

## 異物分析におけるイメージング FT-IR の応用

有機材料分析 山本 陽一、品質技術 竹内 光一

異物分析の主要な手法の1つである FT-IR(フーリエ変換型赤外分光法)にイメージング機能を持たせた装置が開発され、最小 5 $\mu\text{m}$  程度の大きさの対象物の測定も可能となりつつある。ここではイメージング機能を用いて微小異物分析の可能性を検討したので紹介する。透過イメージング法では 4 $\mu\text{m}$  のアクリル樹脂の確認が可能である。また、ATR イメージング法では 5~6 $\mu\text{m}$  の滑剤の中心核と周囲層を分離して表示することが可能である事が確認された。今後の微小異物分析の強力なツールとなることが期待される。

### 1. はじめに

エレクトロニクス製品の微細化に伴い、歩留を左右するのは異物管理であり、異物の組成を分析し、そこから発生源を予測して対策を行うことである。近年のエレクトロニクス製品は材料から製造装置に至るまで、金属、セラミックス、有機物と多岐にわたる材料が製造工程中に混在し、異物の発生源も複雑化している。従って、異物の組成分析は無機元素のみならず有機物の分析が重要な情報となる。無機元素は電子顕微鏡に付属した EDS (Energy Dispersive Spectroscopy; エネルギー分散型 X 線分光分析)によりサブミクロンレベルの異物分析まで可能である。一方、有機物分析は 1 $\mu\text{m}$  レベルの空間分解能を持つラマン分光法が行われつつあるが、データ取得の困難、データベースの不足等により未だ一般的ではない。また、FT-IR(フーリエ変換型赤外分光分析法)は豊富なデータベースの蓄積があり、最も一般的な有機物分析の手法であるが、赤外線を用いるため 20~30 $\mu\text{m}$  程度の大きさの異物が必要となり、微小異物の分析には十分ではないとされてきた。弊社ではマイクロサンプリングを用いて 10 $\mu\text{m}$  レベルの微小異物の分析を行い高い割合で成功を収めてきたが、さらに小さい異物分析サービスを提供するためイメージング FT-IR を導入したので、その事例を紹介する。

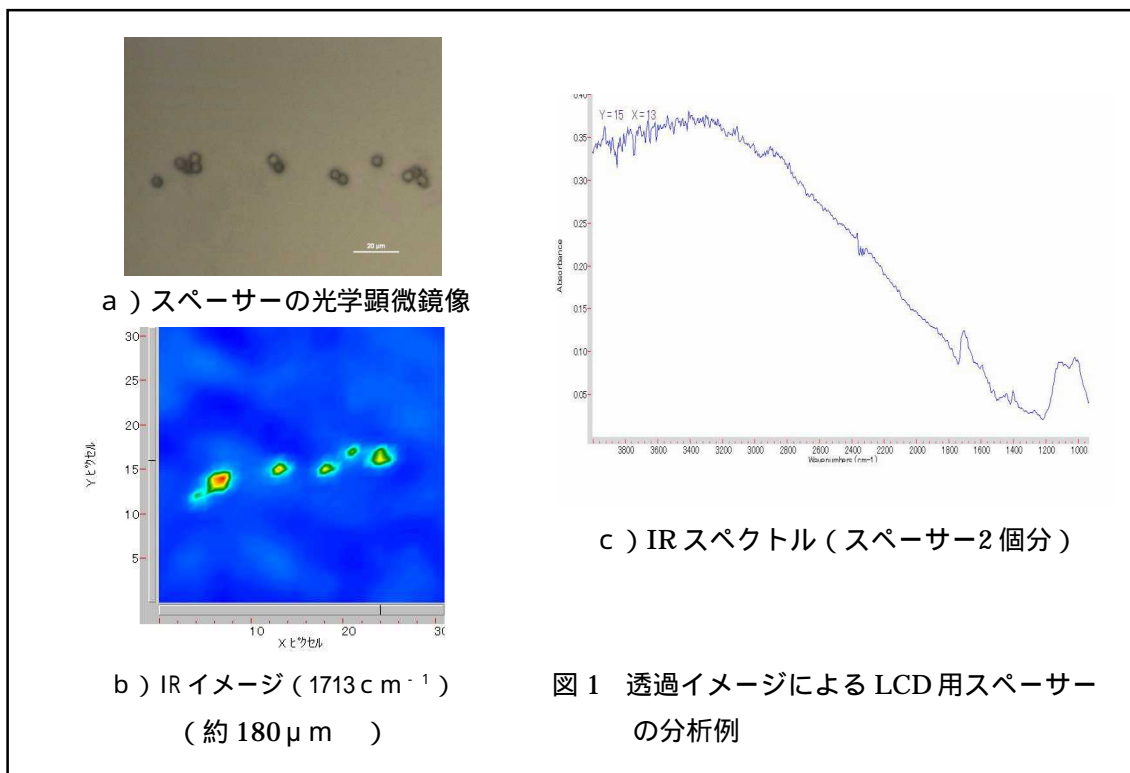
### 2. イメージング FT-IR

FT-IR による分析方法は、赤外線を透過させて吸収を測定する透過法、赤外線を照射し反射してくる赤外線を測定する反射法、ATR 法。Attenuated Total Reflection 法は分析対象物に ATR プリズムを密着させ低角度で赤外線を入射させ、全反射する赤外線を測定する。イメージング FT-IR 装置は 32 $\times$ 32 の検出素子をアレイ状に配置した検出器を持ち、同時に 1,024 のデータを取り込むことができる。この検出素子から得られるスペクトル情報と素子の位置情報から、特定吸収波長の強度をイメージとして表示するものである。測定領域は ATR では約 35 $\times$ 35 $\mu\text{m}$ 、反射法では約 175 $\times$ 175 $\mu\text{m}$  となる。

3. 分析事例

(1) 透過イメージング法による分析

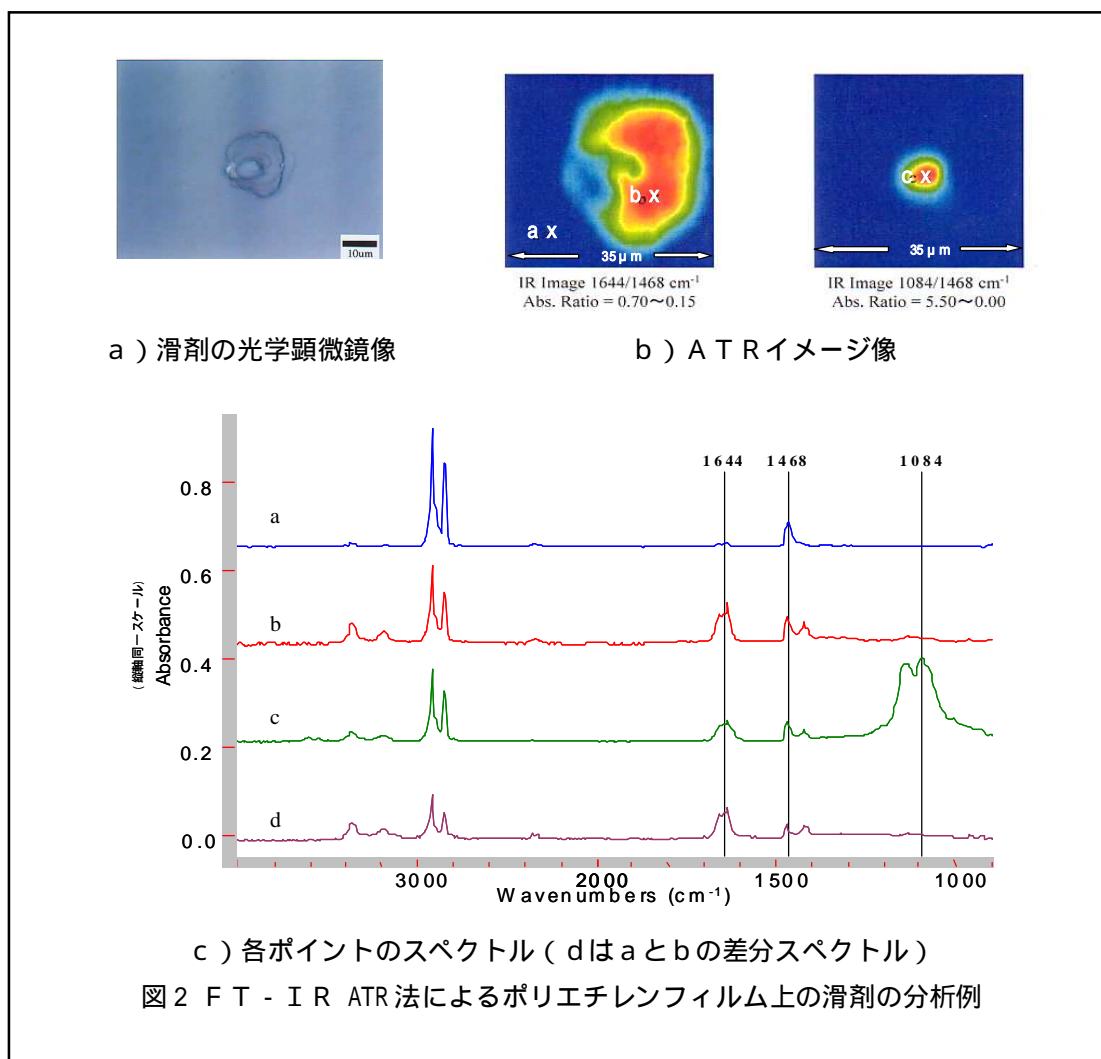
液晶パネルのギャップ保持に使用されるスペーサー（ $4\mu\text{m}$ ）をシリコンウェハ上に載せ、イメージング FT-IR 分析を行った、図 1-a）は光学顕微鏡写真、また、図 1-b）はスペーサー 2 個分を透過法で測定したスペクトルである。このスペクトルから、スペーサーはアクリル系の樹脂で出来ていることが推測される。このスペクトルの  $1713\text{cm}^{-1}$  の IR イメージを作成したのが図 1-c）である。イメージングにより、スペーサーの存在箇所を明確に捉えることが出来ている。カタログでうたわれている実行素子サイズは、検出器 1 素子当たり約  $5.5\mu\text{m}$  であるが、実際の測定では 1 個のスペーサーの存在も確認することが出来る。



(2) ATR イメージング法による分析

滑剤はポリエチレンフィルム等の上に散布されておりフィルムの滑りをよく材料であるが、大きさは  $5\sim 6\mu\text{m}$  程度でケイ酸塩の核があり、周辺に脂肪酸アミドが存在している。ATR 法の場合、実行素子サイズは約  $1.1\mu\text{m}$  である。ATR 測定によりケイ酸塩の核とその周辺に広がる脂肪酸アミドの分布が明瞭に観察され、滑剤内の分布を見ることが出来る。また、測定された任意の点に対して、解析可能な IR スペクトルを取り出すことができる。c) のスペクトルは 4 素子分 (約  $4.4\mu\text{m}$ ) の領域から得られたデータである。IR スペクトル a, b, c は、図 2-b) の ATR イメージ像中のそれぞれのポイントに対応したスペクトルである。d は

ポイント a と b の差分スペクトルで、脂肪酸アミドのスペクトルであることが確認できる。



#### 4. むすび

FT-IRは分析方法としては完成された手法であるが、イメージング機能などを追加することにより、従来出来なかった微小領域の分析が可能になりつつある。しかし、実際の異物分析の場面では試料の最表面に異物が出ているケースはまれで、多層膜中あるいは液中に存在していることが多い。従って、分析装置に導入するまでの前処理の技術をさらに発展させる事が今後の大きな課題と言える。