分析解析紹介

Analysis Introduction

化学分析サービス紹介

ITES

www.ites.co.jp

アイテスの強み

ITES

アイテスが誇る 3 つの性質

専門性

日本 IBM 品質保証時代から受け継がれる技術が、
専門性の高い解析・試験を生み出します。

反応性

技術スタッフと技術営業の連携により素早い課題
解決を実現します。

追求性

真実を追求する深い洞察から、高度な考察を
提示し、お客様の真の目的を達成いたします。

機密保持

ご依頼内容および結果に関する一切は、機密事項
として取り扱います。
ご要望に応じて、機密保持契約の締結も致します。

事業・チーム構成

		分析対象例	解析・分析事例
品質技術	解　析	構造解析・接合解析	はんだ・金ワイヤ接合部	CP、断面研磨 ～ SEM-EBSD 観察
		特性解析・故障解析	パワーデバイス (Si,SiC 他)	裏面研磨～発光 / OBIRCH 解析 FIB-SEM,TEM,EBIC,LV-SEM
		表面分析	ラミネートフィルム ウエハ表面	TOF-SIMS による界面分析
		有機異物分析・解析	半導体パッケージ	ヘッドスペース法 GC/MS による アウトガス分析
		材料分析	液晶パネル・樹脂	液晶成分分析・樹脂硬化度の測定
	信頼性保証	信頼性評価・試験	パワーモジュール	恒温恒湿バイアス試験、 気槽、液槽冷熱試験 パワーサイクル試験
		ESD 試験・X 線・SAT	車載電子部品 半導体パッケージ	静電気耐性・SAT による剥離観察
		電気・光学特性評価	LED・パワーダイオード	積分球による光学特性評価 パワーデバイスアナライザによる電気特性評価

www.ites.co.jp

TOF-SIMS による表面元素分析

TOF-SIMS の面分析機能を利用して試料表面の元素分布を測定します。
不良の原因となる部品・材料表面の微量汚染物質の解析が可能です。

■ TOF-SIMS の特長

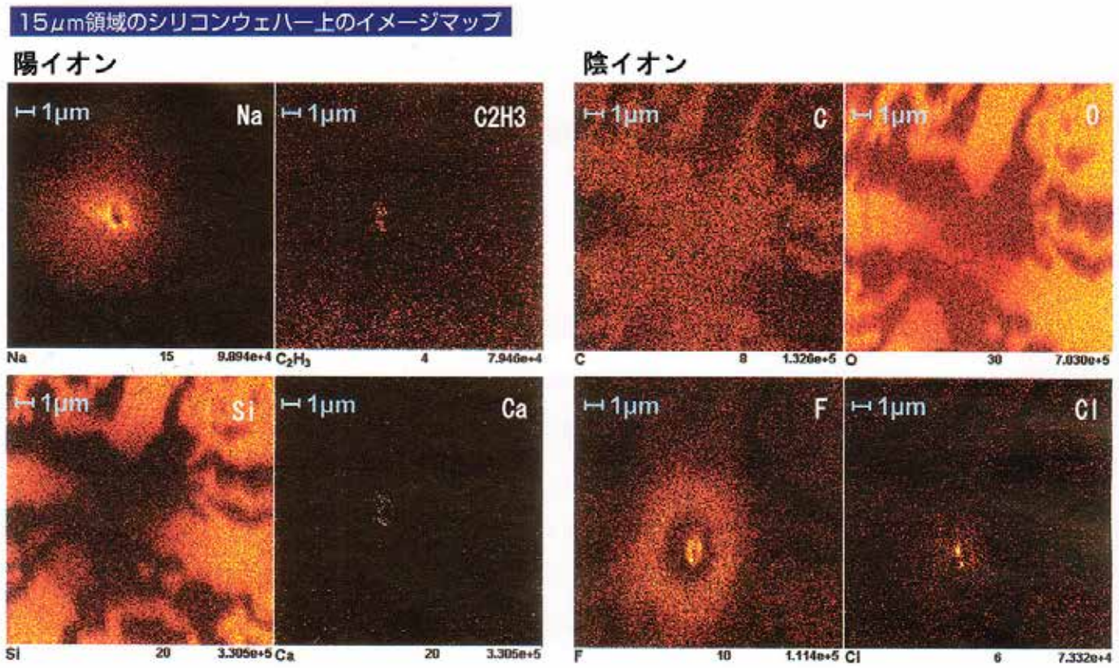
1）最表面に付着した汚染の物質の元素分析が可能
分析深さが１ｎｍ程度のため、最表面の微量な汚染物質の元素分析が可能です。
表面汚染物質の元素分析に威力を発揮します。



2）PPM レベルの高感度分析が可能
高感度のため、ＰＰＭレベルで存在する汚染物質の検出が可能です。
※尚、装置原理上定性分析のみとなります。

3）最小 5μm の点分析から 5cm 角までの広領域面分析が可能
数μm 程度の領域があれば分析が可能です。
また、ステージを移動させることにより数 mm 角の広い範囲の面分析をすることも可能です。

■ TOF-SIMS による面分析（イオンイメージマップ）



15μm 角領域の Si ウェハ上の汚染物質イメージマップ
PPM オーダーの元素の分布が明瞭に観察されます。

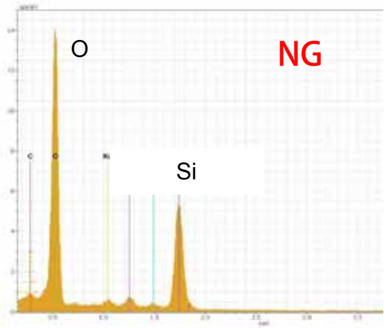
TOF-SIMS による表面元素分析

シリコンウェハ、ガラス基板、プリント配線基板など洗浄工程を必要とする、さまざまな基板上の界面活性剤等の残渣あるいは目に見えない微量汚染物質の解析が可能です。

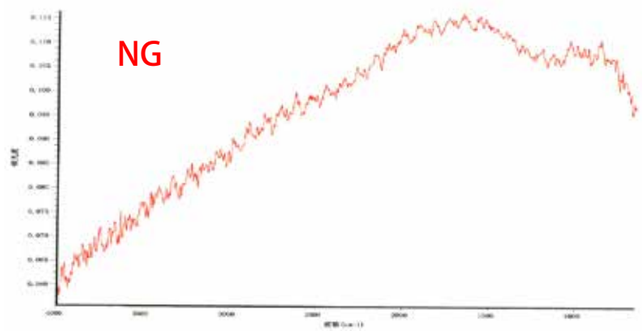
■ TOF-SIMS と他の分析法比較

手法	分析可否	有機物同定	検出感度
SEM/EDS	×	×	%オーダー
FT-IR	×	○	%オーダー
TOF-SIMS	○	○	PPMオーダー

左表は一般的な SEM/EDS あるいは FT-IR と TOF-SIMS を比較したものです。
また、Si ウェハ上汚染分析を SEM/EDS と FT-IR で実施した結果を下図 (a)、(b) に示します。微量汚染の場合、SEM/EDS、FT-IR では有効な結果が得られません。

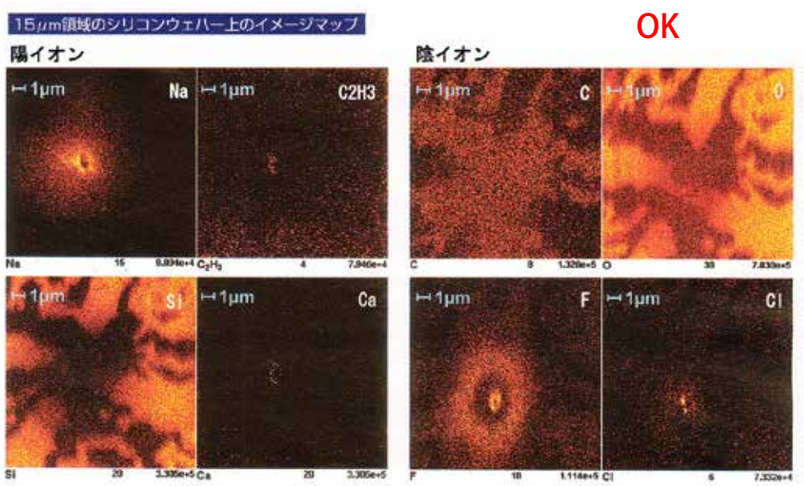


(a) SEM/EDS による Si ウェハ汚染分析



(b) FT-IR による Si ウェハ汚染分析

■ TOF-SIMS による Si ウェハ汚染分析（イオンイメージマップ）



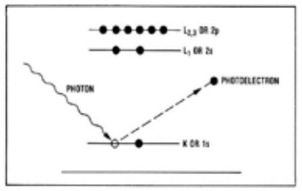
左図は TOF-SIMS にて取得した、15μm 角領域の Si ウェハ上の汚染物質イメージマップを示します。
PPM オーダーの表面汚染元素の分布が明瞭に観察されます。
無機物、有機物を問わず汚染物質の特定に有効です。

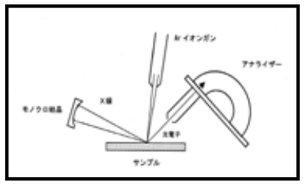
X 線光電子分光分析による化学状態分析

XPS（X 線光電子分光法) は極表面層 数 nm 領域の元素分析と化学状態の分析が可能です。
また、イオンエッチングとの併用で深さ方向の分析も可能です。

■ XPS の特徴と原理

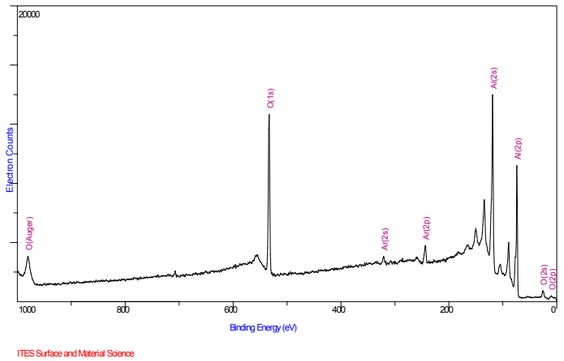
・分析内容：最表面の元素分析
　　各元素の状態分析
・分析領域：最小 200μmΦ
　　最大 400 x 1000μm
・X 線源　：Al Kα（1486.6 eV)
・分析深さ： 5 ～ 10nm
・検出感度： ～ %



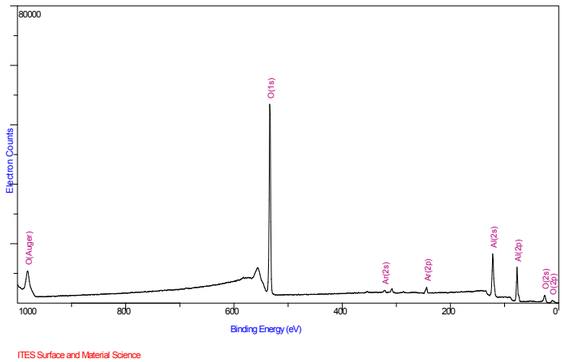




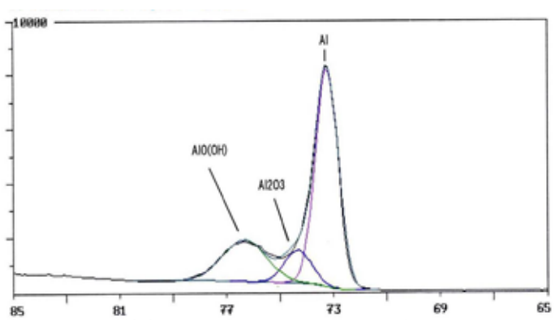
■ Al 表面酸化状態分析事例



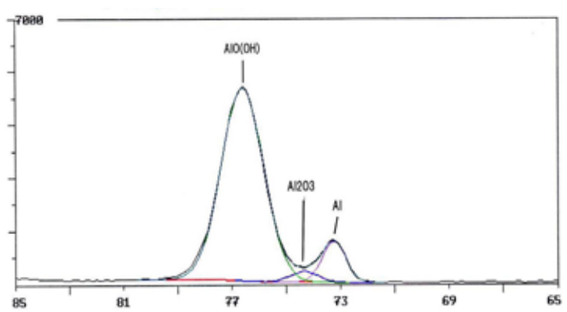
正常な AL 表面の Al (2 p ）
XPS Wide Spectrum



腐蝕した AL 表面　Al（２ｐ）
XPS Wide Spectrum



正常な AL 表面の Al (2 p ）XPS
Narrow Spectrum

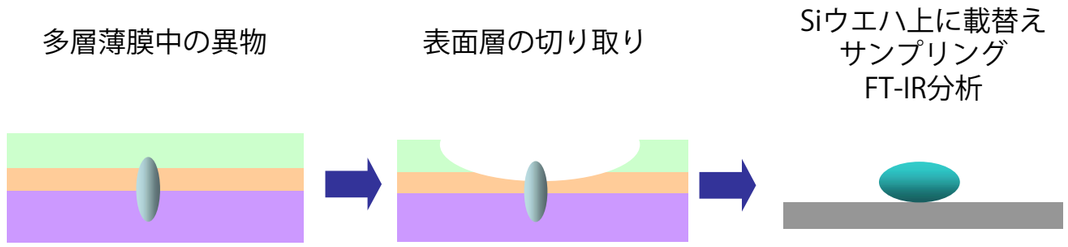


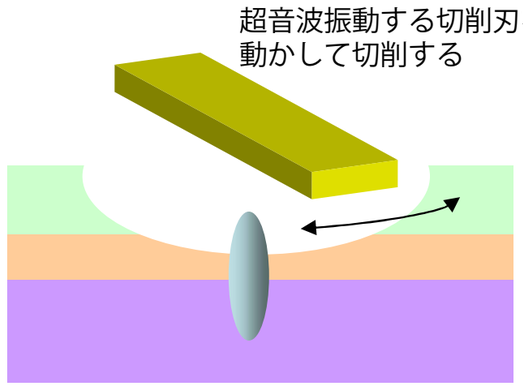
腐蝕した AL 表面　Al（２ｐ）XPS
Narrow Spectrum

異物分析のための試料加工技術

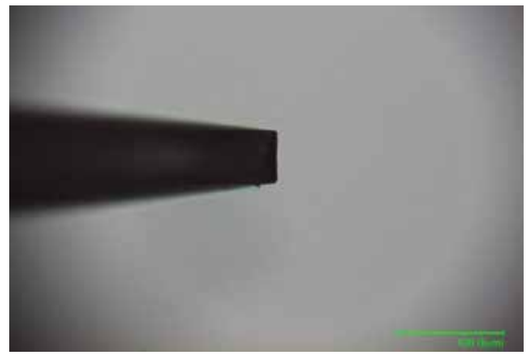
エレクトロニクス製品の歩留に大きな影響を与える異物は、いち早く分析することが要求されます。アイテスは各種の試料加工技術を駆使して迅速な分析結果をご報告します。

■ 多層膜中に埋もれた異物の掘り出し





表層面の切り取り概念図



切削ツールの刃先

■ マイクロ切削ツールの概要



マイクロ切削ツールは超音波振動を刃先に伝え顕微鏡下で、微細加工、切削を行います。

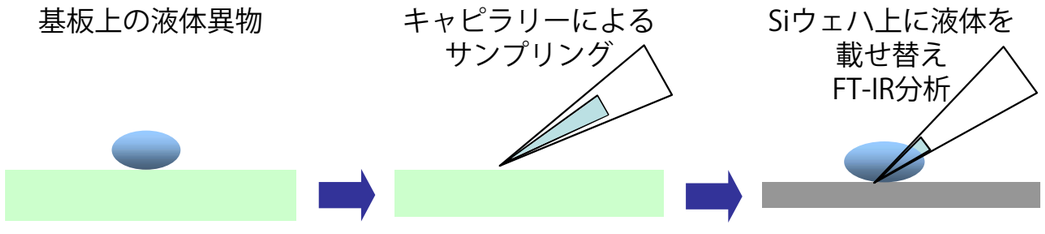
<u>仕様概要</u>

・刃先の幅：50μm 又は 100μm
・切削可能深さ：2 ～ 300μm 程度
・切削対象物：
樹脂、ガラス、Si ウェハ、金属等

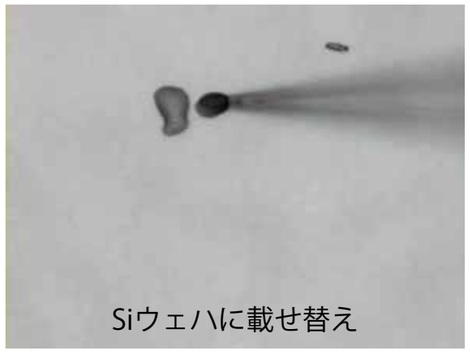
FT-IR 分析のための液体異物サンプリング技術

従来、液状異物のサンプリングは非常に困難とされて来ましたが、キャピラリーを用いて表面張力によってサンプリングし、FT-IR 分析が可能となりました。

■ キャピラリーによる液体のサンプリング

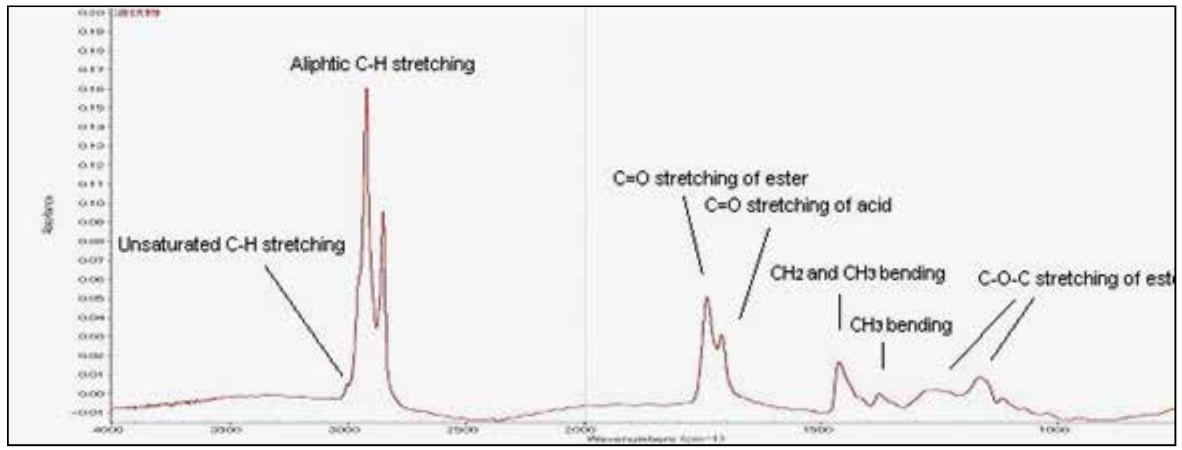



キャピラリーにてサンプリング中


Siウェハに載せ替え



■ 液体試料の分析例（皮脂）



液体サンプリングを行い、Siウェハ上で分析した皮脂のFT-IRスペクトル

FT-IR による樹脂硬化度の測定

FT-IR スペクトルは有機材料の結合状態を敏感に反映するため、接着剤の硬化反応の進行（硬化度）をモニターすることが可能です。

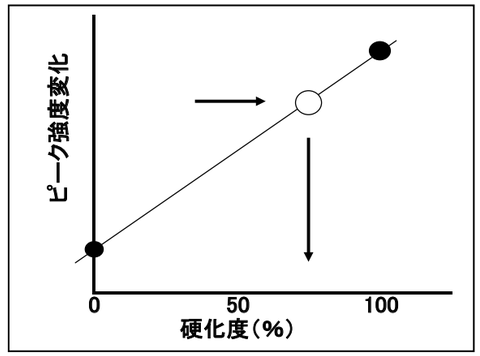
■ 樹脂の硬化度測定

硬化度測定の手順

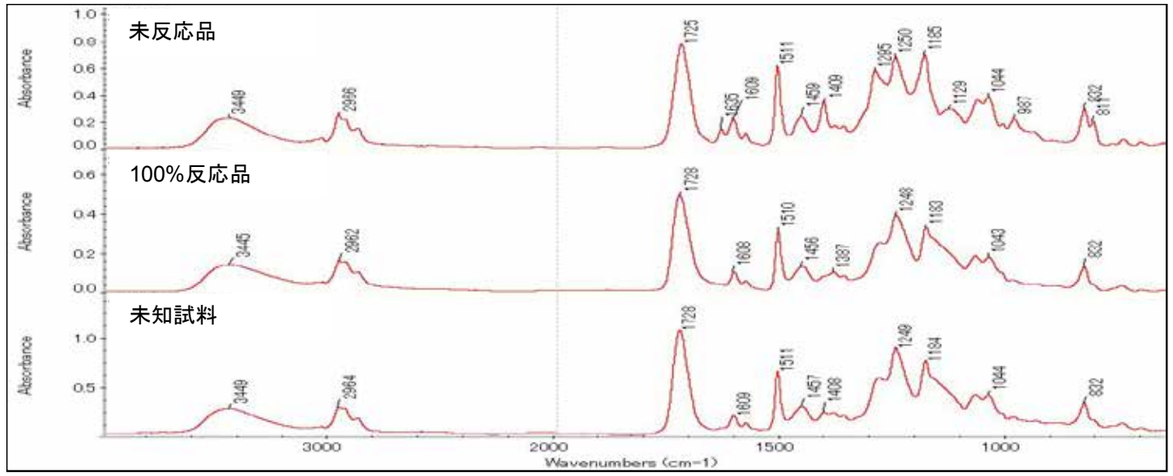
①未反応材料と 100% 反応後の材料のスペクトルを比較して、最も変化する領域を確認します。

②未反応材料の硬化度を 0%、反応後の材料の硬化度を 100% とします。

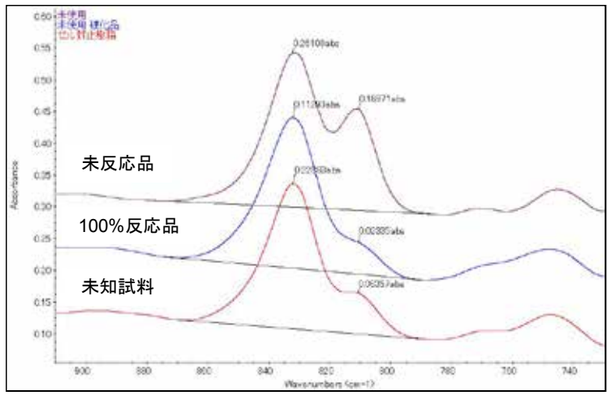
③測定試料スペクトルのピーク強度を内挿し、反応率（硬化度）を求めます。



■ 応用例（紫外線硬化樹脂の硬化度測定）



(a) 全領域FT-IRスペクトル



(b) 部分拡大FT-IRスペクトル

(a) 全領域 FT-IR スペクトルにて 未反応品、100% 反応品と未知試料のピークを比較し、最も顕著な違いが見られるのは、780 ～ 850 cm-1 であることがわかる。

(b) 部分拡大スペクトルのピーク強度より硬化度を求めると、およそ 84% となり、硬化が充分ではないことが判る。ピーク位置よりアクリル基の残存が認められる。

熱分解 GC/MS による緩衝材と微量添加剤の同定

世の中には多くのプラスチック製品が存在し、その機能・用途により種類が選択されています。ポリエチレン (PE)、ポリエチレンテレフタラート（PET)、ポリスチレン (PS) など。しかし外観では種類の判断がつきません。

また IR(赤外分光法) では分析の難しい微量添加物とプラスチックを高温で熱分解し、得られた分解ガスにより微量添加物と材料を同定いたします。

■ ここで問題です。この緩衝材の種類は何でしょう？



左図は梱包材として使われている緩衝材です。

さて、この緩衝材の種類は何でしょう？

発泡スチロールっぽいから、ポリスチレン？

もしくはポリウレタン？

見た目ではまったくわかりません。

では早速、熱分解し、分解ガスより種類の同定、また添加剤を分析してみましょう。

答えは後ほど･･･。

■ 熱分解 GC/MS とは？

試料はごく少量！

試料：10～100μg



パイロホイル　3つ折りにし、中央に試料投入　試料を挟み込み折りたたんで完了

装置へ

キューリーポイントパイロライザー（熱分解装置）



高温で分解し、発生したガスを GC/MS 分析へ

GC/MS



※キューリーポイントパイロライザーとは・・・

強磁性体は誘導加熱されると、急速に発熱して磁性転移点（キューリーポイント）で磁性を失い、一定温度になります。このキューリーポイントは金属の組成で一義的に決まっています。この強い磁性体を熱源とし、試料をこの金属（パイロホイル）に密着させて熱分解する装置です。

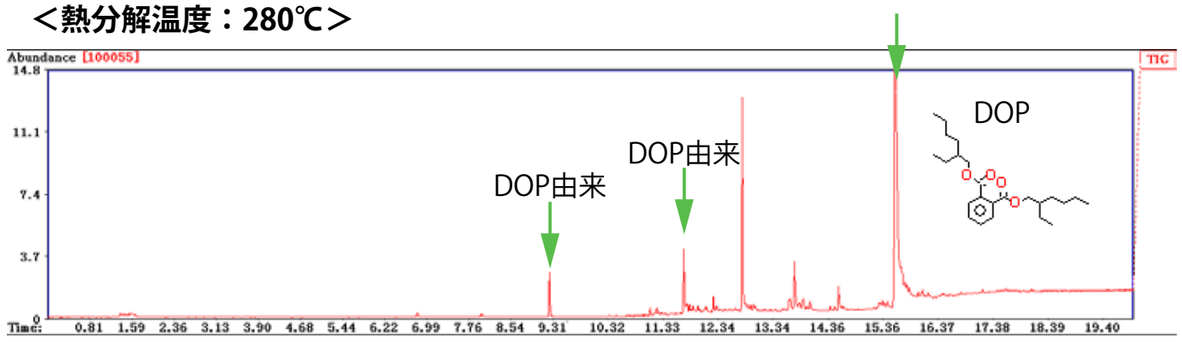
パイロホイル (金属組成) をかえることにより、160℃～ 1040℃の温度で熱分解が可能です。

■熱分解 GC/MS の結果　⇒　構造を推定する

1 段階目：低温で分解します。

熱脱着とよばれ、主成分は分解せず、樹脂に含まれる添加剤をガス化または脱離させ IR では分析の難しい微量添加剤等を同定します。

＜熱分解温度：280℃＞



⇒添加剤として可塑剤：DOP が含まれていることがわかりました。

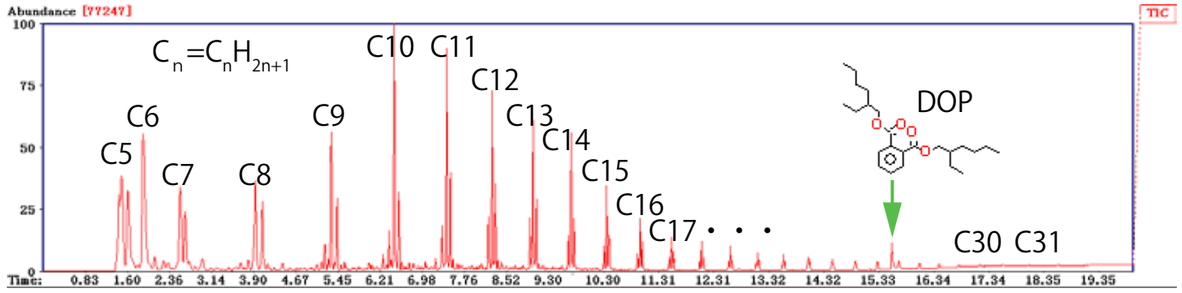
DOP：フタル酸ジ -2- エチルヘキシル

最もよく使われている可塑剤ですが、内分泌攪乱作用があることから一部規制があります。

2 段階目：高温で分解します。

主成分を高温で熱分解し、分解ガス化することにより、主成分の同定を行います。

＜熱分解温度：590℃＞



⇒炭化水素：C_nH_{2n+1} のピークが定期的に検出していることより、主成分の構造式は $-(CH_2-CH_2)_n-$ であり、この物質はポリエチレンであることがわかりました。

発泡ポリエチレン：嵩高いフェニル基有するする発泡スチロールに比べ、やわらかく、指で押しても復元する。低吸湿性で オイルや有機溶剤（極性溶剤）にとけにくく、発泡スチロールと比較し高価である。

こんなことまでわかります！添加剤はDOP



正解はポリエチレンでした！

SP値（溶解度パラメータ）
PE：7.7-8.4
PS：8.5-10.3

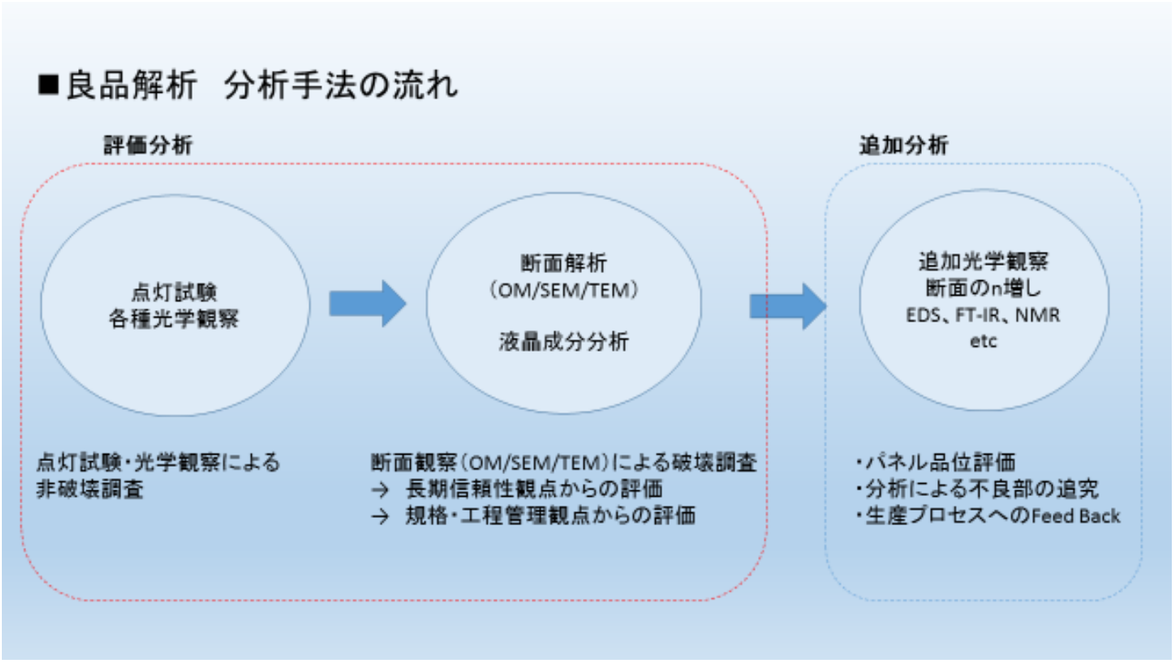
分析例：熱分解 GC/MS によるエポキシ樹脂硬化物の成分分析

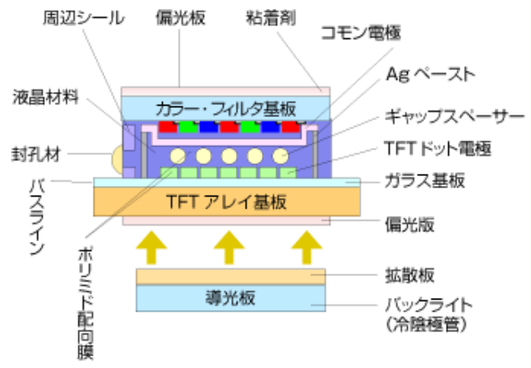
常温硬化型エポキシ樹脂の熱分解 GC/MS 分析

LCD パネル 良品解析

LCD パネル製品（モバイル品含む）の良品解析をご提案します。海外にて製品として組みあがったもの、或いは部品を海外から調達しているものについて、TFT 構造やドライバー IC の膜厚および接合箇所など構成部品の詳細な観察を行ない、それらの結果から製品の状態を考察します。

■ 分析の流れ / 考察観点





各構造を調査※1

※1　図は SHARP 様 HP より引用

考察観点

- 初期表示品位に対する影響の推定
- 信頼性故障に対する影響の推定
- 工程管理及び出荷基準に対する検査提案
- 生産工程の改善事項の提案
- 異常部位の発生原因推定
- 追加観察又は追加解析の提案

LCD パネル 良品解析

■ 良品解析内容（部分的な項目の解析でも OK）

良品解析項目		着眼点
1.FPC 周辺状態	1.1.1 パネル駆動用FPC_TH断面OM観察・測長	配線凹凸、配線厚・幅、アンカー状態、TH形状(クラック、対象性、腐食など)、マイグレーション、めっき異常
	1.1.2 パネル駆動用FPC周辺部OM観察(実装部品)	実装不良(フィレット形状、クラック、浮き、はんだ濡れ性、はじき)
	1.2.1 パネル駆動用PCB周辺部OM観察	形状確認、折れ、傷、剥がれ
	1.2.2 半田付け部品断面OM観察	実装不良(フィレット形状、クラック、浮き、はんだ濡れ性、はじき、化合物生成、引け巣)
	1.3.1 BL駆動用FPC周辺部OM観察（FPC）	形状確認、折れ、傷、剥がれ
	1.3.2 BL駆動用FPC断面OM観察・測長	配線凹凸、配線厚・幅、アンカー状態、マイグレーション、めっき異常
	1.4.1 BL駆動用FPC周辺部OM観察（LED）	LED部品のズレ、割れ、欠け、変色、腐食
	1.4.2 BL駆動用LED接合部断面OM観察・測長	実装不良(LED部品ズレ、フィレット形状、クラック、浮き、はんだ濡れ性、はじき、化合物生成、引け巣)
2.FOG 周辺状態	2.1 FOG接合状態観察	気泡分布、汚れ、キズ、腐食、幅、合わせズレ、ACF粒子分布状態、配線・めっき異常
	2.2 FOG断面OM観察	ACF粒子潰れの程度、合わせ位置ズレ、ACG樹脂内ボイド、配線形状・めっき形状、配線アンカー、マイグレーション
	2.3 FOG断面SEM観察	
3.COG 周辺状態	3.1.1 ゲート/ソースドライバーIC表面観察	パッシベーションクラック、スクラッチ、金バンプ形状異常、圧着痕ムラ
	3.1.2 ゲート/ソースドライバーIC接合状態観察	Chip欠け、保護樹脂ムラ、位置ズレ
	3.1.3 ゲート/ソースドライバーIC断面OM観察	配線構造、Chip傾き、金バンプ形状、ACF粒子潰れ、ACF樹脂内ボイド、接続ギャップ
	3.1.4 ゲート/ソースドライバーIC断面SEM観察	
4.引き出し配線	4.1引き出し配線観察	配線異常(黒ポツ、虫食い、腐食、スクラッチ)、配線ピッチ、異物、気泡
5.液晶セル	5.1 パターンズレ・スペーサー状態・異物の観察	張り合わせズレ、レジストムラ、スペーサー分布、気泡・異物、注入口封止状態
	5.2 TFT部構造観察	成膜色ムラ・変色、配線異常、成膜パターンずれ
	5.3 TFT特性(暗室)	OFF領域のリーク電流、Vth個体差、I-V面内ムラ
	5.4 TFT特性(光照射)	擬似バックライト照射特性(変化量比較)
	5.5 TFT特性(加熱)	加熱特性(変化量比較)
	5.6 TFT部断面TEM観察	カバレージ、膜厚、テーパー、ダメージ層の有無、シーム、異物、膜の粗密、N+カット状態、コンタクト形状
	5.7 CF部断面TEM観察	成膜状態、レジストの粗密、BM形成状態、対向電極形跡状態
6.ｾﾙｼｰﾙ部周辺状態	6.1 セルシール部状態OM観察	幅(細り)、気泡、異物、フィラー分布状態
	6.2 セルシール部断面SEM観察	密着性、シール厚、幅、フィラー分布状態、シール端形状
	6.3 柱状スペーサー断面SEM観察	形状、配置、ギャップ保持状態
	6.4 トランスファ部断面SEM観察	密着性(導電性)、気泡、形成位置、ギャップ保持状態
7.液晶	7.1 液晶成分分析	汚染物質の有無、駆動方式(表示特性)と液晶材料の関連推定、含有液晶材料の構造推定
8.外観・点灯検査	8.1 外観・点灯検査	外観：割れ、欠け、反り、汚れ、セル内気泡、変色、打痕、損傷
		点灯：線欠、点欠、動作安定性、輝度ムラ、ラビスジ、ザラツキ、異物、注入口ムラ、残像、BM光漏れ
9.ｾｸﾞﾒﾝﾄ	9.1 PIN	かみ合わせズレ、保護樹脂気泡、接着層塗布ムラ、PIN形状異常、ガラスカケ
10.導光板	10.1 導光板の物性測定	透過率測定、ヘイズ、反り

液晶パネルの解体及び液晶成分分析サービス

液晶パネルは身の回りに多数使われており、現代生活には欠かせないものになっています。一口に液晶パネルといっても用途によって様々な性格を持つ液晶が使われており、一般に数種類から十数種類の液晶の組み合わせで構成されています。アイテスでは液晶パネルを解体し、液晶材料の定性分析サービスを行っています。

■ 液晶パネルの解体



液晶を使った機器

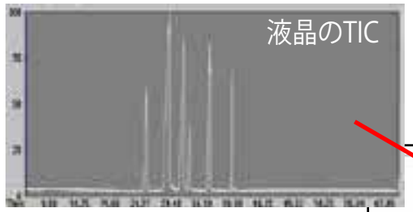
解体



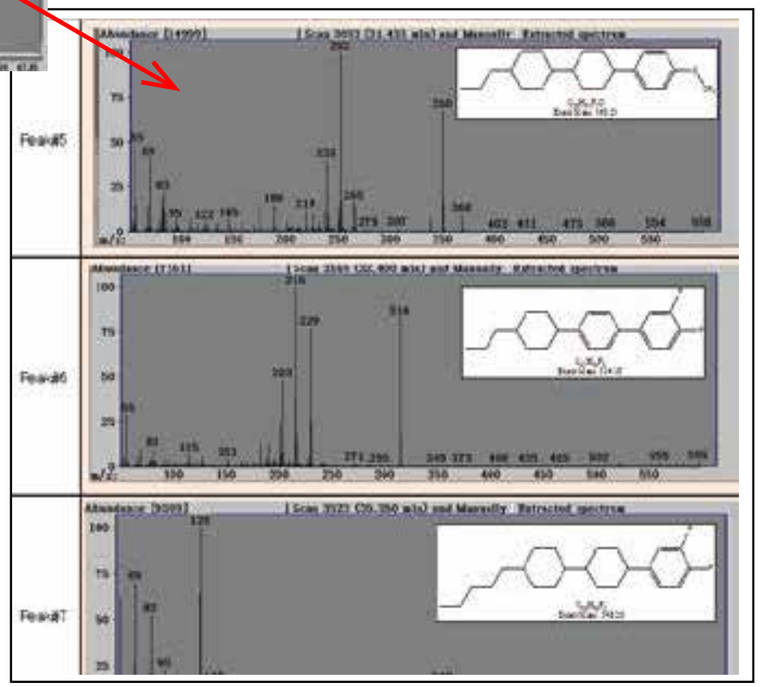
溶媒を用いて液晶のみを抽出

※アイテスでは液晶パネルの解体だけでなく、解体前の点灯試験等も併せて行っております。

■ 液晶成分の GC/MS 分析と液晶データベースを用いた解析



解析



各ピークのMSスペクトルと推定構造の一部

＜解析フロー＞
①分析結果を解析し、社内で蓄積した液晶データベースを用いて液晶の分子構造を推測、決定
②各ピーク面積から液晶の含有率を算出
③推定構造からその液晶が持つ特性を考察

＜考察例＞
極性の末端基が多い
⇒誘電率異方性が大きい
　⇒低い駆動電圧で稼働する特性を備える液晶

IGZO TFT の電気特性測定及び構造解析

液晶画面のアレイに使用されている IGZO TFT の電気特性の測定から、断面 TEM 観察及び EDS 元素分析による構造解析を、一貫して行っておりますので御紹介致します。

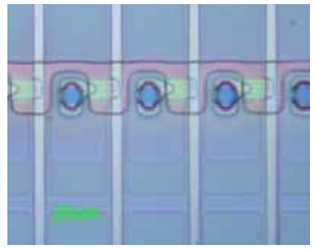
■ 解体及び TFT 電気特性の測定



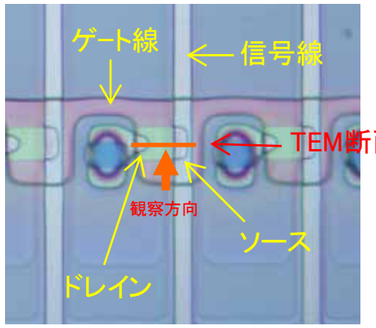
IGZOスマートフォン外観



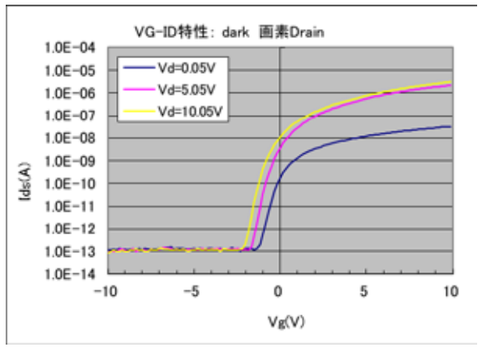
解体、ディスプレイ取り出し



ディスプレイ開封、液晶除去

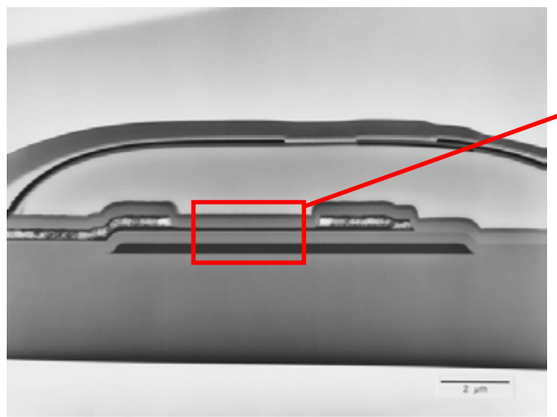


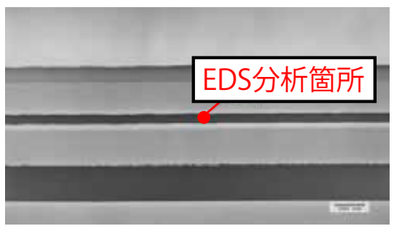
IGZO アレイTFT部分
電気特性測定及び断面TEM解析

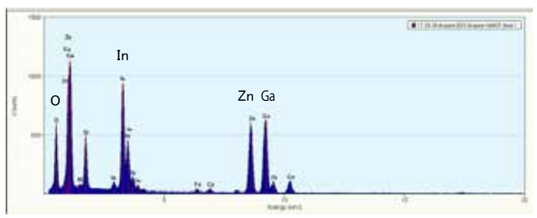


IGZO TFTの電気特性

■ IGZO TFT 断面 TEM 観察及び EDS 分析







作製した断面からEDSによる元素分析及び元素マップ等が行える。

断面観察用の試料作製

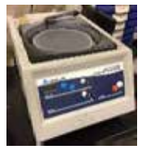
アイテスでは主に以下の方法により断面観察用の試料作製を行っております。
目的・試料状態により最適な方法を選択、或いは組み合わせて試料の加工を行います。
断面観察用試料の作製の際は、アイテスまでご連絡ください。

＝機械的加工＝

- 機械研磨　：　最も一般的な方法。
- ミクロトーム　：　スライス加工による方法。

＝イオンビーム加工＝

- FIB　：　微小な穴掘り加工による方法。
- ｲｵﾝﾎﾟﾘｯｼｬｰ(CP)　：　すりおろし加工による方法。






加工条件

	機械研磨	ミクロトーム	FIB	CP
加工源	SiC、ダイヤモンド等研磨材	ガラスナイフ ダイヤモンドナイフ	Gaイオンビーム	Arイオンビーム
加工横幅	ほぼ試料の幅（一般的には数cm～10cm程度）	＜数mm	10～100μm程度	＜4mm
加工深さ（縦幅）	試料の厚み	＜数mm	20～50μm程度	＜1mm
ピンポイント精度	1μm～	数μm～	＜1μm	20μm

メリット＆デメリット

	機械研磨	ミクロトーム	FIB	CP
メリット	広い領域の加工観察可	隙間への埋まり込みがない	機械的ダメージを作り込まない	機械的ダメージを作り込まない
	観察・分析装置への展開応用範囲が広い	薄片化によりTEM観察への展開可	容易に金属結晶組織の観察可	容易に金属結晶組織の観察可
		FT-IR分析やToF-SIMS分析への展開可	硬軟材に対しても平滑仕上げ	硬軟材に対しても平滑仕上げ
			多孔、空隙構造材の加工可	多孔、空隙構造材の加工可
			低融点材料の加工可	低融点材料の加工（クライオ使用時）
			表面層の観察に最適	水溶性材や水使用不可時の適用
デメリット	機械的ダメージが入りやすい	しわや反り等の機械的ダメージが入る。硬材には不向き	熱ダメージや再付着等が生じやすい	ビームによる加工スジや熱ダメージが入る場合がある（常温加工時）

クロスセクションポリッシャー（CP）の加工

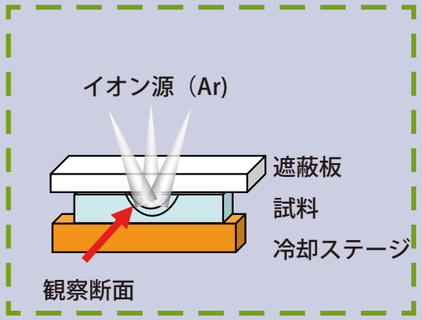
加工幅、加工深さは機械研磨加工と FIB 加工の中間に位置する装置です。
機械研磨ではダメージが気になる。位置精度はFIBほど必要ないけどFIBより広く観察したい。
と言った要望が御座いましたら、アイテスまでご相談ください！

冷却機能付トリプルイオンミリング装置



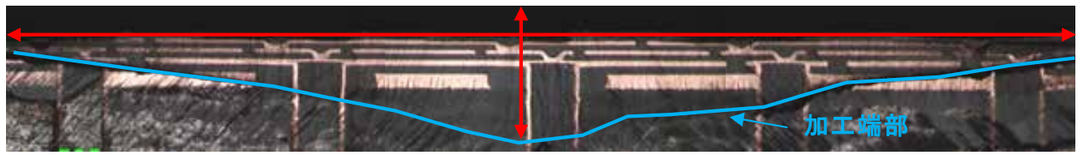
- 最大試料サイズ
  50 x 50 x 10 mm
- 最大加工幅
  4mm
- ピンポイント位置精度
  10 ～ 20μm
- 冷却機能
  -150℃まで

加工イメージ



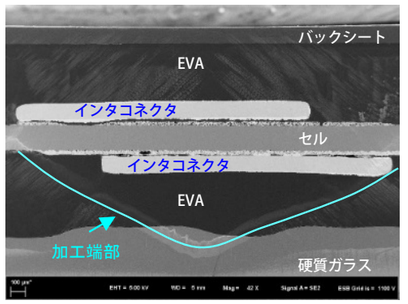
最大加工幅　：約 4mm/ 最大加工深さ：約 1mm と広範囲での加工が可能！

ビルドアップ基板の加工例



硬軟材において平坦性が高く、物理的ダメージの無い断面の作製が可能！

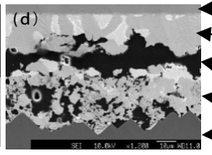
単結晶 Si 太陽電池モジュールの加工例











(a) EVA/硬質ガラス界面
(b) EVA/銀電極界面
(c) EVA/単結晶Siセル界面
(d) インタコネクタ/単結晶Siセルの界面

インタコネクタ
共晶半田
クラック
銀電極
単結晶Siセル

位置精度が良い断面の作製が可能！

LED ワイヤーボンディング 1st、2nd ボンド同時面出し加工例





