヤモンド薄膜は基板全体に生成していない。薄膜が膜状になっている部分もあるが、粒状になっているダイヤモンドもある。

接触抵抗値の測定結果を表 2-1 に示す。また金属薄膜を積層させない銅基板だけのダイヤモンド薄膜を対象試料として示す。

試料名	接触抵抗値 (m Ω)
中間層金属 : A ダイヤモンド薄膜	250
中間層金属 : B ダイヤモンド薄膜	110
中間層金属 : C ダイヤモンド薄膜	53
中間層金属 : D 中間層ダイヤモンド薄膜	75
中間層なし : ダイヤモンド薄膜	160

表 2-1 金属中間層ダイヤモンド薄膜の接触抵抗値

接触抵抗値での測定では中間層金属Cの中間層が最も抵抗値が低くなったが、光学顕微鏡の結果からも明らかのように、ダイヤモンド膜が非常に薄く、膜状になっていない試料もある。しかし中間層導入によって、金属によっては低抵抗化が可能な事が今回示唆されたため、ダイヤモンドが膜状になる条件を今後検討する必要がある。更に、ダイヤモンド粒子の大きさを、金属中間層の種類によって制御できる事が分かった。

2-3-5 装置全景



図 2-11 CVD 装置



図 2-12 ラマン分光測定装置

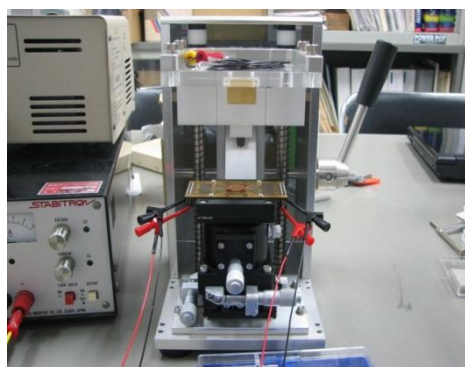


図 2-13 電気抵抗値測定装置

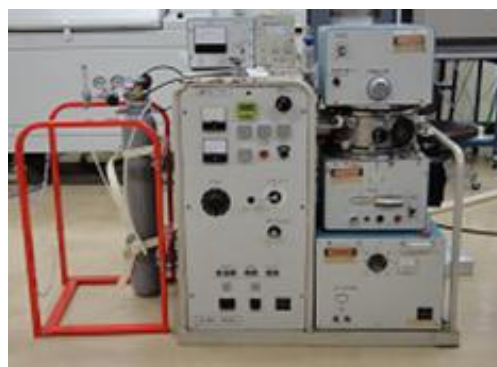


図 2-14 高周波スパッタリング装置

2-3-6 参考文献

- 1) R. Holm, Electric Contacts, pp.11-16 (Springer, 1967)
- 2) P. G. Slade, Electrical Contacts, pp.2-16 (Marcel Dekker Inc, 1999)

2-4 ダイアモンド薄膜の異物の付着試験・評価

ダイヤモンドは、物質中最高の硬度を持ち、化学的な安定性に優れ、大きな熱伝導率を持ち、物が付着しにくい特性を持つことが知られている。本研究ではこれらのダイヤモンドの特性のうち、硬度と物が付着しない特性に着目している。接触子の接触抵抗値の上昇の原因のひとつに異物の付着であるが、導電性ダイヤモンド薄膜はこのダイヤモンドの特性を持っていることを証明する必要がある。ここでは、異物として一般的な半導体の端子メッキの材料である鉛フリー半田材を用意し、導電性ダイヤモンド薄膜は異物の付着を抑制する特性を持つことを証明する。

2-4-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置づけ

導電性ダイヤモンド薄膜は異物が付着を抑制する効果を持つことを具体的に証明する。

2-4-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

金メッキ膜に対し、導電性ダイヤモンド薄膜表面の付着量が 1/100 以下であること。

2-4-3 研究方法、条件及び装置

鉛フリーのスズ・銀・銅のはんだ線を使用し、はんだ線をホットプレート上で加熱・溶融させる。溶融した半田に金メッキテストピースと導電性ダイヤモンド薄膜を成膜したテストピースを一定時間浸漬させ、その前後の表面状態を走査型電子顕微鏡と、光学顕微鏡で確認する。また原子吸光分光分析装置を用いて半田濃度を確認する。

2-4-4 研究結果と研究成果

はんだは電子関係で通常使用される鉛フリーのスズ・銀・銅のはんだ線を使用した。すなわち、はんだ線をホットプレート上で加熱・溶融させその時の温度を読み取る。温度は 240℃～270℃ の範囲で変化させた。溶融液に浸漬する時間は 20sec～60sec とした。得られた試料のはんだ溶液に浸漬する前と浸漬後の走査型電子顕微鏡で観察した。写真を図 2-16 に示す。さらに広い範囲で状態を観察するために、光学顕微鏡写真を撮った。これらを図 2-15 に示す。光学顕微鏡では、はんだの付着状態が分からないが、走査型電子顕微鏡で観察すると、はんだ成分がダイヤモンド粒子の隙間に入り込んでいることが分かる。はんだ成分がどの程度入り込んでいるのかを、原子吸光分光分析によってスズの絶対値の測定を試みた。

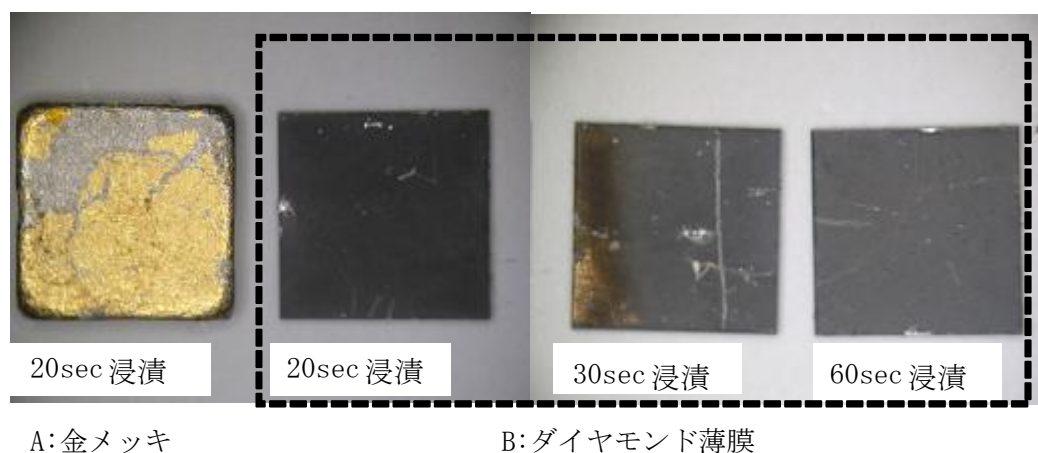


図 2-15 はんだ浸漬後の光学顕微鏡写真

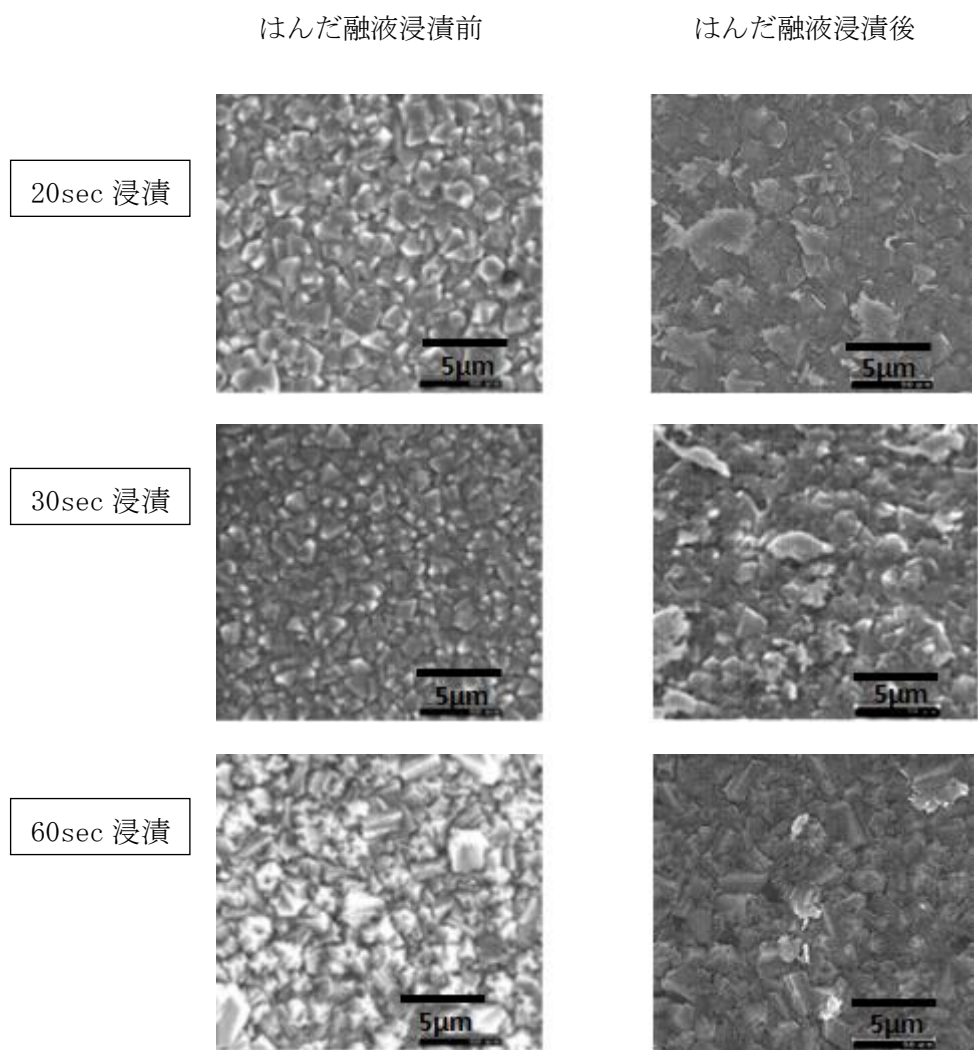


図 2-16 はんだ浸漬前後の走査型電子顕微鏡写真

原子吸光分光分析（日本ジャーレルアッシュ製 AA 890 型）で分析を行いはんだ成分の主要元素であるスズ濃度を測定した。その結果金めっきした試料も含めてスズが検出できなかった。スズの分析に関しては、原子吸光分光分析ではなく、ICP 発光分光分析等プラズマを使用した解離温度の高い装置で分析する必要がある。

2-4-5 装置全景



図 2-17 原子吸光分光分析装置及び加圧分解容器

2-4-6 参考文献

- 1) 林 正、日下部 正和他, 日本環境センター所報. No37, pp 63-70 (2011)

第3章 本論 (2)

3-1 CVD 装置による成膜条件の把握

接触子に効率よく導電性ダイヤモンド薄膜を成膜するためのCVD装置を導入する。実験機による既存の基礎データをもとに同様の導電性ダイヤモンド薄膜が成膜できる条件を明確にする。

3-2 CVD 装置での条件出し

実験機による既存の基礎データを参考にして、CVD装置のチェンバー内の温度、ガス濃度、圧力等の各パラメーターを数値化し、最適条件を決定する。

3-2-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

量産化のためには複数の接触子へ成膜が出来、成膜状態の再現性が取れる必要がある。従来の実験機では、数個ほどの接触子の成膜が限界であったが新たな装置導入により、40～200個前後の量産が出来るようにし、製品化の際の大量・高品質に結びつけていく。

3-2-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

①高度化目標

接触子に効率よく導電性ダイヤモンド薄膜を成膜するためのプロトタイプのCVD装置を導入する。実験機による既存の基礎データをもとに同様の導電性ダイヤモンド薄膜が成膜できる条件を明確にする。

メタンガス、水素ガス、トリメチルボロンガス等のチェンバー内での濃度測定や温度測定、真空度等できる限りの条件を安定して測定できるように改良を行う。

②技術的目標値

電気抵抗値が $20\text{m}\Omega$ 以下で導電性薄膜が成膜できる条件を確立する。実験機による既存の基礎データをもとに同様の導電性ダイヤモンドが成膜できる条件を把握する。また、ラマン分光測定装置を使用しダイヤモンドの生成状態の確認を行いながらもっとも品質のよいCVD装置の設定条件の把握をする。

3-2-3 研究方法、条件及び装置

新たに導入したCVD装置にてシリコン基板、ベリリウム銅平板に成膜実験を行い走査型顕微鏡及びラマン分光装置にてダイヤモンドの品質を確認する。

3-2-4 研究結果と研究成果

シリコン基板上へのダイヤモンド生成を行い、続いてベリリウム銅平板への成膜を行った。

シリコン基板では図3-1に示すようにダイヤモンド特有の面形状があり、ランダムに配列している。図3-2のラマンピークより 1333cm^{-1} にダイヤモンド特有のピークを観測でき、膜になっていることが分かった。

ベリリウム銅平板では図3-3に示すようにダイヤモンド特有ではあるが六-八面体の形状になり、ランダムに配列している。図3-4のラマンピークより 1333cm^{-1} にダイヤモンド特有のピークを観測でき、膜になっていることが分かった。

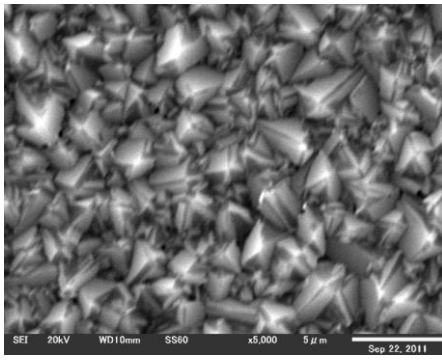


図 3-1 シリコン基板

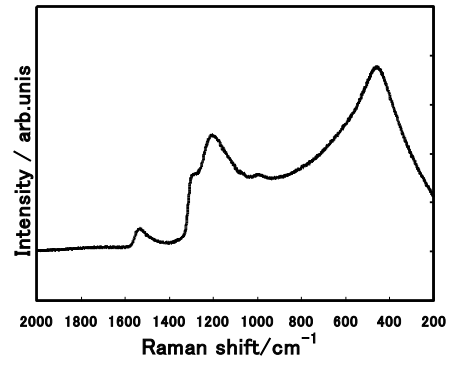


図 3-2 シリコン基板 ラマンスペクトル

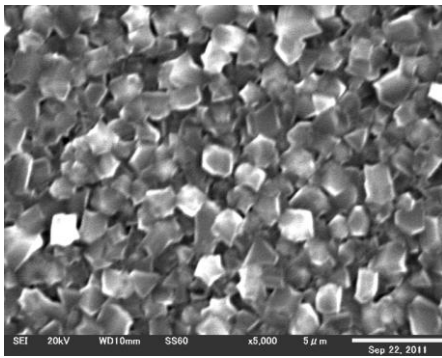


図 3-3 ベリリウム銅平板

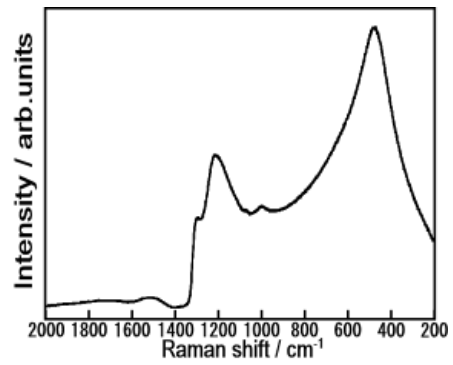


図 3-4 ベリリウム銅平板 ラマンスペクトル

3-2-5 装置全景



図 3-5 熱フィラメント CVD 装置全景

3-3 CVD 装置の改良 パラメーターの数値化対応

濃度測定や温度、真空度等の条件を正確に測定できるように各センサー類を最適位置に調整し、設定条件を詳細にわたり数値化、CVD 装置を改良する。

3-3-1 プロジェクト全体における本研究の位置付け

実験機による既存の基礎データをもとにチェンバー内の温度、ガス濃度、圧力等の各パラメーターを変化させ、導電性ダイヤモンド薄膜が作製できる条件を明確にする。

3-3-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標

CVD 装置のチェンバー内の温度、ガス濃度、圧力等の各パラメーターを数値化し安定して測定できるように改良する。

3-3-3 研究方法、条件及び装置

CVD 装置を接触子への成膜のために、治具ホルダーを取り付け、量産化への試みを行う。フィラメントを調整しメタン濃度の供給量を変えて実験を行った。また、ガス圧力と電力を調整して、最適値を検討した。最後に、材料による違いによるダイヤモンド成膜比較を行った。

3-3-4 研究結果と研究成果

① フィラメントの調整について

本研究でいろいろな種類のフィラメントを使い、最も適したフィラメント形状を見つけることができた。量産化に向けた改良点として、フィラメントを長くしてたわみをなくす為の治具（アンカー等で保持する構造）を開発する必要がある。

② メタン濃度による供給量依存性

メタン濃度以外の条件を一定とし、水素・メタン・トリメチルボロン混合ガス中のメタン濃度を変化させてダイヤモンド成膜を行った。図 3-6 のタングステンではメタン濃度が低いとき、粒子が $1\mu\text{m}$ 以下と細くなり、図 3-7 のメタン濃度が高いときは $2\sim 3\mu\text{m}$ と大きくなった。図 3-8 のベリリウム銅ではメタン濃度が低いとき、ダイヤモンドが成膜せず、図 3-9 のメタン濃度が高いときは $3\mu\text{m}$ 程度と大きくなった。

今回のトリメチルボロンを付加した条件では、ダイヤモンドの核生成速度はメタン濃度が高いほど核生成密度、成長速度が大きくなった。

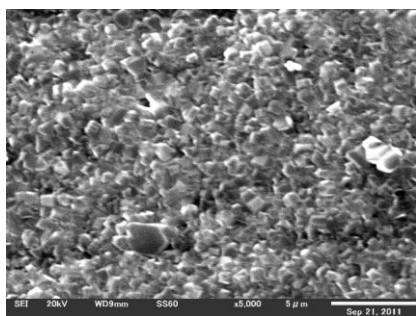


図 3-6 タングステン メタン濃度 低

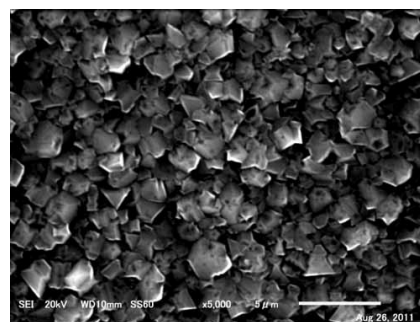


図 3-7 タングステン メタン濃度 高

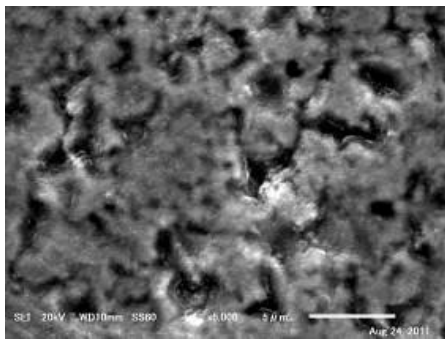


図 3-8 ベリリウム銅 メタン濃度 低

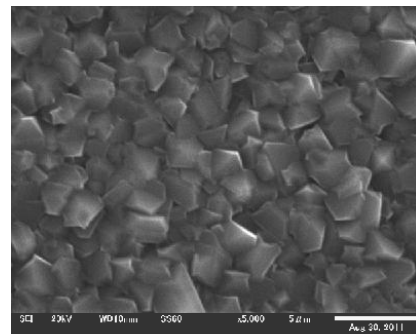


図 3-9 ベリリウム銅 メタン濃度 高

③ ガス圧力と電力の依存性

(1) ガス圧力(Torr)

ガス圧力以外の条件を一定とし、混合ガスの圧力を変化させてダイヤモンド成膜を行った。ベリリウム銅接触子の場合ではガス圧力が低い場合とガス圧力が高いで比較すると、図 3-10 の低い場合ではダイヤモンド粒子が均一では無く、図 3-11 の高い場合ではダイヤモンド粒子が均一に成膜できていた。今回のベリリウム銅では外観上特に違いは見つからなかったが、電気特性上の検討はまだ行っていないため、今後研究する必要がある。

(2) 電力(W)

電力以外の条件を一定とし、混合ガス中のメタン濃度を変化させてダイヤモンド成膜を行った。図 3-12 のベリリウム銅接触子の場合では低い電力のとき、ダイヤモンド粒子が一部存在した。図 3-13 の高い電力のときはダイヤモンド粒子が $3\mu\text{m}$ 程度あり、明らかな違いがあった。

ダイヤモンド膜を基板全面に均一に成膜することのできる条件を見出すことが出来た。今後は、粒子形状や粒子径に関わらず平滑にできる条件を探すことを検討していきたい。

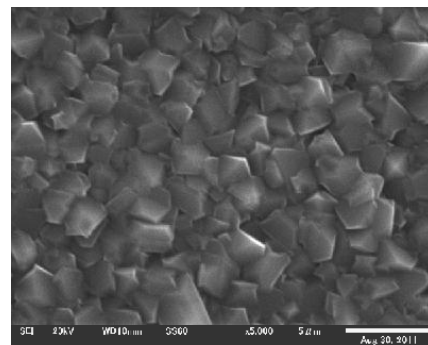
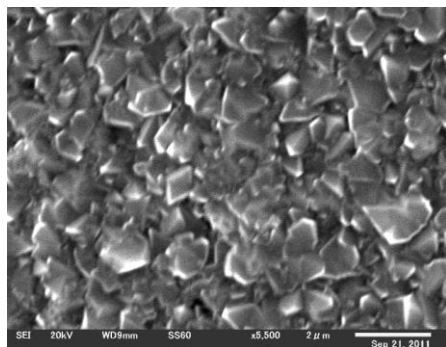


図 3-10 ベリリウム銅 ガス圧が低い場合 図 3-11 ベリリウム銅 ガス圧力が高い場合

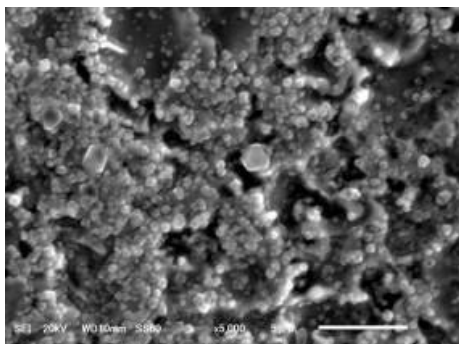


図 3-12 ベリリウム銅 低い電力

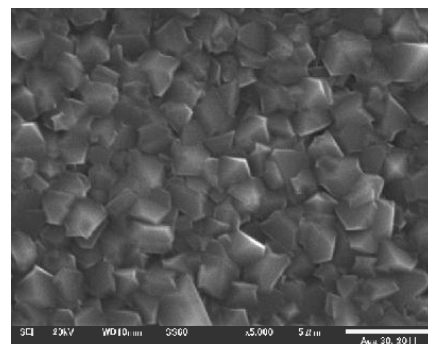


図 3-13 ベリリウム銅 高い電力

④材料違いによる比較

図 3-14 にタングステンの場合の走査型電子顕微鏡装置画像を示す。実験によりタングステンは他の材料と比較するとダイヤモンドが成膜できるメタン領域が広い事が分かった。また、ベリリウム銅のように煤状のものがほとんど堆積しない。

図 3-15 にベリリウム銅の場合の走査型電子顕微鏡装置画像を示す。ベリリウム銅はLコンタクト隣接部に煤状のものが堆積し、取り出した際に隣と結合して分解できない状態となった。また、煤状となった部分にはメッキが密着しにくいことが分かった。

図 3-16 に走査型電子顕微鏡装置画像を示す。タングステン、ベリリウム銅、炭素鋼 (SK5) ともにメタン濃度が高いとき、ダイヤモンドが成膜できる最適条件となった。

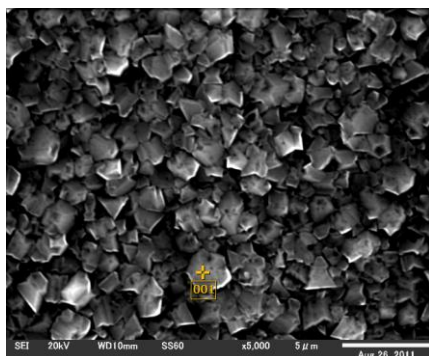


図 3-14 タングステン

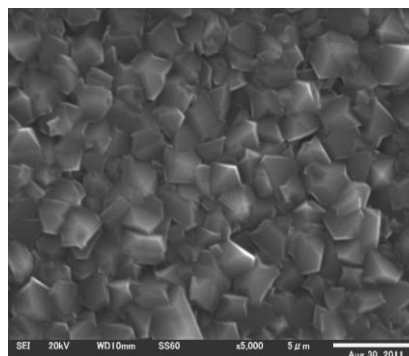


図 3-15 ベリリウム銅

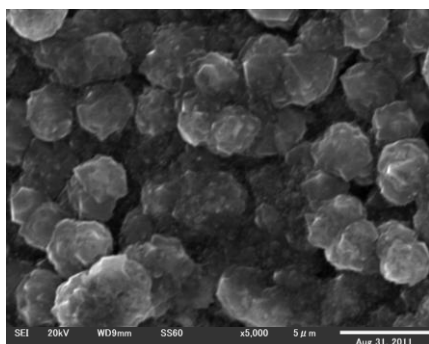


図 3-16 炭素鋼

3-3-5 参考文献

- 1) S. Matsumoto, Y. Sato, M. Tsutsumi and N. Setaka, J. Mater. Sci., 17, 3106, (1982)
- 2) A. M. Bonnot, Phys. Rev., B41, 6040, (1990)
- 3) Tomoaki SASAKI and Katsumitsu NAKAMURA., 138, (2001)

3-4 試料ホルダーの設計

3-4-1 プロジェクト全体における本研究の位置付け

本研究において、1回の成膜プロセスにおける接触子の生成個数はそのまま価格にも影響するため、重要な要素を占める。大量かつ均一に生成出来る試料ホルダーが必要不可欠である。

3-4-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

CVD装置に適した構造となるよう、試料ホルダーを設計・製作し、成膜後の接触子の状態にばらつきが発生しないように最適化を図る。

3-4-3 試料ホルダーの設計と検討

・ 試料ホルダー形状

大量の接触子にダイヤモンドを一度に成膜できる構造の治具ホルダーを作成した。接触子をセットできる部分が3ブロック有り、1ブロックに接触子を50本程度セットできる。1つの試料ホルダーで試料を150本セットすることが可能である。

・ 試料ホルダー①

接触子の先端だけに成膜をするために、図3-17のような試料ホルダーを作製し、成膜を試みた。ダイヤモンド成膜した走査型電子顕微鏡装置画像を図3-18に示す。しかし、この状態では、先端部だけでなくガスが回り込み先端部周辺がすべに成膜されてしまう。理想的には先端部のみに成膜できないと、周りに煤状のものが堆積してしまい、接触子の低抵抗化への妨げとなってしまふ。

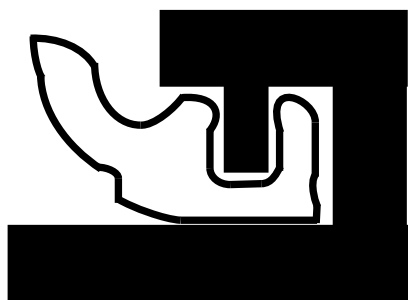


図 3-17 試料ホルダー①

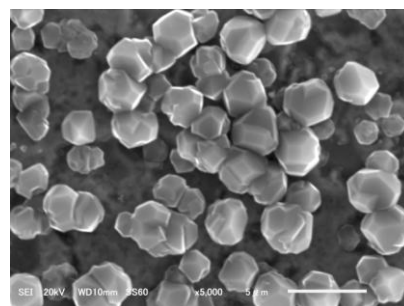


図 3-18 走査型電子顕微鏡装置画像

・ 試料ホルダー②

次に、接触子を囲ってしまい、先端部のみを露出させ選択成膜させるように試料ホルダーを製作しなおして実験を行った。試料ホルダー②の概略図を図3-19に示す。ダイヤモンド成膜した走査型電子顕微鏡装置画像を図3-20に示す。

図3-19のような形状にすることで、接触子の先端部だけを成膜できるようになったが、先端部のわずかな隙間からガスが入ってしまい、下部に溜まり側面が煤状のものが堆積してしまう現象が見られた。

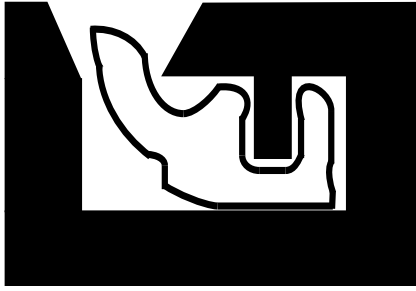


図 3-19 試料ホルダー②

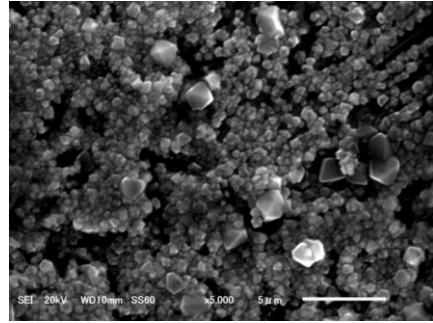


図 3-20 走査型電子顕微鏡装置画像

- ・ 試料ホルダー③

試料ホルダー②の改良点を元に、流れ込んだガスを逃がすための隙間を試料ホルダー下部に設けた。試料ホルダー③として図 3-21 に示す。ダイヤモンド成膜した走査型電子顕微鏡装置画像を図 3-22 に示す。試料ホルダー③にて成膜を試みた所、接触子先端の部分のみにダイヤモンドの成膜が確認でき、試料を密着させた状態でダイヤモンドを成膜させると、側面に煤状のものが堆積する現象が見られたが L kontakte の間隔を広げることでも煤状のものが堆積する事を防ぐことが出来た。但し側面にもダイヤモンドが成膜してしまう事と数量が 1 ブロックに 10-20 本程度しかダイヤモンドを成膜できない。改善するためには試料ホルダーの改良とガス条件の最適値を見直す必要がある。

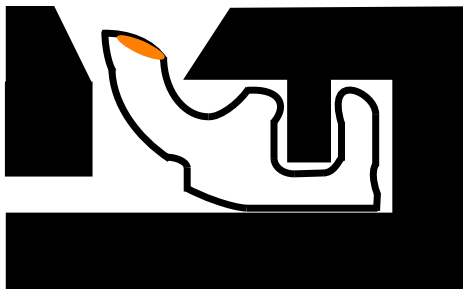


図 3-21 試料ホルダー③

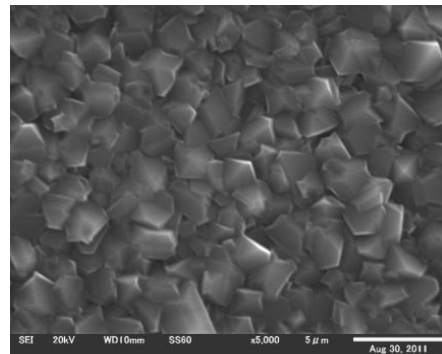


図 3-22 走査型電子顕微鏡装置画像

4 章 本論 (3)

4-1 導電性ダイヤモンド接触子の耐久評価試験

低電流通電試験と高電流通電試験では、通電と抵抗測定を行う試験設備を使用し、デバイス通電電流を想定して電流を通電し、指定回数毎に接触抵抗値を取得しながら接触耐久試験を実施し、導電性ダイヤモンド薄膜の耐久性の向上を図る。

4-2 金メッキ剥離の検討

全体を金メッキしたLコンタクトのデバイス側接触面のみ金めっきを乾式法により剥離して、ダイヤモンド薄膜を被覆する方法を検討する。

4-2-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

本研究開発において、デバイス接触面側のみ金めっきを剥離してダイヤモンド薄膜の部分を残すことが出来ること。また、金メッキ剥離の再現性があること。

4-2-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

①高度化目標

Lコンタクト全体を金メッキし、その後デバイス接触面側のみ金メッキを剥離して、ダイヤモンド薄膜を成膜する。

②技術的目標値

金メッキの剥離手法として乾式法を検討し、接触子デバイス接触面のみを剥離し、接触子の側面や裏面の金メッキの品質に影響を与えない剥離技術を確立する。

4-2-3 研究方法、条件及び装置

導電性ダイヤモンドを成膜したベリリウム銅のLコンタクトの全面にニッケル+金メッキを行う。イオンシャワー装置でLコンタクトの先端部分のデバイス側接触面の金メッキを剥離し導電性ダイヤモンド薄膜を露出させる。

メッキの剥離はイオンシャワー装置(図 4-5)を使用し剥離時間を制御し精度よく目的の部分のメッキの剥離が出来る条件を把握する。

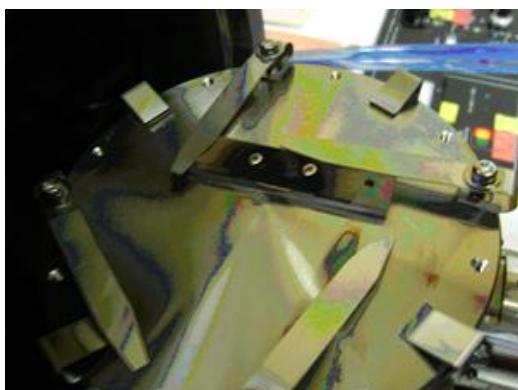


図 4-1 メッキ剥離治具

イオン銃	ECR 型イオン銃
オン化ガス	Ar 不活性イオン種用ガス
加速電圧	2000V
イオン流密度	Ar:0.9mA/cm ²
イオンビーム有効径	φ 20mm (FWHM35mm)
イオン流安定度	±3%/2H
最大試料寸法	φ 4 インチ

表 4-1 イオンシャワー装置仕様

4-2-4 研究結果と研究成果

ダイヤモンド層まで剥離した走査型電子顕微鏡写真を図 4-2、拡大写真を図 4-3 に示す。このサンプルのラマンスペクトルを図 4-4 に示す。剥離時間 8 分から 25 分までの間ではニッケル (Ni) 層が残っており、30 分ではダイヤモンドが現れ始め、35 分でニッケル (Ni) 層が完全に無くなり、ダイヤモンド層が現れた。品質に変化無く再現できることが確認出来た。

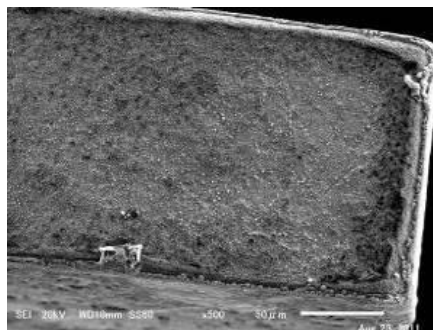


図 4-2 No. 7 35 分

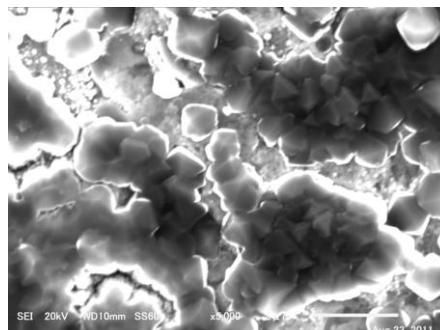


図 4-3 No. 7 35 分 拡大図

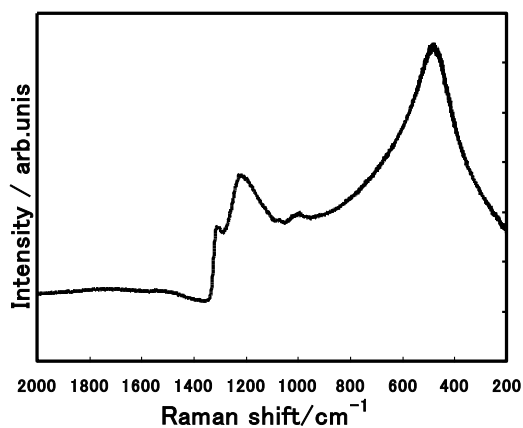


図 4-4 No. 7 35 分 ラマンスペクトル

4-2-5 装置全景



図 4-5 イオンシャワー装置

4-3 耐久試験

4-3-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

導電性ダイヤモンド薄膜を被覆した試料について、高電流を通電し特性に変化がおきないことを確認したのち、耐久試験を実施しその効果を確認する。

実際の半導体検査を想定し、通電しながら繰り返し接触させる耐久試験を行う。通電しながらの耐久試験を行う設備を導入し実際に通電される電流にて耐久試験を行うことで実際の半導体検査時に発生する問題を開発段階で突き止め、導電性ダイヤモンド薄膜の耐久性の向上を図る。通電能力は導電性ダイヤモンド薄膜の低抵抗化が大きく影響する。低抵抗化のために成膜条件を変更すると薄膜の性質が異なるものになるため耐久性にも影響する。低電流耐久試験装置にて、条件を変えて成膜した導電性ダイヤモンド薄膜の異物の付着抑制効果や薄膜の状態を早期に判断し次の条件変更に生かす。高電流耐久試験装置では、接触子の通電能力と高電流時の耐久能力を確認する。

4-3-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

接触子の耐久性は、以下を目標とする。

- ・接触子 1 接点あたりの通電能力：最大値 DC50A 以上、パルス通電 200A 以上
- ・通電時の耐久性：1000 回以上
- ・通電なしの耐久性：100 万回以上

4-3-3 研究方法、条件及び装置

低電流耐久試験

標準製品の L コンタクトと、導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した L コンタクトサンプルにて接触動作を繰り返し実施し接触抵抗値の変化で耐久性の傾向を確認する。1000 回毎にはんだプレートに接触させる位置を移動させる。ラマンスペクトルを耐久試験前後で測定し比較する。サンプルを CVD 装置で 4 種類合成し、Sample1-4 とした。

高電流耐久試験

導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した L コンタクトサンプルの接触抵抗値が 50mΩ 以下に達し、低電流耐久試験で耐久性を確認した後高電流を通電して耐久試験を実施する。接触動作を繰り返し実施し接触抵抗値の変化で耐久性の傾向を確認する。ラマンスペクトルを耐久試験前後で測定し比較する。

4-3-4 研究結果と研究成果

低電流耐久試験の結果を図 4-6 に示す。sample1 及び sample3 は製品として使用することを想定し外周を金メッキし先端の金メッキを剥離させたものである。

ベリリウム銅に成膜した Sample1 においては耐久試験の初期状態では接触抵抗値は 15mΩ 前後と低い値を示していたが、1000 回以降で一旦接触抵抗値が 2Ω 前後となってしまうがその後安定した挙動を示している。ラマンスペクトルの確認結果(図 4-7)でダイヤモンドのピークが消失していることが確認されたことから導電性ダイヤモンド薄膜が剥離し素材であるベリリウム銅が露出していると考えられる。成膜時に周囲に発生する煤状物質、もしくは金メッキの剥離条件に問題がある可能性がある。ベリリウム銅への導電性ダイヤモンド薄膜の成膜はやっと可能となってきた状態であり、今後成膜条件を詳細に渡り検証して行く必要がある。

タングステンに成膜した Sample3 は初期の接触抵抗値は 70mΩ から 90mΩ と高い値である。200 00 回までの接触抵抗値の変動する挙動を見てみると半田プレートへの接触位置を動かすタイミングで接触抵抗値が初期の値に戻っていることが判る。半田プレートの同じポイントに 1000 回

の接触を繰り返すことにより半田プレートの接触面が磨耗することで抵抗値が上昇しており、半田プレートの新たな面に接触させた場合には初期抵抗値に戻っている。したがって導電性ダイヤモンド薄膜自体は変化していないと考えられる。実際のテストにおいては毎回デバイスが交換されることになるため半田プレートの新たな面に接触させた場合と同じ状態になると考えられる。

高電流耐久試験に関しては、導電性ダイヤモンド薄膜の抵抗値が $70\text{m}\sim 80\text{m}\Omega$ と高く実用レベルに達しておらず、並列に配列して試験を実施することも検討したが、通電による発熱がダイヤモンド膜に損傷を与え接触子が早期に破壊されることが懸念されるため接触抵抗値が $50\text{m}\Omega$ 以下となるまで保留することとした。

導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した接触子の接触抵抗値は安定した挙動を示す。但し実用化のためには接触抵抗値を低くする必要がある。成膜条件を確立させサンプルを多く作る必要がある。

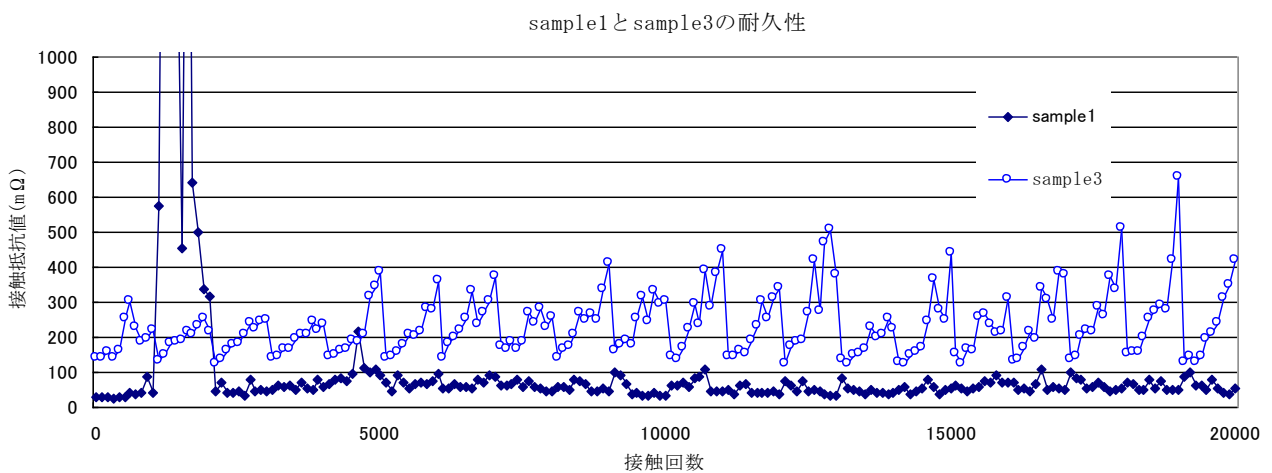


図 4-6 耐久試験結果

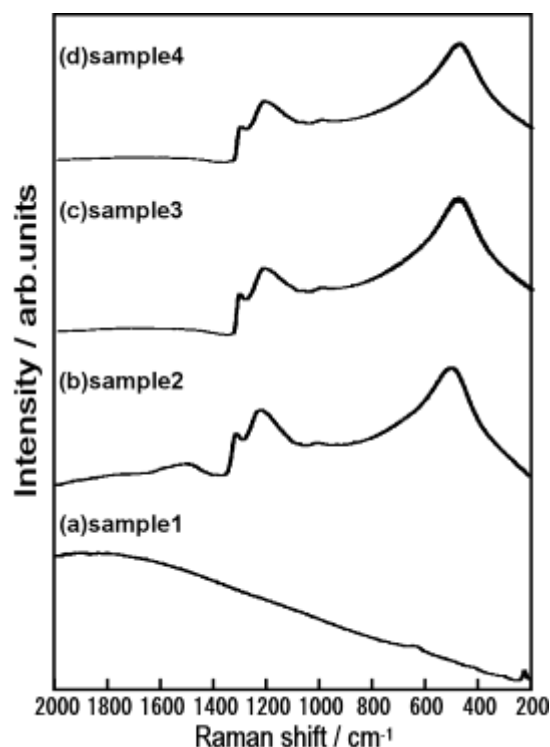


図 4-7 耐久試験後の各試料のラマンスペクトル

・4-3-5 装置全景



図 4-8 低電流耐久試験装置



図 4-9 ラマン分光測定装置

4-4 耐久試験前後の試験片評価

4-4-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

耐久試験前後の試験片について、電氣的、表面観察・分析を行い試験前の物性を正確に評価する。その結果を分析して物性変化を評価し、成膜条件の改善につなげる。

4-4-2 研究開発の目標値

耐久試験前後で導電性ダイヤモンド薄膜上に異物の付着が起きないことを確認する。

4-4-3 研究方法、条件及び装置

4-3 項で耐久試験を行った試験片に関して表面状態を走査型電子顕微鏡にて確認し、その表面上の物質をEDXにて確認する。測定したサンプルをSample1-4と示す。

4-4-4 研究結果と研究成果

耐久試験前後の sample1 の走査型電子顕微鏡画像を図 4-10、図 4-11 に示す。EDX を図 4-12、4-13 に示す。耐久試験前後の sample2 の走査型電子顕微鏡画像を図 4-14、図 4-15 に示す。EDX を図 4-16、4-17 に示す。sample1、sample2 はスズ (Sn) 成分が析出しており、L コンタクト先端部分に半田が転写していると考えられる。又銅 (Cu) が多く検出されていることから導電性ダイヤモンド薄膜が剥離していると考えられる。2 万回の時点での耐久性は無いと判断する。

耐久試験前後の sample3 の走査型電子顕微鏡画像を図 4-18、図 4-19 に示す。EDX を図 4-20、4-21 に示す。耐久試験前後の sample4 の走査型電子顕微鏡画像を図 4-22、図 4-23 に示す。EDX を図 4-24、4-25 に示す。sample3、sample4 はダイヤモンドの薄膜が形状を保持している状態で残っており、EDX でもスズ (Sn) 成分は析出していない事から、耐久性はあると判断する。

耐久試験後の確認ではタングステンではダイヤモンドの剥がれは無く、ダイヤモンド薄膜は母材との密着強度は高いことが分かった。ダイヤモンド薄膜の形状が $1\mu\text{m}$ 以上の結晶体が少なくなっているが形状を維持していることが確認できた。ベリリウム銅においても同レベルで合成することが出来れば、半田付着に効果があるものと推測する。

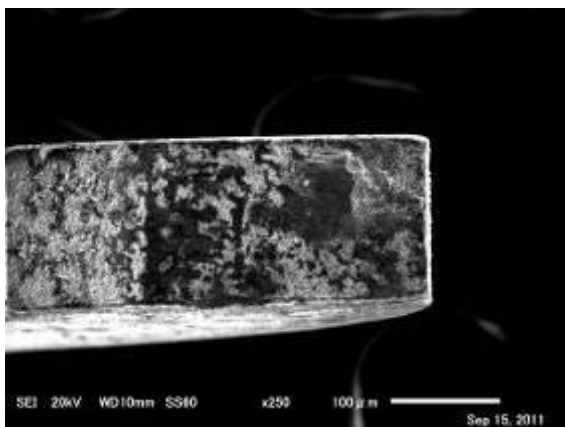


図 4-10 sample1(耐久試験後)

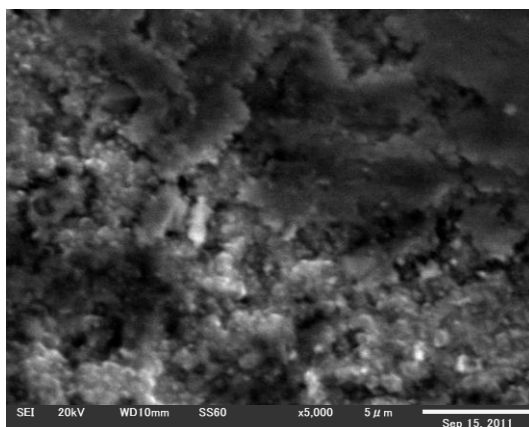


図 4-11 sample1(耐久試験後)

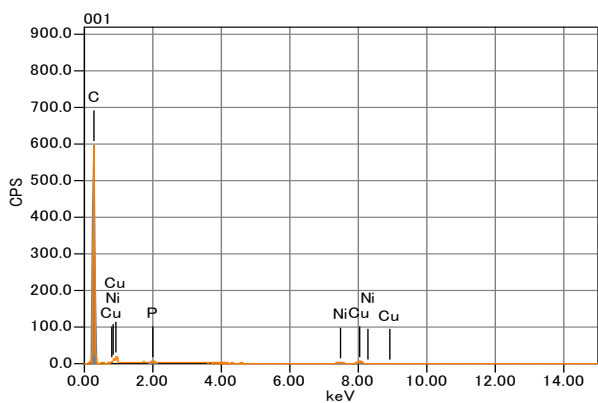


図 4-12 sample1(耐久試験前)

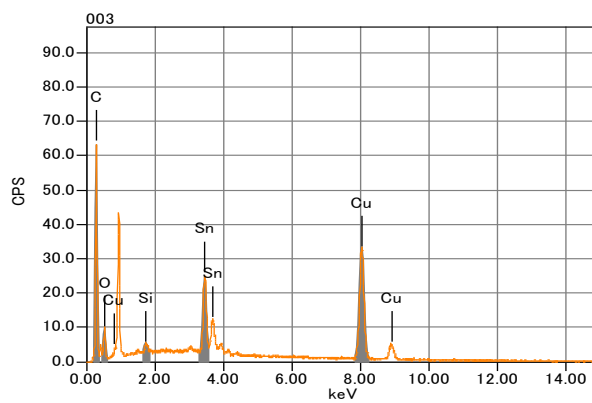


図 4-13 sample1(耐久試験後)

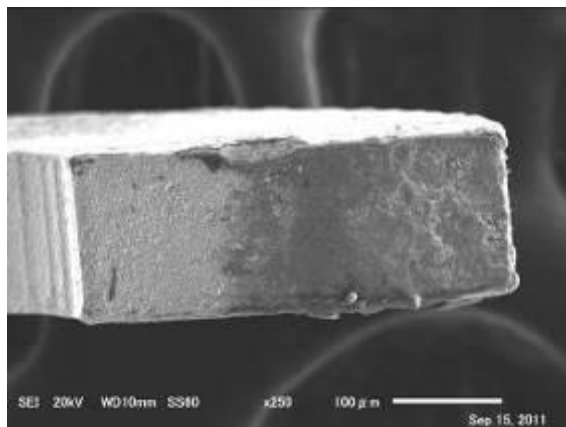


図 4-14 sample2(耐久試験後)

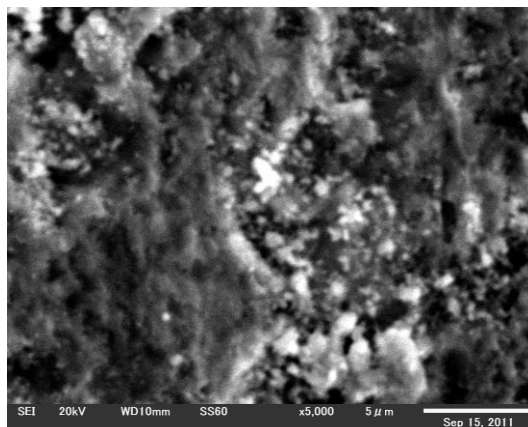


図 4-15 sample2(耐久試験後)

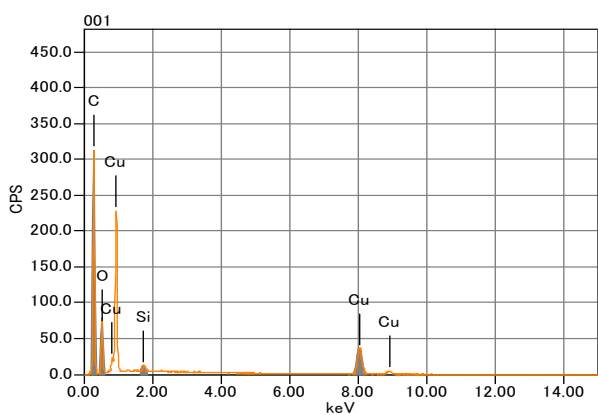


図 4-16 sample2(耐久試験前)

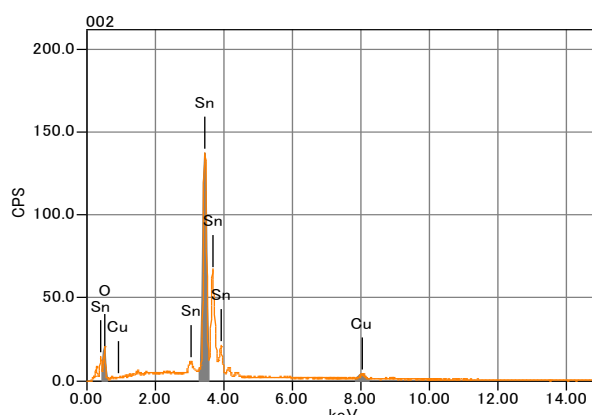


図 4-17 sample2(耐久試験後)

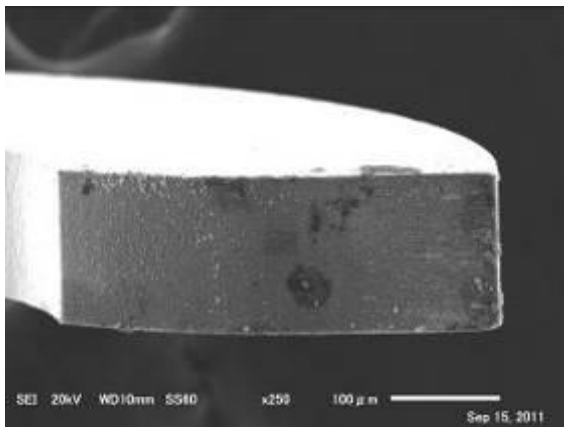


図 4-18 sample3(耐久試験後)

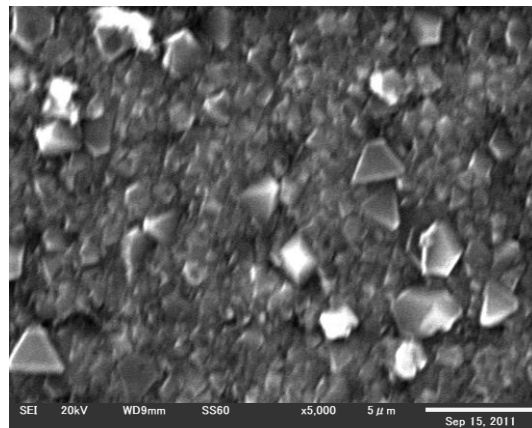


図 4-19 sample3(耐久試験後)

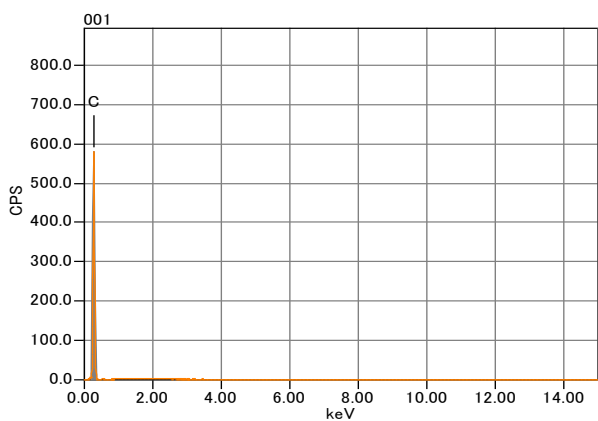


図 4-20 sample3(耐久試験前)

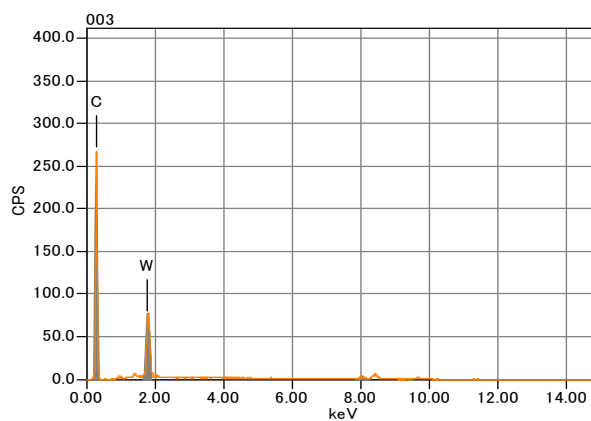


図 4-21 sample3(耐久試験後)

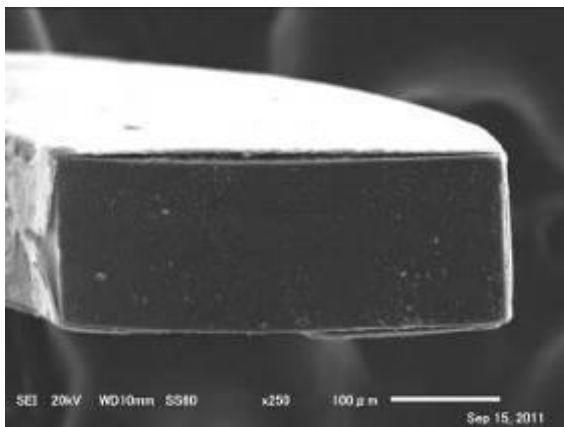


図 4-22 sample4(耐久試験後)

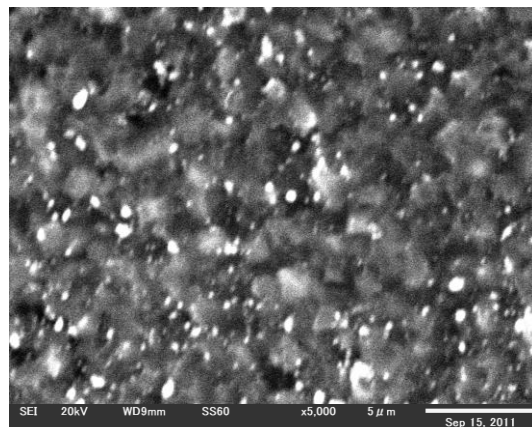


図 4-23 sample4(耐久試験後)

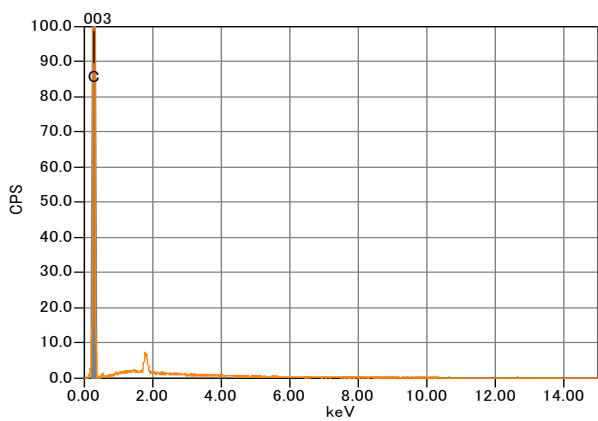


図 4-24 sample4(耐久試験前)

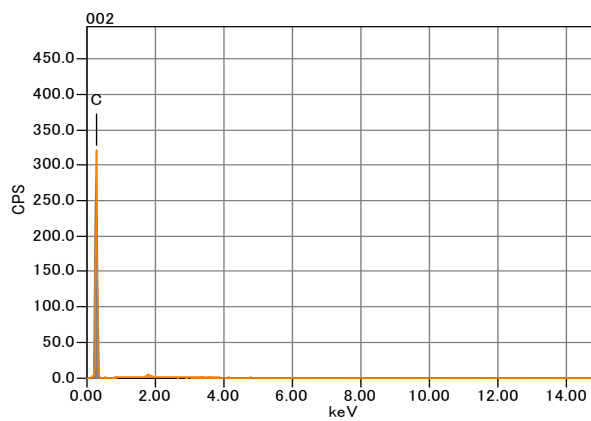


図 4-25 sample4(耐久試験後)

4-4-5 裝置全景



圖 4-26 走查型電子顯微鏡裝置

4-5 通電能力の確認

4-5-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

導電性ダイヤモンド薄膜を被覆した試料について、高電流を通電し特性に変化がおきないことを確認し基礎データの取得を行い、耐久試験を実施しその効果を確認する。

4-5-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

①高度化目標

通電しながらの耐久試験を行う設備を導入し実際に製品と同じ条件の電圧や電流にて耐久試験を行うことで実際の半導体検査時に発生する問題を開発段階で突き止め、導電性ダイヤモンド薄膜の耐久性の向上を図る。また接触子の接触抵抗値と通電による発熱の関係を明らかにし、その結果を基に接触子構造と導電性ダイヤモンド薄膜の成膜条件を最適化する。

②技術的目標値

接触子の耐久性は、以下を目標とする。

- ・接触子 1 接点あたりの通電能力：最大値 DC50A 以上、パルス通電 200A 以上
- ・通電時の耐久性：1000 回以上

4-5-3 研究方法、条件及び装置

接触対象は専用電極を使用する。デバイス側は銅ブロックに金メッキを行ったものと、半田メッキ (Sn-Ag-Cu) を行ったものに接触させ、接触子の発熱温度を測定する。

半田メッキに接触させた場合は電流設定可変毎に接触子の接触面に半田溶解痕がないかを確認する。

4-5-4 研究結果と研究成果

基礎データとして通常金メッキ品である弊社の接触子 (L コンタクト) の DC 通電能力を常温にて確認した。保持ハウジングに 10 本の接触子を配置し通電を行った。図 4-27 に DC 通電-発熱温度グラフを示す。テスト接触子は本体の温度上昇値は 15A 時点で約 125℃の温度上昇をしめした。しかしながらはんだの溶解は約 1/2 の電流で発生し始めることが確認された。接触対象を変え通電実力値を検証する必要がある。この結果は接触抵抗値が十分に低い状態である場合の結果であり、実際の使用時においては付着物の酸化などの影響で高抵抗となってしまうために接触面ははるかに高い温度になってしまうことが予想される。接触抵抗値が高い接触子で実証試験をする必要がある。

パルス通電に関しては電流値を 50A に設定し実験を行ったが、パルス幅が短く熱エネルギーの蓄積がほとんど起きないため温度の上昇を確認することが出来なかった。実験方法を再検討する必要がある。

現時点での導電性ダイヤモンド薄膜を成膜したサンプルの接触抵抗値は高く、低い電流値で発熱し半田を溶解させてしまうため実用できるレベルには達していない。このため通電実験は行うことが出来なかった。

導入した装置で接触子の通電能力を検証することが可能となった。本研究ではダイヤモンドの物の付着を抑制する効果で溶解した半田が接触子表面に転写せず接触抵抗値は安定することを証明しなければならない。ダイヤモンドは約 600℃付近からその物性が変わりその特性を保てなくなるが、通電による発熱温度がそれ以下となる接触抵抗値を実現することが必要である。

DC通電による接触子の発熱温度

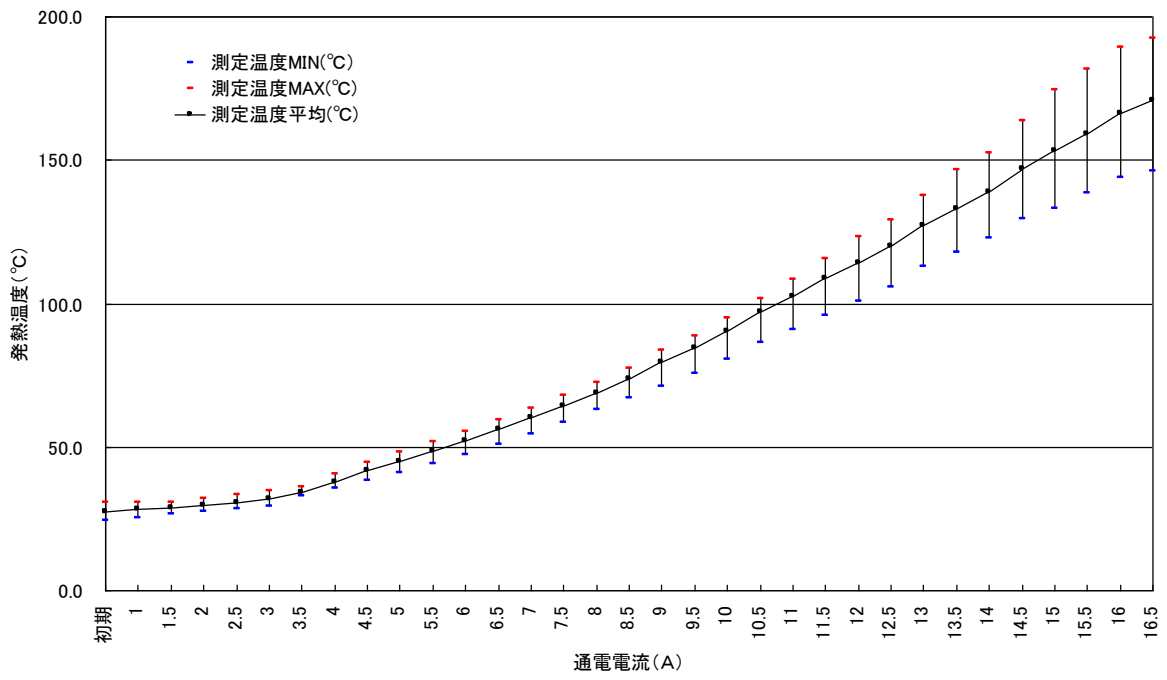


図 4-27 DC 通電時の接触子の発熱温度

4-5-5 装置全景



図 4-28 高電流耐久試験装置

5章 本論（4）

5-1 量産化の検討

測定対象となるデバイスはさまざまなパッケージ形状がある。その端子形状やの端子部表面処理に関してもさまざまな種類のメッキが採用されている。接触子はこれらの端子形状や、メッキの種類に対応させるために構造や接触面の形状を対象に合わせて最適化する必要がある。その構造にあわせて導電性ダイヤモンド薄膜を被膜する手法を検討する。

5-2 接触面形状の検討

対象となるデバイスの接触面の表面処理は金（Au）、アルミ（Al）、鉛フリー対応はんだ（Sn、SnAgCu、SnBi、Pr、Rh）などがあり、それぞれの表面処理に対して最も適切な接触面の形状を検討する。

5-2-1 プロジェクト全体における本研究の位置づけ

多様化するデバイスのメッキに対応させるための研究を行い導電性ダイヤモンド薄膜の応用性を広げる。

5-2-2 研究開発の目標及び技術的目標値

接触の安定性を得るためには、対象によって形状を変える必要がある。その形状を確定し、その有効性を検証する。目標値として一般的な形状の接触子と比較し耐久寿命を1.5倍から2倍にする。

5-2-3 研究方法、条件及び装置

金メッキなど貴金属系の酸化がおきにくいメッキでは接触面を大きくとることができる。接触子の先端形状を面状にしたものに4項までの研究で得られた条件で導電性ダイヤモンド薄膜を成膜し、耐久試験を実施しその効果を確認する。

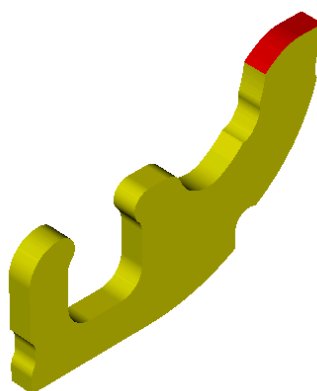


図 5-1 接触子（Lコンタクト）外観

鉛フリー半田のような酸化がおきやすいメッキに対応させるためには接触対象に食い込ませる必要がある。先端を鋭利に加工しその先端に4項までの研究で得られた条件で導電性ダイヤモンド薄膜を成膜し耐久試験を実施してその効果を確認する。

5-2-4 研究結果と研究成果

弊社の持つベリリウム銅Lコンタクトにて通常の形状のものと先端を鋭利な物を製作し機械的な耐久性を確認した。このときの接触対象は鉛フリー半田めっき板を使用した。

通常の形状のLコンタクトは試験回数 1000 回前後で異物付着が発生し 10 万回時点では先端に黒色の異物が付着している。先端形状を鋭利に加工したLコンタクトも同じく試験回数 1000 回前後で異物付着が始まるが 10 万回時点では異物付着があるが付着物が剥離したような痕跡が確認される。接触時の動作時に付着した異物が剥離していると考えられる。導電性ダイヤモンド薄膜の異物の付着を抑制する効果との相乗効果があると考ええる。

本研究ではこの2つの形状のLコンタクトに導電性ダイヤモンド薄膜を成膜し耐久試験を実施する必要がある。しかしながら、現時点では導入したCVD装置での導電性ダイヤモンド薄膜実験はタングステンのLコンタクトに成膜が可能になった状況である。ベリリウム銅にも成膜が可能になった状態ではあるが、その品質は不安定であり接触抵抗値を下げる事が出来ていない。成膜条件を変えるとその品質・特性も変化する。成膜したサンプルの耐久試験後の異物の付着状態を確認した。

タングステンのLコンタクトとベリリウム銅のLコンタクトに関してメッキ処理を行わず、素材の状態ですべて導電性ダイヤモンドを成膜し2万回後の接触子先端を確認した。その結果外観上は両者とも異物の付着はほとんど確認できなかった。両者の成膜条件は異なるが、今回の実験で現在の成膜条件においては導電性ダイヤモンド薄膜の異物の付着を抑制する効果に差はないといえる。耐久試験後の先端画像を図5-2、図5-3に示す。

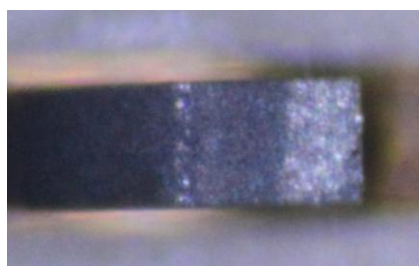


図 5-2 タングステン

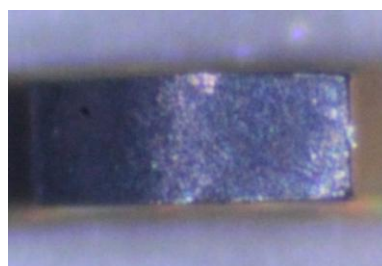


図 5-3 ベリリウム銅

今後の研究として、先端を鋭利な形状としたLコンタクトを製作し耐久試験を行う。

ベリリウム銅のLコンタクトは、実験機にて製作したサンプルと同じレベルの接触抵抗値が得られた後に、改めて検証作業を実施する。

5-3 バネ性を必要とする接触子への対応検討

CVD 熱フィラメント法によるダイヤモンドの成膜時、試料は約 800°Cの高温化にさらされる。素材によっては物性が変化し硬度を低下させてしまう場合がある。硬度の低下は接触子の耐久性に影響を及ぼす。加熱した金属の組織変化を明らかにしておく必要がある。又板バネなどのバネ性を必要とする接触子の場合、熱による応力低下が発生しバネ性が確保できなくなるため対応策を検討しておく必要がある。

5-3-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

バネ性を必要とする接触子に導電性ダイヤモンド薄膜を成膜するための改良点を模索する。

5-3-2 研究開発の目標

加熱・冷却を実施した金属の熱衝撃、金属の組織変化を検証し得られた結果を元に装置の改良法を検討する。接触部分とバネ部分を分離させた接触子構造を検討する。

5-3-3 研究方法、条件及び装置

接触子に使用するベリリウム銅の平板とタングステンの平板に導電性ダイヤモンド薄膜を成膜する。成膜する条件として熱源となるフィラメントの距離を変化させることでその表面温度を変化させ、その硬度の差を測定する。硬度はビッカース硬度計（明石製作所製 MVK-D）を用いてダイヤモンドを成膜した裏面に負荷をかけて測定する。

5-3-4 研究結果と研究成果

ベリリウム銅は融点が 1084°Cと低い。試料全般に硬度が低下することが確認された。導電性ダイヤモンド薄膜を成膜した試料で最も低下した試料は No 4 で、平板とフィラメント間距離も最も短く 4mm であった。結果を図 5-4 に示す。硬度はダイヤモンドを成膜していない試料 HV=209 に対して、最も低かった No 4 で HV=128 と約 39%低下した。中間層に白金膜が有る試料は若干上昇しているが、この中間層の膜厚は非常に薄い事が考えられるため、膜厚を厚くすることを今後検討する必要がある。また、硬度低下の原因を把握するため、金属組織等の検討が必要と考えられる。

融点の高いタングステンについても同様な方法で硬度を測定した。その結果を図 5-5 に示す。タングステンは融点 3380°Cと非常に高いため、ダイヤモンド薄膜を成膜していない試料 HV=581 に対して HV=531、HV=571 と 2~8%の低下であった。

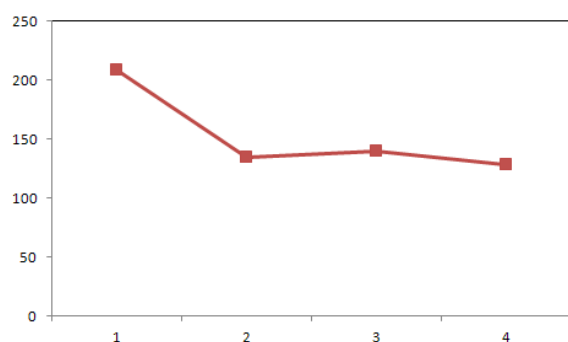


図 5-4 ベリリウム銅基板のビッカース硬度
荷重：200g

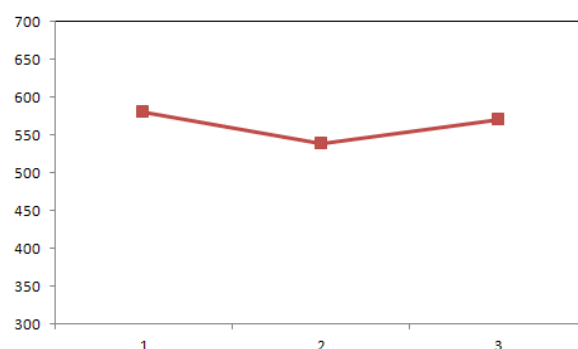


図 5-5 タングステン基板のビッカース硬度
荷重：1Kg

以上の結果からベリリウム銅は導電性ダイヤモンドを成膜するときの熱で硬度が約 40%低下することがわかった。L コンタクトのように面でこするタイプの接触子は硬度低下の影響は比較的少ないが、突き刺すタイプの接触子においては母材のつぶれを誘発し、導電性薄膜が剥離する可能性がある。製品化においては中間層の挿入による熱衝撃の緩和、フィラメント-基板間距離を長くする等の成膜条件を検討するとともに、低温化で導電性ダイヤモンド薄膜を成膜する条件を見出すか、成膜する表面以外を冷却する機構を検討する必要がある。

タングステンの場合は硬度の変化は僅かであり、製品化に問題はないと思われる。

CVD 装置によりダイヤモンド成膜時の熱でベリリウム銅の応力が低下する事が接触子のバネ性に悪影響を与えるため、バネ性が変化しない接触子の開発を現在行っている。接触部とバネ部を分離した構造とすることで熱による応力低下に対応する方式を考案し対対応することとした。

5-3-5 装置全景



図 5-6 ビッカース硬度計

5-4 接触子ハウジングの検討

一般的な半導体の環境試験では $-40^{\circ}\text{C}\sim+150^{\circ}\text{C}$ の温度サイクル試験が実施される。したがって 150°C の温度環境に通電による自己発熱温度を考慮し材料を選定する必要がある。

5-4-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

接触子は電流を通電すると接触抵抗の影響を受けて自己発熱する。パワー半導体の場合、電流値は数百アンペアまで通電する必要があるため、接触子を保持するハウジングは通電による自己発熱、試験環境温度に耐えうる材料を使用する必要がある。

5-4-2 研究開発の目標及び技術的目標値

接触子を保持するハウジングは樹脂材料（エンジニアリングプラスチック）を用いる。樹脂材料は切削材料と、成型材料がある。ここでは量産化を見据えて成型材料を検討する。

一般的な半導体の環境試験では $-40^{\circ}\text{C}\sim+150^{\circ}\text{C}$ の温度サイクル試験が実施される。したがって 150°C の温度環境に通電による自己発熱温度を考慮し材料を選定する必要がある。接触子の発熱は導体抵抗と通電時間に依存する。複数の接触子をコンタクトさせる方式をとる。接触子1本に流す電流を最大100Aと仮定し、弊社の代表的な接触子形状にて接触を繰り返した後の接触抵抗値を $15\text{m}\Omega$ 、通電時間最大10msec、放熱なしという条件で接触子の発熱温度を求めると100Aの電流を10mS通電すると約 125°C の温度上昇が発生する。実際の使用における安全マージンを考慮し1本あたりの電流を1/2の50Aとすると約 60°C の温度上昇となる。ここでは試験環境温度 150°C に 60°C 加えた 210°C 以上の耐熱性を持つことを目標とする。

5-4-3 研究方法

製品化のためには耐熱温度が十分に高いことと、成形性と寸法の安定性を重視する必要がある。弊社の持つ金型にて選択した樹脂材料の成型テストを実施する。

- 成型テストを行い成形性と寸法の安定性を確認する。
- 成型後のサンプルは $-40^{\circ}\text{C}\sim+150^{\circ}\text{C}$ の温度サイクル試験を実施し変化を確認する。
- 温度サイクル試験時にストレスを加えて寸法安定性を確認する。

5-4-4 研究結果と研究成果

成型テストの結果、PPS樹脂にて一定の成果が得られた。ソケットを製作して基板に実装し実際のテスト環境を再現する方法を用い、温度サイクル試験（ $-40^{\circ}\text{C}\sim+150^{\circ}\text{C}$ ）を10サイクル実施した。

一般的なソケットでは構造上蓋をロックする機構があるが、この部分の寸法を測定した結果ロック機構の中央部で、温度サイクル前後で $150\mu\text{m}$ ほどの変形が確認された。変形を抑えるためには樹脂材料のガラス繊維量を増加する必要があるが、安定した成型が出来なくなる。したがって構造上負荷の加わる部分には金属材料にて補強を加える必要があることが確認された。以上の結果を踏まえてハウジング設計を行うこととした。

5-5 ダイヤ粒子の制御

導電性ダイヤモンド薄膜は2-4項でも述べているとおり異物の付着を抑制する特性を持つ。その表面はダイヤモンドの粒子が密に分布した状態である。接触子の接触動作は接触の安定性を確保するために、デバイスの端子表面に突き刺す効果で接触の安定性を得るタイプと、デバイスの端子表面に対しこすり付ける動作をさせるタイプがある。突き刺す場合は、その突き刺す深さが接触安定性に影響する。したがって粒子径を大きくする必要がある。こすり付けるタイプの場合接触対象のメッキの種類によってはダイヤモンドの粒子間の凹部分にこする動作で剥げ落ちたメッキが埋まってしまう場合がある。これらの問題に対処するためには表面の凹凸を小さくする必要がある。

5-5-1 プロジェクト全体における本研究開発部分の位置付け

さまざまな測定対象に対して適合させる手法の一つとして、導電性ダイヤモンド薄膜のダイヤモンド粒子径をコントロールする手法を確立する。

5-5-2 研究開発の高度化目標及び技術的目標値

一般的に接触する面積を多く確保することで接触抵抗は低下する。接触対象に合わせて最も効果が得られるように (a) , (b) の成膜条件を確立させる。

- (a) ダイヤの成膜条件で粒子径を大きくし接触点を増やす。 目標値： $5\mu\text{m}$ 以上
- (b) ダイヤの成膜条件で粒子径を小さくし接触面を平滑にする。 目標値：100nm以下

5-5-3 研究方法、条件及び装置

CVD装置を使用して水素とメタンの混合ガスを用いてダイヤモンドを成膜した。基板にベリリウム銅板を使用し、銅版の基板ホルダーの上に載せてダイヤモンドを成膜した。また、基板-フィラメント間距離、圧力、出力と成膜時間を制御して実験を行った。成膜後の試料は走査型電子顕微鏡にて粒子径を確認した。

5-5-4 研究結果と研究成果

表5-1に示している sample1~3では混合ガスの総流量と成膜時間を固定し、基板-フィラメント間距離を変えることで、粒子サイズが変わることが分かった。

表5-1に示している sample4~7では混合ガスの総流量と基板-フィラメント間距離を固定し、成膜時間を変えることで粒子制御ができることが分かった。これらの粒子径の変化をまとめたものを図5-7に示す。また、ラマンスペクトル図5-8と図5-9より sample1-3では 1333cm^{-1} にダイヤモンド特有のピークが検出された。sample4-7ではボロンドープ特有のピークが検出された^{1), 2)}。これらより、ダイヤモンドが成膜されていることが確認できる。

サンプル No	粒子サイズ/ μm	成膜条件
sample 1	6.0	混合ガス総流量固定 (TMB 無し) 距離可変
sample 2	2.0	
sample 3	0.5	
sample 4	0.5	混合ガス総流量固定 (TMB あり) 距離固定 成膜時間可変
sample 5	1.0	
sample 6	1.5	
sample 7	2.0	

表 5-1 成膜条件変化によるダイヤモンド粒子径

まず、sample1~3は基板-フィラメント間距離に近いほど粒子サイズが大きくなることが分かる。おおよそ距離が1mm近くなるほど約3-4倍大きくなることが分かった。次に sample4-7は成膜時間が長いほど粒子サイズが多くなっていることが分かる。この場合は成膜時間が1h増えるごとに0.5 μm 大きくなることが分かった。このことから以下のことが言える。

- ・粒子サイズを大きくしたい場合
 - ① 基板-フィラメント間距離を近くする
 - ② 成膜時間を長くする
 - ③ ①、②を両方行う

- ・粒子サイズを小さくしたい場合
 - ① 基板-フィラメント間距離を遠くする
 - ② 成膜時間を短くする
 - ③ ①、②を両方行う

ダイヤモンドの粒子サイズを制御するための手法は傾向として確認できた。

- 粒子径を大きくする場合は本実験では最大6.0 μm で目標を達成しており、さらに大きくすることも可能である。
- 粒子径を小さくする場合は本実験では最小0.5 μm と目標としている100nmには遠く及ばない値となった。これを改善する為には、混合ガスの種類(窒素やアルゴンなど)や量(ガスの総量やメタン濃度など)などを変えてみる必要がある。

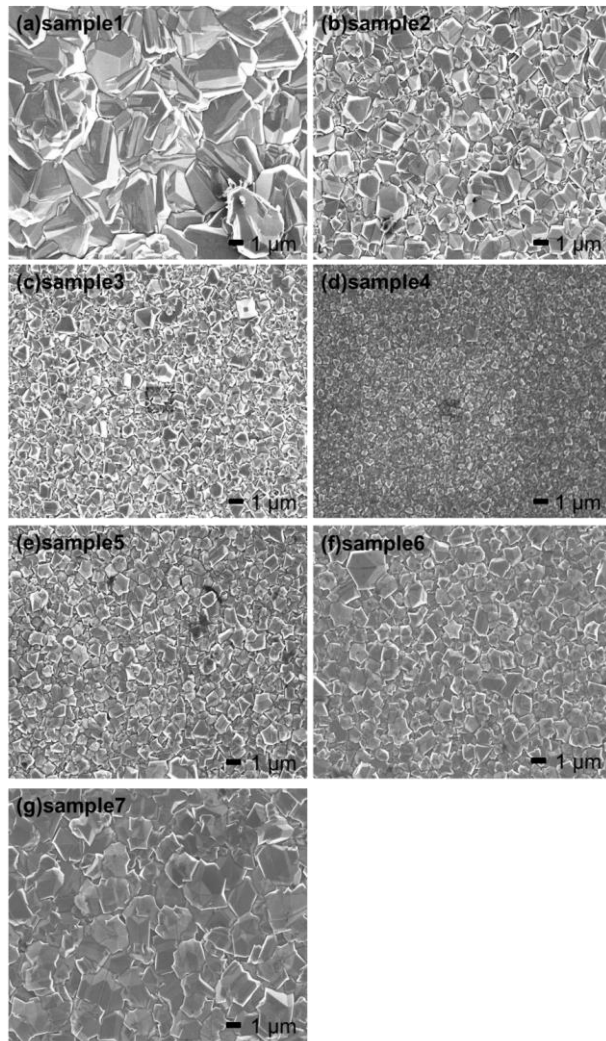


図 5-7 sample1~7 の走査型電子顕微鏡画像

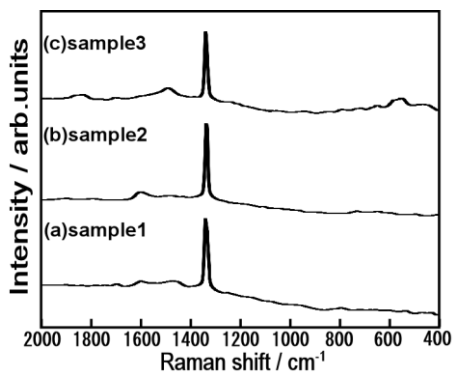


図 5-8 ノンドープダイヤモンドのラマンスペクトル

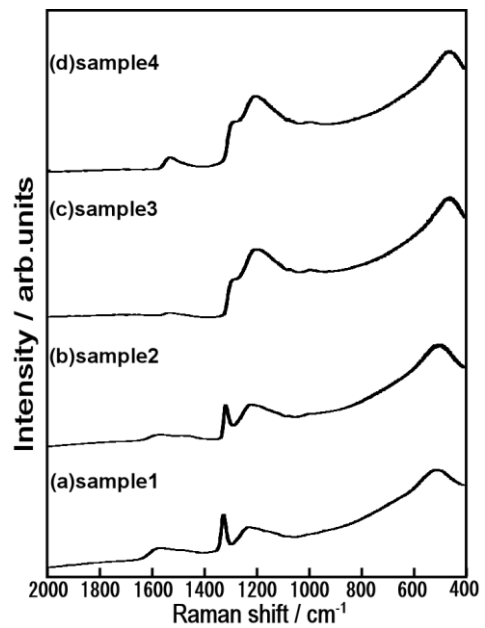


図 5-9 ボロンドープダイヤモンドのラマンスペクトル

5-5-5 装置全景



図 5-10 CVD 装置



図 5-11 走査型電子顕微鏡

5-5-6 参考文献

- 1) R. E. Shroder, R. J. Nemanich ; Phys. Rev. B, 41, 3738-3745 (1990)
- 2) K. Ushizawa, K. Watanabe, T. Ando, I. Sakaguchi, M. Nishitani-Gamo, Y. Sato, H. Kanda, Diamond Relat. Mater., 7, 1719-1722 (1998)
- 3) J. K. Park, W. S. Lee, Y. J. Baik, K. W. Chae, Diamond Relat. Mater. 12 (2003) 1657-1662

6章 全体総括

6-1 全体総括

新たに導入した CVD 装置による成膜実験では成膜条件を精度よく設定することが可能となり成膜の安定性が向上し、従来の実験機では得られなかった基礎データを得ることが出来た。その結果タングステンの接触子においては安定して成膜する事が可能となった。ベリリウム銅の接触子に対して成膜に関しては煤状の異物の堆積、炭化によるメッキの密着性の低下など実験機による試験では予測できなかった課題があることが確認され、対策検討に時間を割くことになり、本研究の目標を達成できない部分が残った。薄膜の低抵抗化させた条件を確立するまでには至らず、耐久試験評価に進めることが出来なかった。ベリリウム銅への成膜に必要な細かい条件や設備類の改造、薄膜の低抵抗化に関する取り組みに関してはもう少し時間を要する。サブテーマにおける実験結果を元に設備や条件にフィードバックすることでこれらの問題は解決できると考えている。

今回の研究では導入した装置により通電による影響など従来得られなかった貴重なデータが得られた。得られた結果を接触子に反映させその効果を実証する事が可能となった。研究のスピードはこれから加速すると考える。

6-2 研究開発の課題

研究開発の課題を以下に示す。

1) ベリリウム銅への成膜条件の確立

タングステンへの成膜と同等の品質を確保する。煤状の堆積物、炭化などを抑制できるように試料ステージの構造を見直し成膜条件を確立させる。

2) 導電性ダイヤモンド薄膜の低抵抗化

L 形状の接触子の接触抵抗を改善する。(低抵抗化) サブテーマでその方向性は確認できているため、成膜条件を詳細にわたり制御し最適な条件を見出す。

3) ダイヤ粒子の微細化

ダイヤ粒子を微細化し表面を平坦化する手法を確立する。

4) 耐久試験による実証

導電性ダイヤモンド薄膜の通電能力と耐久性を実証する。

5) 量産設備の検討

得られた成果を元に効率を改善し成膜コストを下げる。

6-3 事業化展開

半導体テストにおいて高電流にテストに使用される接触子の寿命の向上は大きな課題である。高電流テストに対応できる接触子の開発は弊社の中でも重要な位置づけにある。導電性ダイヤモンド薄膜を応用した製品ではないが、通常の接触子にてすでに川下企業には供給しているがその耐久性に関しては不満をもたれている。本事業で開発した製品をいち早くユーザーに供給しその成果や助言をいただきあらゆる可能性を模索していく。

引き続き導電性ダイヤモンド薄膜の作製技術の研究を継続し蓄積と同時に金属材料等の要素技術に関する部分の技術者を育成する。九州工業大学、熊本産業技術センター、(株)KMT e c との協力関係を維持し、技術力・製品の品質の向上を目指すとともに、新たな要求に対応していく。本事業の成果を弊社の販売チャンネルを生かし積極的に PR を実施する。また導電性ダイヤモンド薄膜の特性を生かせる新たな可能性を模索し弊社ユーザーの専門家よりの情報を元に市場性や

ニーズの把握を行う。

本事業で得られたノウハウを最大限に活用し量産装置を導入し、品質・コスト・効率を向上させ安定して市場に供給できる体制を確立させていく。