

# ガラス基板上直接金めっきのための前処理技術の検討

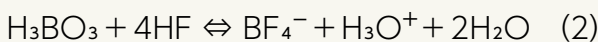
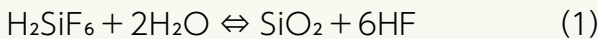
応用技術課 中村 知彦

## はじめに

分析装置や医用材料で用いられる金めっき被覆ガラス管では、細胞を被毒させる金以外の金属成分溶出を嫌います。そこでガラス基板上に金以外の金属成分を溶出させないためにニッケルめっきを介さず、直接金めっきを行うための前処理方法として①液相析出法による金微粒子分散二酸化ケイ素膜製膜、②シランカップリング処理後に金ナノ粒子吸着、③スズイオン吸着後に金イオン交換処理という3つの方法で前処理を行い、無電解金めっき処理の可否について検討を行いました。

### ①液相析出法による金微粒子分散二酸化ケイ素膜製膜

ケイフッ化水素酸の加水分解平衡反応(1)の右辺に生成するフッ素イオンがホウ酸共存下でより(2)により安定なホウフッ化物イオンを形成すると、(1)式の平衡反応の移動が進み二酸化ケイ素膜が生成します。



この溶液中に塩化金酸または金ナノ粒子を添加することで膜中に触媒核となる金が分散され、図1に示すように無電解金めっきが生成すると考えられます。ここでは製膜温度・ホウ酸濃度・塩化金酸濃度などを変えて膜上に無電解金めっきが生成する

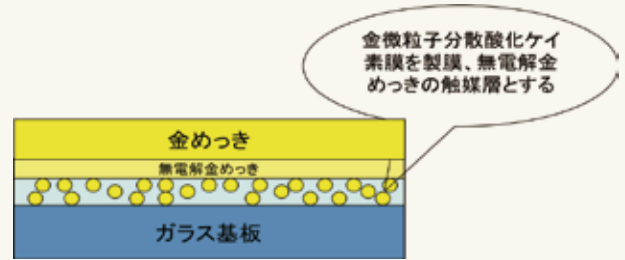


図1 液相析出法による金微粒子分散二酸化ケイ素膜製膜の模式図

か検討しました。

表1に結果を示しますが、今回の条件では生成した二酸化ケイ素膜表面上に無電解金めっきは析出ませんでした。表中にはX線光電子分析により生成した膜表面の金の原子濃度(at%)を併せて示していますが、生成した膜表面に金は最大でも0.19at%しか担持されておらず、金担持量は無電解金めっきの触媒核として機能するには過少だったためと考えられます。

### ②シランカップリング処理

シランカップリング処理により金と相互作用する官能基を持つ化合物を表面に被覆し、金属微粒子を吸着させることにより固定化された金を触媒核として無電解金めっきが成長すると考えられます。そこでシランカップリング剤の種類や溶液濃度、金溶液濃度等の処理条件を変えて無電解金めっきの析出状態を検討しました。シランカップリング剤として金微粒子が吸着するサイトとなるメルカプト基を有する信越化学(株)製KBM802:  $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)\text{C}_3\text{H}_6\text{SH}$ 、KBM803:  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiC}_3\text{H}_6\text{SH}$ の2種類を用いました。表2にシランカップリング剤

表1 無電解金めっきの析出結果

ケイフッ化水素酸	ホウ酸	塩化金酸	製膜温度	膜表面金濃度 (at%)	無電解金めっき
2mM	25mM	1mM	70	0.02	×
		10mM	70	0.05	×
		50mM	50	0.19	×
	25mM	金ナノ粒子	50	0.02	×
	40mM	金ナノ粒子	50	0.03	×

溶液濃度を変えた場合の無電解金めっき析出状態、表3に金微粒子分散液作成時の塩化金酸濃度を変えた場合の無電解金めっきの析出状態を示します。

表2 シランカップリング剤溶液濃度と金析出状態 (塩化金酸濃度1mM)

溶液濃度 (vol%)	KBM802	KBM803
1	×	×
5	×	×
10	×	×
20	△	△
30	×	×
50	△	△

表3 金微粒子分散液作成時の塩化金酸濃度と金析出状態 (シランカップリング剤溶液濃度20vol)

塩化金酸濃度 (mM)	KBM802	KBM803
1	△	△
2	△	×
4	○	△

シランカップリング剤濃度が20vol%、50vol%ではめっき析出が認められたことからシランカップリング濃度が概ね20vol%以上で無電解金めっきが析出することがわかりました。またシランカップリング剤の種類により差異はあるものの、図2に示す

塩化金酸濃度	KBM802	KBM803
1mM		
2mM		
4mM		

図2 塩化金酸濃度による無電解めっきの外観写真 (シランカップリング濃度20vol%)

ように塩化金酸濃度の増大により無電解金めっきの被覆状態は向上する傾向を示しました。析出した無電解金めっきの密着性をテープはく離試験により行った結果、いずれの条件で析出させた場合でも無電解めっき膜の析出は不均一であり、容易にはく離して密着性に乏しかったため、この上への電気金めっきを行うには至りませんでした。

### ③スズイオン吸着・金イオン交換処理

図3にはSn-Au系触媒付与での塩化スズ、塩化金酸溶液への浸漬時間とガラス表面の金濃度との関係を示します。いずれの条件でも表面に金は認められていることから塩化スズ溶液浸漬により吸着したスズイオンと塩化金酸溶液中の金イオンとの間でイオン交換により金が置換析出していることが確認されました。しかしその濃度はいずれの条件でも0.32at%以下の比較的低い濃度であり、浸漬時間との明確な相関は認められず、無電解金めっきも析出しませんでした。

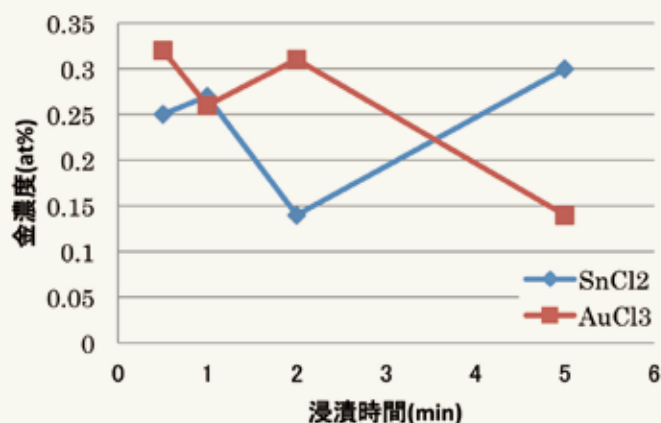


図3 溶液浸漬時間と表面固定金濃度との関係

## おわりに

ガラス基板上に直接金めっきを行うために、3種類の無電解金めっきの触媒付与工程を検討しました。その結果シランカップリング処理後に金ナノ粒子吸着をさせることにより、無電解金めっきが析出しましたが、均一性、密着性に課題がありました。無電解金めっきの特性に影響するシランカップリング処理の均一被覆性と金の固定状態の改善が必要であると考えられます。

お問い合わせ先

京都府中小企業技術センター 応用技術課 表面・微細担当 TEL:075-315-8634 FAX:075-315-9497 E-mail:ouyou@mtc.pref.kyoto.lg.jp