



# 表面分析

SEM-EDX

-走査型電子顕微鏡-エネルギー分散型X線分析器-

微小異物の形態観察 & 元素分析

AES

-オージェ電子分光分析器-

最表面元素分析、深さ方向分析

XPS

-X線光電子分光分析器-

最表面化学結合情報、深さ方向分析

TOF-SIMS

-飛行時間型2次イオン質量分析器-

最表面有機物 & 無機物定性分析



# 化学分析

FT-IR

-フーリエ変換赤外吸光分析器-  
(有機物定性分析)

IC

-イオンクロマトグラフ-  
(イオン性混合物定性、定量分析)

HPLC/LC-MS

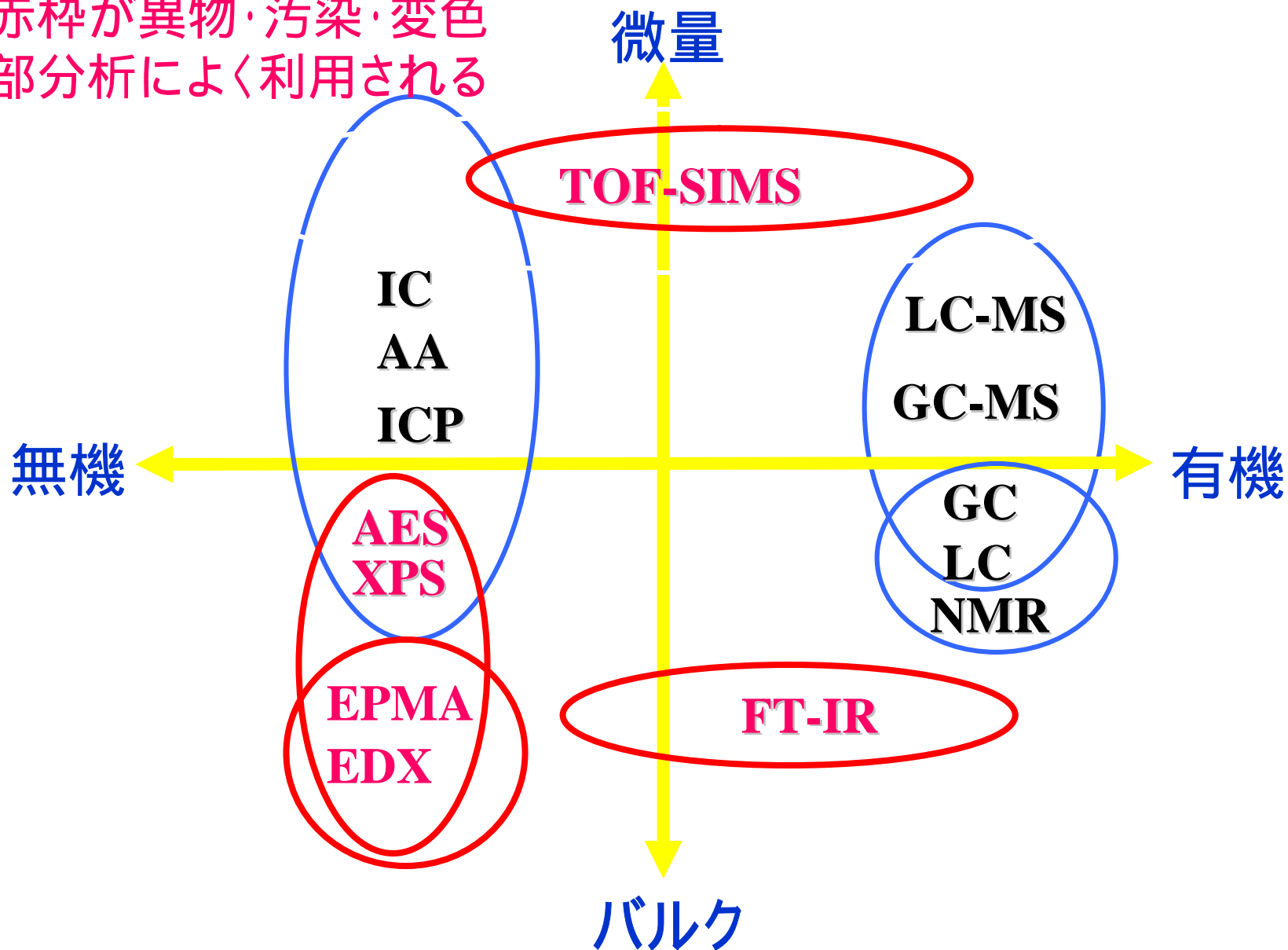
-液体クロマトグラフ-質量分析器-  
(有機混合物定性、定量分析)

GC-MS

-ガスクロマトグラフ-質量分析器-  
(有機混合物定性、定量分析)

# 分析装置の適用範囲

赤枠が異物・汚染・変色  
部分析によく利用される





# FT-IR / フーリエ変換型赤外分光分析

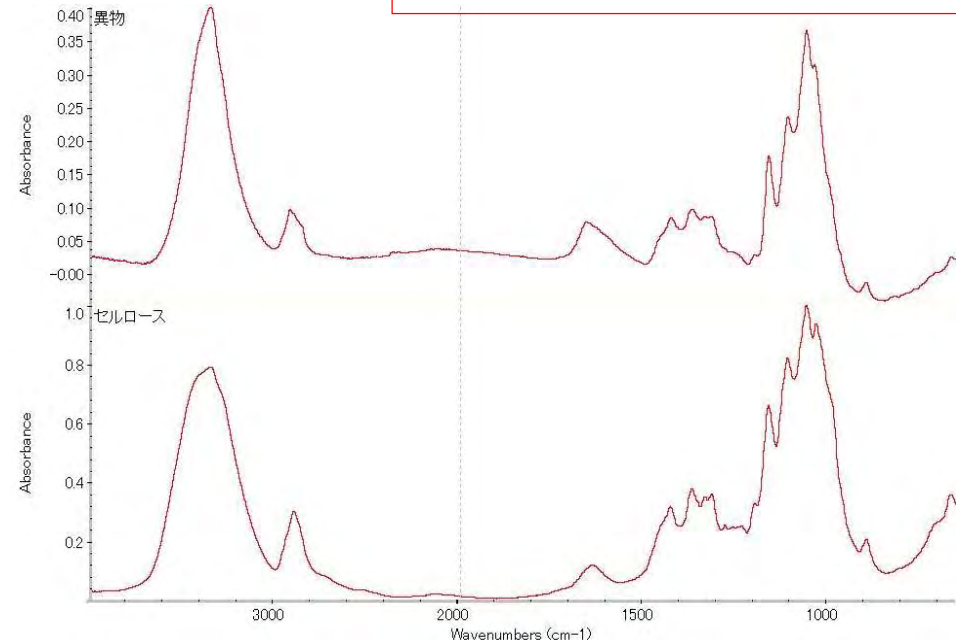
## ● 得られる情報

- 物質中に存在する官能基の種類 (樹脂材料の特定)
  - ライブラリーとの照合により物質の特定可能  
ライブラリーデータ: 1万件以上
- 特定官能基の存在比
  - 樹脂の劣化、接着剤の硬化などのモニター

官能基	赤外吸収 (cm <sup>-1</sup> )
- O-H	3570~3220
= N-H	3450~3120
- CO -	1750~1670
- CN	2220
- NO <sub>2</sub>	1540および1335

## ● 適用サンプル

- 有機物全般
  - 固体 (10 μm 以上)
  - 液体
- 一部の無機物





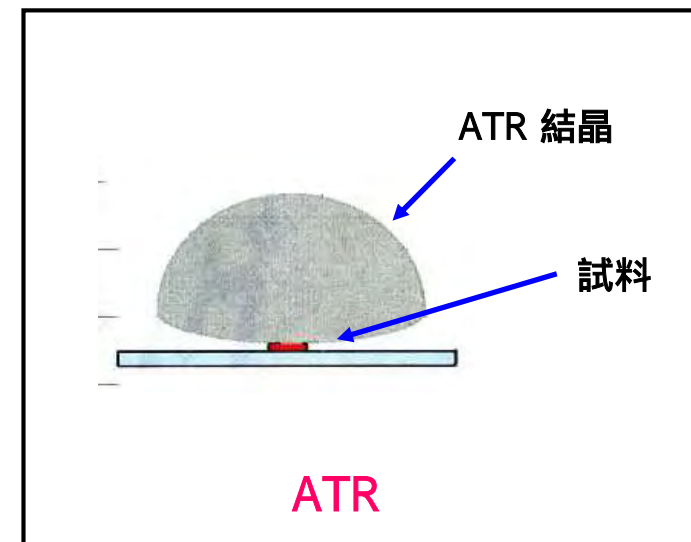
# FT-IRの原理(フーリエ変換赤外分光光度計)



## 特徴

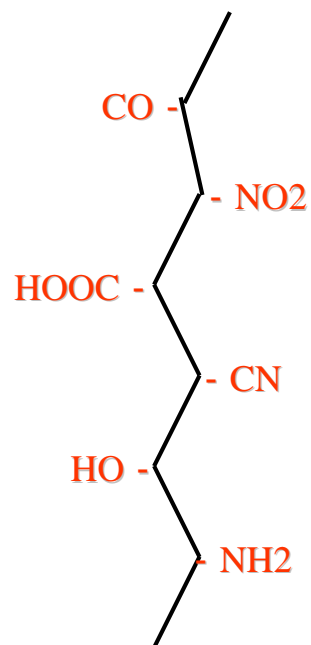
- ・イメージでデータを収集し各ピクセル単位でスペクトルを得ることが可能
- ・高速のデータ収集が可能

測定エリア：透過 / 反射法	175 $\mu\text{m}$
ATR法	35 $\mu\text{m}$
空間分解能：透過 / 反射法	5.5 $\mu\text{m}$
ATR法	1.1 $\mu\text{m}$

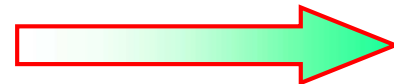




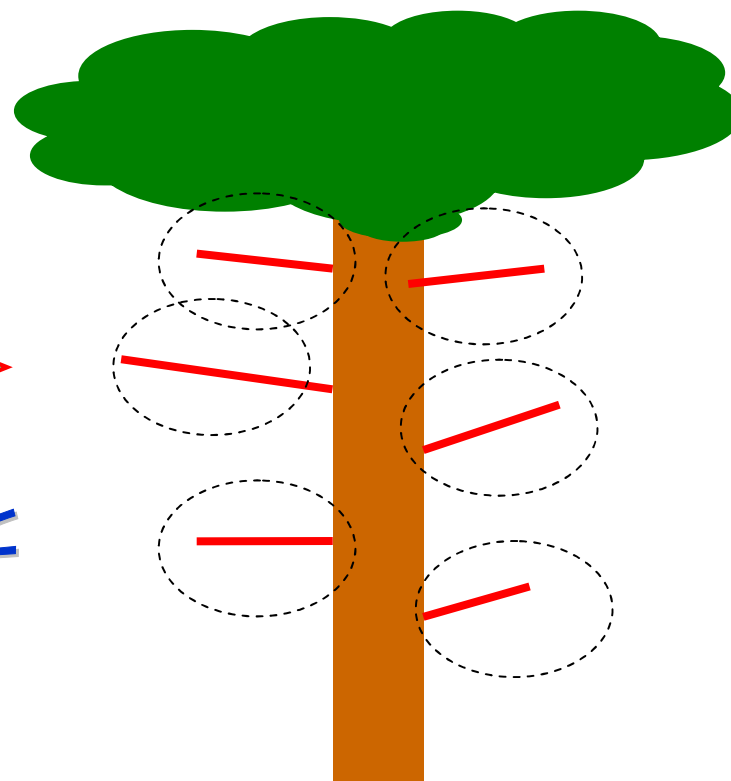
# 簡単に言えば、木の枝を把握？



未確定物質



木に例えると



ちなみに、ラマン分光分析は、木の幹を把握する方法である

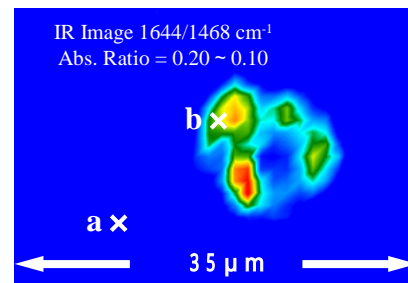
# FT-IR分析事例 1

有機物(ナイロン、エポキシ、テフロン、シリコンなど)の特定が可能

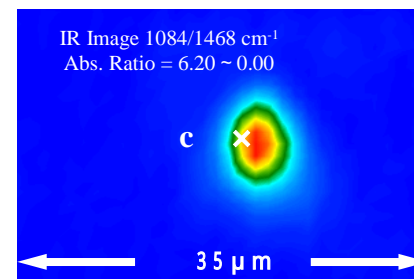


異物の光学顕微鏡写真

イメージングデータ



脂肪酸アミドの分布イメージング

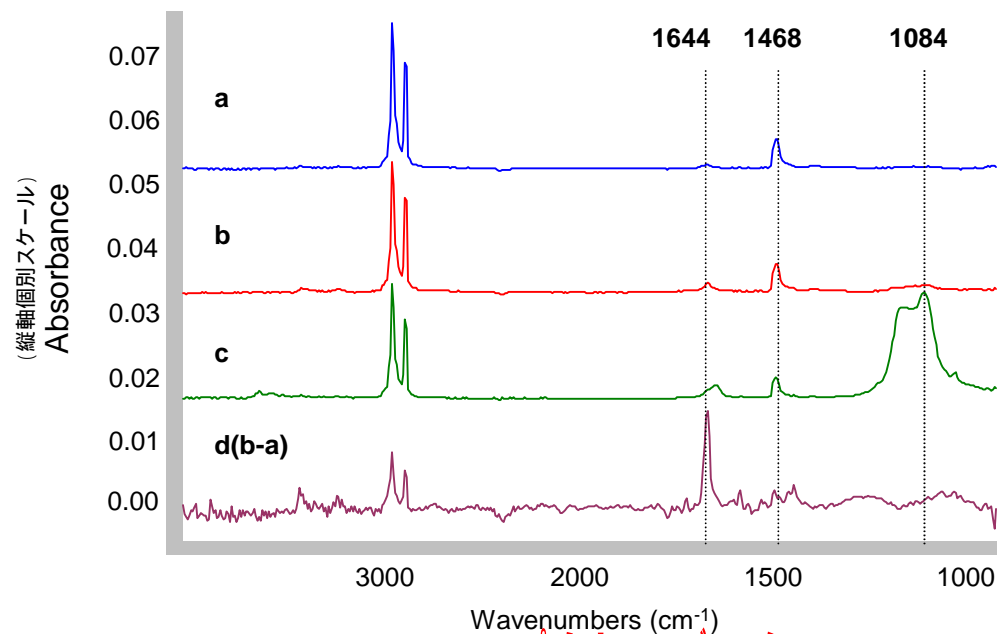


珪酸塩の分布イメージング

## < 考察 >

異物表面のイメージングデータより分析したい箇所のスペクトルを取得できます。分析結果から、異物は、フィルムに含有する滑剤である。

弊社のイメージングFT-IR装置で、ポリマー-海島イメージ観察も可能

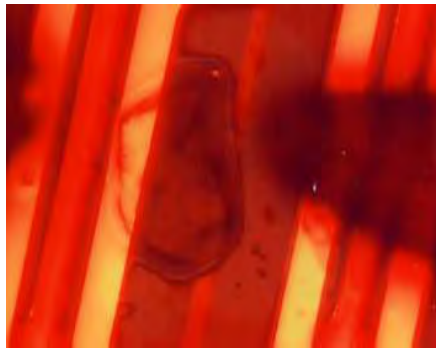


スペクトルデータ



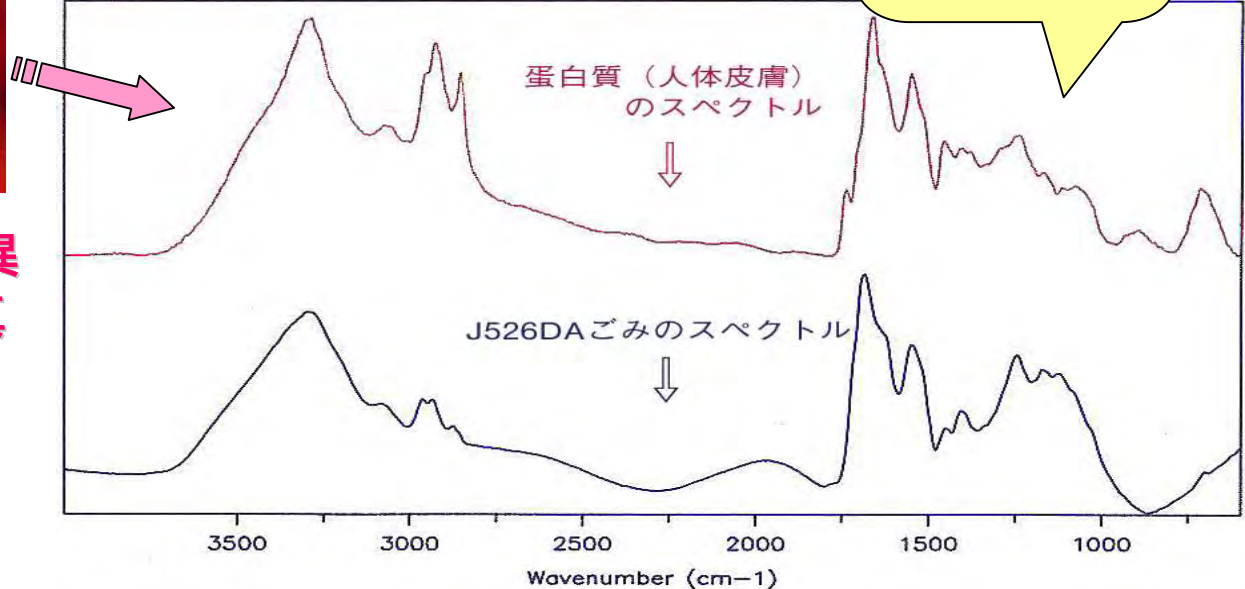
# FT-IR分析事例2

弊社10000件以上のデータ照合により異物の特定が一発で！



TFTアレイ基板上的の異物の光学顕微鏡写真

FT-IR分析



スペクトルの形状が似てますね！

< 考察 >

TFTアレイ基板上的の異物は、得られたスペクトルより、**人体皮膚**と思われる

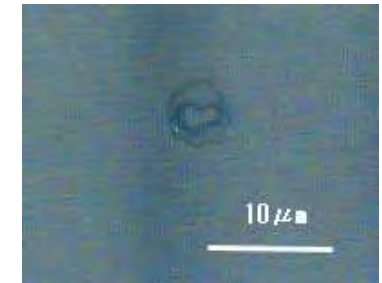
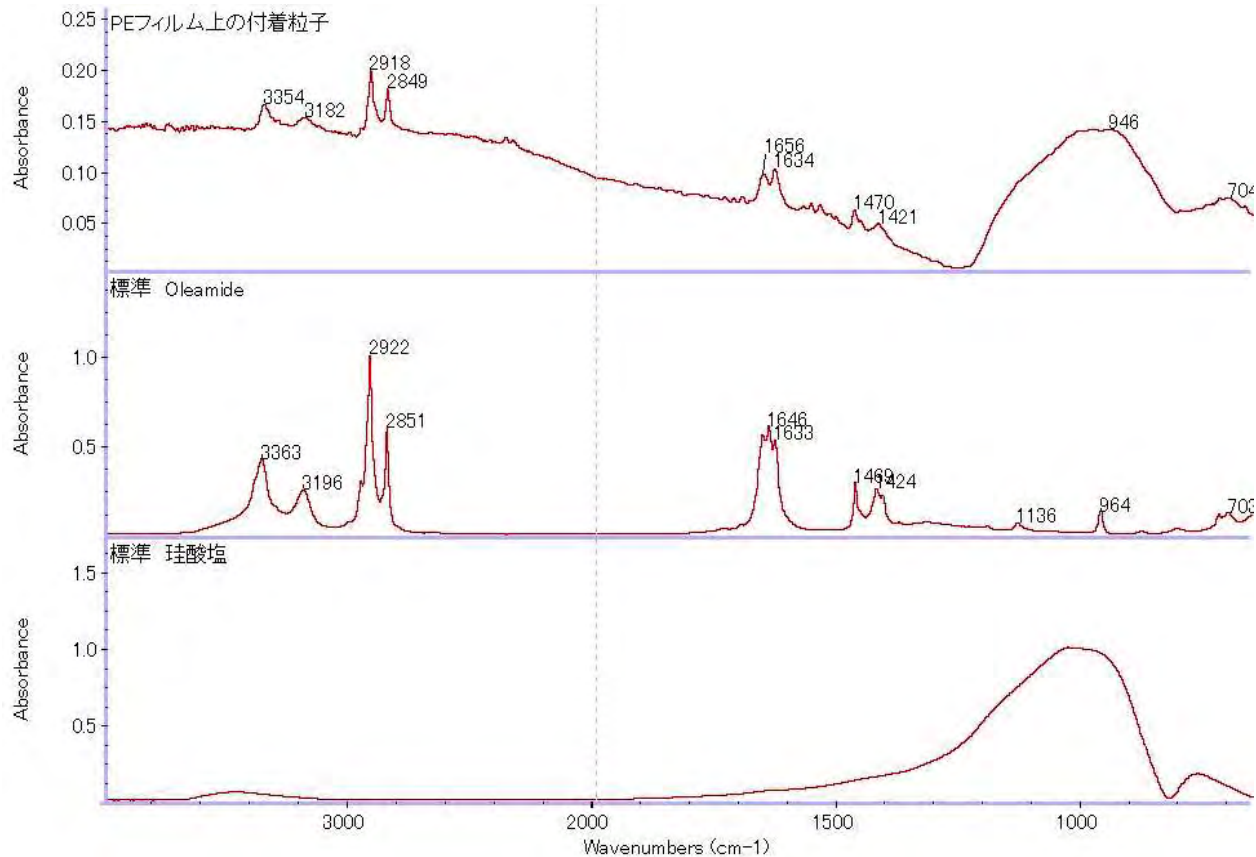




# 微小有機異物の分析事例

## ◆ マイクロサンプリングツールによる異物収集

- 【装置】 マニピュレーター、FT-IR (フーリエ変換型赤外吸光分析器)
- 【分析例】 ポリエチレンフィルム上に残留している異物の分析
- 【分析結果】 **脂肪酸アミドと珪酸塩**が検出された。両者とも**滑剤の成分**と推測された。



異物の光学観察

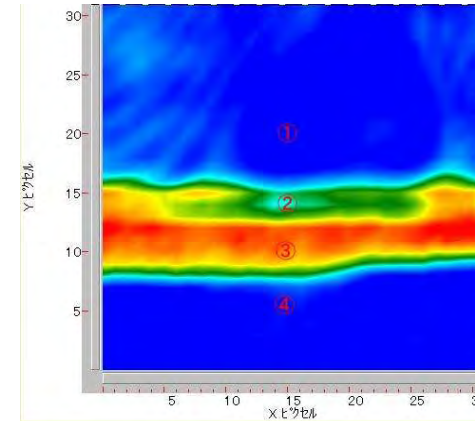
ライブラリデータ



# イメージング FTIR による有機多層膜分析



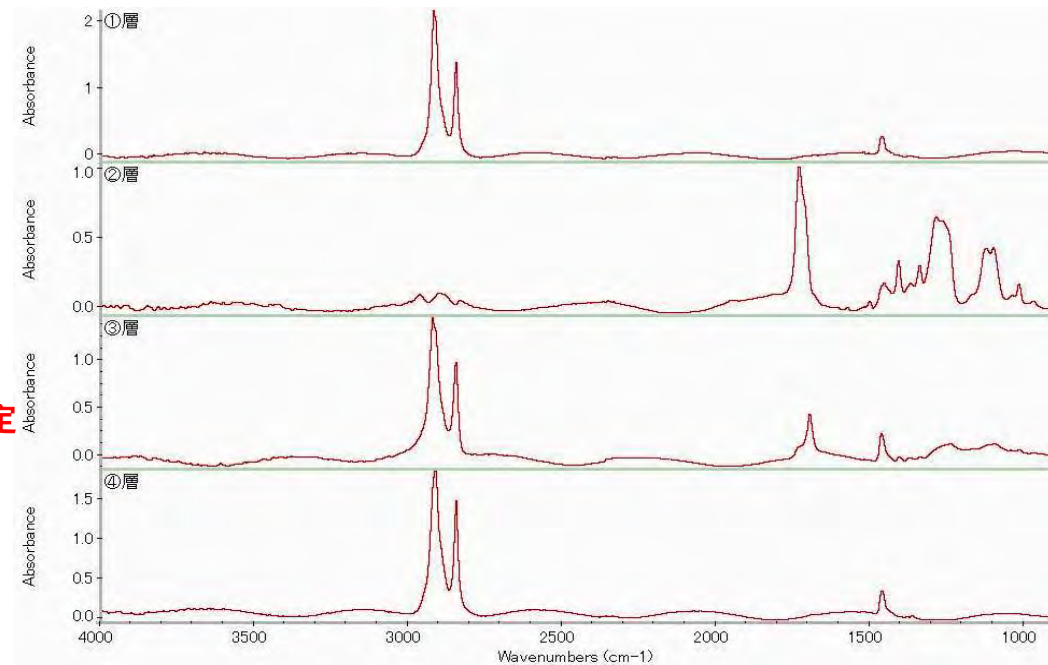
(a) ミクロトーム薄片化後の多層フィルム試料  
光学顕微鏡像



(b) IR image: 1700cm<sup>-1</sup>のabsorbance

(c) 各層のFT-IRスペクトル:

層と 層はポリエチレン、 層はPET、  
層はエチレン/アクリル酸共重合体と推定  
される。





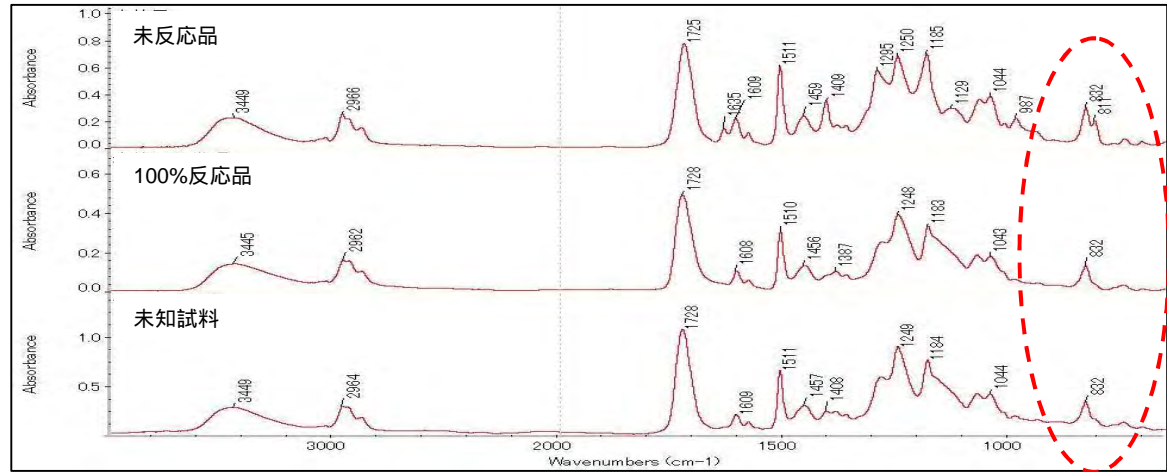
# FT-IRによる樹脂硬化度の測定

## 硬化度測定の手順

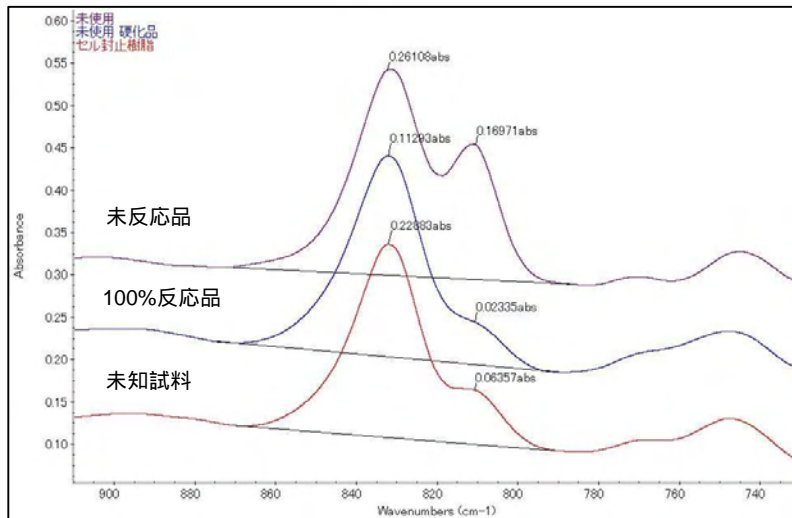
未反応材料と100%反応後の材料のスペクトルを比較して、最も変化する領域を確認します。

未反応材料の硬化度を0%、反応後材料の硬化度を100%とします。

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。



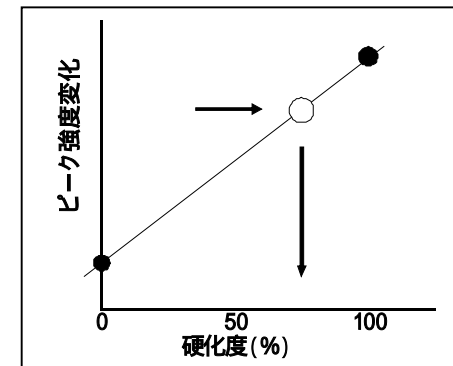
(a) 全領域FT-IRスペクトル



(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<sup>-1</sup>であることがわかる。

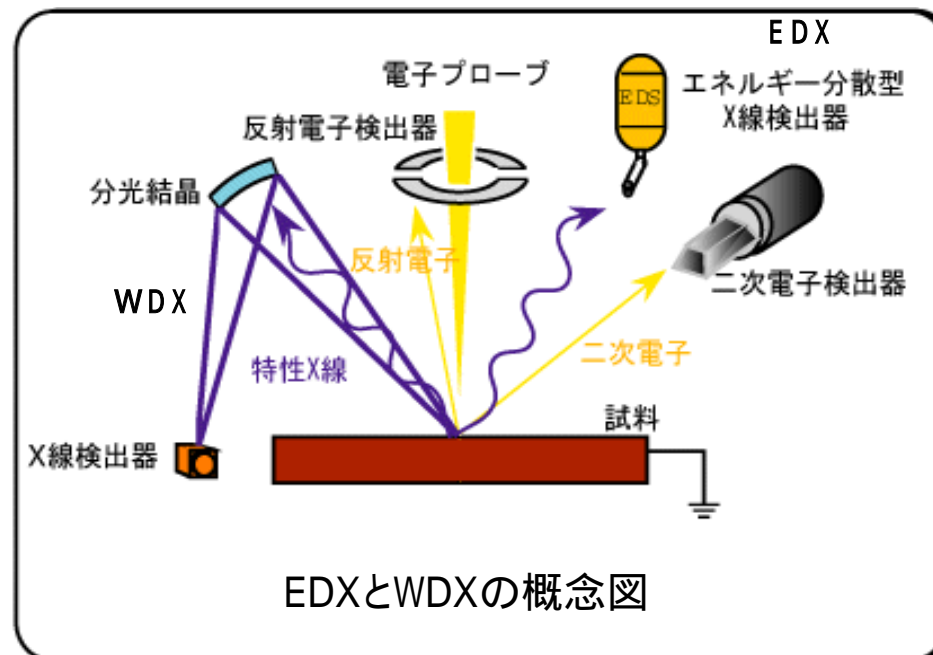
(b) 部分拡大スペクトルのピーク強度より硬化度を求めると、およそ84%となり、硬化が充分ではないことが判る。ピーク位置よりアクリル基の残存が認められる。





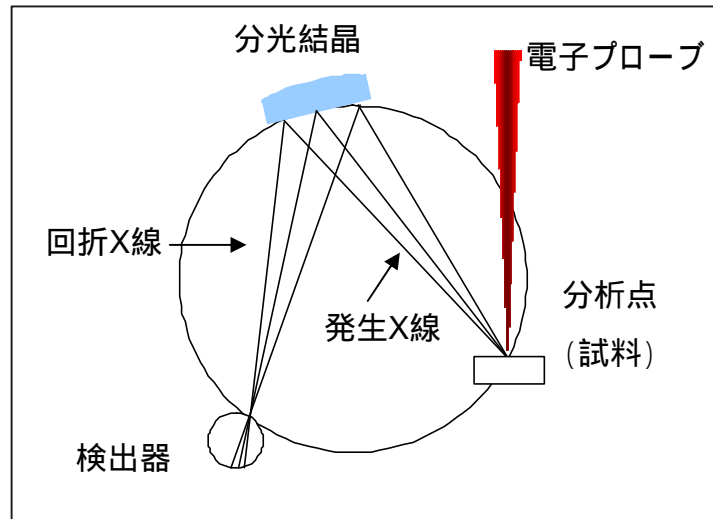
# SEM/EDS、WDSによる元素分析

- SEM(走査型電子顕微鏡)の観察下にて元素分析を行う方法には、EDS(エネルギー分散型X線分析法)とWDS(波長分散型X線分析法)の2種類があります。
- WDSはEDSと比較して、感度は良いが、分光結晶を用いて厳密な位置関係が必要なため、凹凸のある試料には不向きである。

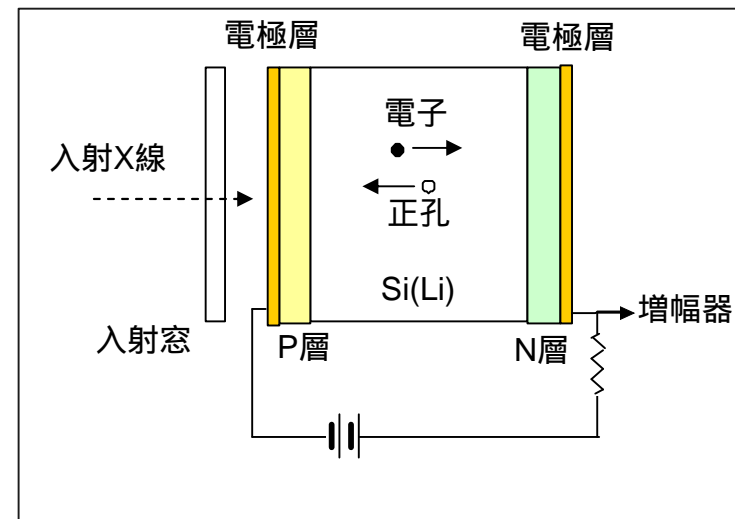




# WDSとEDS検出器



WDS検出器



EDS検出器

## EDX(エネルギー分散型X線分析法)

- ・電子ビームを照射し、そのときに発生する特性X線をエネルギー分散して元素を同定
- ・SEMと組み合わせた最もポピュラーな元素分析法
- ・定性分析、半定量分析、線分析、面分析(マッピング)等

## WDX(波長分散型X線分析法): EPMA

- ・発生した特性X線を波長で回折することにより元素を同定
- ・EDX法に比べて感度やピーク分解能は良いが、凹凸(10 $\mu$ 以上)試料には不向き
- ・定性分析、定量分析、線分析、面分析(マッピング)等



# SEM-EDX分析事例

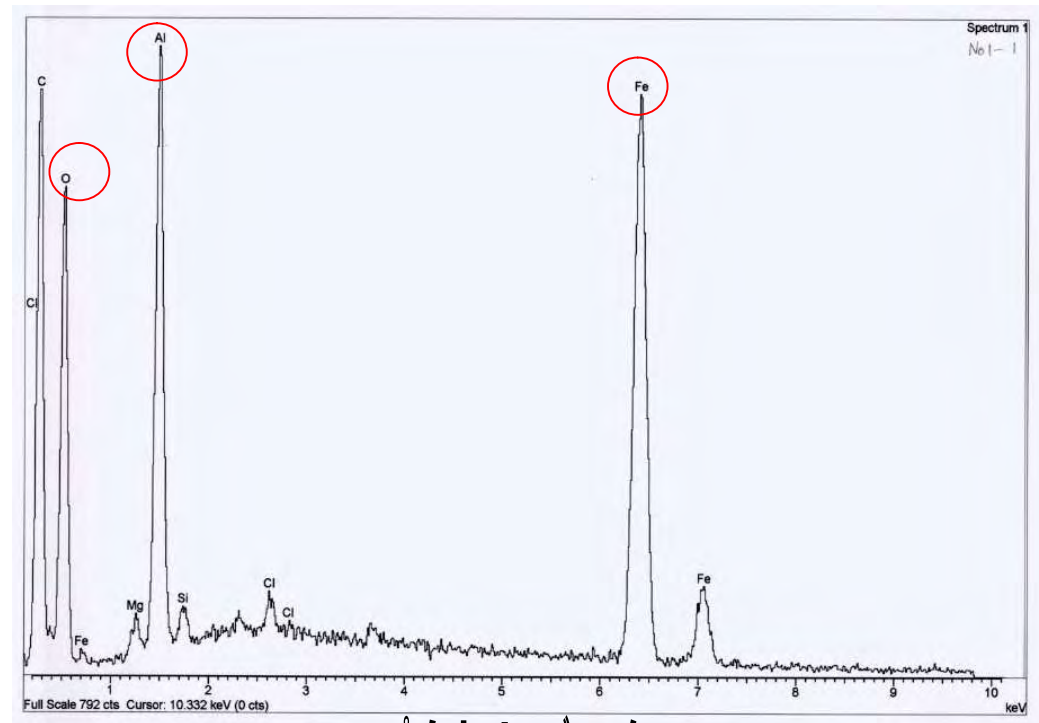
無機物、金属の元素分析による物質特定が可能



サンプリング異物



SEM-EDX装置

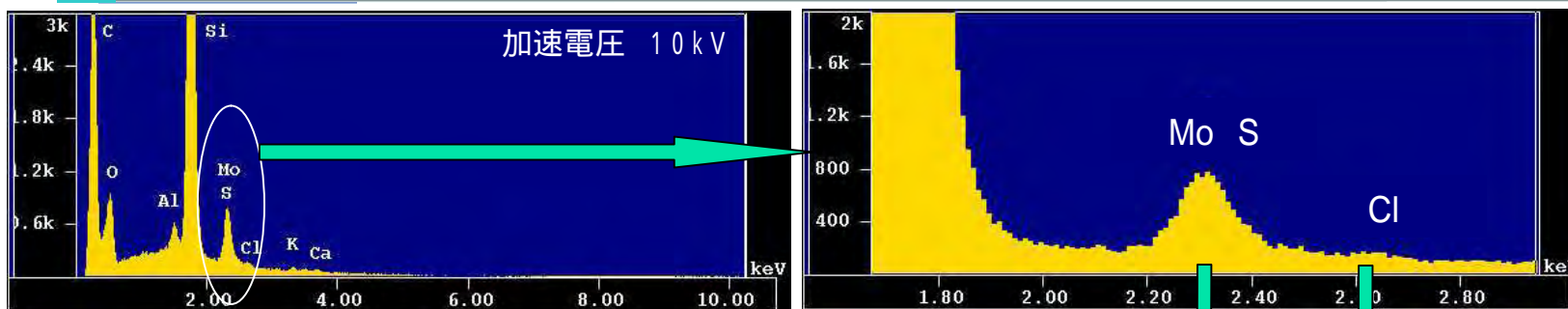


スペクトルデータ

## < 考察 >

EDX分析結果より、異物は、製造装置可動部のアルミ部品と鉄部品がこすれて発生した酸化アルミと酸化鉄の混合物と推測される

# EDXとWDXの比較 (Mo-S、Mo-Clの分離)



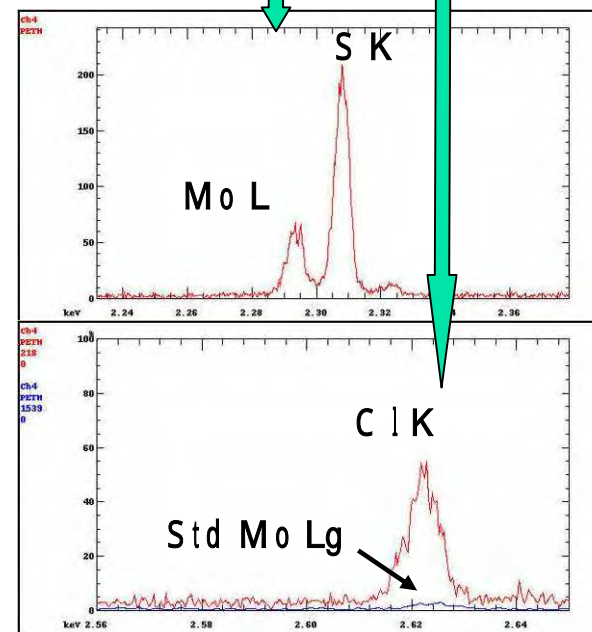
EDXスペクトル(Spot)

EDSでは、  
主成分を含む**全体の定性**  
**分析**を行う。

WDXでは、**微量元素**ある  
いは**ピーク重なり**などの**確認**  
を行う。

- ・MoとSの分離可
- ・Clもピーク比から

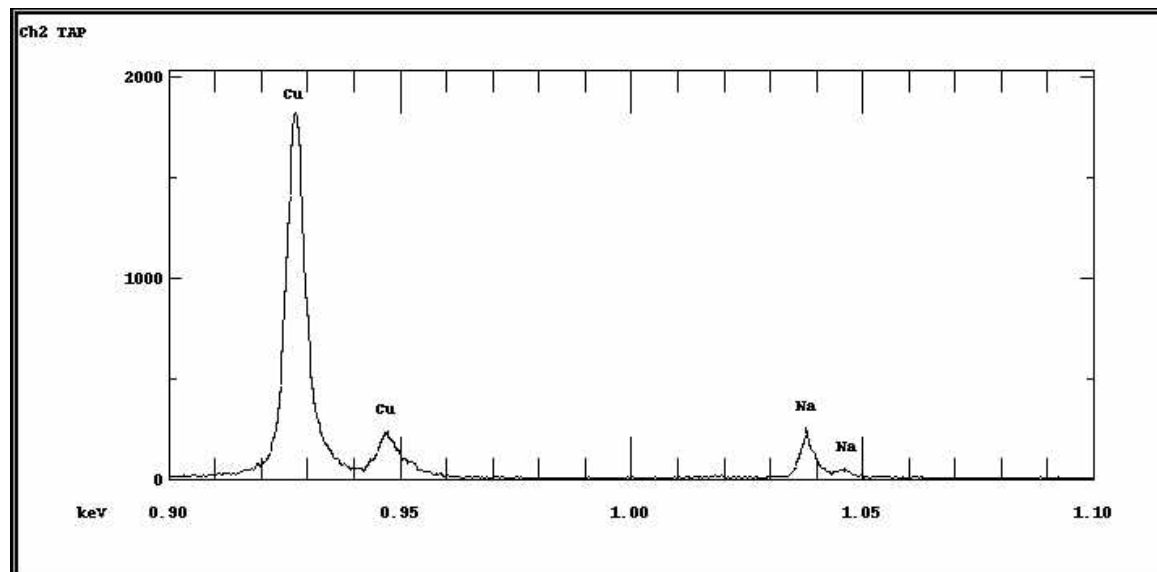
ほぼ判定可



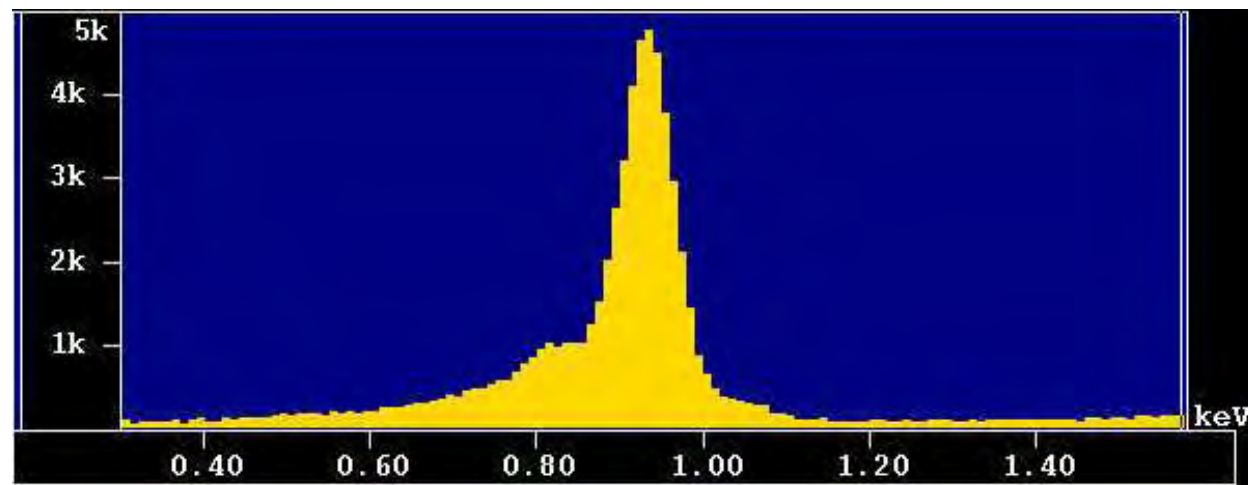
WDXスペクトル(Spot)

# EDX, WDX分析 (Cu/Na)

**WDX**



**EDX**

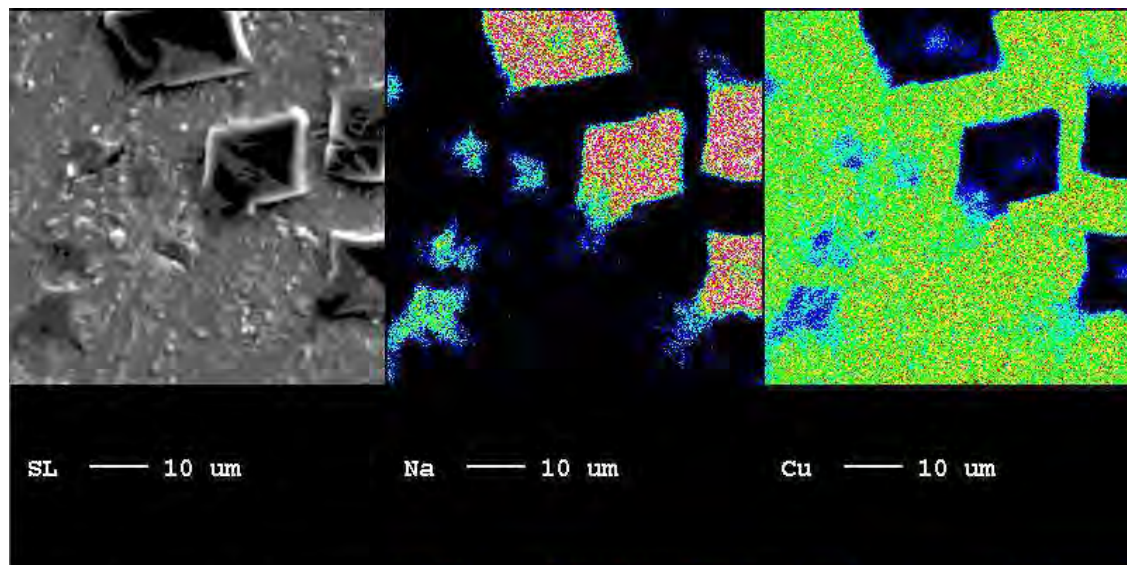




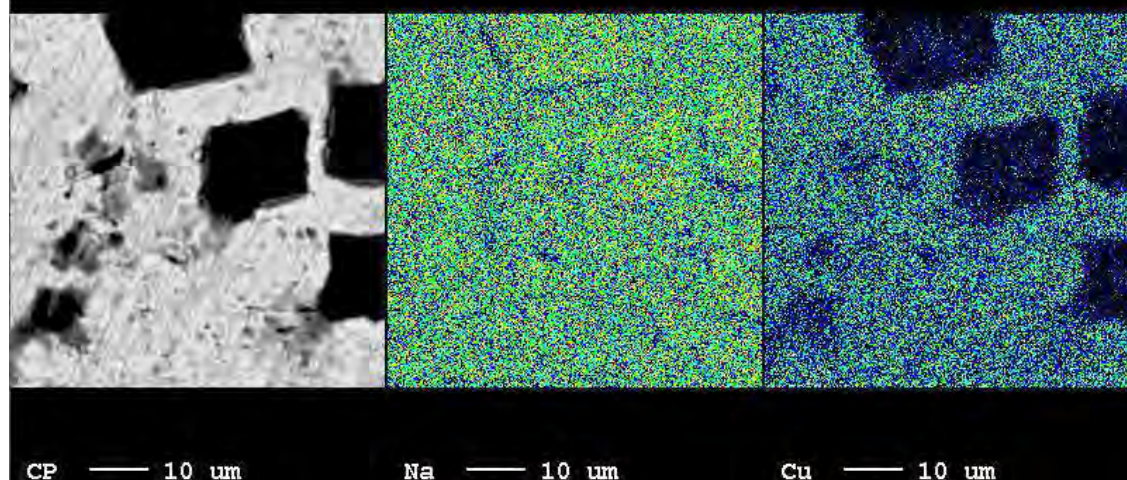


# EDX, WDXマッピング (Cu/Na)

**WDX**



**EDX**



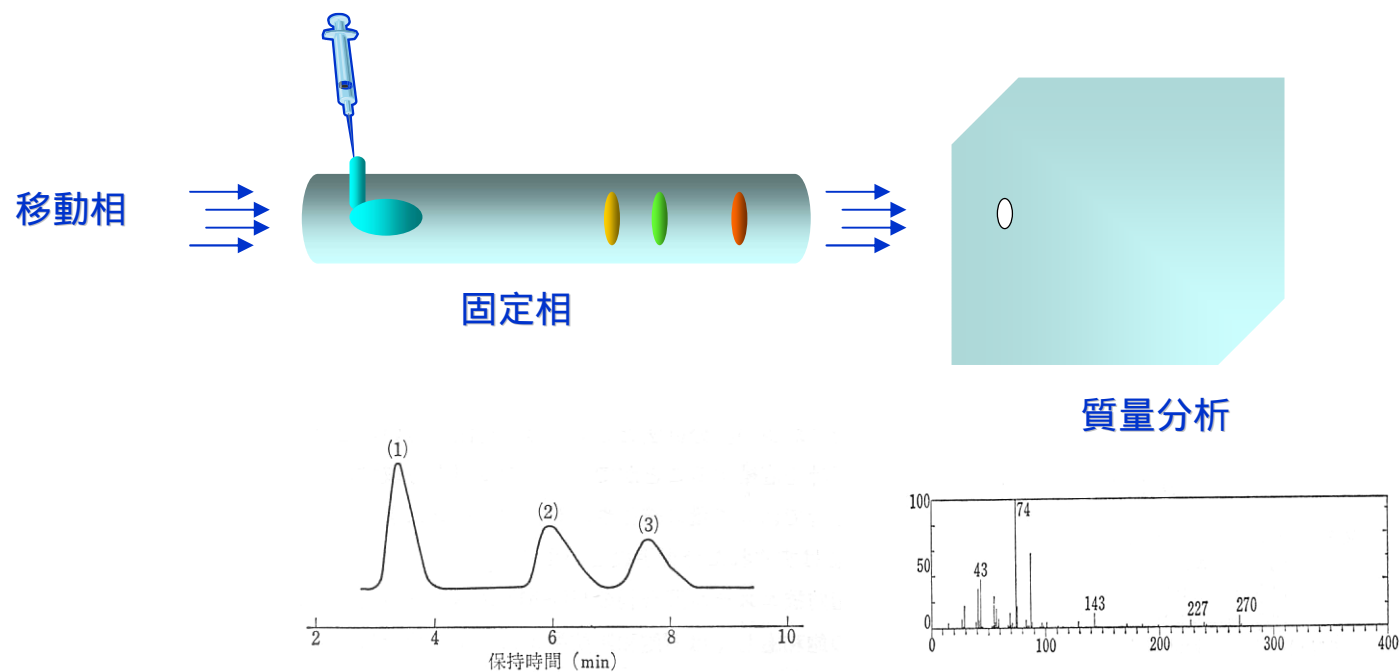


# クロマト分析の概要

## クロマト分析の簡単な原理

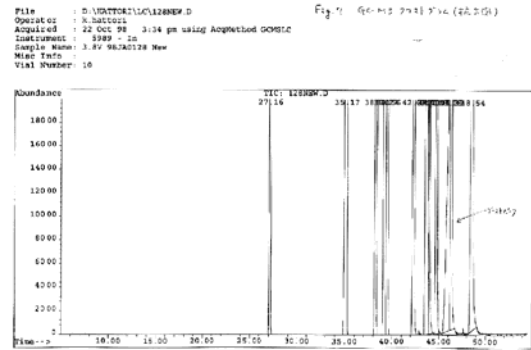
クロマトグラフを利用するもの

- ・ ガスクロマトグラフ + 質量分析器
- ・ 液体クロマトグラフ + 質量分析器

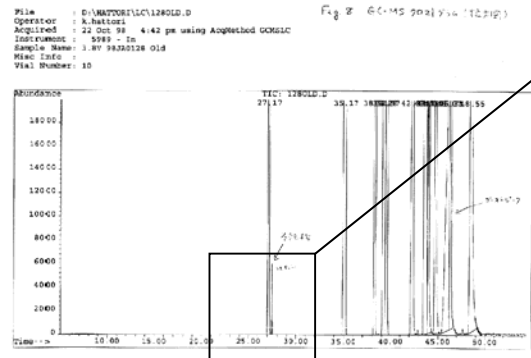




# GC-MSの応用

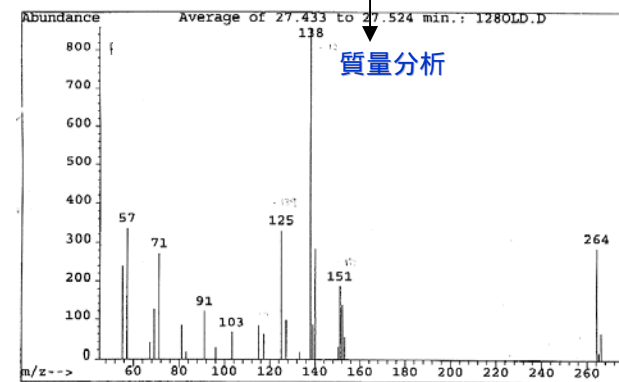
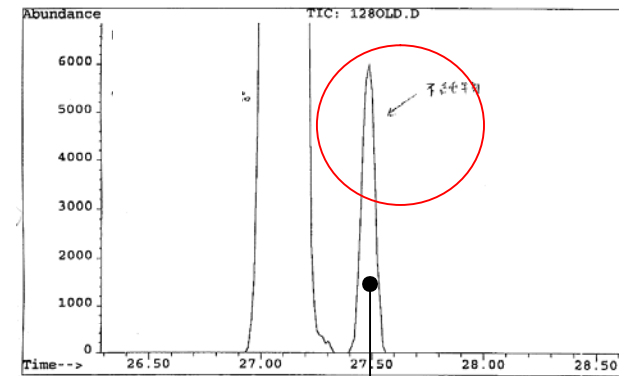


新品液晶のGC-MSスペクトル



使用済み液晶のGC-MSスペクトル

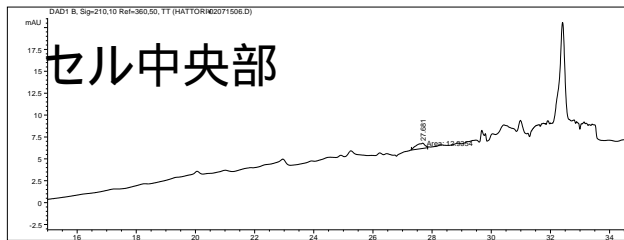
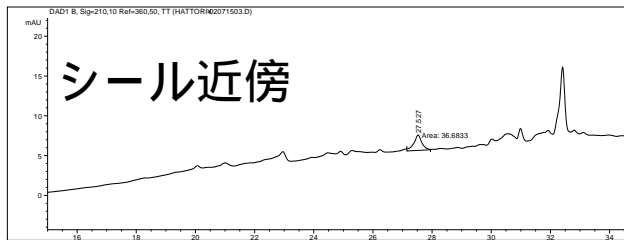
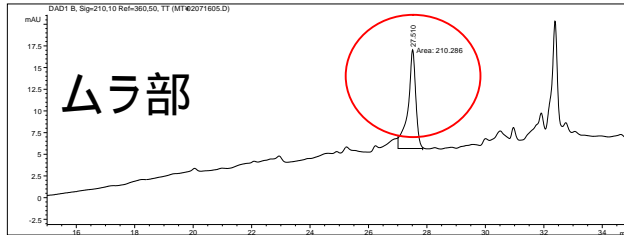
File : D:\HATTORI\LC\1280OLD.D  
Operator : k.hattori  
Acquired : 22 Oct 98 4:42 pm using AcqMethod GCMSLC  
Instrument : 5989 - In  
Sample Name : 3.8V 98JA0128 Old  
Misc Info :  
Vial Number : 10



不純物の同定

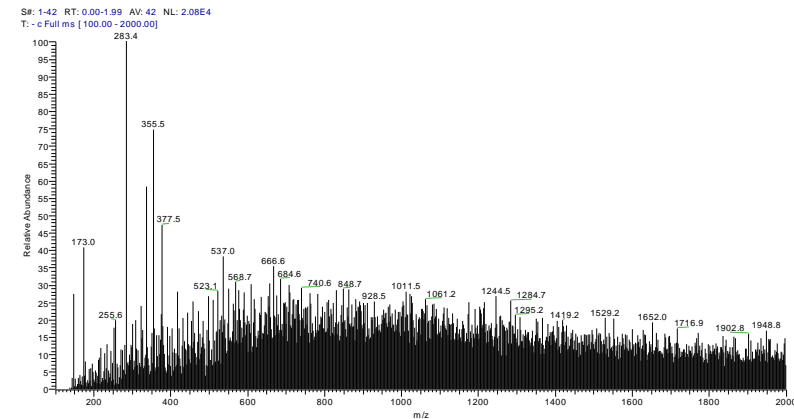
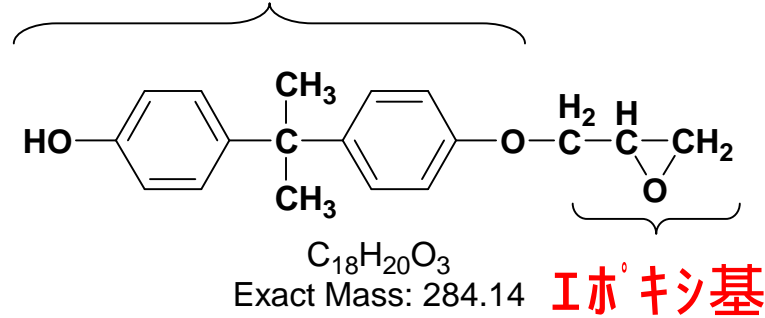


# HPLC/LC-MSの応用



HPLCクロマトグラム拡大図

## ビスフェノールA



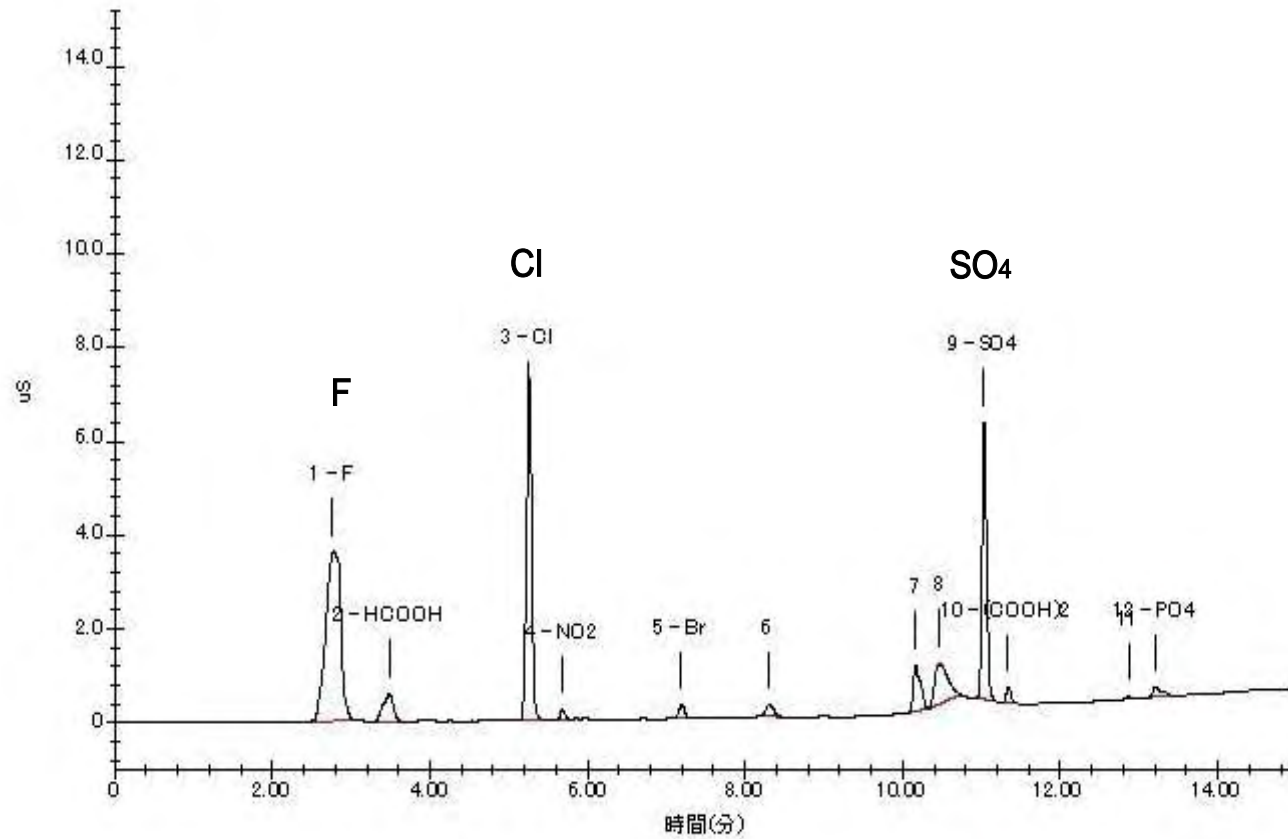
検出された不純物 シール剤成分の一部

LC/MS負イオンスペクトル シール近傍部

分析結果から、ムラ部には接着剤成分(上記分子)が付着している



# ICの応用



## プロセス使用溶剤ボトル中のイオン分析の例

開放系のボトルでは溶剤が蒸発しやすく不純物が濃縮される場合もある。