

AUS MG3- S(TR76275)

①主剤有効期限評価 ②ベース有効期限評価

課内会議

2023年8月1日

PKG材料開発課 徳光香代子

① 主剤有効期限評価

背景および目的(①主剤有効期限評価)

背景

SR3はインキ（主剤）作製から日数が経過すると、感度が増加し、SROが狭まる傾向にあることが分かっている。（右図参考）

そのため、SR3の後継品であるSR3-RおよびSR3-Sでは、製品化にあたっては、インキ作製後の経過日数に対して感度増加が改善されていることを示す必要がある。

5/19に顧客提出のためにSR3-Sを作製したため、そのインキを用いて経時評価（感度、解像性など）を実施することにした。

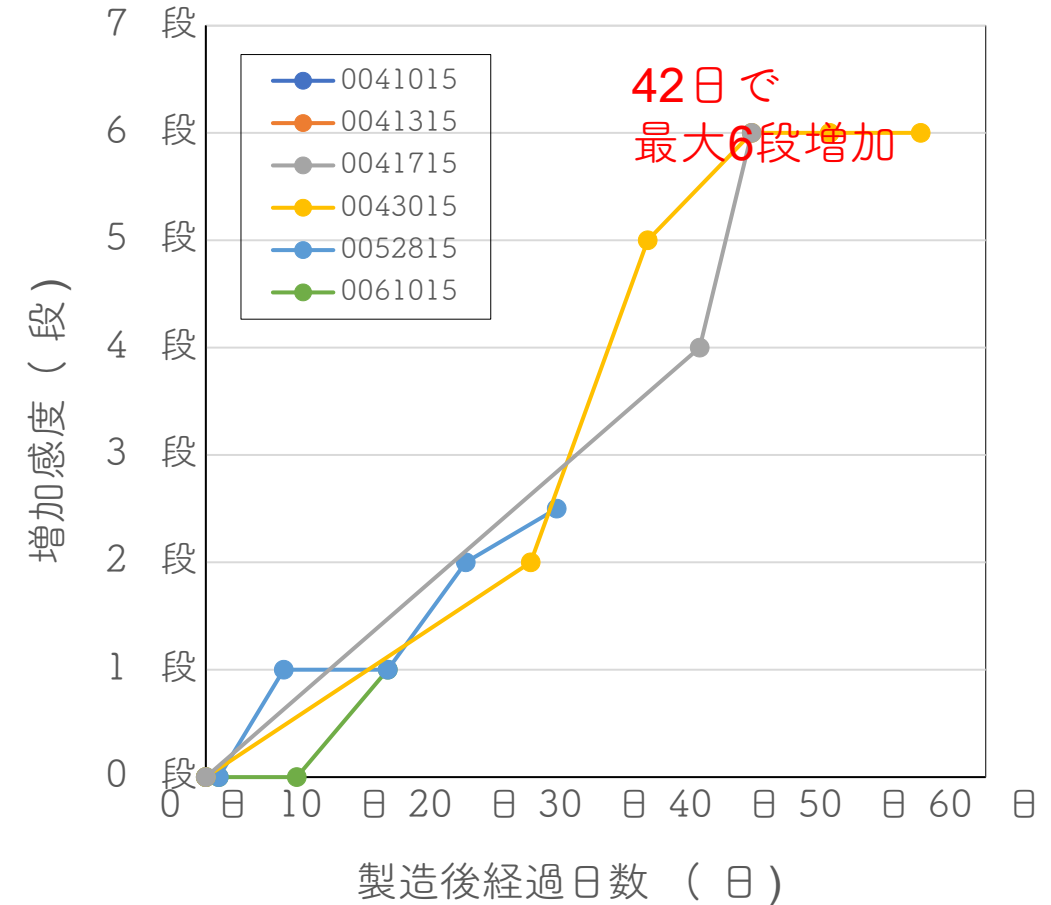
目的

SR3-Sのインキが経時で安定していることを示すこと。

仮説

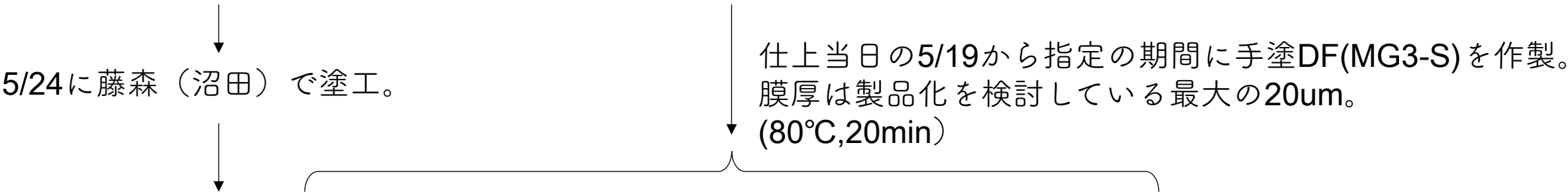
SR3の感度増加は、過剰に有機表面処理されたシリカスラリー(E74)由来と推測されるため、処理量を減らしているM144に置き換えたSR3-Sでは感度、解像性は安定していると考えられる。

SR3 インキ感度の経時変化
(2020/ 6/ 29 製技資料より抜粋)



試験サンプルについて（主剤作製後からの保管期間）

顧客（SEMCO）提出向けで、5/19に北山の現場にてSR3-Sのインキを試作。



DF作製日	5/24 (藤森塗工)	5/19	5/26	6/2	6/19	7/3	7/12
主剤 5粒値/密集値 [um]	—	5/-	5/-	5/-	5/-	5/-	5/-
Name	Ref	主剤作製後 当日	主剤作製後 7日	主剤作製後 14日	主剤作製後 31日	主剤作製後 45日	主剤作製後 54日

SR3-S主剤の経時分散度は一定

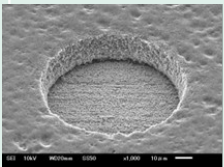
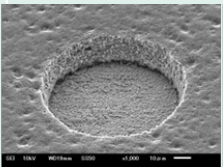
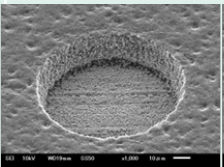
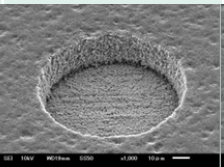
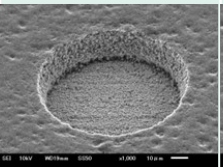
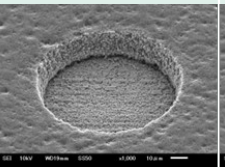
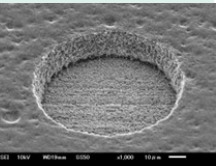
Refは主剤作製後の
日数としては「5
日」にあたる。

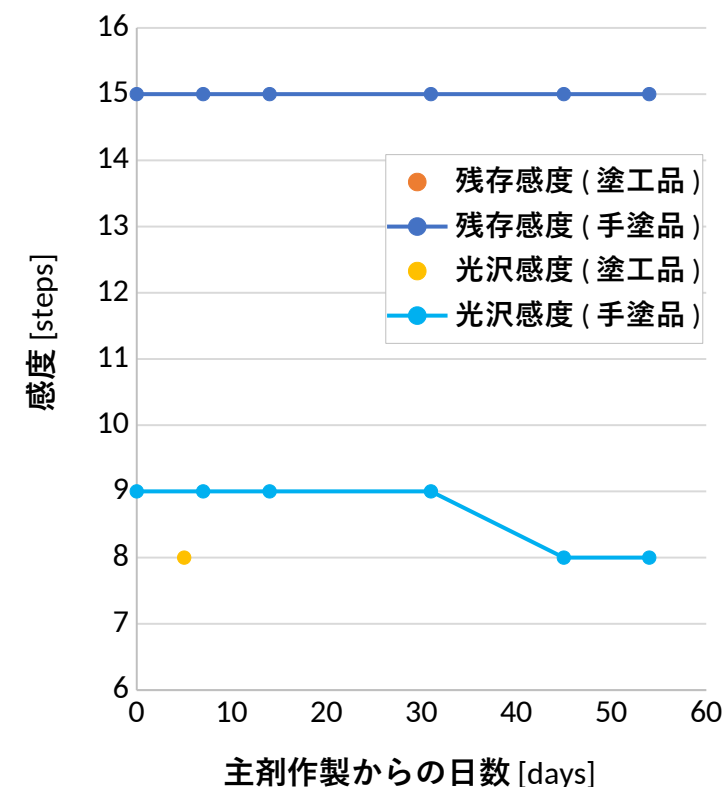
基板作製条件

Process		Remarks
Pre-treatment	CZ- 8101(Et ch i ng r at e : 1μm) +CL- 8300	
Lamination	<u>1st chamber</u> Temperature: 100deg.C Vacuum: 30sec. At 3hPa Pressure: 30sec. At 0.5MPa <u>2nd chamber</u> Temperature: 80deg.C Pressure Time : 60sec Pressure : 8kgf / cm ²	Vacuum laminator (CVP-300, Nikko-Materials)
Hold time	120min	
Exposure	350mJ/cm ²	DI exposure machine (Mms 60,ORC)
Hold time	10min	
Development	Solution 1wt% Na ₂ CO ₃ Temperature 30°C Spray pressure0.2 MPa Dwelling time 60sec.	
Water rinse	Temperature 25°C Spray pressure0.1 MPa Dwelling time 100sec.	Deionization Water
UV Bump	1000mJ/cm ² High Pressure Mercury Lamp	High Pressure Mercury Lamp
Post cure	170°C / 60min.	Hot air convection oven

主剤作製後からの保管期間ごとの感度

SR3-Sの主剤作製後54日を経過しても、感度増加は確認されなかった。

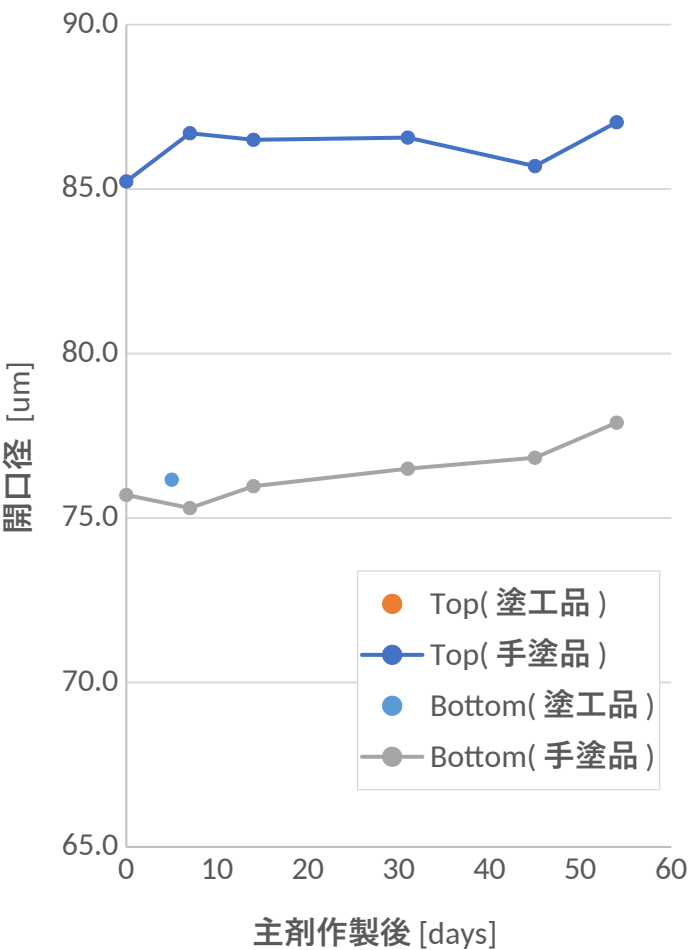
	Ref	主剤作製後 当日	主剤作製後 7日	主剤作製後 14日	主剤作製後 31日	主剤作製後 45日	主剤作製後 54日
DF作製日	5/24 (藤森塗工)	5/19	5/26	6/2	6/19	7/3	7/12
膜厚 [um]	20.7	19.3	20.4	19.5	20.8	20.9	19.1
光沢感度 [steps]	8	9	9	9	9	8	8
残性感度 [steps]	15	15	15	15	15	15	15
SEM Φ80um							
Top [um]	84.2	85.2	86.7	86.5	86.6	85.7	87.0
当日品に 対する変化率 [%]	-1.2	0	1.7	1.5	1.6	0.5	2.1
Bottom [um]	76.2	75.7	75.3	76.0	76.5	76.8	77.9
当日品に 対する変化率 [%]	0.6	0	-0.5	0.4	1.1	1.5	2.9



主剤作製後からの保管期間ごとの解像性（SRO=Φ80um）

SR3-Sの主剤作製後54日を経過しても、SROの狭まりは確認されず、当日品に対する変化率3%未満であった。

	Ref	主剤作製後 当日	主剤作製後 7日	主剤作製後 14日	主剤作製後 31日	主剤作製後 45日	主剤作製後 54日
DF作製日	5/24 (藤森塗工)	5/19	5/26	6/2	6/19	7/3	7/12
膜厚 [um]	20.7	19.3	20.4	19.5	20.8	20.9	19.1
光沢感度 [steps]	8	9	9	9	9	8	8
残性感度 [steps]	15	15	15	15	15	15	15
SEM Φ80um							
Top [um]	84.2	85.2	86.7	86.5	86.6	85.7	87.0
当日品に 対する変化率 [%]	-1.2	0	1.7	1.5	1.6	0.5	2.1
Bottom [um]	76.2	75.7	75.3	76.0	76.5	76.8	77.9
当日品に 対する変化率 [%]	0.6	0	-0.5	0.4	1.1	1.5	2.9



SR3-Sのインキ（主剤）が経時で安定していることを示すことができた。

② ベース有効期限評価

背景および目的(②ベース有効期限評価)

背景

SR3-R/SR3-Sの主剤は経時で粒が発生する問題があったが、粒の原因と推測されるメラミン(NBM)とメイン樹脂(RMA-11902)を事前に練肉することで、粒の発生を抑制できることが確認されている。(右表参考)

北山工場で本配合前に事前練肉をする場合、戻りの運用は好ましくないとして、製技から内製ベースの登録を依頼された。その場合、有効期限は1か月あると好ましいことが分かった。

目的

5/19に顧客提出のためにSR3-Sを作製したため、その時のベースを1か月保管させてから社内評価用でSR3-Sの主剤を作製し、インキ・DF特性に異常がないか確認すること。
NBM-RMAベースにおいて、必要な保管期間(1か月)におけるSR3-Sの特性への影響を確認すること。

仮説

NBM-RMAベース作製時に、適切なシェアで練肉できていれば、ベースおよびインキは安定し、正常な特性が得られる。

開発課での事前練肉有無によるSR3-R主剤の経時分散度

SR3- R主剤 5粒値/ 密集値 [um]	NBM + RMA 攪拌のみ	NBM + RMA ロッキングミル Φ0. 65 mm	NBM + RMA ロールミル 2Pass
主剤作製2日後	25/ 15	15/ 10	10/ 10
主剤作製7日後	22. 5/ 17. 5	12. 5/ -	10/ -

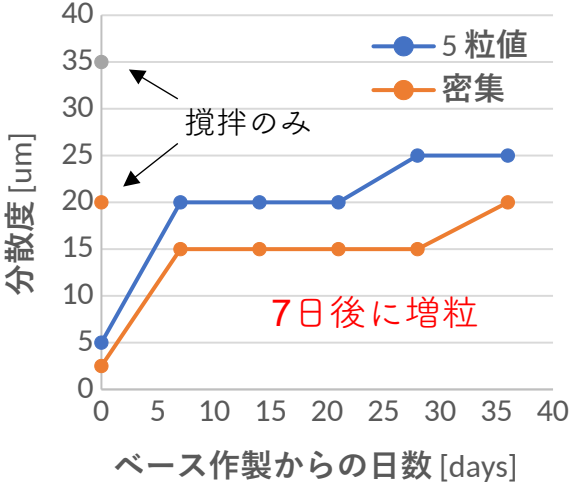
北九州工場での事前練肉有無によるSR3-R主剤の経時分散度

SR3- R 主剤	NBM + RMA 攪拌のみ Lot . 2091217	SR3- R 主剤	NBM + RMA ロールミル Lot . 2092817
主剤量	100kg	主剤量	230kg
9/ 12	配合	9/ 26	NBM+RMA- 11902配合 ロールミル 2Pass
9/ 13 8: 30	練肉 (ビーズミル) 5/ 0 um	9/ 27	その他原料配合
10: 00	調整 25/ 15um →再練肉	9/ 28	練肉 (ビーズミル)
		9/ 29	5/ -

試験サンプルについて（ベース作製後からの保管期間）

顧客（SEMCO）提出向けで、5/15に北山の現場にてNBM-RMAベースを試作。

ベース 分散度測定日	5/15 (練肉前)	5/15	5/22	5/29	6/5	6/12	6/20
ベース 5粒値/密集値 [um]	35/20	5/2.5	20/15	20/15	20/15	25/15	25/20
Name	ベース 撈拌のみ	ベース作製後 当日	ベース作製後 7日	ベース作製後 14日	ベース作製後 21日	ベース作製後 28日	ベース作製後 36日



5/19に北山の現場でSR3-Sの主剤作製。

ベースの練肉条件が弱かったと推測。
本ベースで主剤を作製して、粒が発生するか確認。

6/21に開発でSR3-Sの主剤作製。

本紙
P3より

主剤 分散度測定日	6/2	7/12
主剤 5粒値/密集値 [um]	5/-	5/-
Name	主剤作製後 14日	主剤作製後 54日

手塗DF
作製

手塗DF
作製

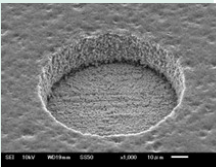
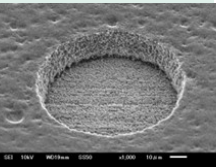
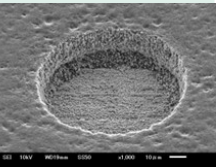
主剤 分散度測定日	6/21	6/22	6/23	6/28	7/6
主剤 5粒値/密集値 [um]	5/-	5/-	5/-	5/-	5/-
Name	主剤作製後 当日	主剤作製後 1日	主剤作製後 2日	主剤作製後 7日	主剤作製後 15日

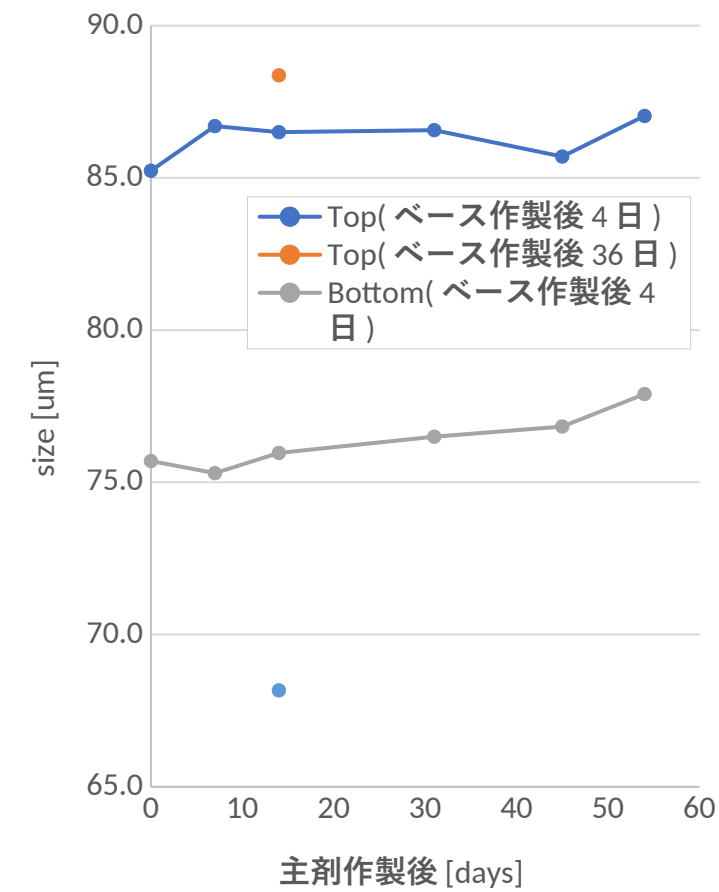
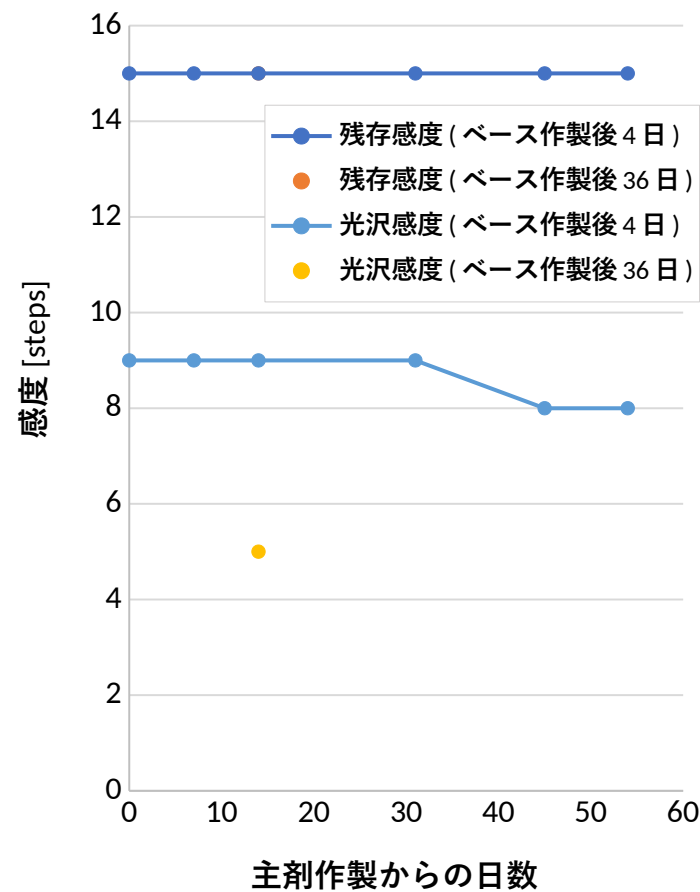
SR3-S主剤の状態では、粒は確認されな
かった。

手塗DF
作製

ベース作製後からの保管期間別の感度と解像性（SRO=Φ80um）

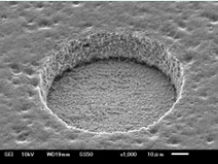
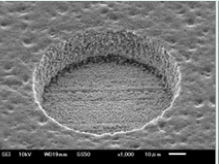
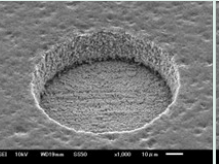
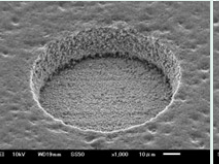
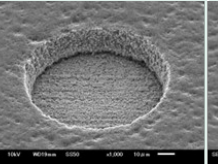
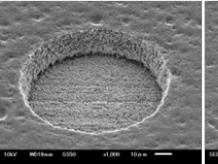
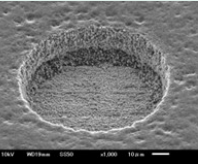
NBMベース作製後36日品では、光沢感度が下がり、Top径が広がってBottom径が狭まった。

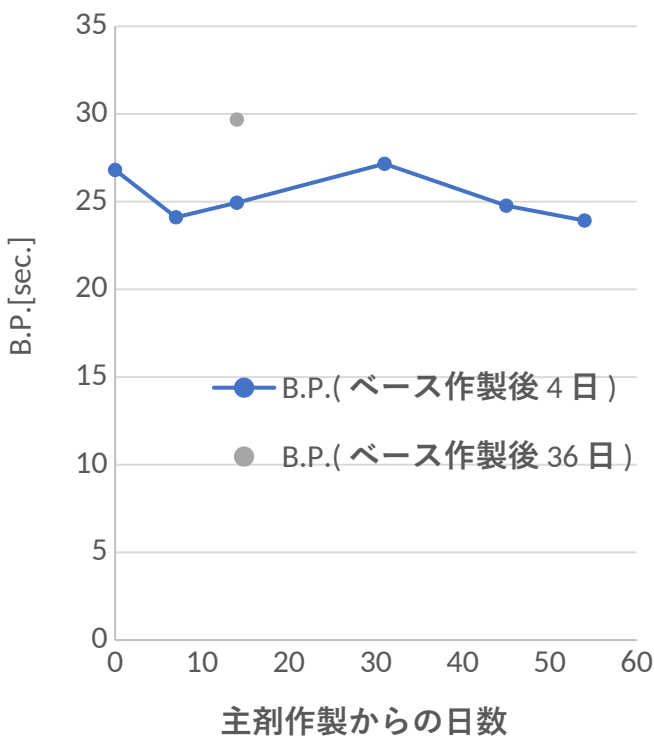
	ベース作製後 4日 主剤作製後 14日	ベース作製後 4日 主剤作製後 54日	ベース作製後 36日 主剤作製後 15日
DF作製日	6/2	7/12	7/6
膜厚 [um]	19.5	19.1	19.5
光沢感度 [steps]	9	8	5
残性感度 [steps]	15	15	15
SEM Φ80um			
Top [um]	86.5	87.0	88.4
当日品に 対する変化率 [%]	1.5	2.1	3.7
Bottom [um]	76.0	77.9	68.2
当日品に 対する変化率 [%]	0.4	2.9	-10.0



ベース作製後からの保管期間別のB. P.

NBMベース作製後4日品と比較して、NBMベース作製後36日品では、B.P.が増加した。

	ベース作製後 4日 主剤作製後 当日	ベース作製後 4日 主剤作製後 7日	ベース作製後 4日 主剤作製後 14日	ベース作製後 4日 主剤作製後 31日	ベース作製後 4日 主剤作製後 45日	ベース作製後 4日 主剤作製後 54日	ベース作製後 36日 主剤作製後 15日
DF作製日	5/19	5/26	6/2	6/19	7/3	7/12	7/12
膜厚 [um]	19.3	20.4	19.5	20.8	20.9	19.1	19.1
光沢感度 [steps]	9	9	9	9	8	8	8
残性感度 [steps]	15	15	15	15	15	15	15
SEM Φ80um							
B.P.[sec.]	26.8	24.1	24.9	27.2	24.8	23.9	29.7



NBM-RMAベースにおいて、必要な保管期間（1か月）でSR3-Sの特性に影響があった。

まとめ

①主剤 有効期限

結果

SR3-S(TR76275)は、主剤作製後**54日**を経過しても、感度増加およびSROの狭まりは確認されなかった。

結論

SR3-Sのインキ（主剤）が経時で安定していることを示すことができた。

②ベース 有効期限

結果

NBMベース作製後**36日**品では、光沢感度が下がり、**Top**径が広がって**Bottom**径が狭まった。**B.P.**は増加した。

結論

NBM-RMAベースにおいて、必要な保管期間（1か月）でSR3-Sの特性に影響があった。

考察

光沢感度が下がり**Top**径が広がっているため、光反応性に低下していると推察される。
また、**B.P.**は増加し**Bottom**径が狭まっているため、現像性も低下していると推察される。
したがって、光反応成分と現像成分を有するメイン樹脂に異常がきたしていると推測される。

ベースとして練肉が不適切状態でNBMと長期間保管されると、メラミンとの相互作用により、メイン樹脂の機能が低下している可能性が推察される。
NBMベースのIRを確認する。

今後
の予
定

- ・ NBMベースのロール練肉条件を変更する（実機を大きくする）
- ・ NBMベースの保管期間ごと（当日、1,2,3,4週間）に主剤を作製し、特性（**B.P.**、感度解像性、乾燥管理幅）を評価して改めて傾向を確認する。

