

「硫酸銅電気めっき液中の一価銅測定・評価と共同研究開発」

(概要)

硫酸銅電気めっき浴中の一価銅濃度を簡便に測定する手法を企業の現場と連携を取りながら開発することに成功した。生産ラインにおけるめっき浴中の一価銅濃度の変動を解析することにより、めっき皮膜の品質の予測が可能になることを明らかにした。サポイン事業に参画し、一価銅の生成・蓄積効果から、TSV めっきプロセスにおける薬液の性能評価等を行った。

(共同研究企業) 住友電工プリントサーキット株式会社
熊本防錆工業株式会社

(産総研発表者) 産総研センシングシステム研究センター 主任研究員 古賀 淑哲

1. 研究紹介

めっき液(浴)中の一価銅濃度を、呈色反応を用い計測する手法を開発した。従来、めっき液中の一価銅の測定にはクプロイン系の色素が用いられてきたが、我々は水溶性のキレート色素である BCS (Bathocuproinedisulfonic acid, disodium salt) を用いることで、より簡便で、生産の現場でも適用可能な濃度測定および状態解析法を開発することに成功した。この手法を工場稼働のめっき液に適用することで、めっき浴中において一価銅が複数の異なる状態で安定化され存在していることを明らかにし、その状態を解析することでめっき皮膜への影響を予測することも可能となった。実際の生産ラインでの測定結果から、一価銅の濃度を制御し、品質のトラブルを予防することが可能となることも示された。

さらに本計測・評価法を用いることで、新たな TSV めっきプロセスの開発において、薬液の効能評価や、薬液条件の最適化を検証することができた。

2. 開発背景、課題等

「硫酸銅電気めっき液中の一価銅測定法の開発」は、産総研で取り組んでいたマイスター制度において実施した。マイスター制度とは、生産現場におけるキーパーソンをマイスターと認定し、現場における様々な課題をピックアップしていただき、我々とタッグを組み、共同研究としてその解決を図るというものである。我々は、住友電工プリントサーキット株式会社様の生産現場(滋賀県、水口事業所)での、めっきプロセスにおける課題解決に挑んだ。いくつかの課題が抽出され、その一つがめっき浴中の一価銅濃度の測定であった。めっき浴中の一価銅が製品の品質に影響を及ぼすことは経験的にわかっているが、その測定法(現場で簡便にできる)がなく、実際どの程度一価銅が存在するのか、どのように影響するのかが検証できていないということだった。我々は、現場に適用可能な、簡便な一価銅の測定法の開発を共同で実施した。

めっき液中の一価銅測定法は、BCS を用いた呈色反応法により可能となった。きわめてシンプルでマニュアル化できるため、現場での継続的な測定も可能である。実際の生産ラインにおいて、一か月間にわたり一価銅濃度を測定し、その変動を観察した。その結果、従来考えられていたより浴中には多くの一価銅が存在していることが分かった。また状態を解析することにより、浴中には一価銅の安定化状態が複数存在しており、ある特定の状態がめっき皮膜の不良発生に関与していることも明らかになった。この特定の状態の発生を防ぐことで浴を良好に保つことが可能となった。

本技術によってサポイン事業「ミニマル TSV めっき装置の開発」に参画し、主に熊本防錆工業株式会社様と共同し、めっき液性能管理法の確立に向けた研究を行った。ミニマル TSV 装置は従来にない製品であり、めっきプロセスも新たに開発するもので様々な課題をクリアする必要がある。TSV めっき液中の一価銅の検証もまた未知の課題であり、一価銅の濃度と埋め込み性能と関連性を明らかにすることが必須の課題であった。これらの研究により、めっき液の性能管理や、薬剤の性能評価などが可能となった。

3. 研究プロセス、体制等

マイスター制度では、企業からマイスターを一人選任していただき、全体の統括をお任せした。

一価銅の測定には担当者の方をつけていただき、一緒に対応をお願いした。年に数回の頻度で工場に伺い、現場を確認しながら作業を進めていった。まず課題を産総研に持ち帰り、実験室において一価銅測定法の開発を行った。測定手法が確立した時点で現場の生産ラインの浴で一価銅が検出できるか実証した。現場測定で抽出された問題点を再度産総研に持ち帰り解決法を探った。現場測定法としてマニュアル化を行い、実際に一か月にわたって一価銅濃度の測定を行って(企業方が現場で実施)浴中の一価銅の変動を数値化した。これらの結果を評価し、めっきプロセスにおける問題点の解決を行った。

サポイン事業においては、熊本防錆様で評価した穴埋め性能と、一価銅濃度との関係性について検証した。我々の測定が製品化プロセスに直接反映されるわけではないが、製品開発にあたりめっき液の性能に関する情報提供や、各種薬液の性能評価などを行った。

4. 製品化

本測定・評価法は、いくつかの企業において生産ラインにおけるめっき浴の評価に用いられている。

主にコンサルティングで、測定・評価に関する技術の受け渡しとして実施している。

5. 今後の展開、波及効果等

めっき浴における一価銅の測定は、現場における浴の安定化や長寿命化に貢献する指標の一つになると考えられる。また一価銅の測定において開発した、めっき液の通電による状態変化(液の劣化評価)は、めっきプロセスを開発するうえでのツールとなりえる。本プロトコルを *Journal of Visualized Experiments* 誌に発表したビデオ論文は、世界各国の研究機関などで視聴されており、今後この概念が一般化されることが期待される。

我々が取り組んだ、光学的手法によるめっき液の評価は、暗黙知を可視化するものであり、さまざまな問題解決への展開が可能となる。今後、一価銅にとどまらず、新たな別の指標を開発することも重要になる。我々は、濁りの測定や、蛍光測定からめっき液の状態を評価する手法の開発も実施している。これらの手法は、液をサンプリングする必要がなく、直接液を観察することで評価する手段となる。例えば、現場における液のオンタイム・インサイ中なモニタリングなどに有効になると考えられる。

もし、興味を持っていただけますなら、ご連絡いただければ幸いです。

発表者紹介(産総研)

産業技術総合研究所 センシングシステム研究センター 主任研究員 古賀 淑哲

(研究者として開発に携わった感想)

それぞれの研究ともに、当初我々にとっては全く未知の課題であった。企業の方と連携し、ともに解決に向けて作業を進めることが大切であった。最初は企業の方も戸惑いがあったかに思われるが、少しずつ成果を積み上げていくことで絆が生まれたようにも感じられる。実際の現場に入り込んでいくことは企業の方にも抵抗があったようだが、課題が解決できた時の喜びを分かち合えたことは我々にとっても貴重な経験であった。感謝いたします。

企業情報

■名称:住友電工プリントサーキット株式会社

■URL: <http://www.sei-sect.co.jp/>

■所在地:滋賀県甲賀市水口町ひのきが丘 30 番地

■事業概要:フレキシブルプリント配線板の開発・製造

■名称:熊本防錆工業株式会社

■URL: <http://www.kumamotobosei.co.jp/>

■所在地:熊本県熊本市東区长嶺西1丁目4番15号

■事業概要:IC(集積回路)用リードフレームのめっき等