

グレイスケールリソグラフィ技術を利用した微細モールド製作技術に関する研究
 — 電鍍用鉄めっき液の開発 —

材料科 材料スタッフ 田光伸也 増井裕久 高木誠*

Study on the production of fine parts by grayscale lithography
 —Development of plating solution for iron electroforming—

Shinya Tako, Hirohisa Masui and Makoto Takagi

1.はじめに

これまで我々はグレイマスクを利用して作製したPDMS母型を用い、ニッケル電鍍による三次元構造体の作製に取り組んできた¹⁾が、ニッケルはその毒性が懸念されており、用途拡大のためには他金属材料を使用する必要がある。そこで、優れた機械強度を持ち、毒性が低く、ニッケルより安価である等様々な長所を持つ鉄により微細な三次元構造を得るための精密電鍍用鉄めっき液を開発した。

表 制御因子と水準

制御因子	1	水準 2	3
A：緩衝剤	塩化物	硫酸塩	—
B：塩化鉄(II)	低濃度	中濃度	高濃度
C：硫酸鉄(II)	低濃度	中濃度	
D：アスコルビン酸	低濃度	中濃度	高濃度
E：浴温度	低温	中温	高温
F：pH	強酸	中間	弱酸

2. 実験方法

2.1 基本組成の検討

(1) 供試体

ハルセル陰極板・黄銅(楨山本鍍金試験器製)に、前処理として10wt%水酸化ナトリウム水溶液中で90秒間アノード電解脱脂(3V定電圧、室温)を行い、10wt%硫酸で活性化した。

(2) コンジョイント分析

基本的なめっき液の性能をつかむため、コンジョイント分析を利用した²⁾。直交表L18を用いるため、制御因子としてA~Fの6条件を選定し、任意の水準を設定した。これらを表に示す。一定の条件でハルセル試験を行い、基準に従って評価を行った。

(A) 緩衝剤

鉄イオンの錯塩化による皮膜性能の向上を見込んで緩衝剤を添加した。

(B,C) 塩化鉄(II)、硫酸鉄(II)

濃度条件が諸説あるため^{3) 4)}、適切な鉄イオン源濃度を検討した。

(D) アスコルビン酸

鉄めっき液は酸化剤によって容易に $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$ となり、水に不溶な水酸化鉄を生じるため、酸化防止剤としてアスコルビン酸を添加した。

(E) 浴温度

事前試験より、室温より加熱した場合の方が均一なめっきが出来ることが分かっていたため、室温を基準に3水準を設定した。

(F) pH

鉄の主原料や文献によって差が大きいため、鉄イオンが安定して存在できる酸性領域で検討した。

(3) 評価

高い電鍍性能を得るため、電流効率が良いこと、

*) 現 富士工業技術支援センター

広範囲な電流密度においてめっきが可能であることを目標とし、それぞれ判定基準を策定し得点を与え、平均値を各試料の得点とし回帰分析を行った。

2.2 めっき液寿命に関する検証

鉄めっき液は空気中の酸素と容易に反応し、水酸化鉄の沈殿を発生し劣化するため、液の劣化抑制は非常に重要な課題である。供試体として使用済みめっき液の4.5mLを遠沈管に取り、72時間後の沈殿発生量に応じて得点を与え回帰分析を行った。

2.3 アスコルビン酸濃度の検討

アスコルビン酸は光沢剤としての作用もあるため、添加量によって内部応力に影響を与える可能性が高い。そこでアスコルビン酸濃度と内部応力の関係を調査し、アスコルビン酸の最適濃度を検討した。

(1) 供試体

銅泊が接着されたポリイミド樹脂シートをエタノールで洗浄し、カッターで幅5mmの長方形に切断した。切り出した銅薄片の内、平滑なものを選択し、めっきの内部応力測定用の供試体とした。

(2) 応力測定

一定の条件で供試体にめっきを施した。めっき後に供試体先端の水平方向の変位を測定した。先端より10mm付近のめっき厚さを測定し、単位厚さあたりの変位を求めた。装置の概略を図1に示す。



図1 内部応力測定装置

3. 結果および考察

3.1 基本組成について

電流効率が良く、正常に析出した電流密度域が広がるような液組成を目指して評価を行った結果を図2に示す。ここで縦軸は目標に対する正の影響度を表している。これよりアスコルビン酸は低濃度であるほどめっき液の電流効率や管理のしやすさは高い傾向があり、硫酸鉄(II)濃度、浴温度、pHは他の要因との交互作用が大きいことが分かった。

3.2 めっき液寿命について

ハルセル試験後のめっき液について、24時間後の

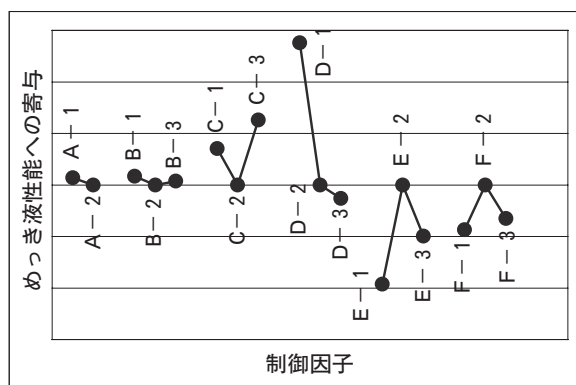


図2 基本組成の影響度グラフ

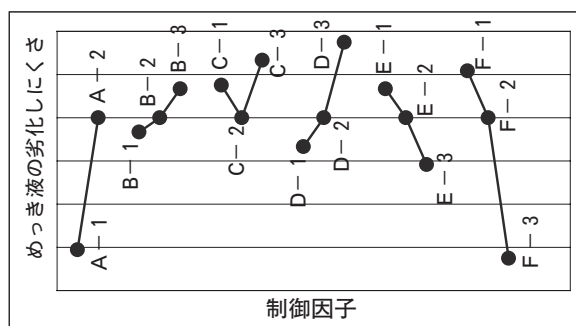


図3 めっき液の寿命に対する影響度グラフ

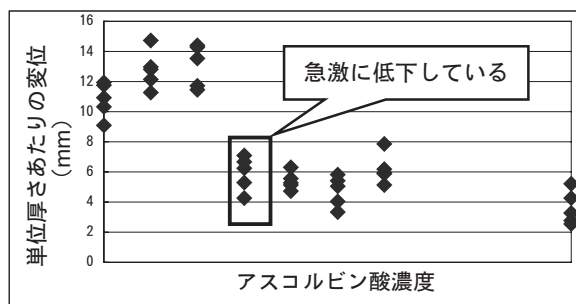


図4 アスコルビン酸濃度と内部応力の関係

沈殿生成量を測定し、回帰分析を行った結果を図3に示す。めっき液の劣化を防止するためには、硫酸塩系の緩衝剤およびアスコルビン酸を用い、低温、低pHでめっきすることが特に有効である。

3.3 アスコルビン酸濃度について

アスコルビン酸濃度と内部応力の関係を図4に示す。縦軸は大きいほど内部応力が、横軸は右へ行くほどアスコルビン酸濃度が高いことを表している。

内部応力はある濃度で急激に減少し、その後は安定して低い値となった。めっき液寿命の検証において、この濃度域ではめっき液の劣化は十分に抑制されていると考えられるため、めっき効率を考慮してアスコルビン酸の最適濃度を決定した。

4. まとめ

アスコルビン酸濃度、pHを始めとする液組成を最適化し、内部応力の少ない光沢鉄めっき液を得ることができた。

参考文献

- 1) 高木誠他：静岡県工業技術研究所研究報告，1，5-8(2008).
- 2) 広瀬健一，上田太一郎：Excelでできるタグチメソッド解析法入門（同友館，2005）.
- 3) 田島栄他：表面処理ハンドブック，236，（産業図書，1955）.
- 4) 津留豊，川本実加：表面技術，55，No.1，56-59（2004）.