

ITES

株式会社アイテス

平成26年
(株)アイテス
品質技術
清野 智志

異物分析セミナー

<http://www.ites.co.jp>



内容

- はじめに
- 異物発生原因
- 異物の種類
- 分析フロー
- サンプルング、前処理技術
- 分析装置
- 分析事例
- まとめ





はじめに

- ★異物問題の解決は各メーカーにとって、永遠のテーマであるが、近年、発生する異物の組成・構成は複雑であり困難を極めている。
- ★IT産業の発展にともない製品および周辺部材が軽薄短小となり、それにともない異物自体も微細化している。
- ★最適な分析手法の選択も重要であるが、異物の微細化、極薄化によりサンプリングおよび前処理の重要性もまた、無視できなくなってきている。
- ★本セミナーでは、異物分析手法と分析装置、および重要とされるサンプリング技術、前処理技術について触れ、異物不良の軽減解決にお役にたてれば、と考えています。



異物発生原因

- ✓ 製造プロセスで使用されている治具材料・搬送材料の劣化、周辺使用のグリス等から発生
- ✓ 人からの発生（髪の毛、皮膚、フケ、化粧剤、衣服繊維）
- ✓ 製品使用材料の劣化
- ✓ 使用材料の凝集、化学反応
- ✓ 梱包材、容器汚染からの発生



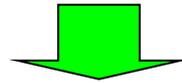
異物の種類

- 無機物
- 金属(切粉等)
- 有機物
- 複合物、混合物

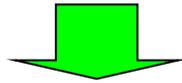
無機—有機、金属—有機、無機—金属
無機混合物、有機混合物、金属混合物 など

分析の流れ

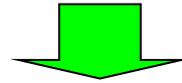
分析の目的確認と計画



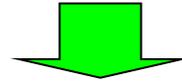
試料収集・採取



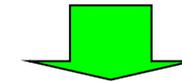
前処理（抽出、蒸留、濃縮など）



分析・測定



データ処理



データ解析（専門的知見が必要）



サンプリング、前処理技術

- フィルタリング

微小浮遊物の補足、または溶剤洗浄にて捕捉

- 抽出

溶けやすい溶剤を用いて収集

- 断面作成

機械研磨、FIB CP ミクローム

- 表面切削

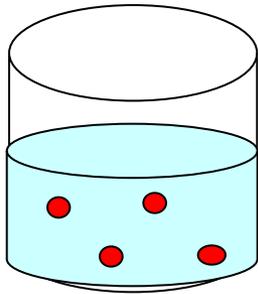
マニピュレータ 研磨

- 微小サンプリング

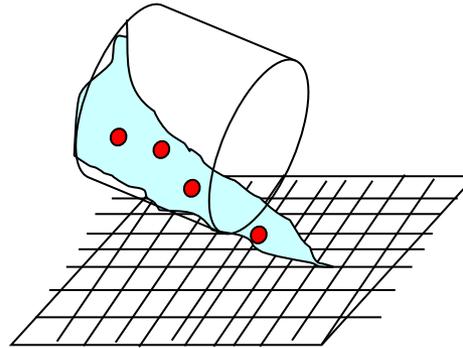
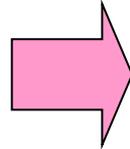
マニピュレータ



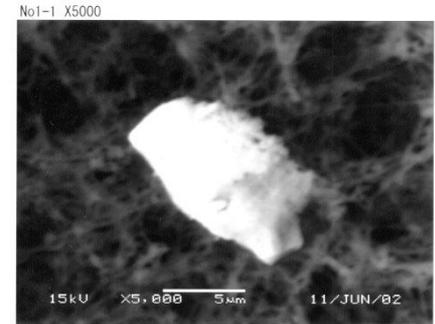
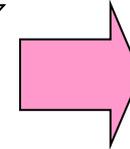
前処理(フィルタリング)



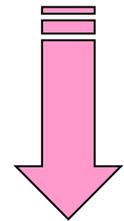
浮遊物
(ミクロンオーダー)



フィルター・ろ過



異物捕捉例

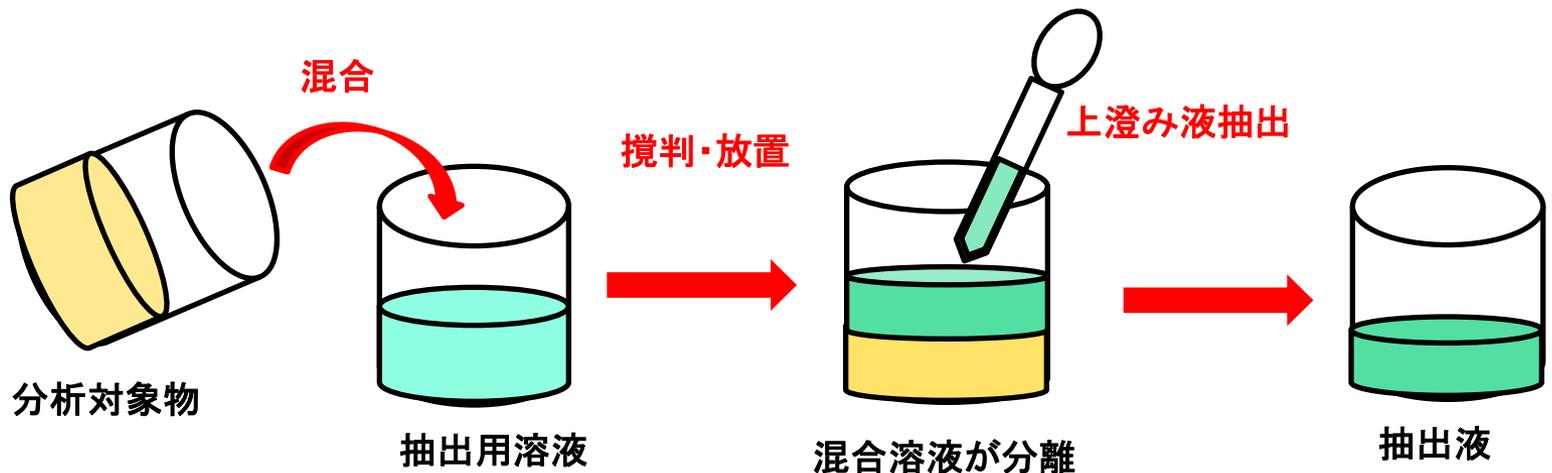


分析



抽出

- 溶けやすい液体に溶解させ、溶解溶液のみを抜き取り集める方法である。
- お茶、紅茶、コーヒーなどもある意味、抽出である。
- 化学物質を扱う場合は、それほど単純ではなく、未知の物質に対応可能な抽出液体(溶剤)の選定が必要となり、無機、有機材料の専門知識が必須である。
(溶解度パラメーター **SP値**を参考とする場合あり)



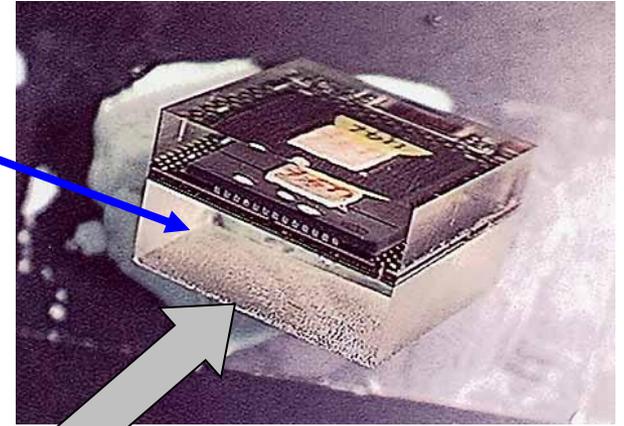
断面作成手法1(機械研磨法)



研磨機

試料を樹脂に埋め込み、回転式研磨機を用いて機械的に研磨する

樹脂

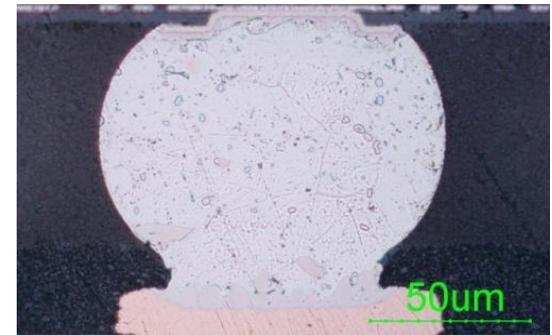


観察

試料



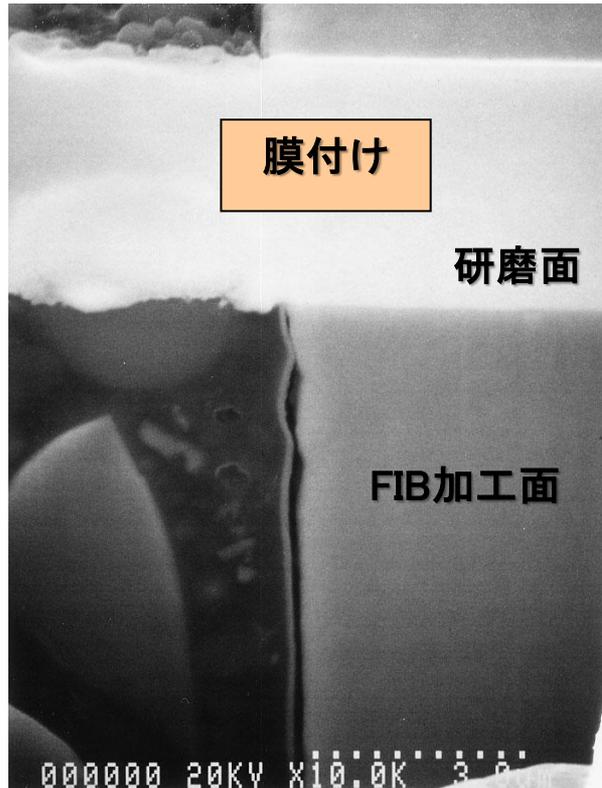
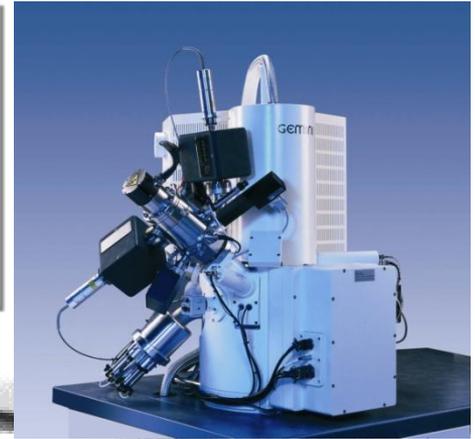
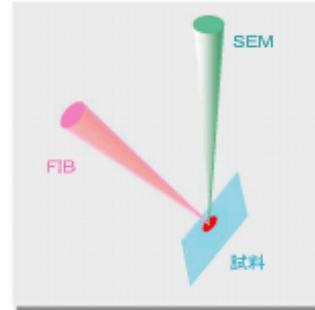
各種研磨材



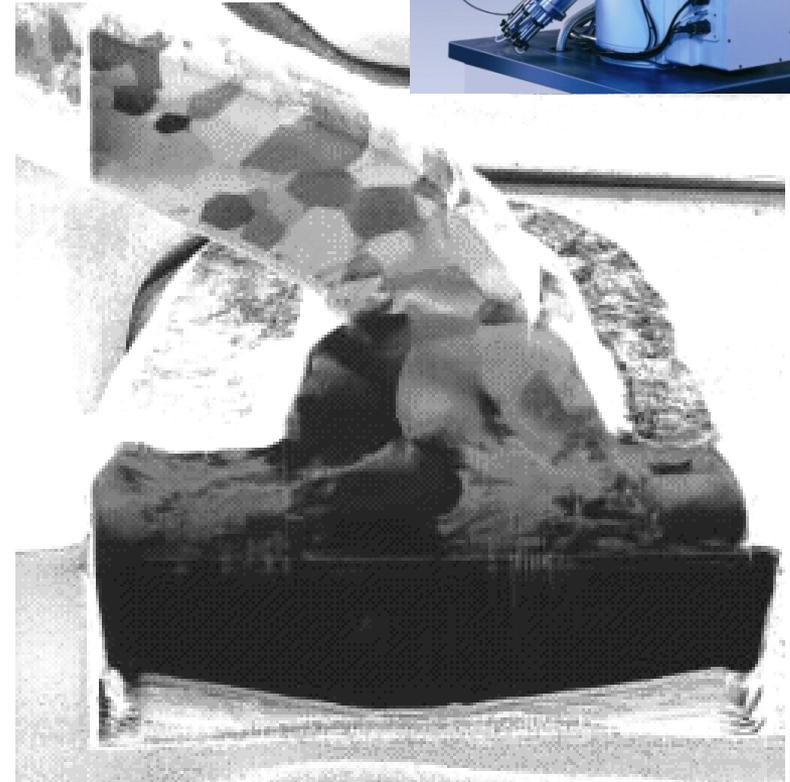
FCA(半田接合部)の断面



断面作成手法2 (FIB法)



加工

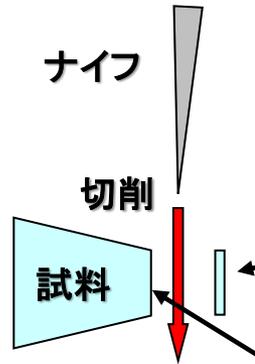


観察

断面作成手法3(ミクロトーム)法



ウルトラミクロトーム



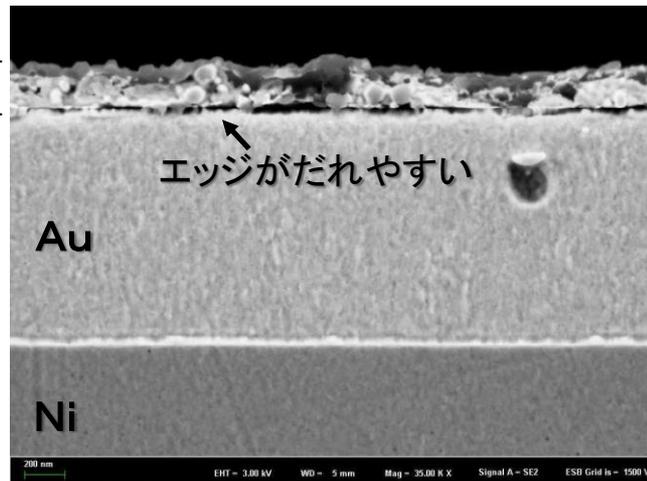
主にTEM用薄片試料作製に用いられるが、研磨やFIBではダメージが入りやすい試料の断面観察にも適用できる

薄片側は主に、TEM用試料に用いられるが、場合によっては薄片側を断面観察することも可能

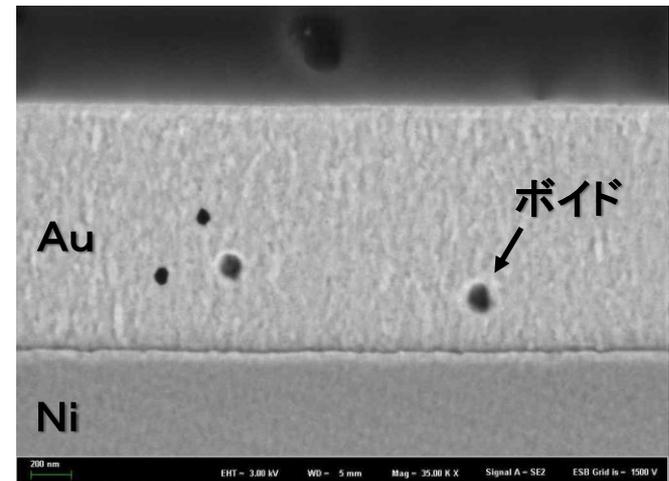
母材側も観察することができる

マイクロSDカード端子Auめっき部の観察

研磨法では、埋込み樹脂との界面が剥離し、研磨くずが入り込みやすい



機械研磨法



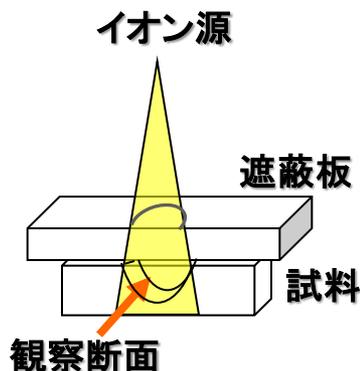
ミクロトーム法

クロスセクションポリッシャー(CP)法



ライカ製 EM TIC 3X
トリプルイオンミリング装置

3方向からのイオンミリングにより高い加工精度と広い加工領域を実現。さらに冷却機能付きで熱ダメージを軽減

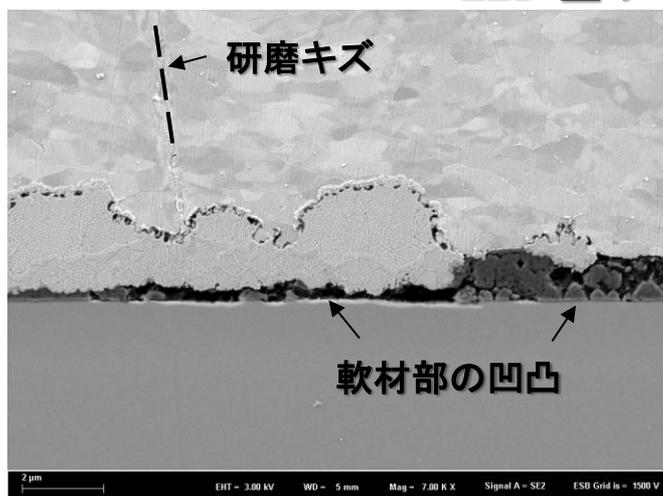


加工概念

加速させたArイオンビームを試料に照射させスパッタリングにより切削させる。機械研磨より加工範囲は狭いが、研磨では困難な硬軟材をフラットに切削加工できる等の利点が多い。

- ピンポイント位置精度 5~10 μ m
- 最大試料サイズ 50 x 50 x 10 mm
- 最大断面幅 4mm
- 冷却機能 -150 $^{\circ}$ Cまで
- マルチサンプル連続加工運転

LED 金ワイヤ接合部の観察



機械研磨法



CP法 (イオンミリング法)



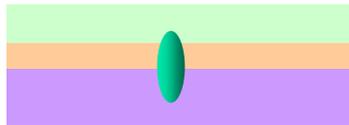
前処理ツール(マニピュレータ)



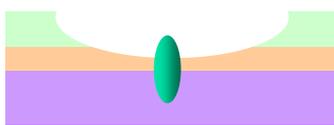
仕様概要

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

多層薄膜中の異物



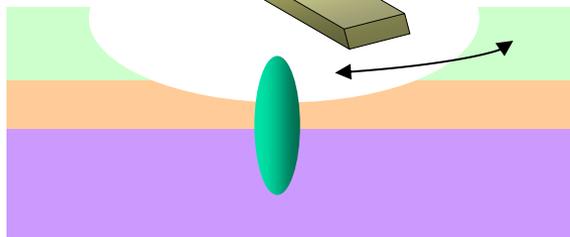
表面層の切り取り



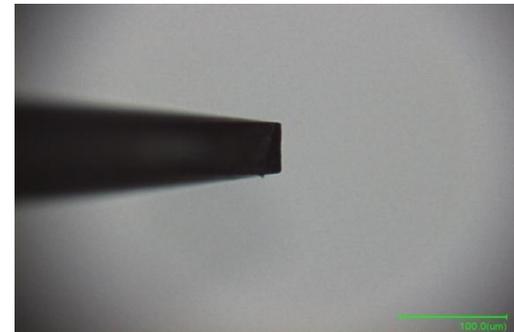
Siウェハ上に載変えサンプリング
FT-IR分析



超音波振動する切
削刃を動かして切
削する



表面層の切り取り概念図

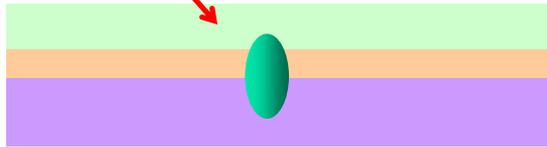


切削ツールの刃先

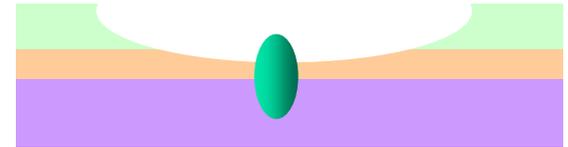


特殊サンプリングによるFT-IR分析(切削)

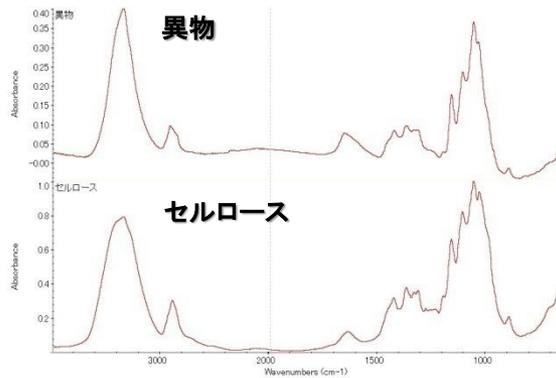
異物



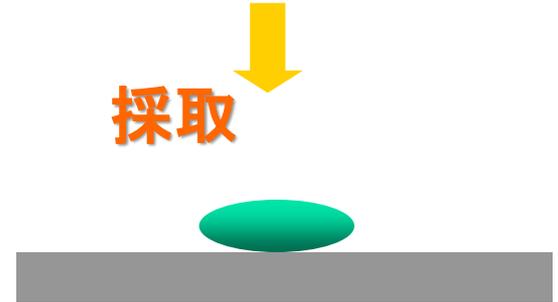
異物部分の頭出し



FT-IR
測定



採取



FT-IR スペクトル

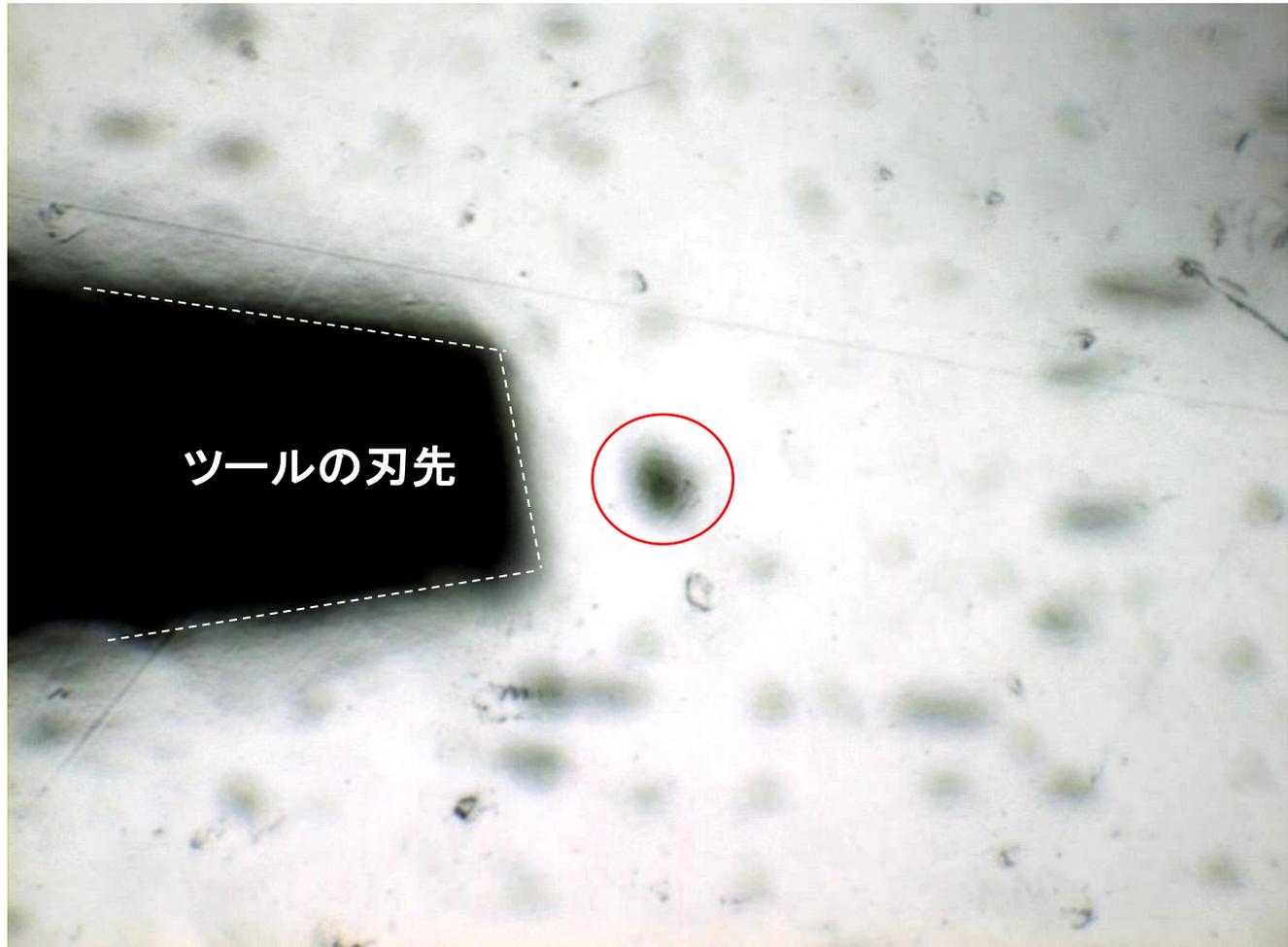


埋没異物の採取(ラミネートフィルム)



刃先 : 50 μm 異物 : 約 10 $\mu\text{m}\Phi$

埋没異物の採取(ラミネートフィルム)



刃先 : 50 μ m 異物 : 約 10 μ m Φ



埋没異物の採取(ラミネートフィルム)

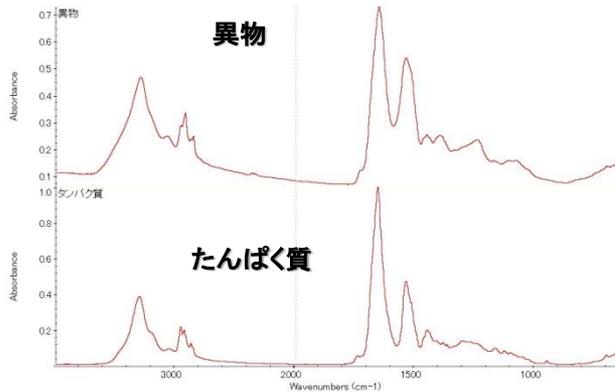


刃先 : 50 μm 異物 : 約 10 $\mu\text{m}\Phi$

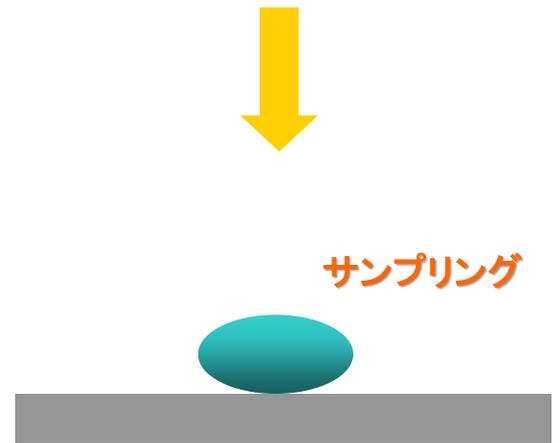
特殊サンプリングによるFT-IR分析(膜下)



FT-IR測定



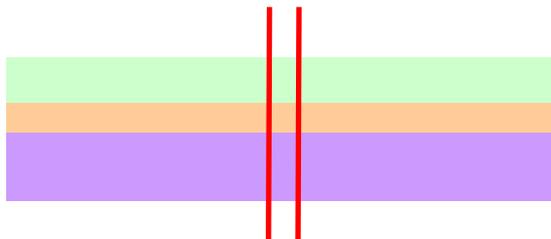
FT-IR スペクトル



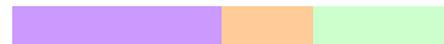


有機系の多層膜の分析方法

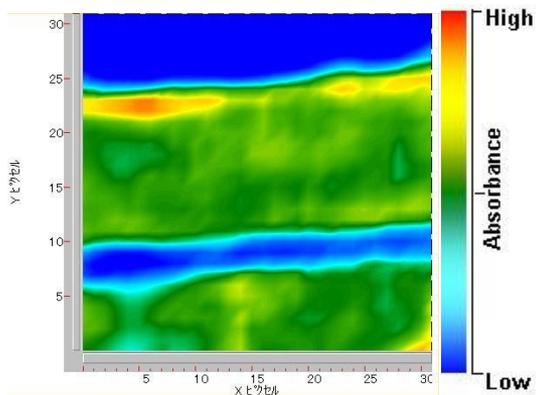
多層膜



分析部分の切り出し



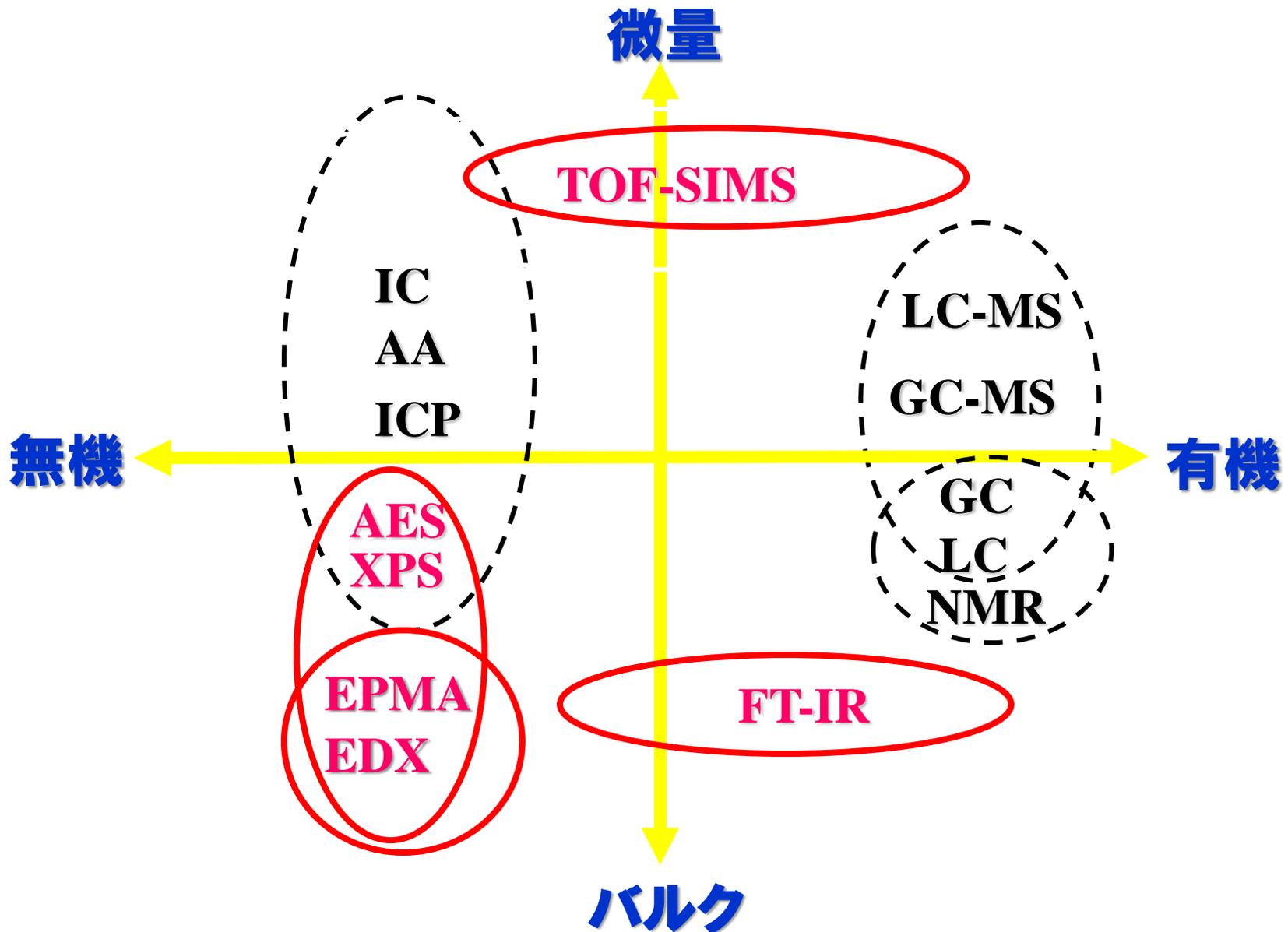
FT-IR測定



IR

FT-IR イメージ

分析装置の適用範囲





分析装置例



オージェ



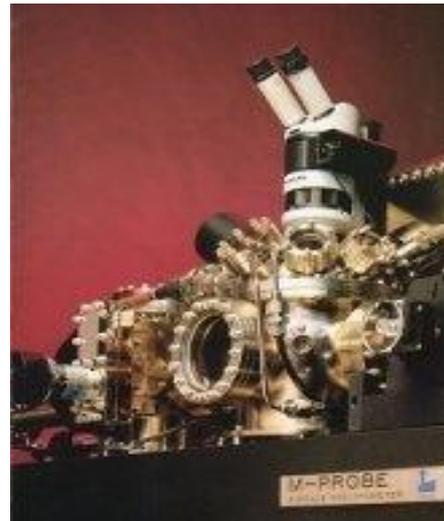
SEM-EDX



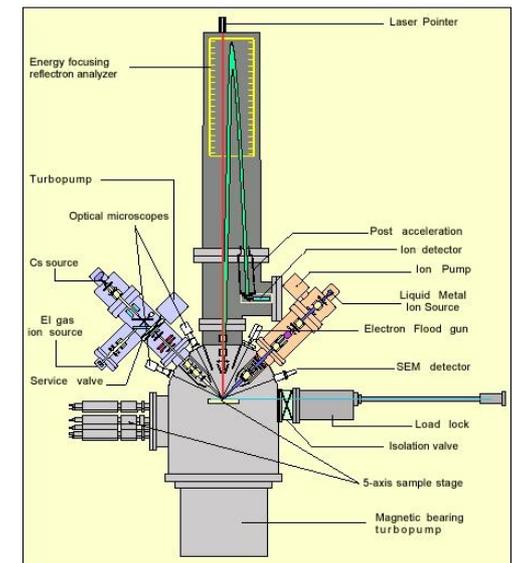
FT-IR



クロマトグラフ

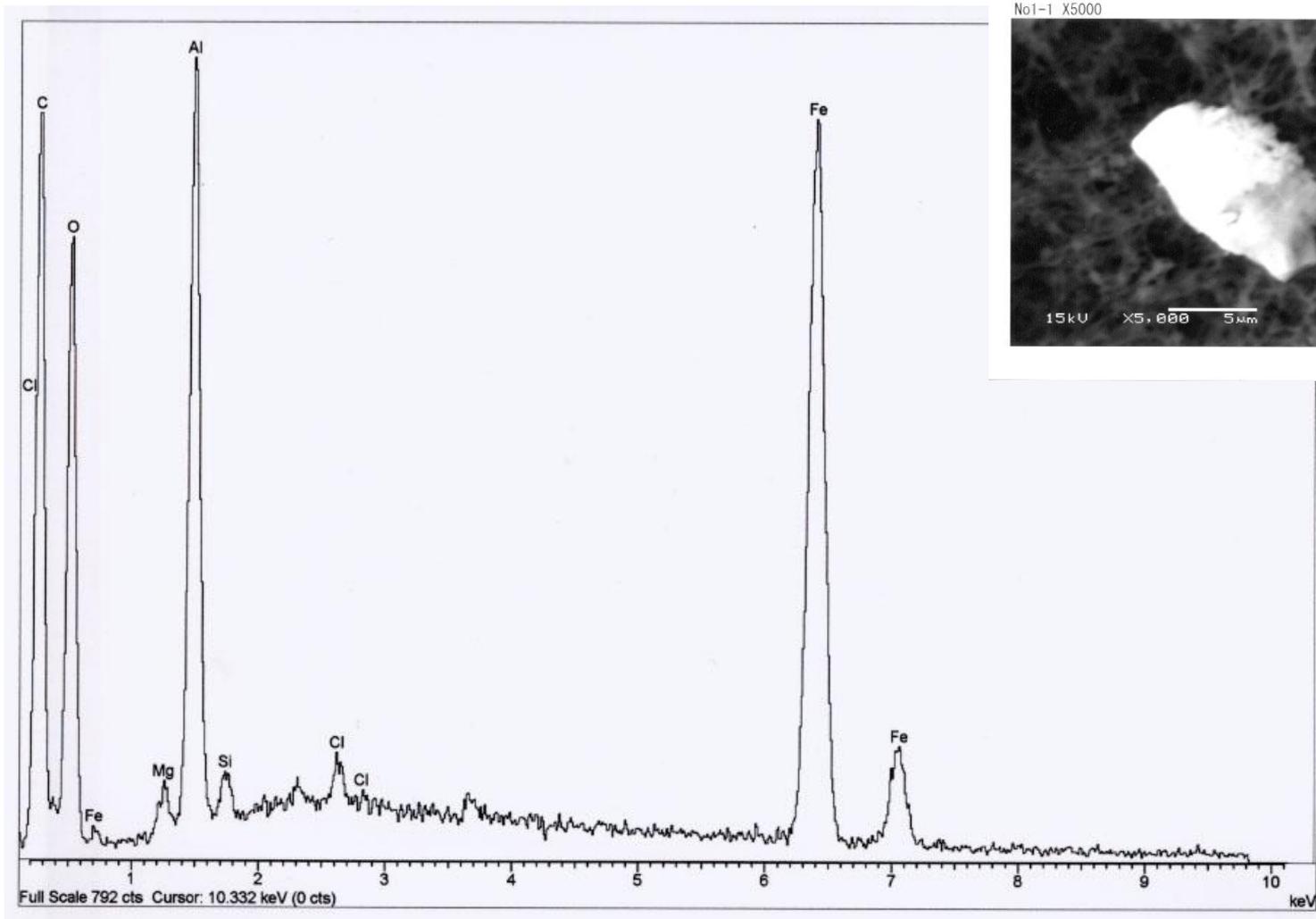


XPS



TOF-SIMS

分析事例 (SEM-EDX)

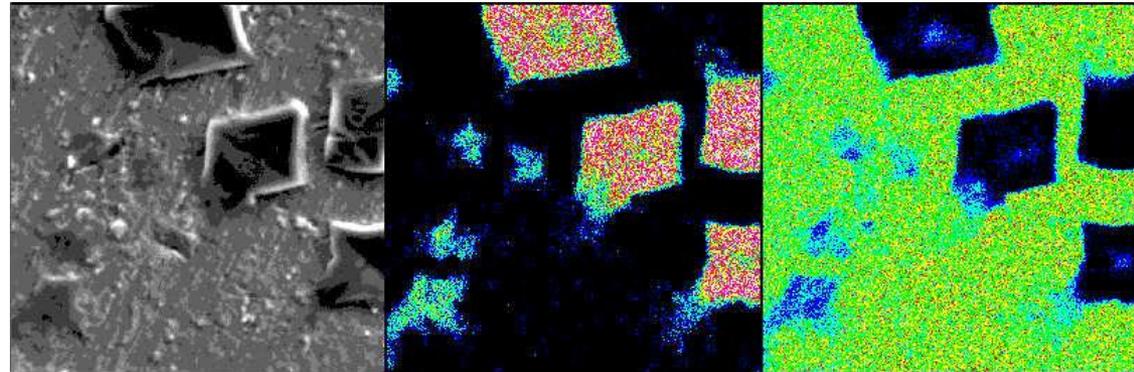


フィルターリング後、EDX分析



EDX、WDX (マッピング)

WDX

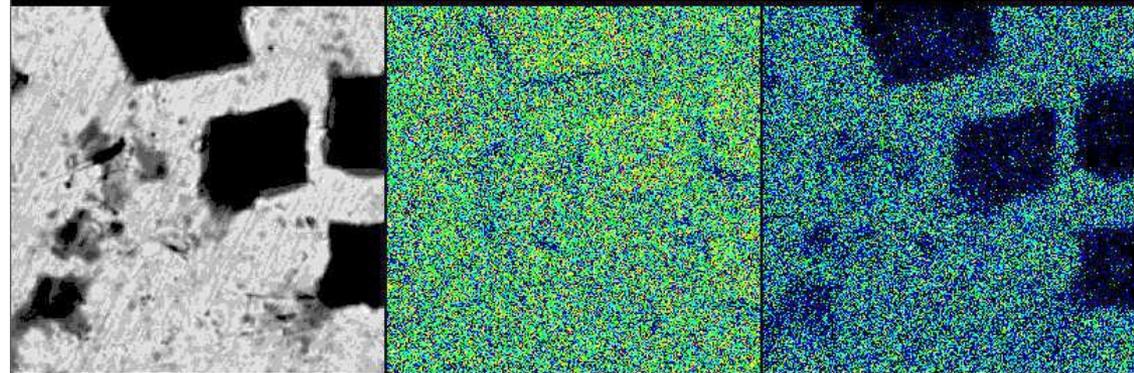


SL — 10 um

Na — 10 um

Cu — 10 um

EDX



CP — 10 um

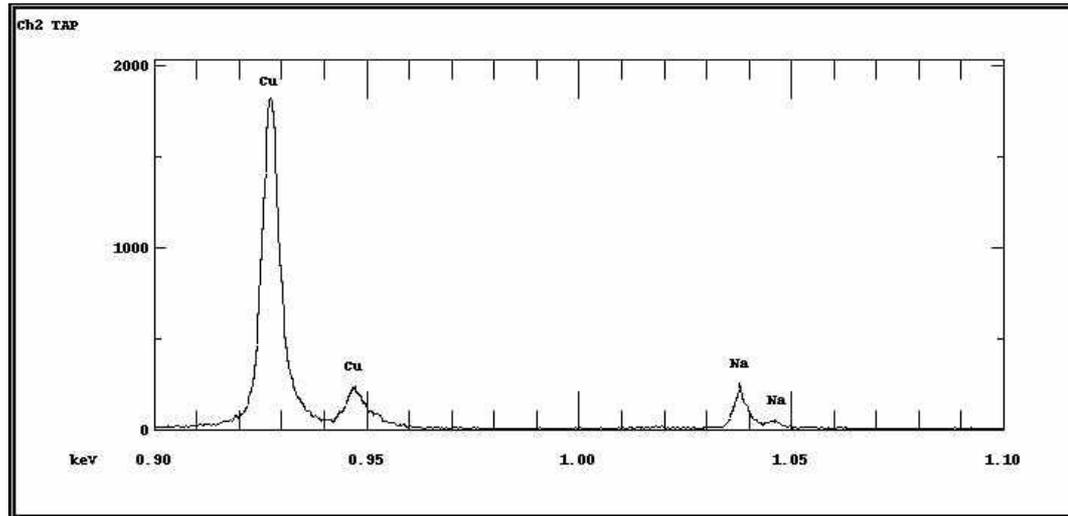
Na — 10 um

Cu — 10 um

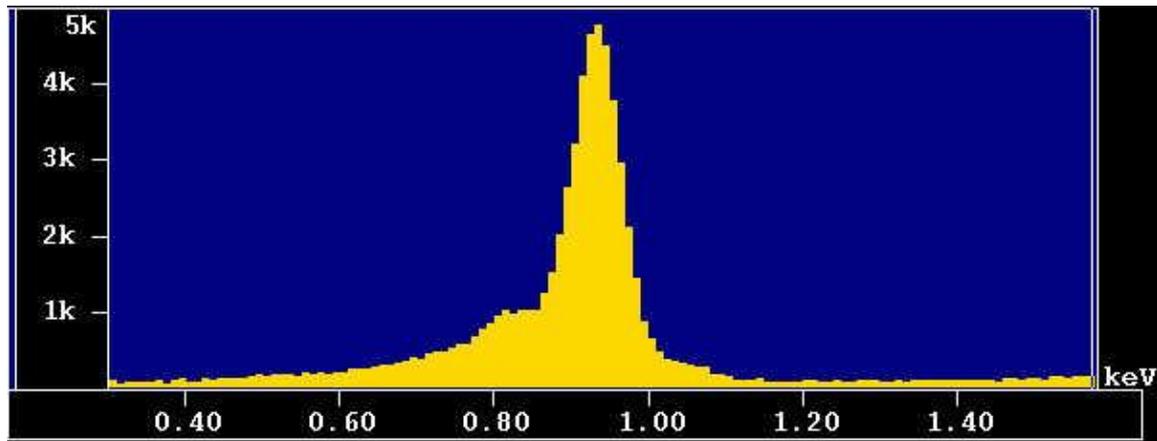
CuとNaのマッピングデータを比較

EDX、WDXスペクトル

WDX



EDX

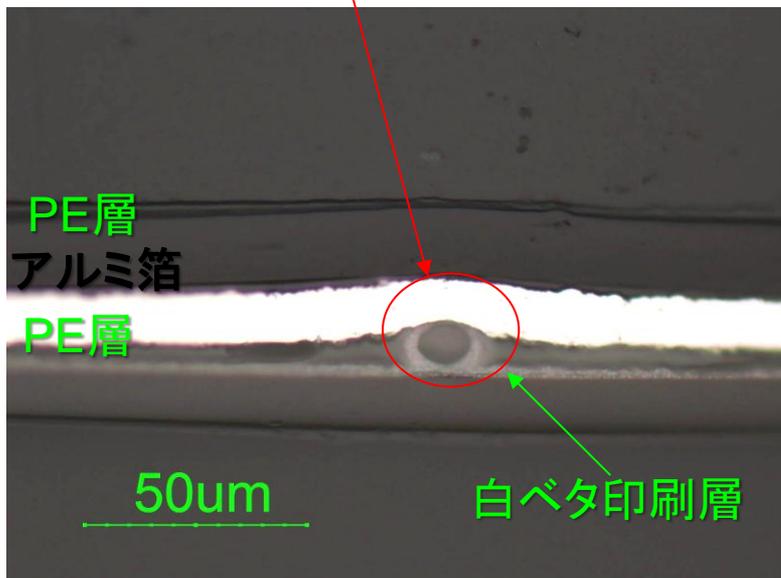


Cu、Naのスペクトル比較

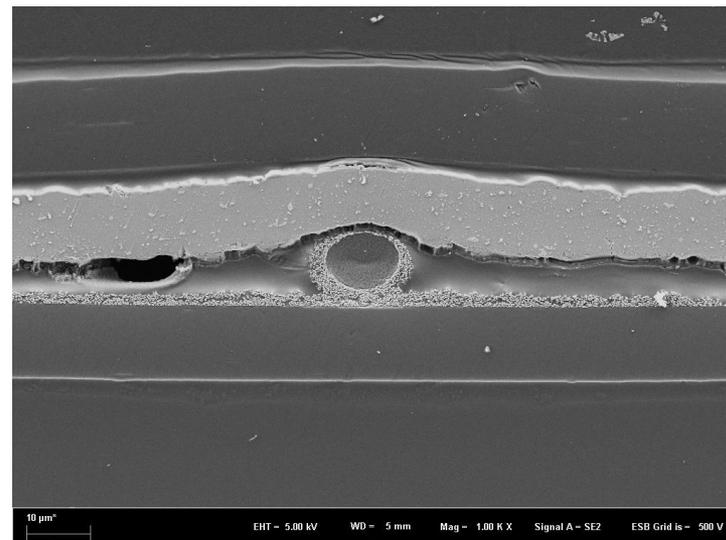
分解能はWDXの方が優れている

ラミネートフィルム断面観察

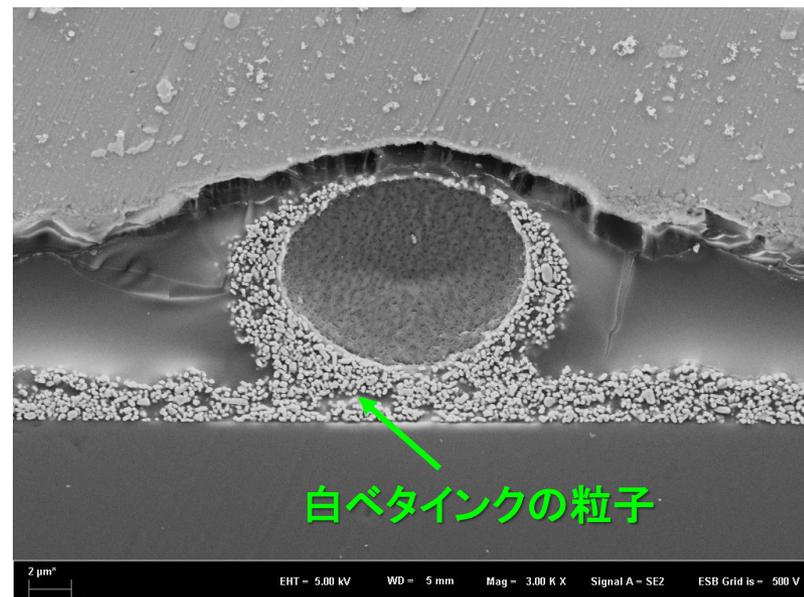
白ベタ印刷のインクに塊状のような箇所が有り、アルミ箔が盛り上がっている。



点状物の断面観察(光学顕微鏡)



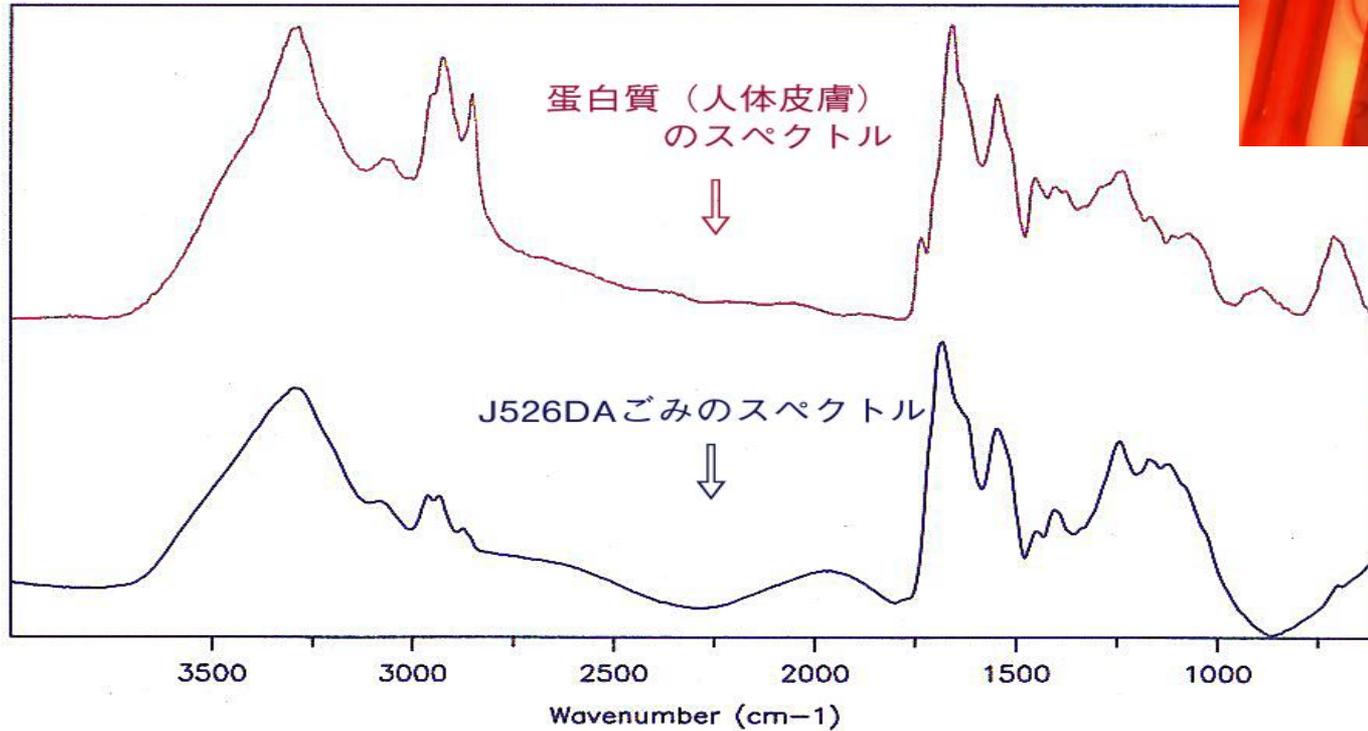
点状物の断面観察(SEM観察)





FT-IR

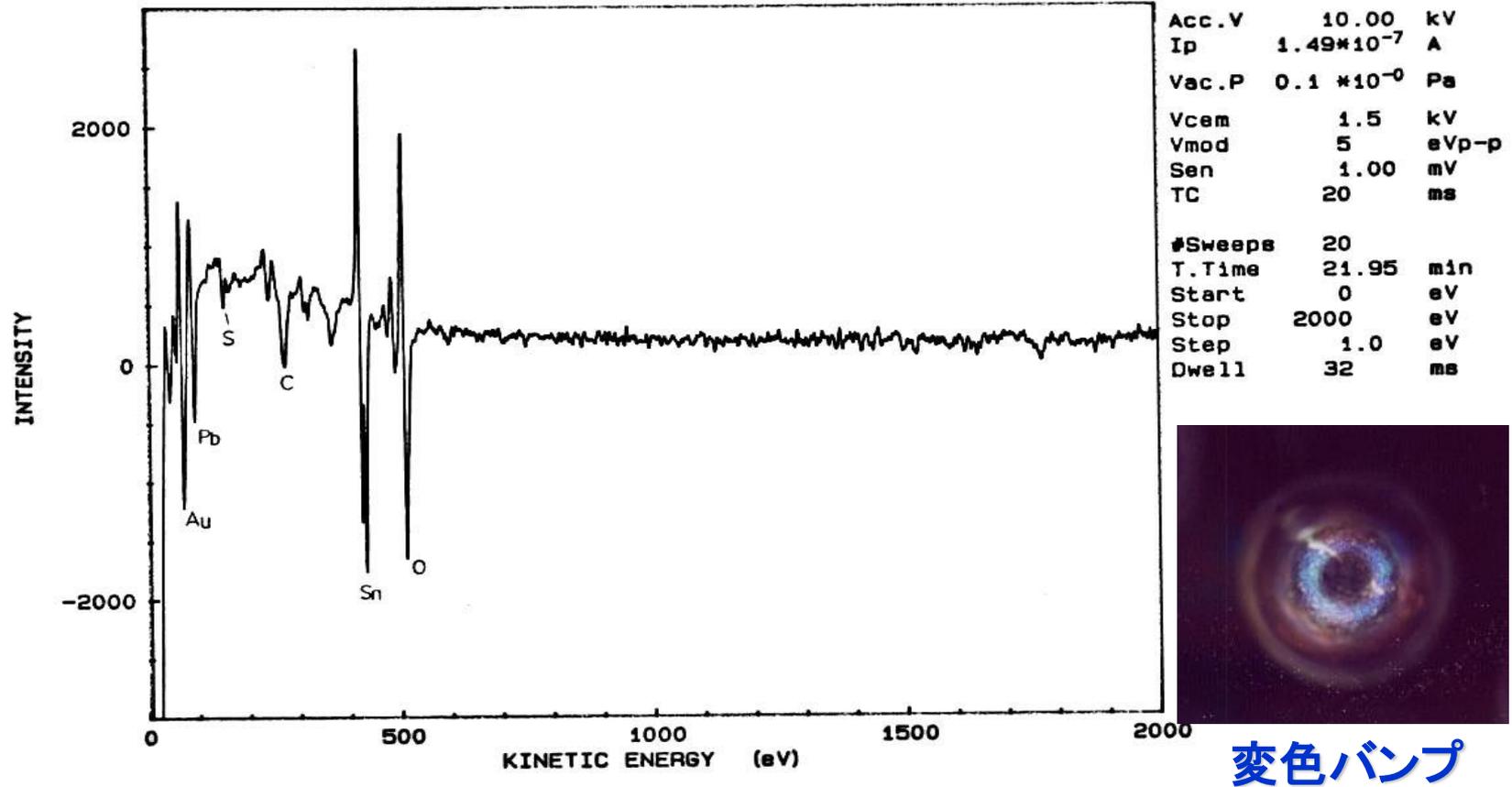
ITES M/E Micro-ATR
Skin-Flake vs. J526DA



異物

マニピュレータにて異物サンプリング後、FT-IR分析

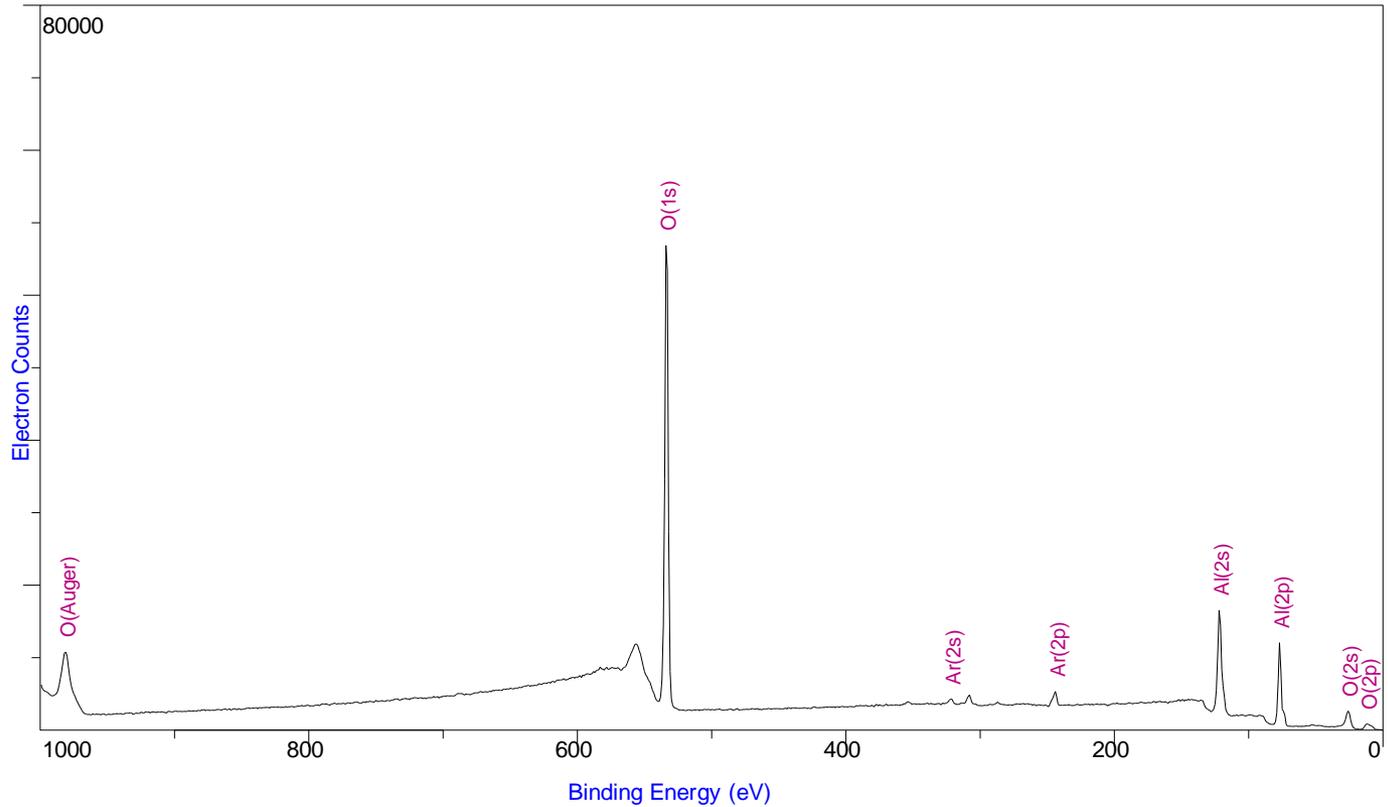
オージエ



バンプ表面変色部の元素分析スペクトル

XPS

File: AL001	Spot: 300	Flood Gun: Off	Data Points: 1001	Date: Dec 15 2000
Region: 1	Resolution: 4	Scans, Time: 20	Time/Point: 100	Operator: Y. Yamamo
Description: AL with Al-Ox.				



ITES Surface and Material Science

腐蝕したAL表面 Al(2p)

XPS Wide Spectrum

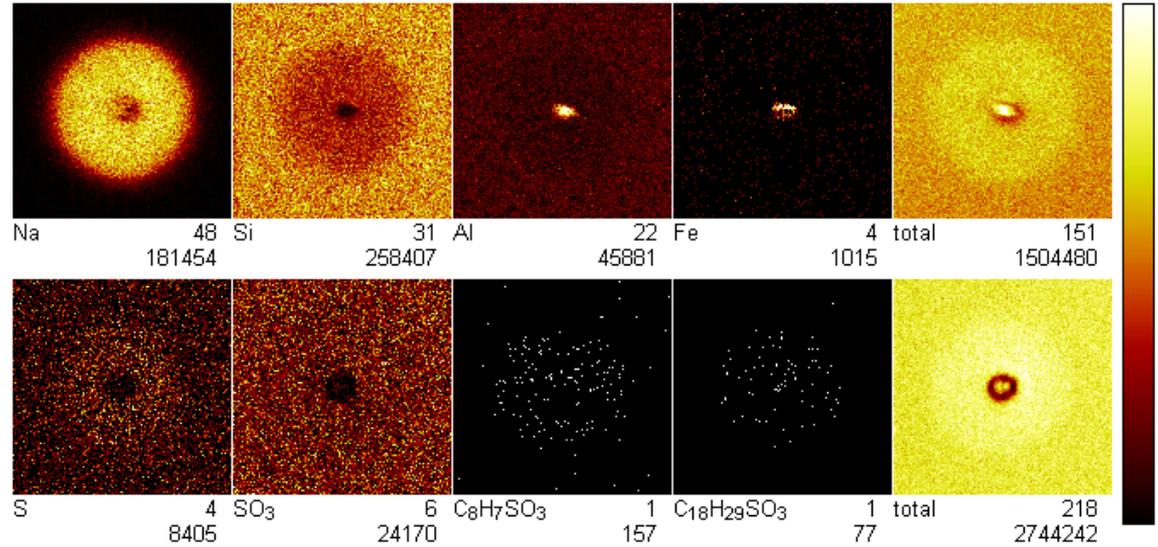


TOF-SIMS分析

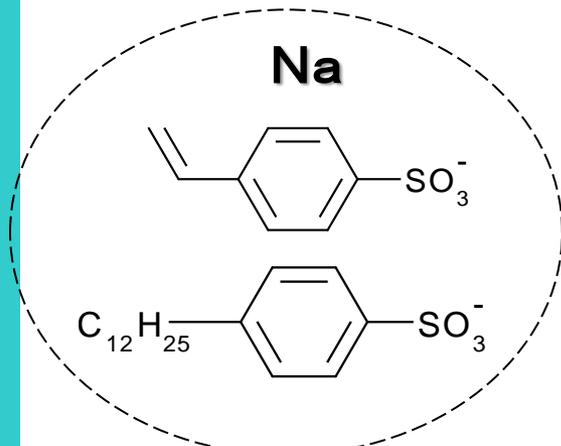


汚染異物光学写真

Field of view: 80.1 x 80.1 μm^2
└──┬── 20 μm

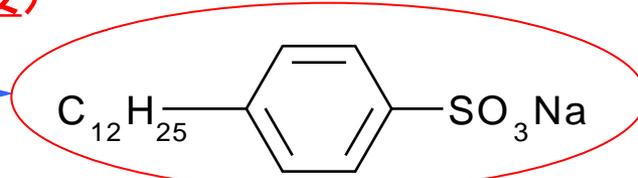


TOF-SIMSマッピングデータ



得られたピース

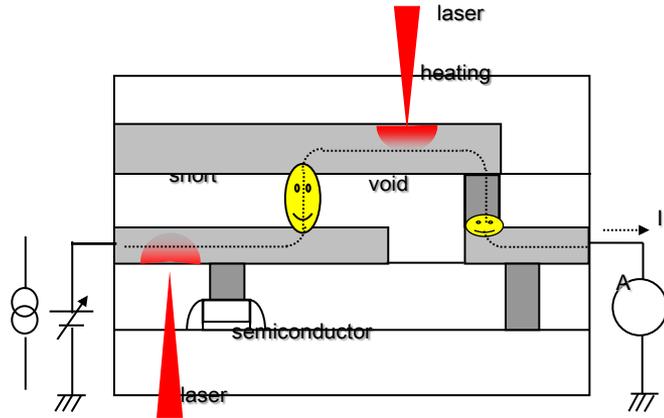
組み立て・解析(知見必要)



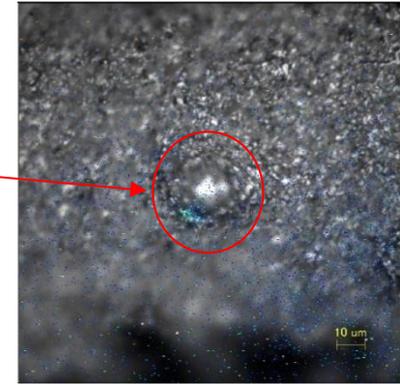
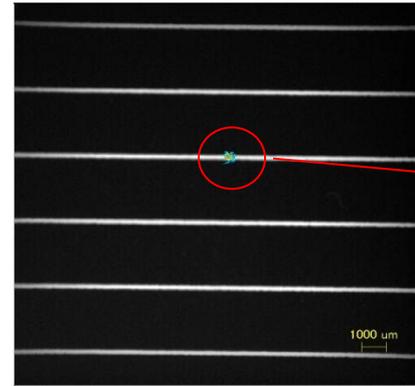
ラウリルベンゼンスルホン酸ナトリウム
物質の特定



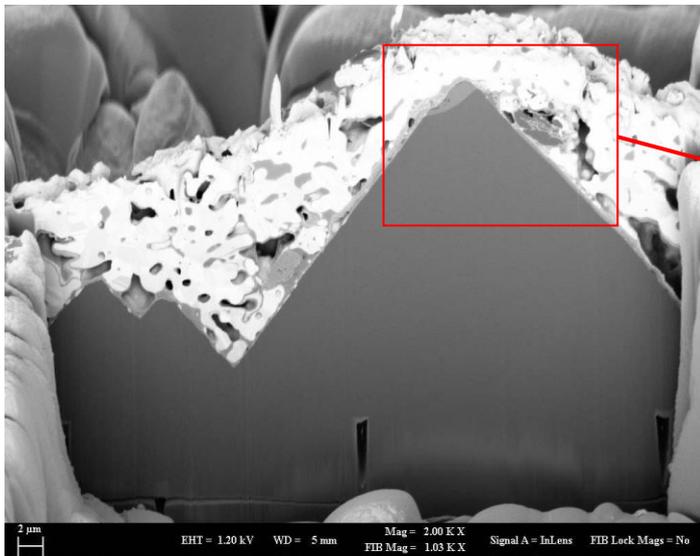
OBIRCH解析、SEM



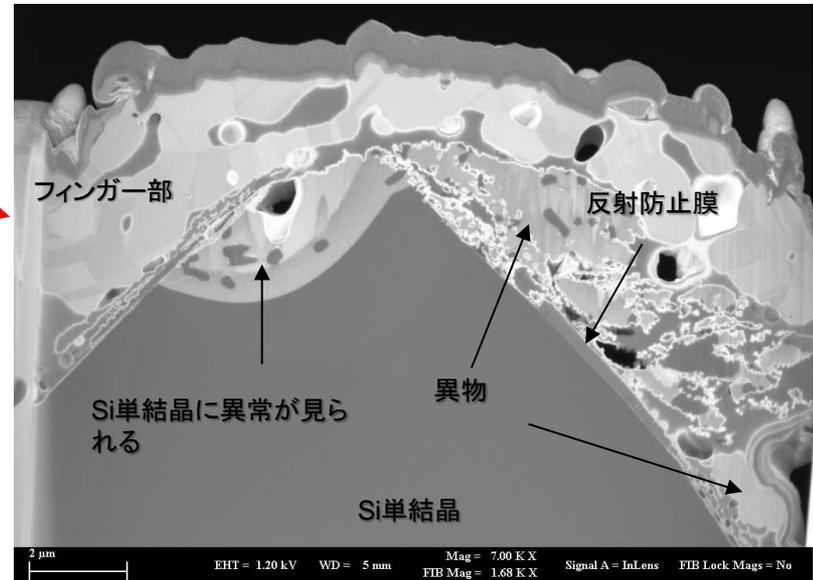
不具合箇所特定装置 (OBIRCH)



不具合箇所の特定



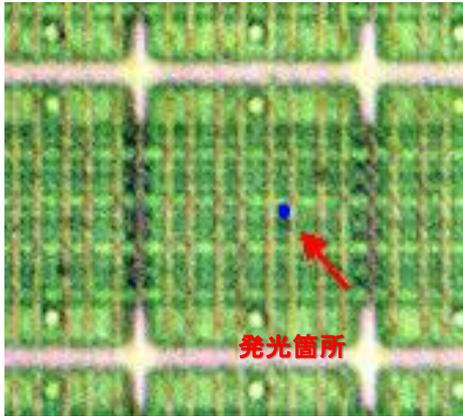
リーク箇所の断面SEM



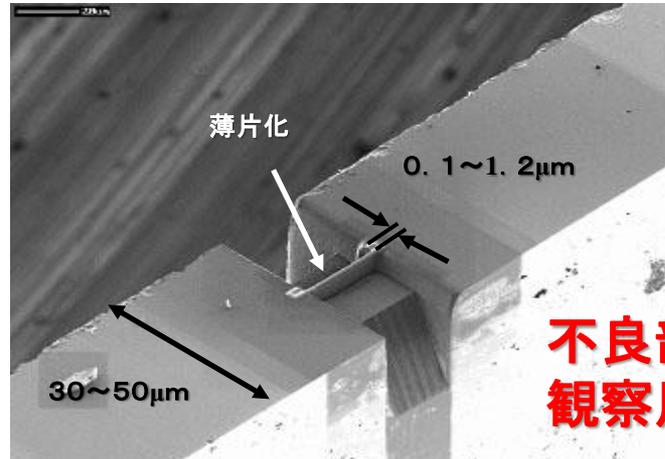
赤枠部拡大



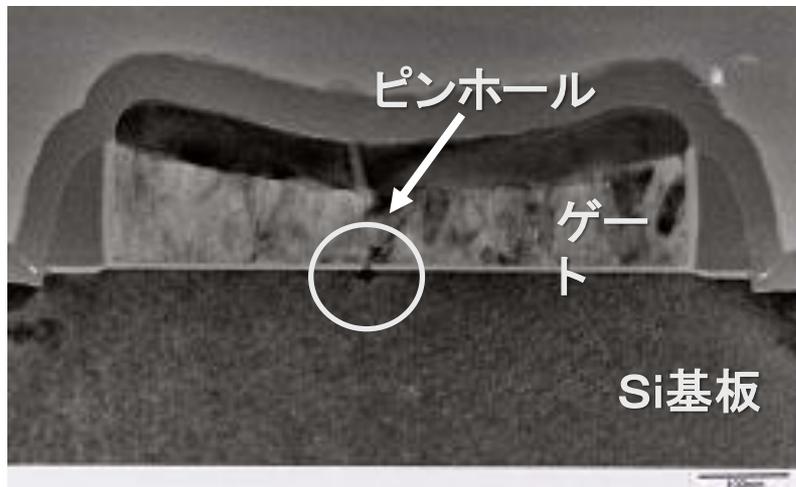
エミッション、TEM



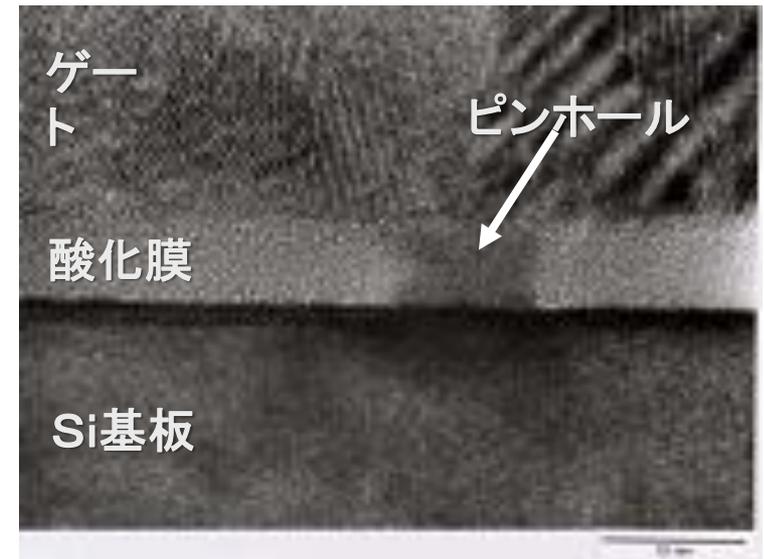
エミッション発光解析により不良箇所を特定



不良部を狙ってTEM
観察用試料作成



ゲート部全体断面TEM像



ピンホール部の拡大断面TEM像



まとめ

- 前処理、サンプリング技術の重要性
- 最適分析手法の選択
- データ解釈
- 専門的な材料知識の必要性
- 前処理からデータ解析には経験、熟練、知見が必須

分析専門者、または分析会社に依頼することが解決の早道である



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

(株)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