

X線分析顕微鏡

キーワード：微小部蛍光X線分析、トラブル原因解析、異物分析、RoHS / ELV

はじめに

X線分析顕微鏡は蛍光X線分析の原理を用いて、微小な試料の分析を行います。蛍光X線分析は、試料にX線を照射し発生する蛍光X線によってどのような元素が含まれているかを調べる分析法です。研究開発や品質管理・工程管理など多くの場面で利用が可能です。特に製品の製造・流通・消費過程において異物の混入や付着が発生した場合、異物を同定するためには異物がどのような元素で構成されているかを調べる必要があります。このような場合、蛍光X線分析が非常に有効です。また、RoHS指令やELVなどの規制により、製品中に有害元素が含まれていないかを確認することが製造者に求められています。蛍光X線は迅速に分析が可能であるため、スクリーニングの段階で多用されます。製品トラブルにおいては異物のサイズが微細であるということが多く、また電子基板中に使用されている元素を一度に分析したいという要求の高まりから、当所では新たにX線分析顕微鏡を導入しました。

装置の概要

本装置は、X線導管によりX線を絞って試料に照射することにより、 $10\mu\text{m}\phi$ の微小部分の元素を分析することが可能です。また、X線導管を切り替えることで直径 1.2mm にX線を絞ることができ、より高感度な分析や、一次X線フィルターを使用して妨害元素の影響を除いた状態で分析が行えます。また、試料をXY軸方向に走査することで、試料上の

元素の分布を調べるマッピング分析（面分析）を行うことも可能です。さらに、透過X線用の検出器を装備しており、試料の状態によっては試料の内部状況について調べることもできます。

表1 X線分析顕微鏡の仕様

機種名	XGT-5200WR
メーカー名	堀場製作所
X線照射径	$10\mu\text{m}\phi$ および $1.2\text{mm}\phi$
測定対象元素	Na~U
測定原理	エネルギー分散型蛍光X線
最大試料サイズ	$300(\text{W})\times 250(\text{D})\times 400(\text{H})\text{mm}$ の中心 $100(\text{W})\times 100(\text{D})\text{mm}$ を分析



図1 装置外観

分析例1. 包埋された微細異物の分析

製品のトラブル原因を解析するための異物分析例として、樹脂中に包埋された異物を分析した事例について説明します。試料は射出成型された透明樹脂製品で、内部に $250\mu\text{m}$ 程度の大きさの金属片状異物が見つかりました。元素分析機能付き走査型電子顕微鏡（SEM-EDX）では分析に電子線を使用するので、異物のサンプリングが必要になりますが、本装置は浸透力が高いX線を利用して分

析を行うため、異物が樹脂等に包埋された状態で分析を行うことが可能です(表2)。このように、異物のサンプリングが困難な場合や、試料の破壊を避けたい場合に特に有効な分析手段となります。この分析例では、異物を含む部分と、異物を含まない樹脂の正常部を分析し、結果を比較しました。異物を含む部分から検出された元素情報より、異物は金型の削れたものの可能性が高いという情報を得ることができました。X線分析顕微鏡では分析時に試料を真空にする必要がないため、食品などの含水試料についても分析することが可能です。

表2 X線分析顕微鏡とSEM-EDXの違い

	X線分析顕微鏡	SEM-EDX
分析条件	大気中	真空中
前処理	不要	必要
最小分析領域	10 μm φ	nm オーダー
分析可能元素	Na~U	Be~U
分析深さ	0.1 μm~数mm	~数μm

分析例2. 電子基板のマッピング分析

試料として小型のプリント基板を分析し、基板中の元素の分布状況を調べました。図2に試料の光学像、銅(Cu)、ニッケル(Ni)、スズ(Sn)、臭素(Br)のマッピング像、および透過X線像を示します。配線のパターンには銅が、基板の裏表をつなぐホール部分にはニッケルが、半導体チップを取り付けているハンダ部分にはスズが使用されていることがわかりました。また、臭素が基板中から検出されていますが、配線のパターンとして銅が最表面に存在している部分は、銅によって試料に照射する一次X線が吸収されてしまう

ためシグナルが弱くなっています。試料を透過するX線の強度についてもマッピング分析を行うことが可能で、透過X線像では、基板裏面の配線のパターンについても確認することができます。

透過X線像による分析を製品のトラブル原因解析の場面で利用すると、例えば、着色された樹脂成型品中のように、内部が肉眼では確認できない試料のどの部分に金属異物などが包埋されているかの確認が可能になります。

また、マッピング分析はRoHS/ELVなどで指定されている有害金属元素が、製品のどの部分に含まれているかを簡単に知ることができるので、これを利用することでスクリーニング分析を効率よく行うことができます。

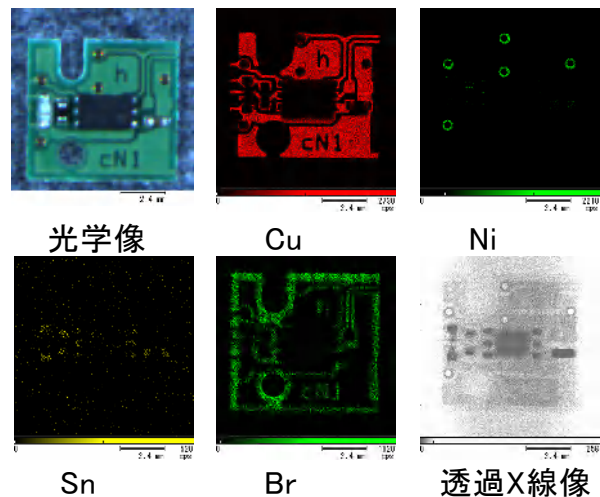


図2 マッピング分析例

おわりに

X線分析顕微鏡は、微細な異物や、樹脂等に包埋された異物を非破壊で分析することができます。また、マッピング分析を行うことができるので、トラブルの原因解析や、RoHS/ELVなどのスクリーニング分析にも活用することができます。平成23年3月現在、依頼試験として点分析を受け付けており、面分析についても近日中に開始する予定です。皆様のご利用をお待ちしております。