

先端的機能部品の微小分析技術

化学部 ○田中 耕治

1. はじめに

機能材料とは機能性を重視した材料で、主に電子材料が中心となるものであり、導電材料、抵抗材料さらに磁性材料や接点、電極、封着材料等があげられる。現在ではこのような先端的な機能材料の著しい進歩により、すでに物質とか材料とかの性質よりも、総合的に複合した機能そのものが論じられており、まさに電子材料の最盛期と言える状態である。

このような背景から県内企業においても機能性材料への取り組みが多く見られる。加工時に発生する表面のシミ、傷、異物の付着等のトラブルや開発研究の事例をあげながら、最近の微小分析技術を紹介する。

2. EPMA について

EPMA とは Electron Probe Micro Analyzer のことで直訳的な日本語では電子探針微小部分分析装置ということになる。この装置は、走査電子顕微鏡 (SEM) としての観察機能に加えて、電子線照射から発生する特性 X 線を検出して、なにが (4 Be-92 U)、どこに (um オーダー)、どれだけ (0.001~100% W t) あるかを明かにすることができる。

3. 応用事例

1) 定性分析技術

いったいどういう成分から出来ているのかを知るために行う分析法で、目的は下記の4つがあげられる。

- ◎全く未知の試料あるいは部位がどのようなものであるかをとにかく知りたい。
 - ◎予測される数種の材料のどれであるかを判別したい。
 - ◎特定の元素の存在を明確にしたい。
 - ◎微量元素も含めてできるだけ正確に全元素を知りたい。
- ①コバル合金の表面に発生した黒点の発生事例であるが、分析結果からイオウ成分が多いことがわかった。イオウ成分は硫酸や加工油剤中の添加剤からのものと思われ、これが合金成分と化合物を作り黒点が発生したと考えられる。(写真-1)
 - ②コバル合金の表面に発生した白点の発生事例であるが、これはケイ素の酸化物の付着したものとわかった。研磨剤に使用されているケイ石微粉が残留したものとされる。(写真-2)
 - ③封着合金の表面に発生した変色、シミ、異物の付着等の原因調査の為に成分分析
 - ④電気接点に付着した異物の発生原因のための分析
 - ⑤フォトレジスト中に混入した異物の分析
 - ⑥スズメッキ面に発生した変色事例

2) 定量分析技術

特定成分の含有している量はどれ程になるのかを知るために行う分析法である。

下記のような測定方法がある。

- a) 半定量法：固体試料のすべての成分について何らかの量的表示を簡単な手法で得るための方法で、標準となる試料が不用であり未知試料の信号強度を補正して濃度表示を行う方法である。その場合、EDX による測定法で成分の指定が必要になる。

- b) 検量線法：最も一般的な定量分析法で、未知試料と類似の標準試料を準備し、成分濃度と X 線強度との関係から検量線を作成し、測定した未知試料の X 線強度から濃度を求める方法である。類似の標準試料を使うので他成分からの補正計算を行う必要がなく便利な方法と言える。
- c) ZAF 法：標準となる試料として純粋物質かあるいは単純で安定した化合物を選び、これから発生する X 線と未知試料の X 線強度との相対強度 K から、3つの補正を施して真の濃度を求める方法である。

3) 面分析法

上記の2つの分析法はごく限られた局部における分析法であったのに対しこの分析操作は二次元的に試料面の特性 X 線を成分分布データとして取り込むことにより広域部における情報を得ることができる。

電子プローブを走査させたり、あるいは試料ステージの XY 駆動操作により、指定したより広い範囲の分析が可能である。また検量線法を用いて X 線強度分布を重量濃度に換算し濃度マップや複合マップ、組成元素の組合せマップなどのデータ処理を行い、より多くの情報を得ることができる。

- ① ニッケル-コバルト合金メッキ面に発生したピットの発生原因調査のための断面分析
- ② IC チップ上のアルミニウムスタッド部の微量成分分析

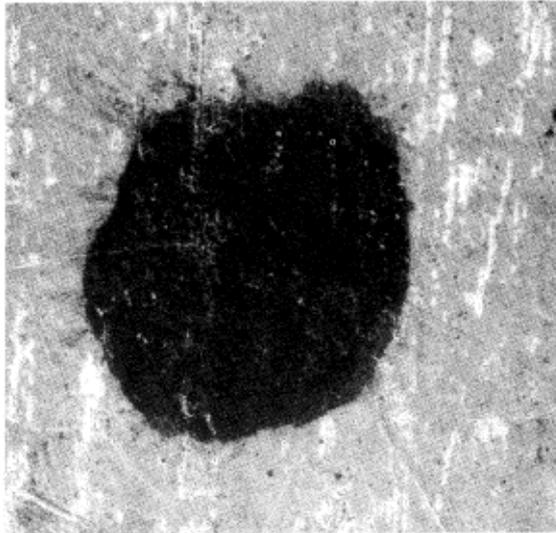
4) 3D 測長法

本装置に付帯した走査像解析装置を使い試料表面の水平方向、高さ方向、傾斜方向とその仰角を測定して断面形状を解析することができる。また 3D ラインプロファイルによって試料表面の凹凸を立体画像で表示することもできる。

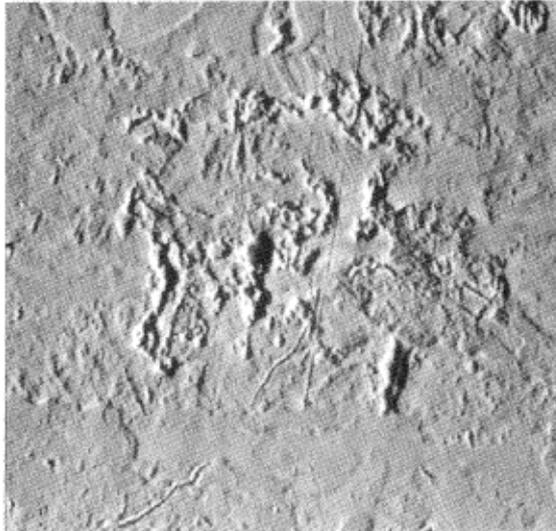
- ① リードフレームのケミカルエッチング加工後の形状評価測定
- ② ハードディスクのヘッドサスペンション部品 (SUS304 厚み 76 ミクロン) の表面に発生した傷部を三次元解析した事例 (写真-3)

4. おわりに

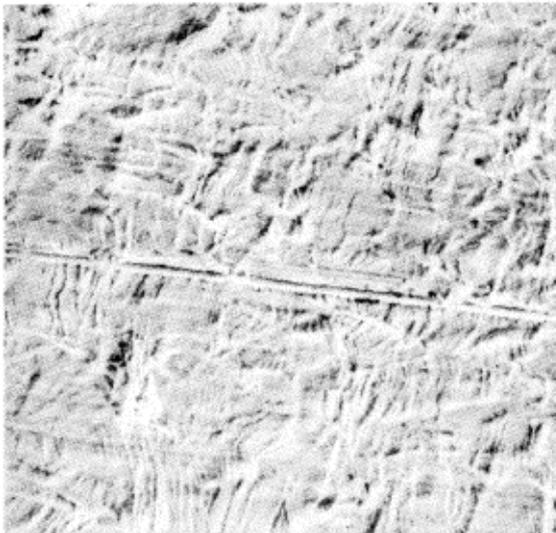
EPMA による微小部分分析技術について大略を述べてみたが、ZAF 補正の修正や併せて電子技術の進歩による機器性能の向上は、今や他の分析技術と同程度の精度が期待されるようになってきている。また付帯した多機能な測定技術の活用により先端材料部品に対する評価技術がさらに必要となってくると思われる。



コバル合金表面に発生した黒色シミ
(写真-1 ×300)



コバル合金表面に付着した白色異物
(写真-2 ×500)



SUS材表面に生じた傷
(写真-3 ×1000)