ITES

株式会社アイテス

平成 25年度

(株) アイテス

品質技術部

清野　智志

材料信頼性(環境)試験および評価分析セミナー

http://www.ites.co.jp



内容

1. 信頼性 (環境) 試験について
2. 信頼性(環境) 試験の目的
3. 試験装置種類
4. 環境試験前後の材料評価分析事例
5. 耐熱性材料の試験対応
6. 信頼性試験から分析解析までご対応

信頼性(環境)試験について

●信頼性について

材料、部材に長時間温度や湿度変化の繰り返しが続くと、クラックや変質による物性低下が生じる。信頼性評価のため、試験ｻﾝﾌﾟﾙを一定時間暴露し、外観変化や材料の変質を確認する。

●試験装置

★ｻｰﾏﾙｼｮｯｸ試験

温度湿度ｻｲｸﾙ試験、ﾋｰﾄｻｲｸﾙ試験

★恒温恒湿試験

★高温高湿試験

ﾌﾟﾚｯｼｬｰｸｯｶｰ試験　　などがある。

信頼性(環境)試験の目的

何故、信頼性（環境）試験が必要？

・使用環境を想定した試験条件により材料・部材の変化、変質、不具合を確認し、製品材料設計・構成の検討をする必要がある。

・また、使用されると予想される環境で、設計した材料、構成、部材に問題はないかの確認が必要である。

環境試験後、ミクロな目で観てみると（その1）

○ 高温高湿試験による加水分解

・分子構造にｴｽﾃﾙ結合、ｱﾐﾄﾞ結合、ｳﾚﾀﾝ結合などの**極性分子**構造を有する材料の場合、湿気（水）により物性変化や変質を起こす。

・例えば、ｴｽﾃﾙの場合、高湿（水分）により以下の加水分解反応が起きる。（高温により反応は促進される）

$$R-COO-R' + H_2O \rightarrow R-COOH + HO-R'$$

ｴｽﾃﾙ結合が、ｶﾙﾎﾞﾝ酸とｱﾙｺｰﾙに変化してしまう。

ｴｽﾃﾙ結合の繰り返されるﾎﾟﾘﾏｰ（樹脂）の場合、加水分解により結合が切れ分子量低下による物性低下を引き起こす。

★補足：H_2Oの酸素Oが、ｴｽﾃﾙCOOの炭素Cを攻撃し結合を切る

環境試験後、ミクロな目で観てみると（その2）

○温度サイクル試験、高温高湿試験による酸化

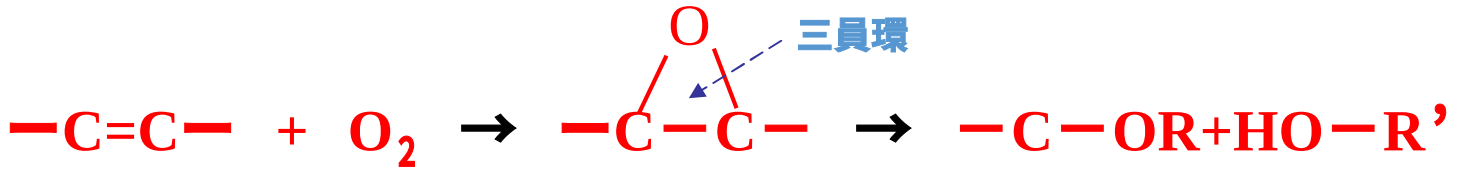
・金属や樹脂は、高温、または湿度により表面の酸化や亀裂、変質を起こす。

・金属表面は金属結合手の余った、または足りない不安定で活性な状態である。高温や湿度により、酸素や水がその表面を攻撃し変質させる。

$$-M- + O_2 \rightarrow -O-M-O- \quad \text{酸化物}$$

$$-M- + H_2O \rightarrow -M-OH \quad \text{水酸化物}$$

・ﾎﾟﾘﾏｰ（樹脂）の場合、材料によっては重合ﾌﾟﾛｾｽ時に二重結合が残ることがあり、その部分を高温により酸素が攻撃し解劣する。



装置別試験

○サーマルショック試験（温度湿度サイクル試験）

温度、湿度を段階的に変化させ（ﾌﾟﾛｸﾞﾗﾑ設定）、試験後の外観、ひずみ、材料物性、変質（解重合、酸化、加水分解）、などを調べる。

○恒温恒湿試験

一定温度、一定湿度の恒温恒湿下で一定時間の試験後の外観、材料変質（解重合、酸化、加水分解）、物性などを調べる。

○高温高湿試験

１００℃以上の高温、高湿度で一定時間暴露した後の外観、材料変質（解重合、酸化、加水分解）、物性などを調べる。

弊社保有の環境試験装置

各種、環境試験装置を取り揃えております。



冷熱衝撃試験装置（T／C）	30台
液槽冷熱衝撃試験装置（WTC）	3台
恒温恒湿器（THB／LT）	26台
恒温器（HT）	12台
高度加速寿命試験装置（PCT／HAST）	23台
合計	94台

試験装置仕様と外観写真（一例）

■ 冷熱衝撃試験



内寸（最大）：970W×460H×670L 温湿範囲：-65～0℃／+60～+200℃	30台

■ 液槽冷熱衝撃試験



試料カゴ（最大）：320W×240H×320L 耐荷重（最大）：10kg 温湿範囲：-65～0℃／+50～+150℃	3台

■ 恒温恒湿試験



内寸（最大）：960W×1000H×720L 温湿範囲：-70～+150℃／20～98%	26台

■ 高度寿命加速試験



内寸（最大）：545Φ×550L 温湿範囲：+105～+162.2℃／75～100%	23台

試験前後の評価

○剥離、ﾎﾞｲﾄﾞの確認

X線観察、SAT観察、断面作成後SEM観察

○材料変色の確認

光学観察、金属顕微鏡観察

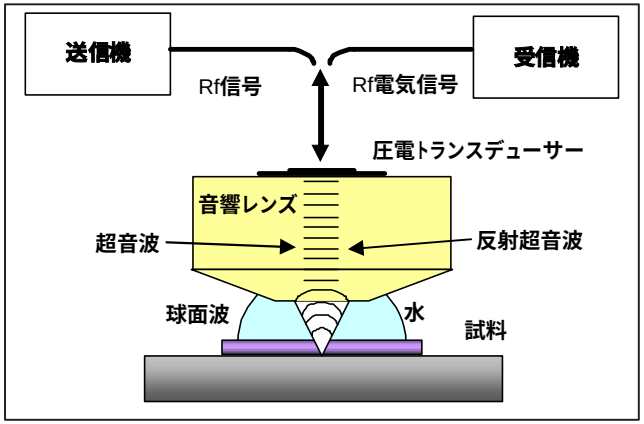
○材料変質（劣化、酸化等）の確認

ｵｰｼﾞｪ分析、XPS分析、FT-IR分析、EDX分析、WDX分析、TOF-SIMS分析、硬度測定

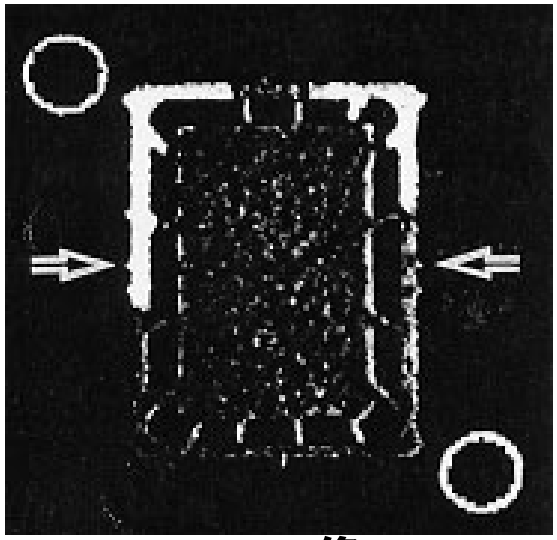
試験評価分析例（SAT観察）



SAT装置



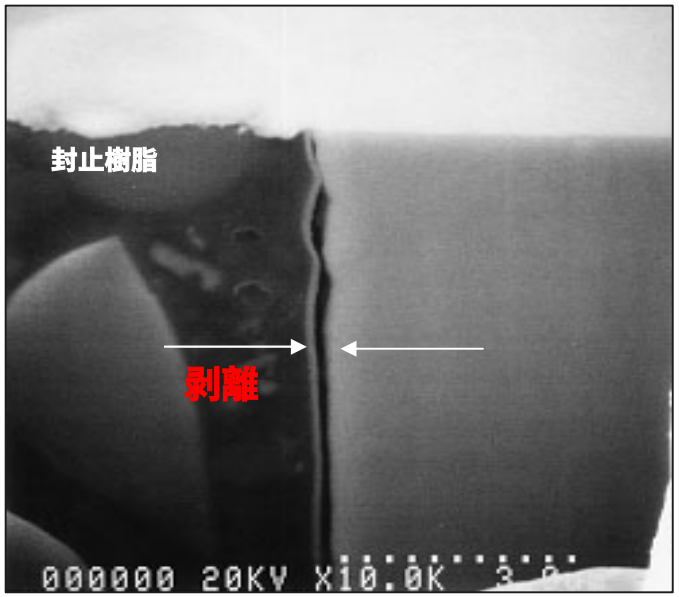
原理



SAT像

超音波顕微鏡観察（SAT）により、熱サイクル試験後の半導体PKG材料の剥離観察を行った。白く観える箇所が剥離部である。

試験評価分析例（断面観察）



異常部断面SEM像



正常部断面SEM観察

熱サイクル試験後のSAT観察の結果、確認された異常部を機械研磨とFIBを組合せて作製した断面を観察すると、非常にわずかな剥離（～0.2μm程度)が見られた。

試験評価例（密着性確認）

・熱サイクル試験後の塗膜は基材との**線膨張係数の違い**により**界面の剥離**が発生し塗膜の密着不良を起こす。

・様々な試験条件に対応し**鉛筆引っかき試験**により密着評価を行う必要があります。





環境試験装置

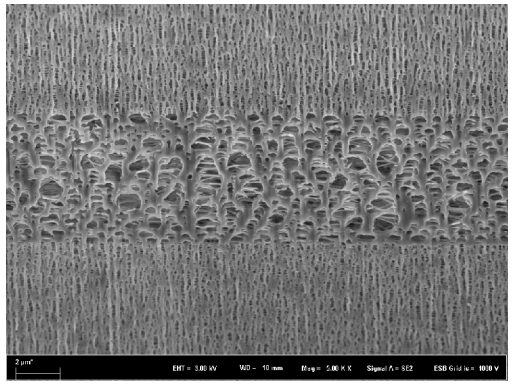


鉛筆引っかき評価例

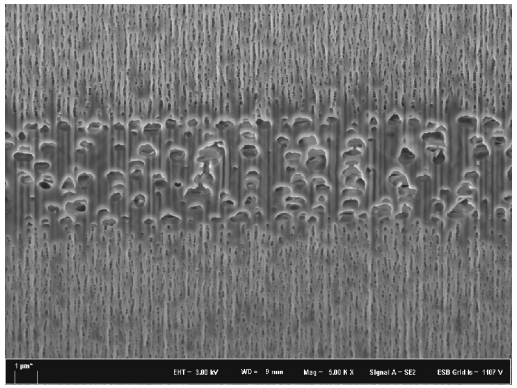
（ｻﾝﾌﾟﾙ：PWC）



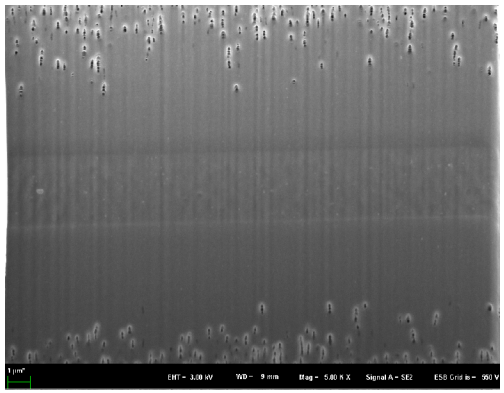
試験評価分析例（ｾﾊﾟﾚｰﾀ断面観察）



初期状態



１３５℃×１０分



１３５℃×２０分



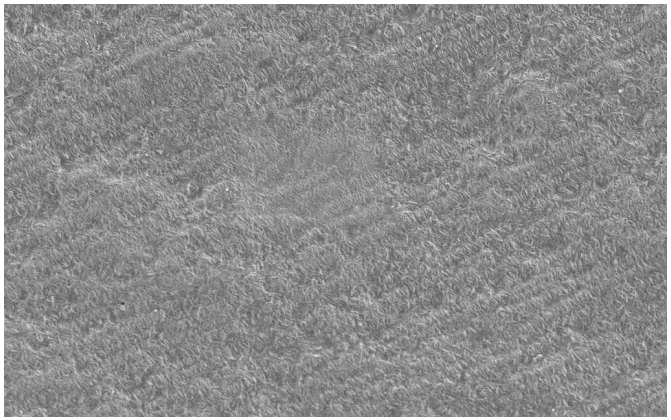
１３５℃×３０分

恒温試験後（１３５℃）、ｾﾊﾟﾚｰﾀ材料の熱変形が断面観察により確認できる。（ｾﾊﾟﾚｰﾀ材：PP－PE－PP）

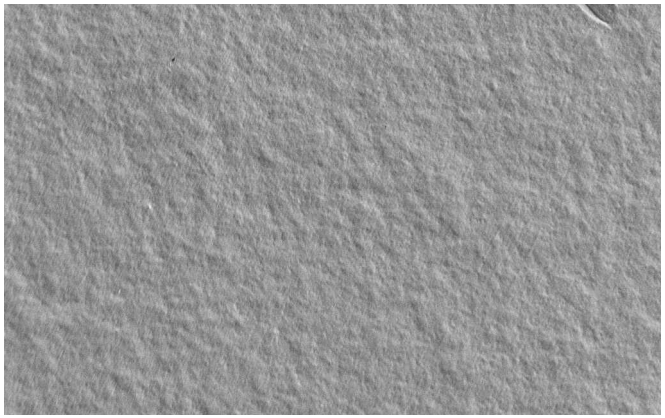
試験評価分析例（ミクロ熱変形）

熱可塑性樹脂を融点(Tm) に近い温度で熱ｻｲｸﾙ試験を行うと、ﾎﾟﾘﾏｰ結晶部がほぐれてｱﾓﾙﾌｧｽ状態となる。

温度ｻｲｸﾙ試験：２５℃×３０分+１１５℃×３０分



試験前



温度ｻｲｸﾙ試験：１０ｻｲｸﾙ

SEM観察すると、試験前に規則正しく配列していたﾎﾟﾘﾏｰ分子が、試験後は熱ｱﾀｯｸにより配列が乱れてｱﾓﾙﾌｧｽ状態となっている。

試験評価分析例（硬度測定）

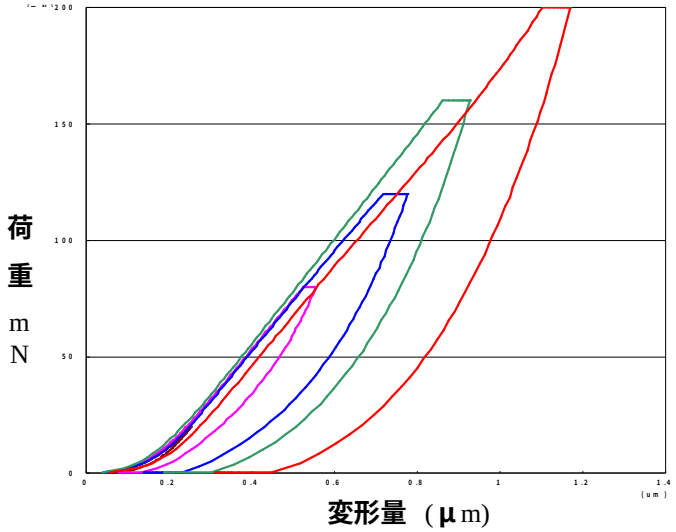
・恒温恒湿試験条件：６５℃、９５％

１００時間毎にｻﾝﾌﾟﾙ取り出し（d、c、b、a順に取り出し）

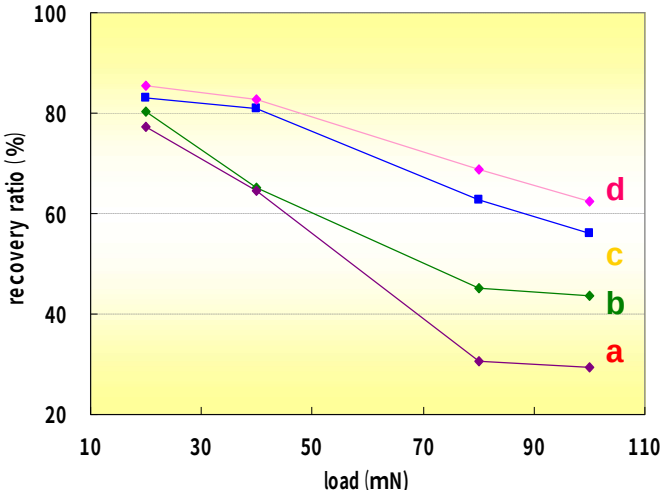
・ｻﾝﾌﾟﾙ：ﾎﾟﾘｴｽﾃﾙﾌｨﾙﾑ



硬度測定装置



荷重を変えた高分子膜の荷重/侵入深さ曲線



4種類のﾌｨﾙﾑ：a,b,c,dの荷重と回復率の比較

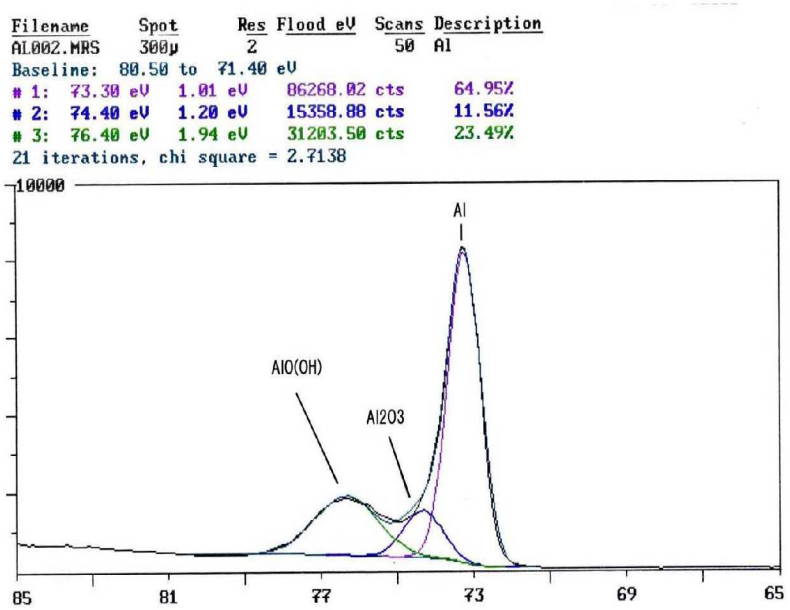
湿気によりｴｽﾃﾙ結合有する材料が加水分解し、硬度特性が低下している。ｸﾞﾗﾌよりｻﾝﾌﾟﾙd、c、b、a順に加水分解が進行し劣化している。

試験評価分析例（表面酸化分析）

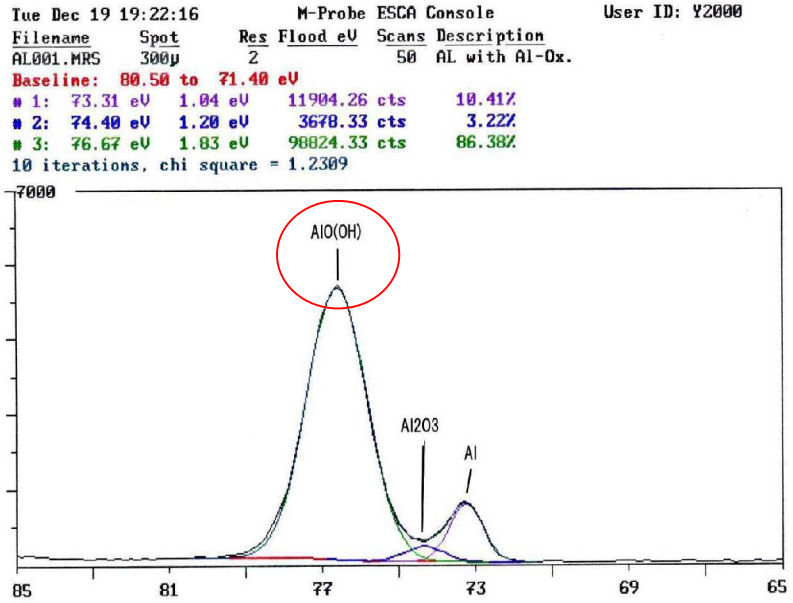
・熱ｻｲｸﾙ（+湿度）試験：２５℃×３０分+８５℃×３０分、８５％

・ｻｲｸﾙ数：１０００ｻｲｸﾙ

・ｻﾝﾌﾟﾙ材質：ｱﾙﾐ



試験前のXPS分析ﾃﾞｰﾀ

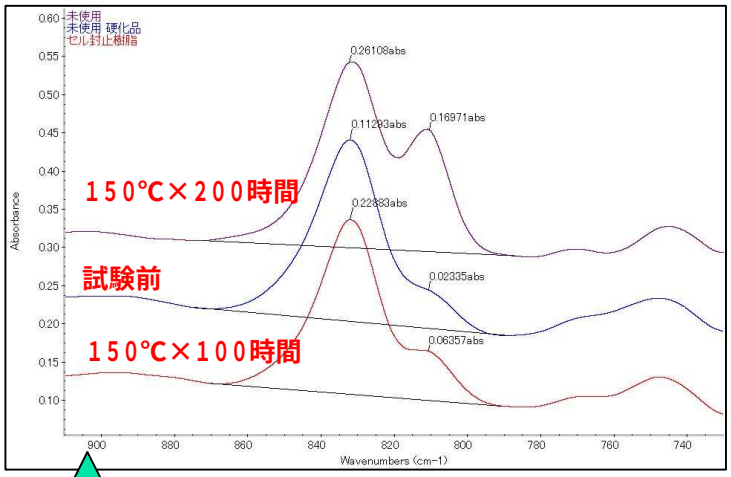


試験後のXPS分析ﾃﾞｰﾀ

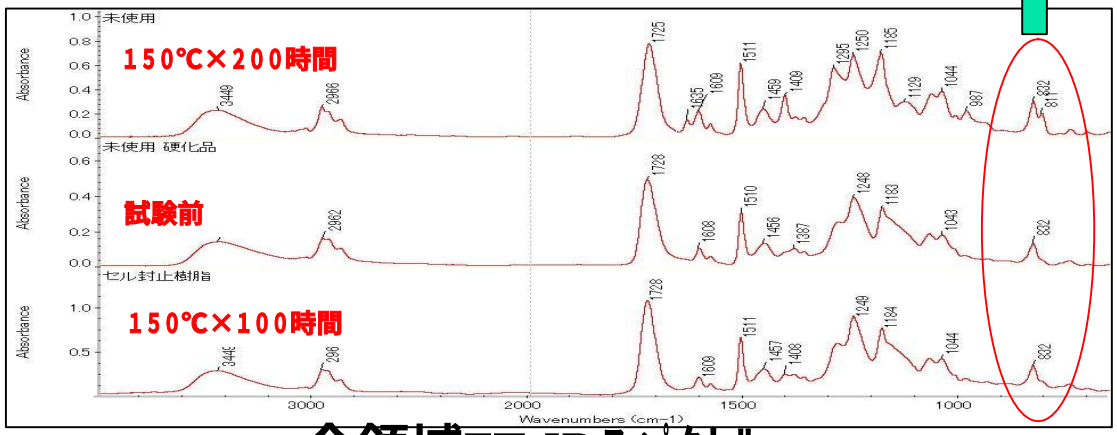
ｻｲｸﾙ試験後のｱﾙﾐ表面は、熱と湿気により酸化している。

試験評価分析例（樹脂熱劣化評価）

- 恒温試験：１５０℃
- １００時間毎に取り出し
- ｻﾝﾌﾟﾙ：ｱｸﾘﾙ樹脂
- 分析：FT-IRによる樹脂分解調査



部分拡大FT-IRｽﾍﾟｸﾄﾙ



全領域FT-IRｽﾍﾟｸﾄﾙ

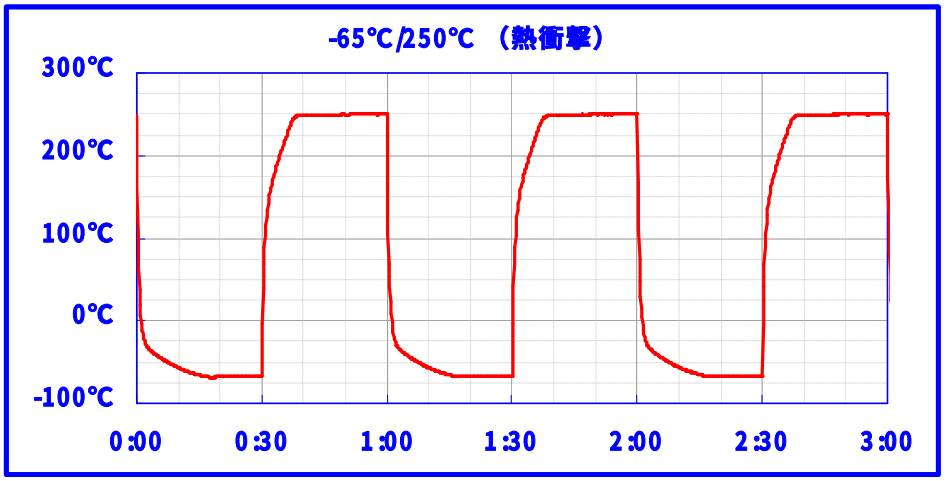
あるﾋﾟｰｸに着目し、ﾋﾟｰｸ強度の違いから熱による劣化（分解）の比較ができる。材料により恒温恒湿試験も可能

試験評価分析例（耐熱材料評価試験装置）

・耐熱性２００℃を越えるｴﾝｼﾞﾆｱﾘﾝｸﾞﾌﾟﾗｽﾁｯｸ材料などの熱ｻｲｸﾙ試験に対応可能（２５０℃まで対応）

・対象材料

ｾﾗﾐｯｸ、金属全般、ｽｰﾊﾟｰｴﾝﾌﾟﾗ（ﾎﾟﾘｱﾐﾄﾞ、ﾎﾟﾘｲﾐﾄﾞ、ﾎﾟﾘｴｰﾃﾙｴｰﾃﾙｹﾄﾝ、フッ素樹脂、ｼﾘｺｰﾝ樹脂、ｴﾎﾟｷｼ樹脂、ﾄﾘｱｼﾞﾝ、ﾒﾗﾐﾝ樹脂などの）



サイクルチャート例



■試験槽寸法：

W400mm×H400mm×D600mm

or W400mm×H250mm×D400mm

■使用温度範囲：

- 65℃～0℃ / 60℃～250℃（熱衝撃）
- 40℃～0℃ / 60℃～125℃（温度サイクル）

信頼性試験から分析まで一貫対応

信頼性試験（加速試験、恒温恒湿試験等）後、すぐに分析



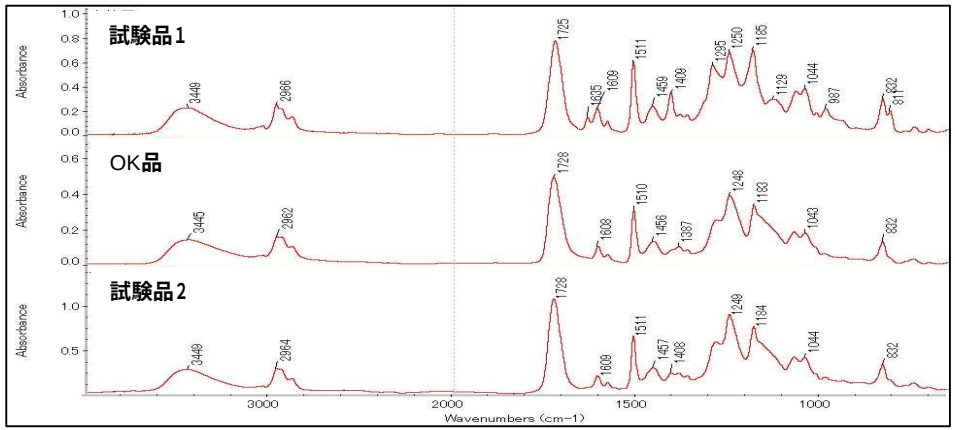
テストサンプル例

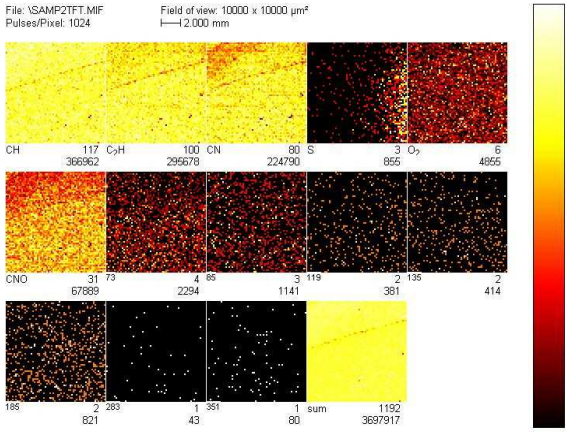
信頼性試験





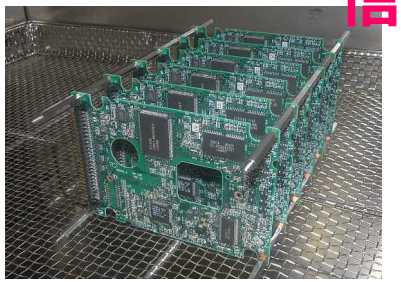
分析





信頼性試験から解析まで一貫対応

信頼性試験（加速試験、冷熱衝撃試験）後、すぐに解析



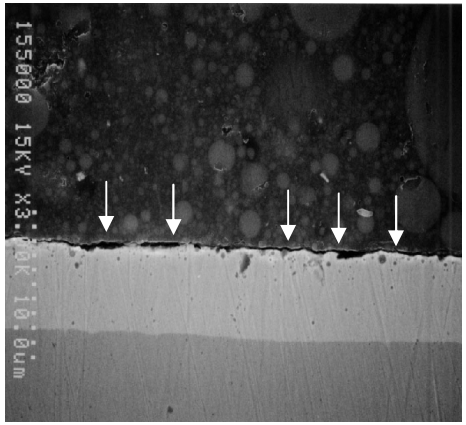
試験サンプル例
PCB

信頼性試験

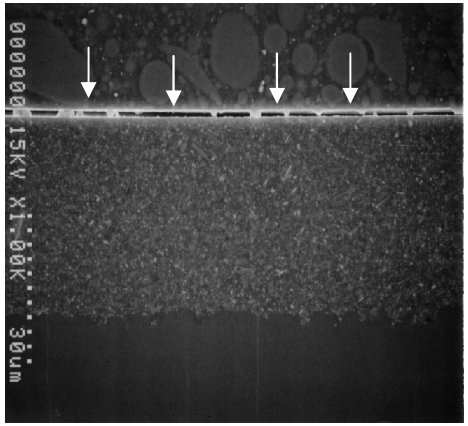




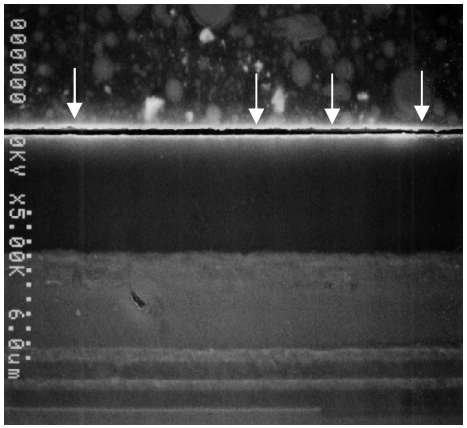
解析



a）封止樹脂／ﾀﾞｲﾊﾟｯﾄﾞ界面



b）封止樹脂／ｿﾙﾀﾞｰﾚｼﾞｽﾄ界面



c）封止樹脂／ﾁｯﾌﾟｺﾎﾟﾘｲﾐﾄﾞ界面

ご清聴、ありがとうございました

International Test & Engineering Services Co., Ltd

ITES

SOLUTION
PROVIDER

www/ites.co.jp

〒５２０－２３９２　滋賀県野洲市市三宅800番地

㈱ｱｲﾃｽ　品質技術部　清野智志

e-mail : tomoyuki_kiyono@ites.co.jp

TEL　：０７７－５９９－５０２１　FAX　：５８７－５９０１