2020 OEGセミナー

蛍光Ｘ線分析の特徴を活かした解析手法

解析手法の最適化

2020年11月6日

沖エンジニアリング株式会社
環境事業部
調査分析グループ
征矢　健司

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

目次

1　現状解析の課題
1.1　現状解析の課題：異物解析
1.2　現状解析の課題：RoHS指令対応のマッピング分析
1.3　解析の市場要望と現状の課題

2　蛍光X線分析法の特徴
2.1　新設備の特徴：検出器について
2.2　新設備の特徴：焦点ギャップの違いについて
2.3　その他の元素分析装置との違い

3　解析事例
3.1　解析事例：従来装置との比較（RoHSマッピング分析）
3.2　解析事例（LED発光素子）
3.3　解析事例（バッテリー内部）
3.4　解析事例（IC内部の解析）
3.5　解析事例（大型基板の解析）
3.6　解析事例（フィルター上の異物の解析）
3.7　解析事例（非破壊の基板上の異物の解析）
3.8　解析事例（端子メッキの膜厚測定）
3.9　解析事例（BGAのAuワイヤボンディング１）
3.10 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング２）
3.11 解析事例（BGAのはんだボール部）

4　まとめ

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

目次

1 現状解析の課題
1.1 現状解析の課題：異物解析
1.2 現状解析の課題：RoHS指令対応のマッピング分析
1.3 解析の市場要望と現状の課題

2 蛍光X線分析法の特徴
2.1 新設備の特徴：検出器について
2.2 新設備の特徴：焦点ギャップの違いについて
2.3 その他の元素分析装置との違い

3 解析事例
3.1 解析事例：従来装置との比較（RoHSマッピング分析）
3.2 解析事例（LED発光素子）
3.3 解析事例（バッテリー内部）
3.4 解析事例（IC内部の解析）
3.5 解析事例（大型基板の解析）
3.6 解析事例（フィルター上の異物の解析）
3.7 解析事例（非破壊の基板上の異物の解析）
3.8 解析事例（端子メッキの膜厚測定）
3.9 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング１）
3.10 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング２）
3.11 解析事例（BGAのはんだボール部）

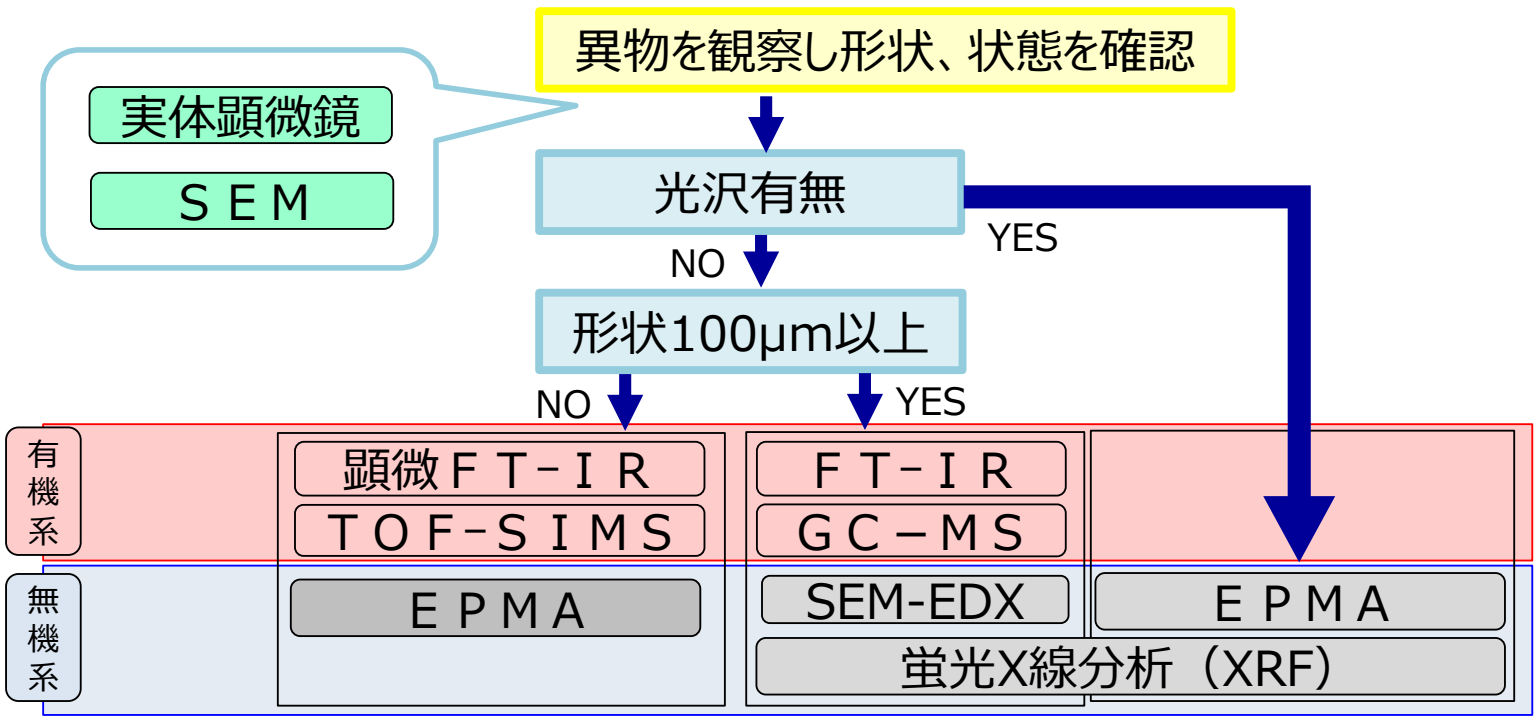
4 まとめ

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

1.1 現状解析の課題：異物解析

電子部品で発生する不具合原因の多くは異物によるもの。対象物を採取するために加工が必要な手法が多いが1次解析においては非破壊での解析が求められる

異物解析手法フロー



・FT-IR　　：フーリエ変換赤外分光光度分析
・TOF-SIMS：飛行時間型二次イオン質量分析
・SEM-EDX ：走査型電子顕微鏡／エネルギー分散型X線分光法
・GC-MS：ガスクロマトグラフ質量分析
・EPMA　：電子線プローブマイクロアナライザー

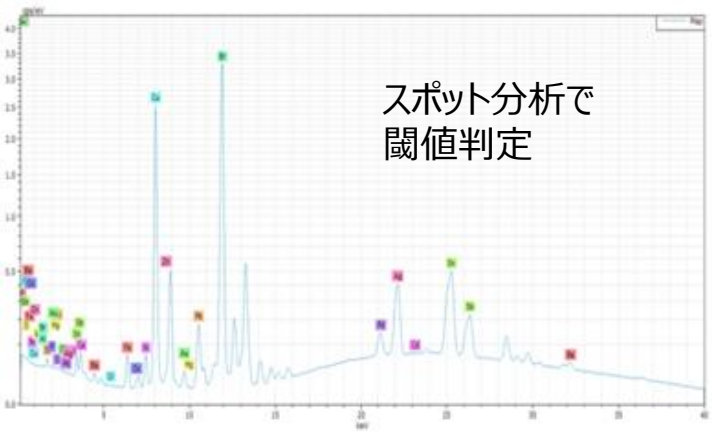
© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

1.2 現状解析の課題：RoHS指令対応のマッピング分析

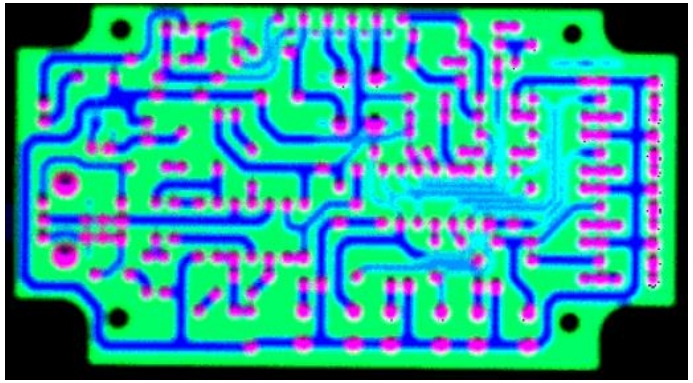
RoHS指令対応のマッピング分析は、規制されているCd（カドミウム）、Pb（鉛）、Hg（水銀）、Br（臭素）、Cr（クロム）の5元素の元素分布図を作成し、懸念部位を簡易に特定するが、微小部の分析感度が十分ではない

RoHS指令対応の蛍光X線分析　評価方法

元素濃度評価



元素分布評価



元素マッピング(赤：Pbの存在確認)

評価	**元素濃度評価**（ポイント分析）	**元素分布評価**（マッピング分析）
データ	測定点に含有する元素と その重量比を得ることができる。	試料にどの元素がどの位置に存在するか 画像で把握することができる。

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

1.3 解析の市場要望と現状の課題

市場要望	現状の課題

◆異物解析

・製品不具合の解析を行う対象箇所は、微小化、複雑化しており、様々な形状のものを解析できる装置が必要とされ、更に、初期解析は非破壊の解析が求められる	・EPMAやSEM-EDXは、解析には試料を加工する必要があり非破壊解析が不可 ・蛍光X線分析装置では、元素範囲がNa～Uのため、低元素が測定できない

◆RoHS指令対応分析

・依頼される部品は微小なものが増加しており、微小な部品でもRoHS閾値の確認を実施したい	・製品自体のマッピング分析は、凹凸がある場合に感度の低い部位が出る事が避けられず、限定的な評価となっている

新たな蛍光X線分析装置（XRF）の導入

・Na (ナトリウム)～U(ウラン)に加え、C(炭素) ～N e(ネオン)の５種の低元素の定性が可能になる事で、詳細な異物解析が非破壊で可能
・微小試料、凹凸があるものでも把握可能な、RoHS指令の製品マッピング分析サービスの提供

新設備：ブルカー社　M4 TORNADO

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

目次

1 現状解析の課題
1.1 現状解析の課題：異物解析
1.2 現状解析の課題：RoHS指令対応のマッピング分析
1.3 解析の市場要望と現状の課題

2 蛍光X線分析法の特徴
2.1 新設備の特徴：検出器について
2.2 新設備の特徴：焦点ギャップの違いについて
2.3 その他の元素分析装置との違い

3 解析事例
3.1 解析事例：従来装置との比較（RoHSマッピング分析）
3.2 解析事例（LED発光素子）
3.3 解析事例（バッテリー内部）
3.4 解析事例（IC内部の解析）
3.5 解析事例（大型基板の解析）
3.6 解析事例（フィルター上の異物の解析）
3.7 解析事例（非破壊の基板上の異物の解析）
3.8 解析事例（端子メッキの膜厚測定）
3.9 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング１）
3.10 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング２）
3.11 解析事例（BGAのはんだボール部）

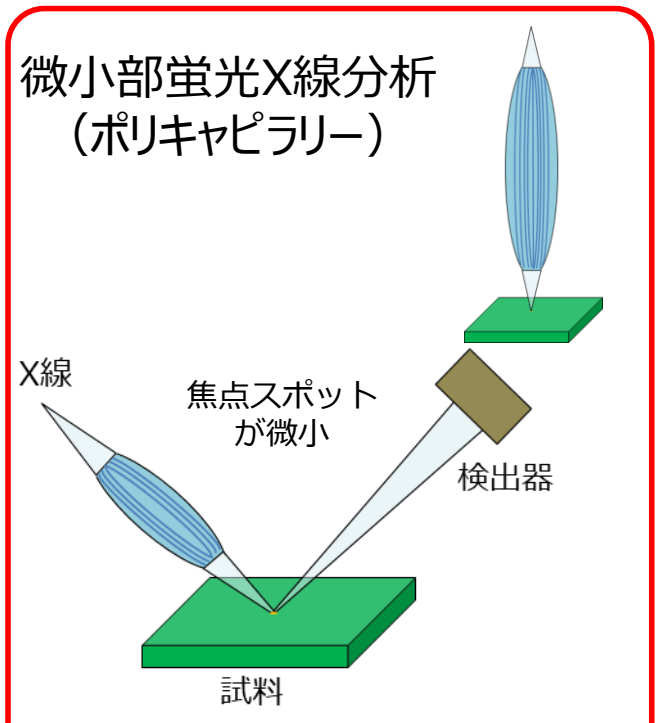
4 まとめ

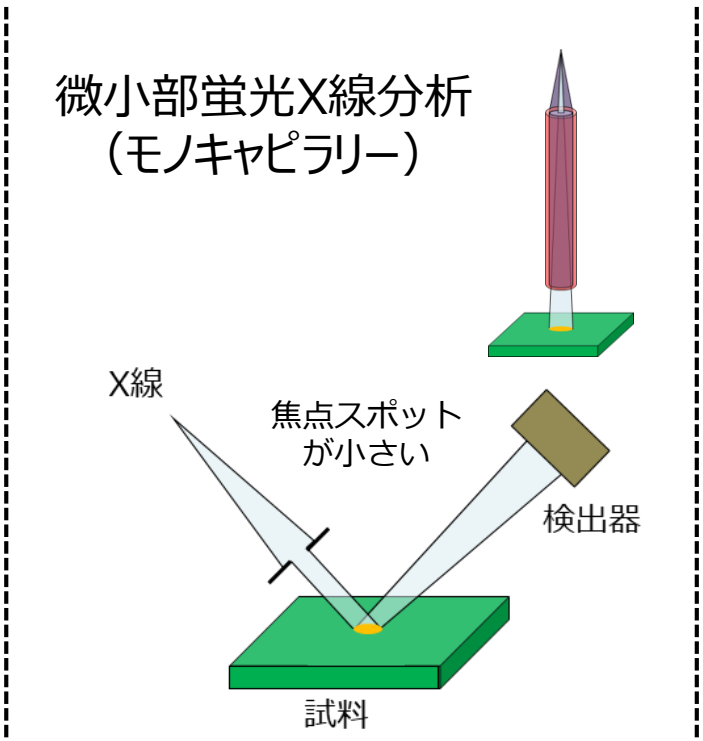
© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

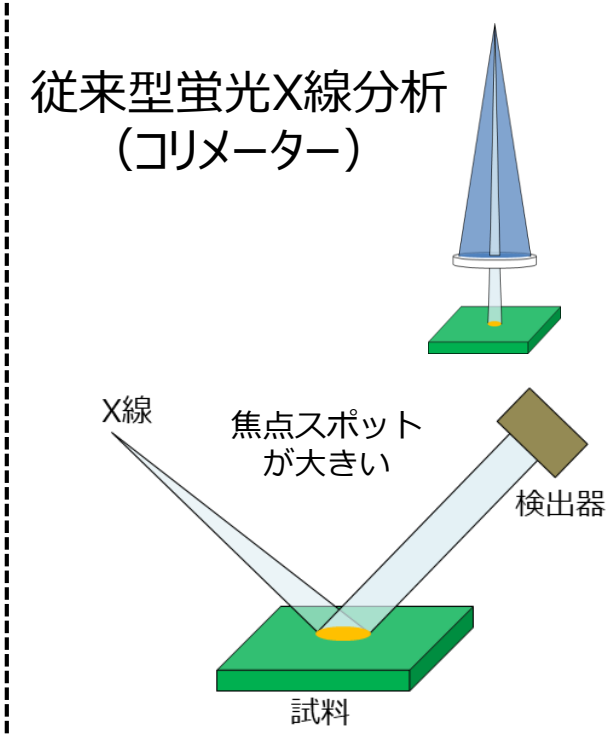
2.1 新設備の特徴：検出器について

検出器の仕様によって、測定範囲と検出強度が異なる。
微小部領域の解析を高感度におこなうにはポリキャピラリーが望ましい

分析径と分析対象





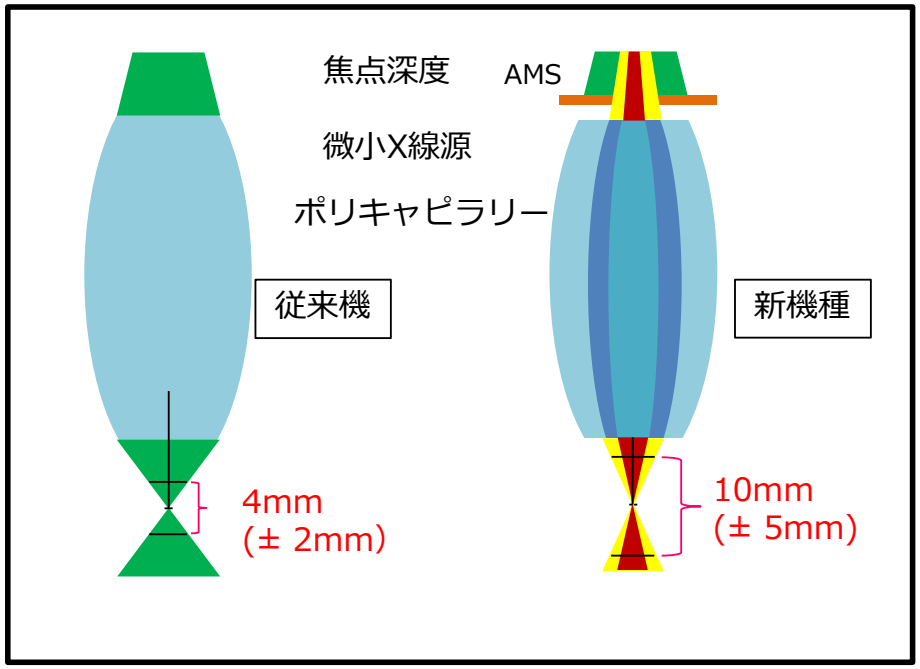


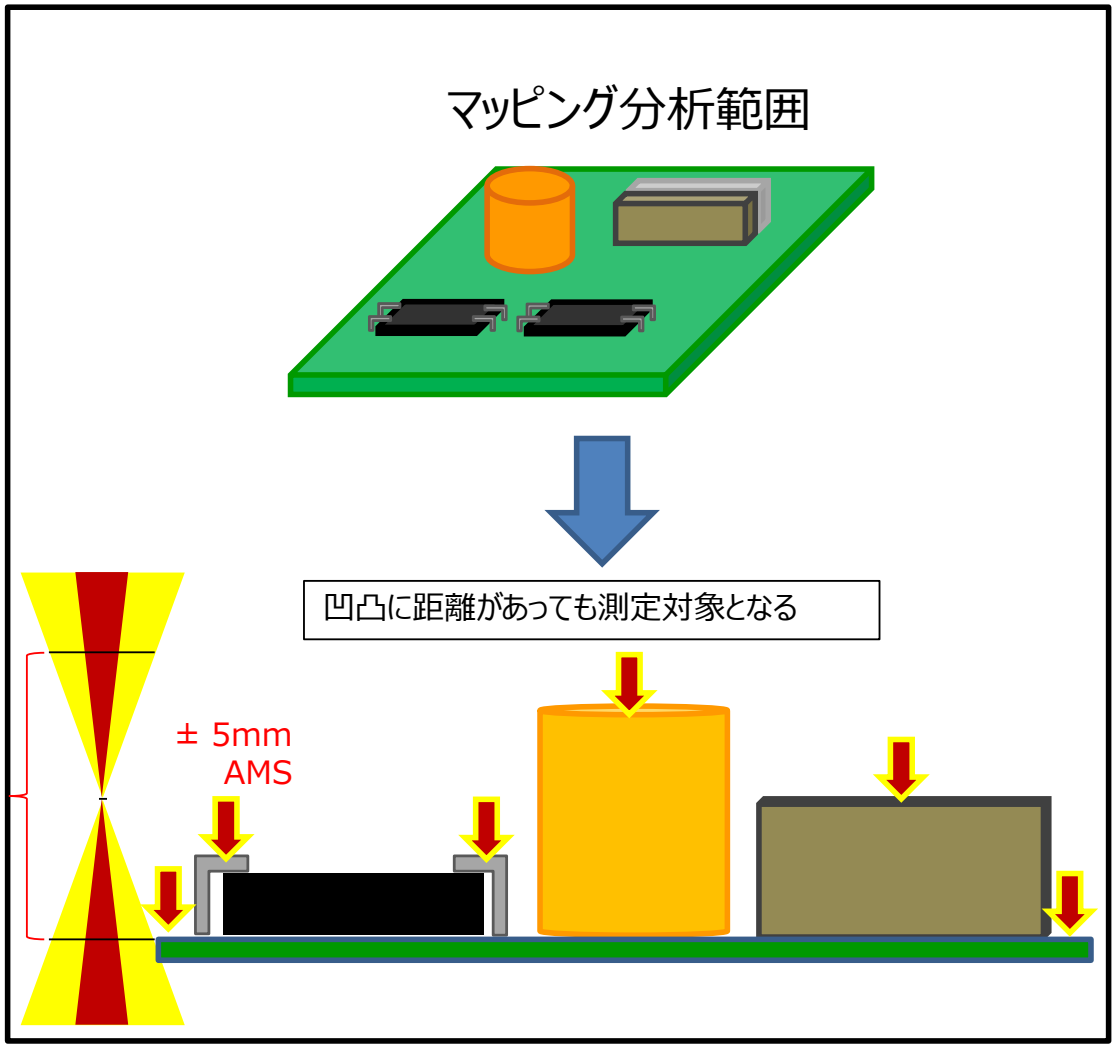
0.025～0.1 mm	0.1～1.0 mm	10～60 mm
極微小部領域	微小領域	広域
極微小部、分布分析	微小領域、位置特定可能	均一試料

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

2.2 新設備の特徴：焦点ギャップの違いについて

ポリキャピラリーの仕様では、弊社の使用しているものは焦点の上下許容値が大きいため、基板に実装されて凹凸に距離がある試料のマッピング分析可能

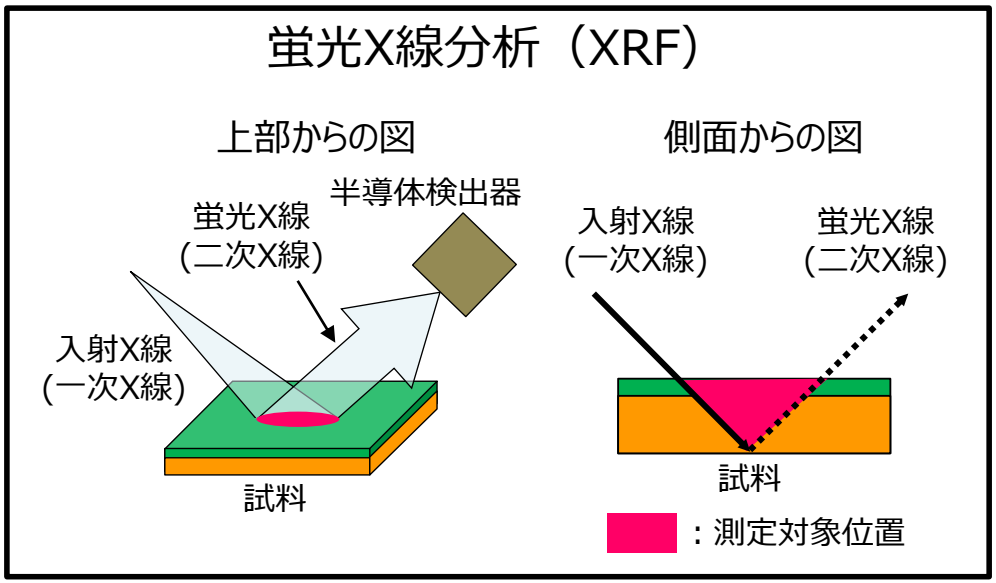


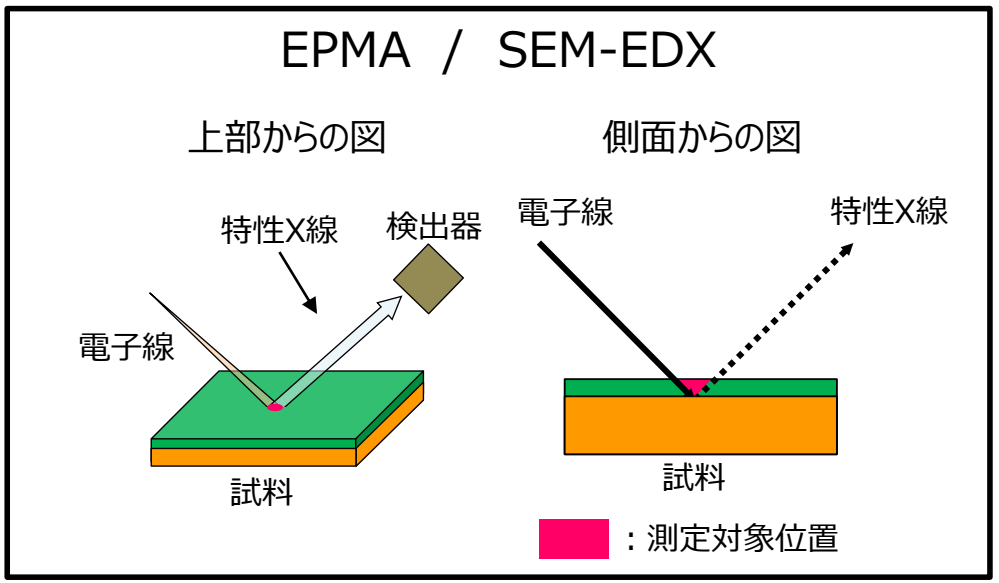


© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

2.3 その他の元素分析装置との違い

分析深さや測定領域に違いがあり、得られる元素分析結果に違いがある。
XRFは非破壊で測定が可能であり、測定時に試料の損傷が起きない





	蛍光X線分析（XRF）	EPMA / SEM-EDX
測定領域 （面積）	数μm～数mm （大型試料も分析可能）	数十nm～数百μm （SEMにより試料を拡大して分析部位を決定）
分析深さ	数nm～数mm（試料による）	数nm～数μm（元素・加速電圧による）
試料形状	固体・液体・気体	固体
分析対象元素	C~ U（重元素向き）	B ~ U（軽元素向き）
非破壊分析 / 前処理	○ / 不要	× / 白金蒸着等が必要

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

目次

1 現状解析の課題
1.1 現状解析の課題：異物解析
1.2 現状解析の課題：RoHS指令対応のマッピング分析
1.3 解析の市場要望と現状の課題

2 蛍光X線分析法の特徴
2.1 新設備の特徴：検出器について
2.2 新設備の特徴：焦点ギャップの違いについて
2.3 その他の元素分析装置との違い

3 解析事例
3.1 解析事例：従来装置との比較（RoHSマッピング分析）
3.2 解析事例（LED発光素子）
3.3 解析事例（バッテリー内部）
3.4 解析事例（IC内部の解析）
3.5 解析事例（大型基板の解析）
3.6 解析事例（フィルター上の異物の解析）
3.7 解析事例（非破壊の基板上の異物の解析）
3.8 解析事例（端子メッキの膜厚測定）
3.9 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング１）
3.10 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング２）
3.11 解析事例（BGAのはんだボール部）

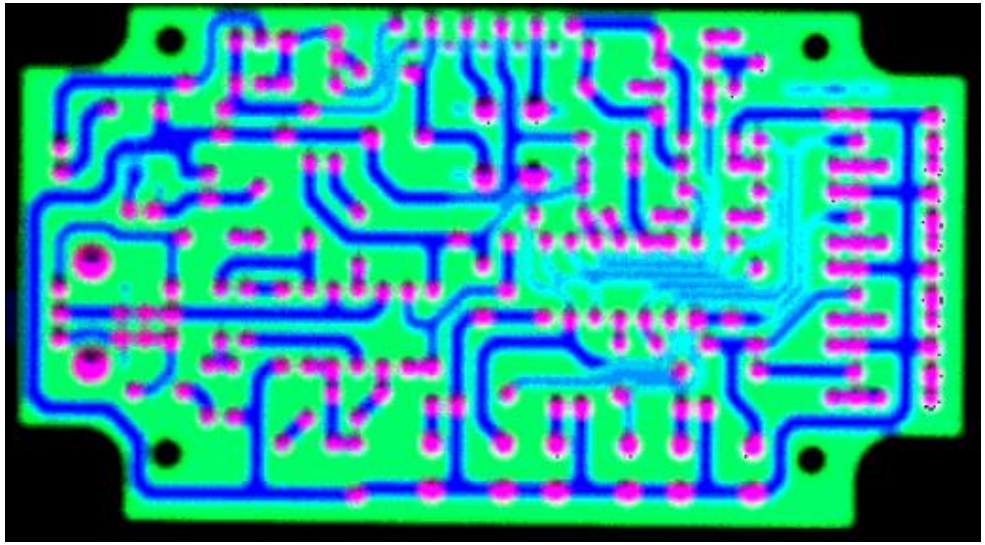
4 まとめ

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.1 解析事例：従来装置との比較（RoHSマッピング分析）

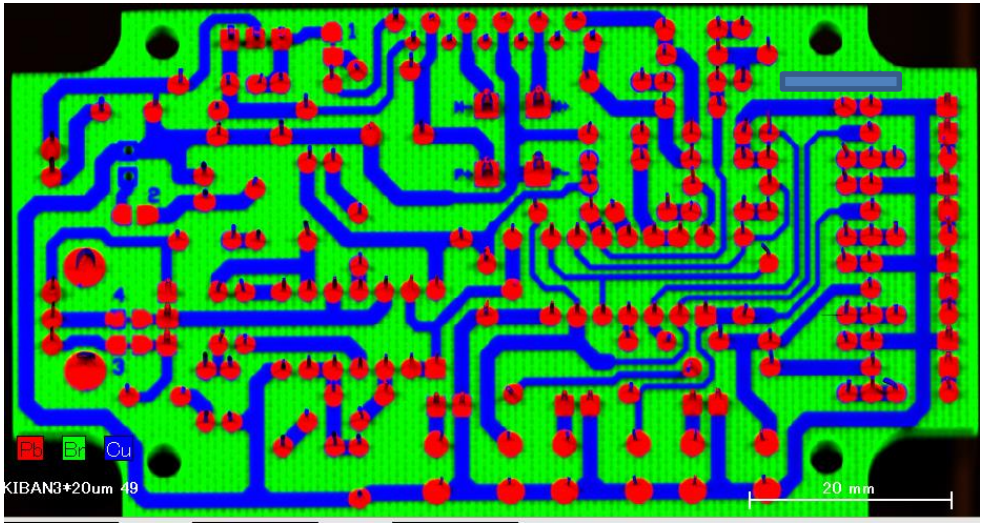
従来マッピング分析では、1.2mmφのコリメーターの場合、1点の測定点が大きくなることから画像が点状になり、測定する部位も明確ではないが、新装置では部位が明確で詳細な画像取得が可能となる

既存設備



測定条件：1.2mmコリメーター
赤：Pb（鉛）　緑：Br（臭素）　青：Cu（銅）

新設備



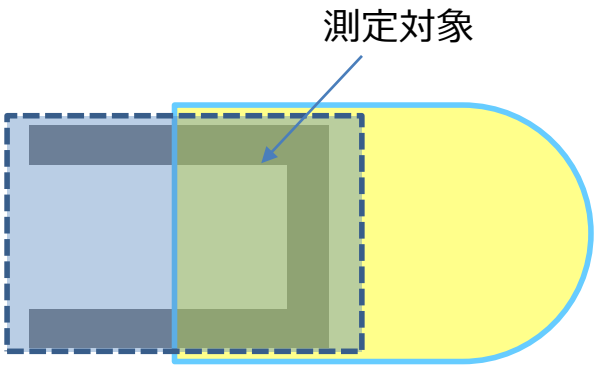
測定条件：20μmポリキャピラリー
赤：Pb（鉛）　緑：Br（臭素）　青：Cu（銅）

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

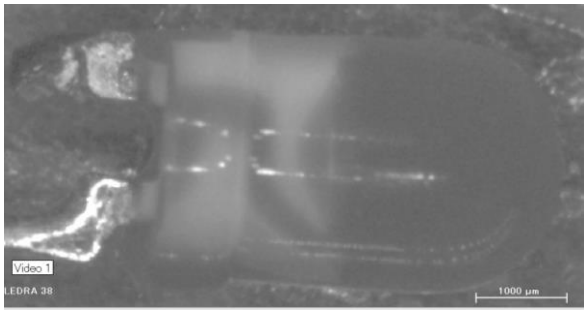
3.2 解析事例（LED発光素子）

非破壊で部品内部の元素分布が確認され、LED発光素子内部のガリウム（Ga）の素子に金（Au）のリード線がボンディングされている様子が確認された

事例：LED発光素子

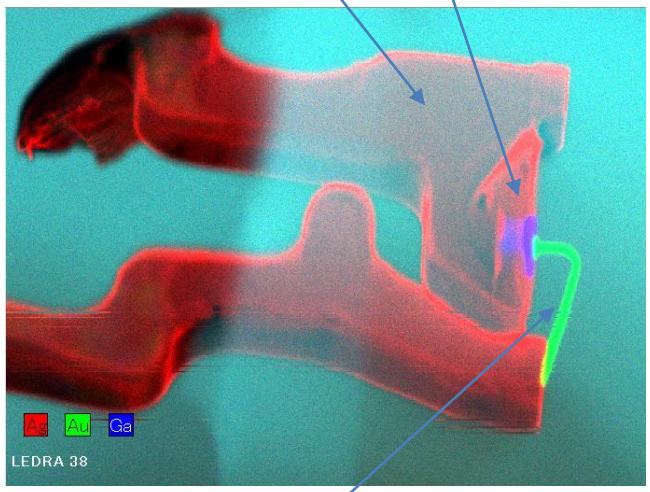


試料イメージ図



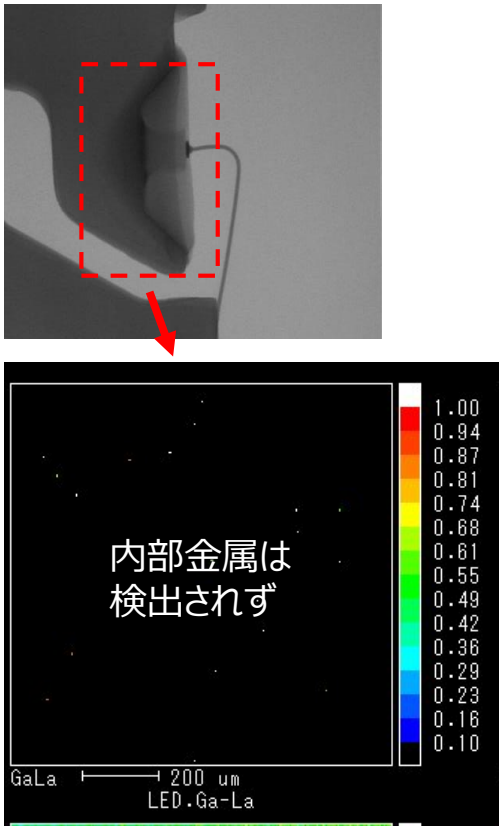
試料写真

蛍光X線分析



赤：Ag（銀）　緑：Au（金）
青：Ga（ガリウム）

EPMA分析



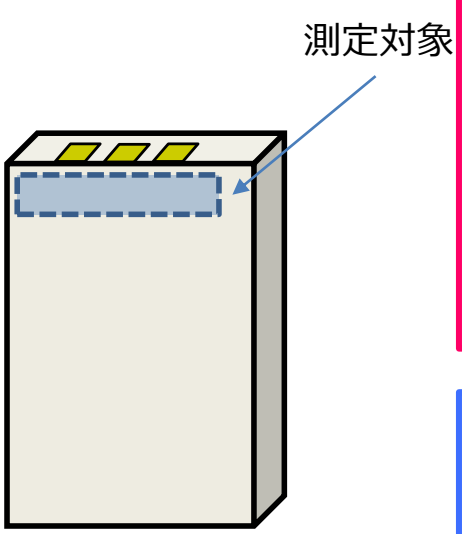
元素濃度分布図： Ga（ガリウム）

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.3 解析事例（バッテリー内部）

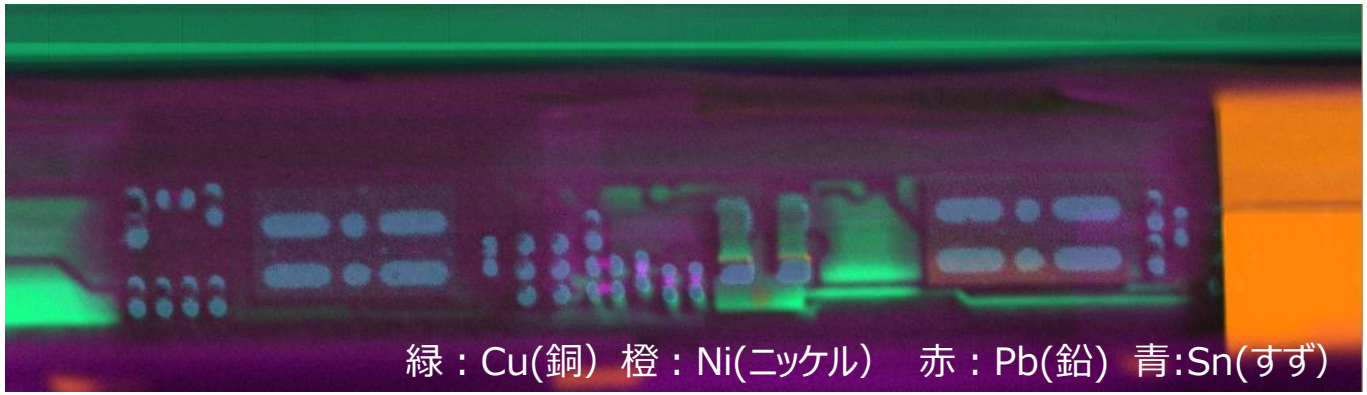
内部構造は、外観から確認はできないが、蛍光X線分析であれば、非破壊にて内部の元素分布の確認も可能

事例：モバイルバッテリー

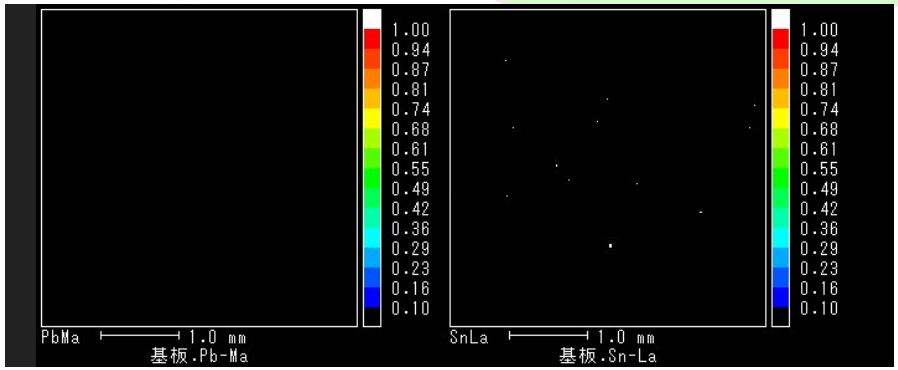


試料イメージ図

蛍光X線分析



EPMA分析



表面上のみの測定となり、
Pb、Sn等　検出はみられない

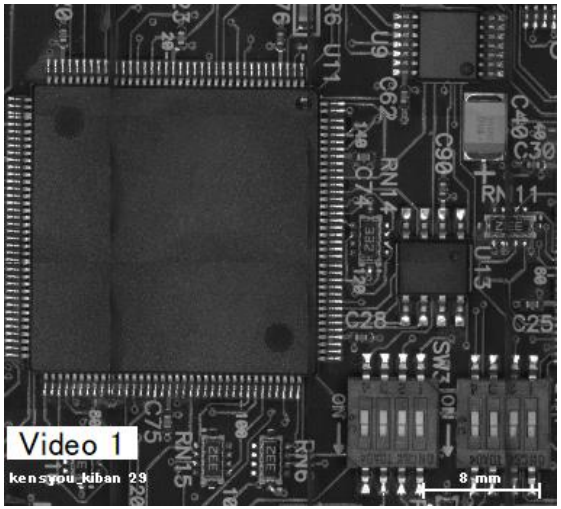
元素濃度分布図：
左　Pb(鉛) 右：Sn(すず)

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.4 解析事例（IC内部の解析）

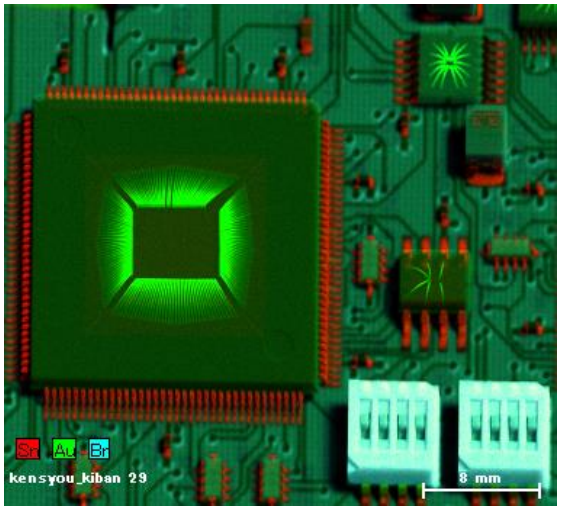
実装されたIC内部のAuワイヤーまで有無の確認が解析可能
EPMA分析では、表面の樹脂部分を処理しなければ、測定する事が困難

事例：基板IC部



試料写真

蛍光X線分析



赤：Sn (すず)　緑：Au(金)
青:Br(臭素)

・Auワイヤー部まで解析可能
・半田部のスズも同時に解析

EPMA分析

測定不可

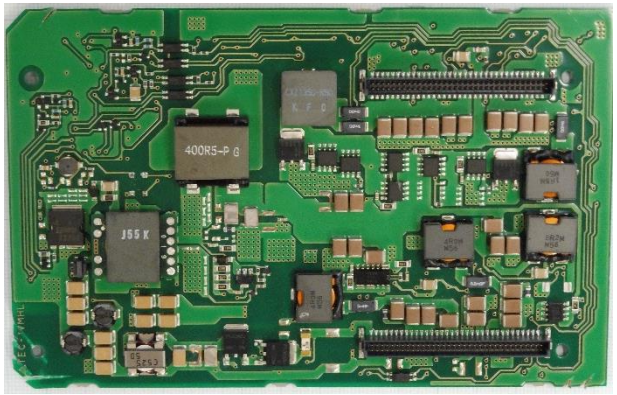
測定には、樹脂部分の処理が必要で、解析困難

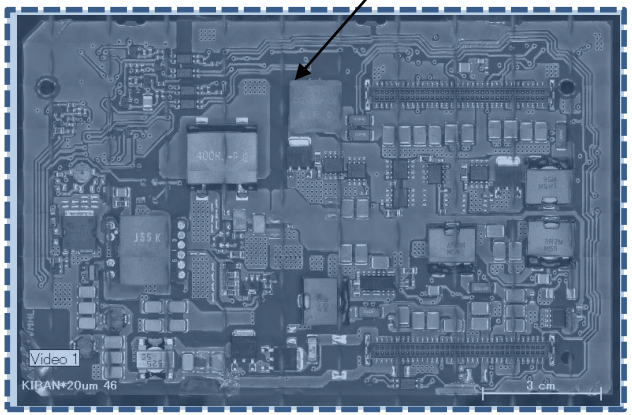
© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.5 解析事例（大型基板の解析）

部品に使用されているPb(鉛)、Br(臭素）、Fe(鉄)など各部品の使用元素の把握、付着物の確認が、基板全体を非破壊にて可能

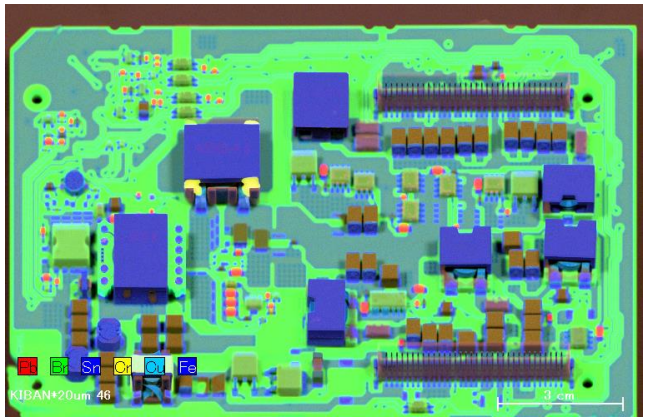
事例：大型電子基板





試料写真

蛍光X線分析



赤：Cu(銅)　緑：Au(金)　青：Pb(鉛)

＊最大マッピング面積
190×150mm

EPMA分析

測定不可

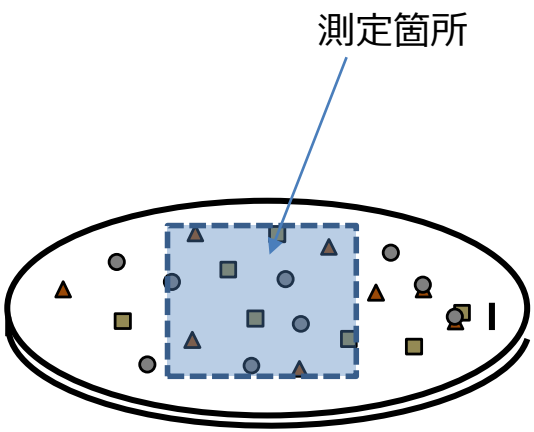
・試料室に入れる事が出来ない

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.6 解析事例（基板洗浄度調査）

基板洗浄後のフィルター上の異物について、金属粒子：Fe(鉄)、Cu(銅)、Al(ｱﾙﾐﾆｳﾑ) の位置、分布の詳細を把握する事が可能

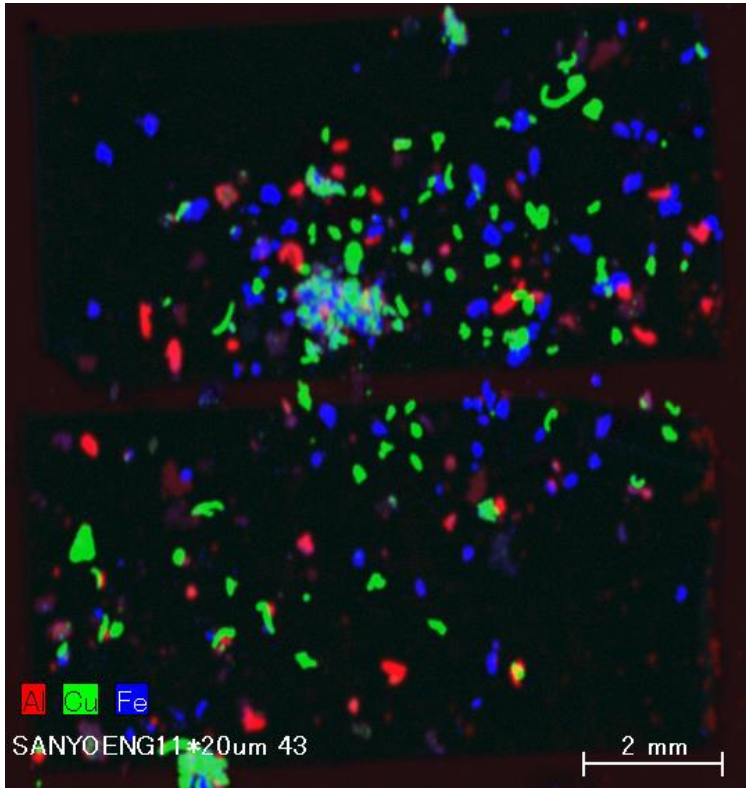
事例：フィルター上の異物について、金属粒子Fe(鉄)、Cu(銅)、Al(ｱﾙﾐﾆｳﾑ)



試料イメージ図（フィルター）

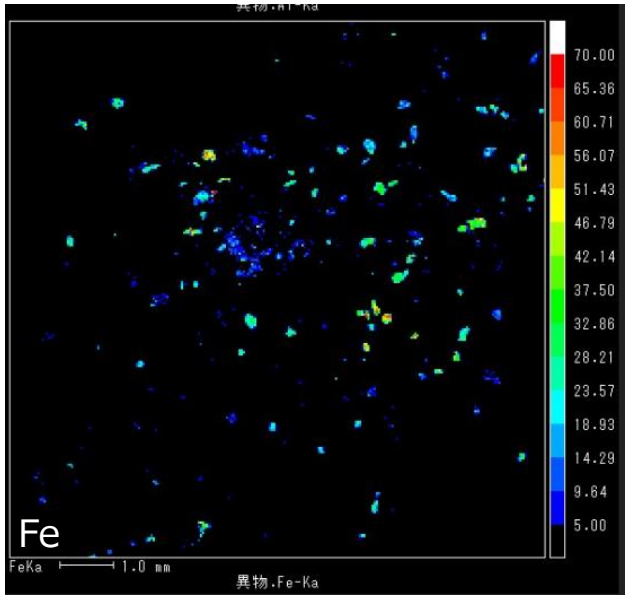
▲ ■ ●：金属異物

蛍光X線分析



赤：Al(ｱﾙﾐﾆｳﾑ)　緑：Cu(銅)　青：Fe(鉄)
マッピングエリア10mm×10mm

EPMA分析



元素濃度分布図：Fe (鉄)

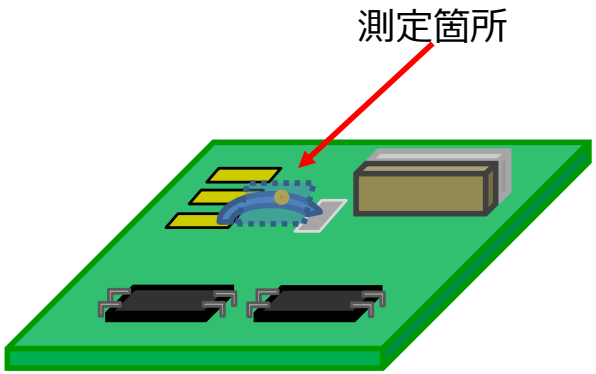
・測定範囲が限定的
・深さ情報が不足し、見えていない粒子がある懸念

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.7 解析事例（非破壊の基板上の異物の解析）

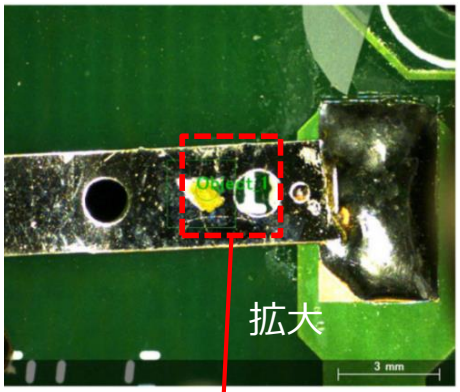
実装された基板を壊すことなく、非破壊での付着物解析が可能
弊社所有の蛍光X線分析では、C(炭素）の検出も可能

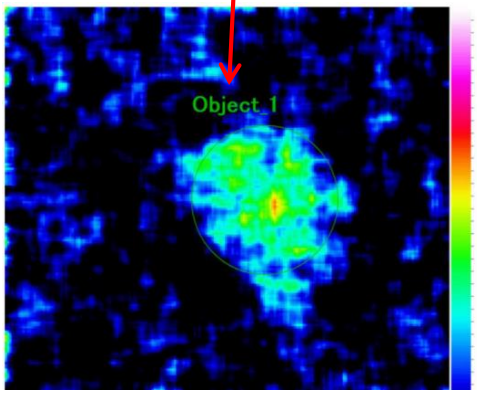
事例：端子上の有機物付着



試料イメージ図（基板）

蛍光X線分析





元素濃度分布図：C(炭素)

EPMA分析

測定不可

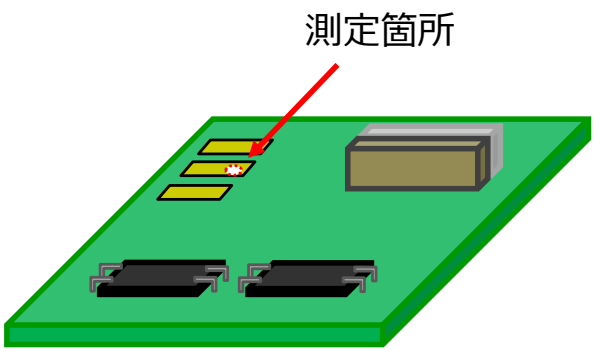
・測定をおこなうには、
基板の加工が必要

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.8 解析事例（端子メッキの膜厚測定）

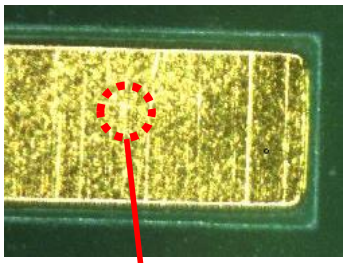
蛍光X線分析では、測定点を画像から選択し測定結果から算出可能
SEM-EDXでは、試料の断面観察を行い、電子顕微鏡にて層の直接計測をおこなえば、断層の状況も確認が可能

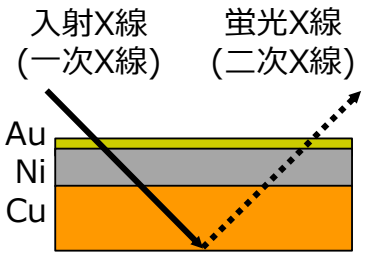
事例：端子メッキの膜厚測定



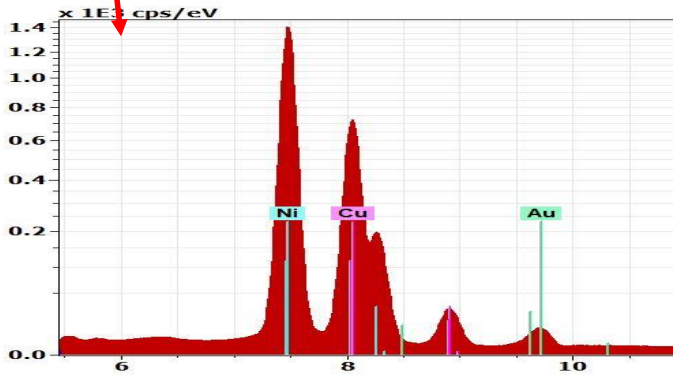
試料イメージ図（基板）

蛍光X線分析





試料断面イメージ

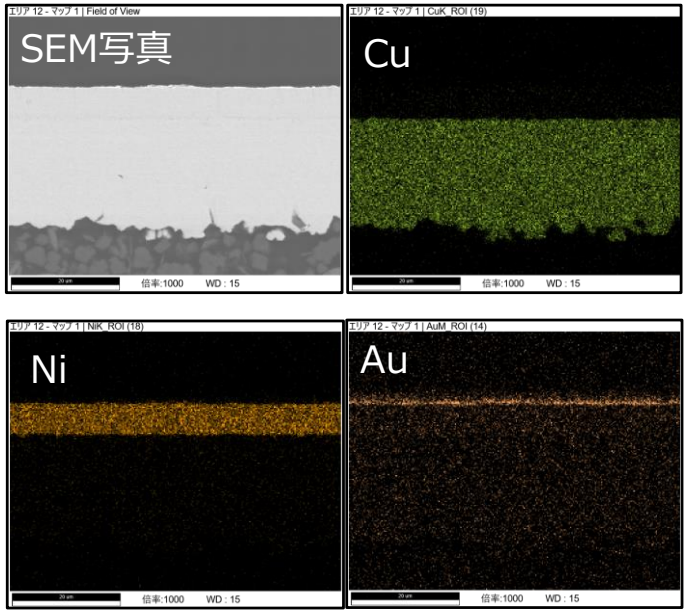


Cu	Ni	Au
----	20μm	0.5μm

測定結果から非破壊で厚さ計測可能

EPMA分析

表面の測定でメッキ厚の解析は出来ないが試料の断面観察を行い、電子顕微鏡にて層の直接計測は、可能

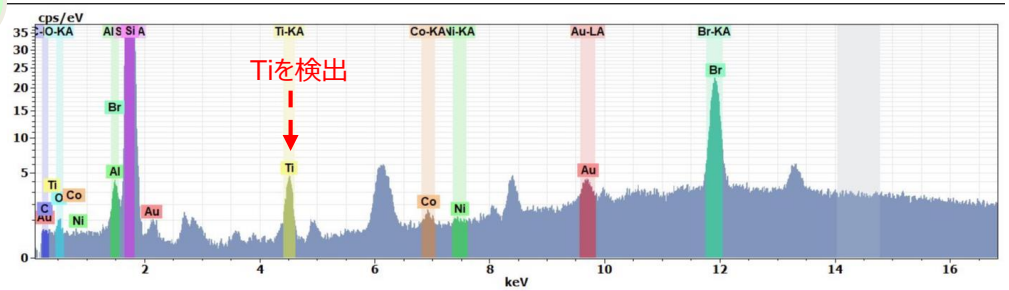


© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

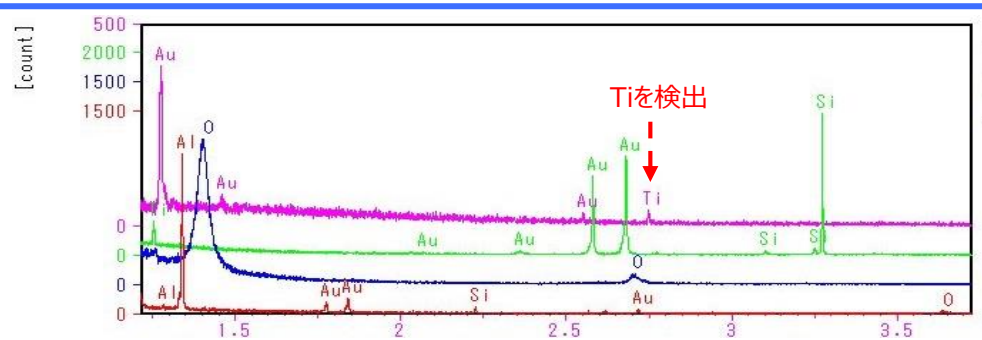
3.9 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング１）

ワイヤーボンディング箇所のTi(チタン）について蛍光X線では検出が確認できるが、
SEM－EDXでは感度が不足し確認ができない

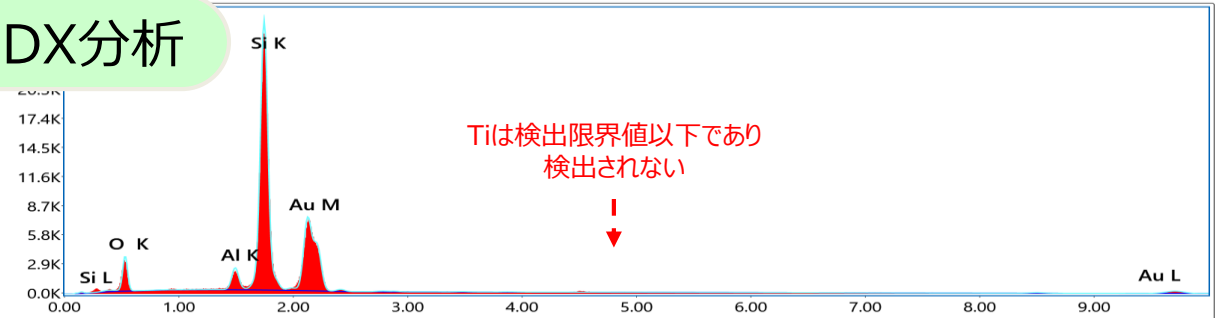
蛍光X線分析

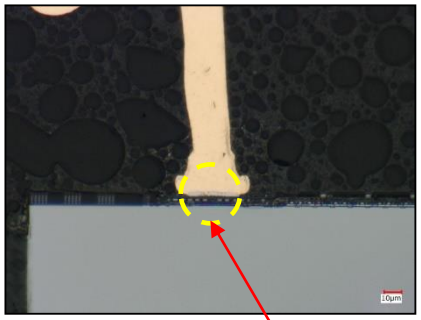


EPMA分析



SEM－EDX分析





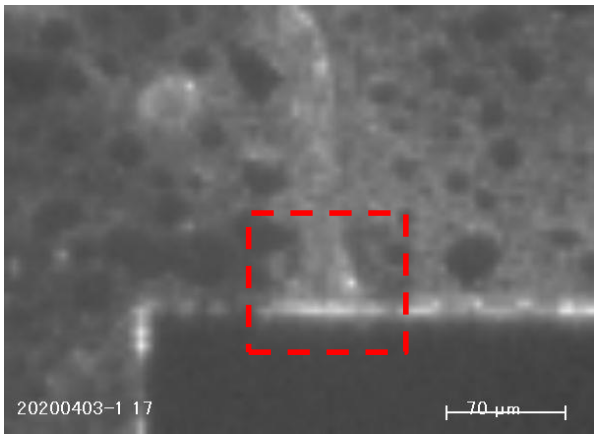
ワイヤーボンディング箇所の
Ti(チタン)が含有

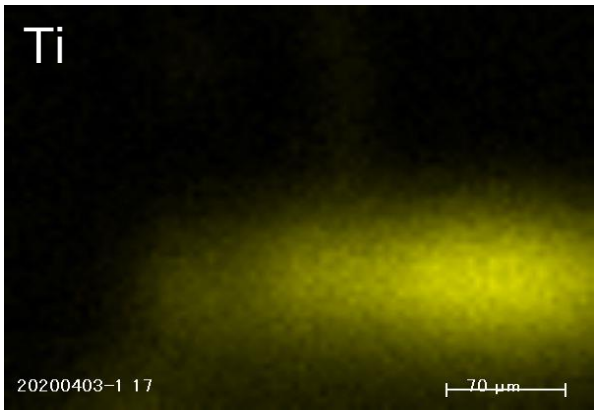
© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

3.10 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング２）

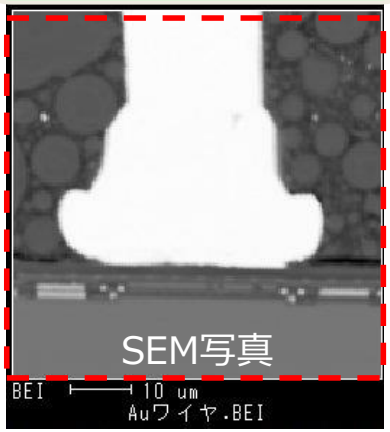
SEM－EDXでは識別が出来ず、EPMAは識別が明確、蛍光X線分析はスポットサイズが20μmと大きいため、識別できるが境界面が明確な画像にならない

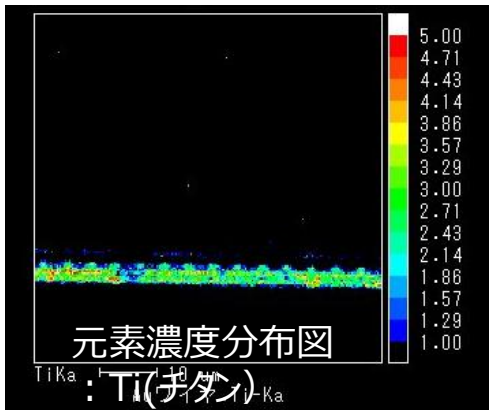
蛍光X線分析



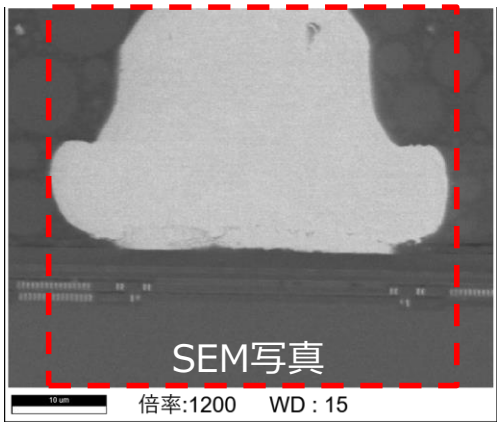


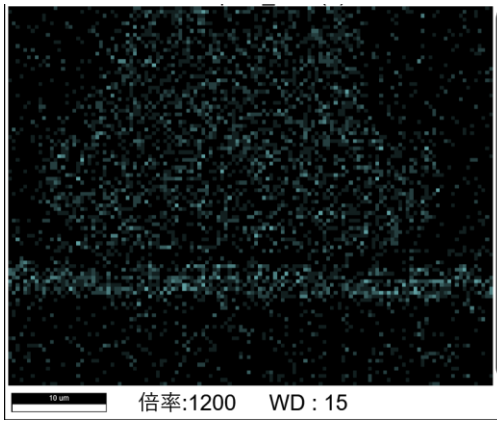
EPMA分析





SEM－EDX分析





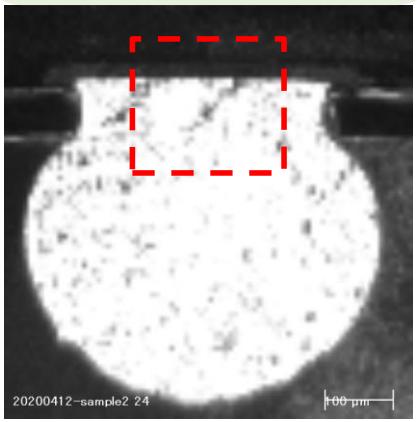
© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

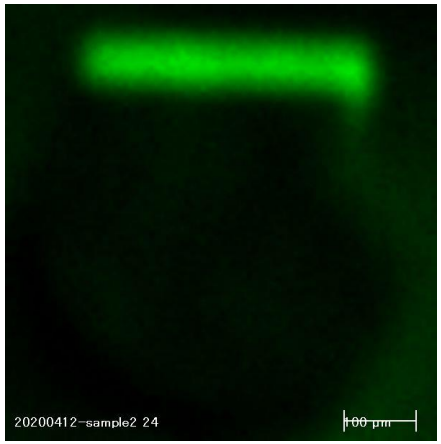
3.11 解析事例（BGAのはんだボール部）

EPMAの方がSEM-EDXより高解像度での分析が可能

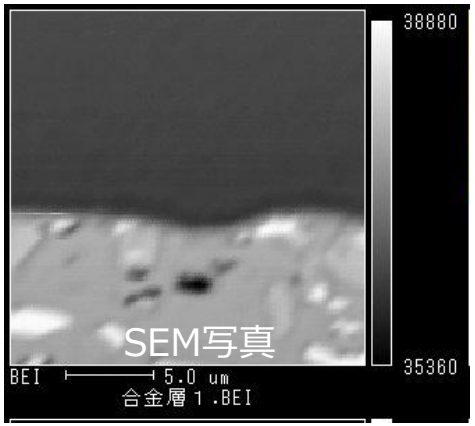
蛍光X線では、スポットサイズが20μmとなる事から、識別できるが境界面が明確な画像にならない

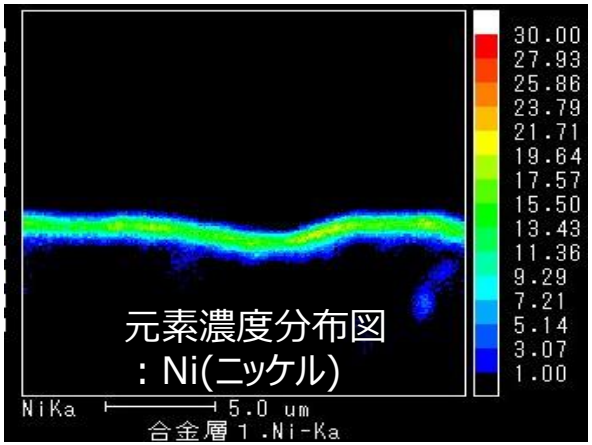
蛍光X線分析



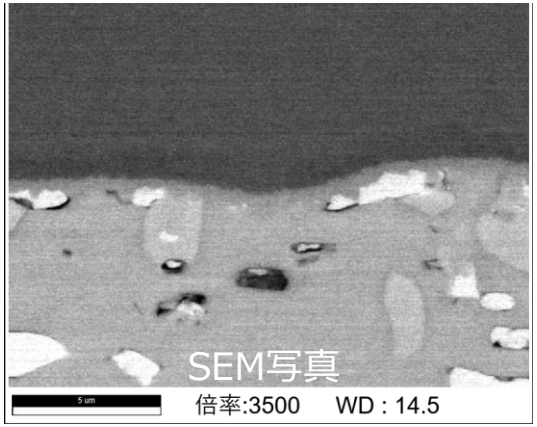


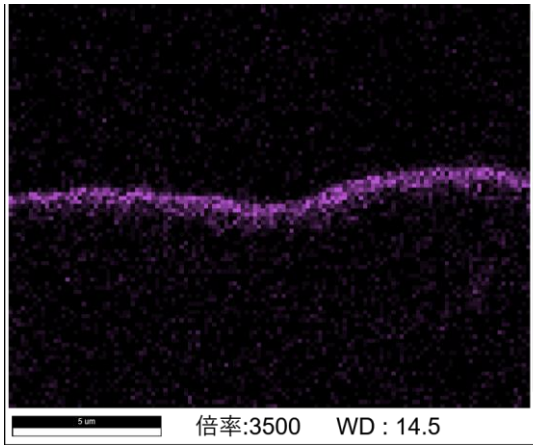
EPMA分析





SEM－EDX分析





© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

目次

1 現状解析の課題
1.1 現状解析の課題：異物解析
1.2 現状解析の課題：RoHS指令対応のマッピング分析
1.3 解析の市場要望と現状の課題

2 蛍光X線分析法の特徴
2.1 新設備の特徴：検出器について
2.2 新設備の特徴：焦点ギャップの違いについて
2.3 その他の元素分析装置との違い

3 解析事例
3.1 解析事例：従来装置との比較（RoHSマッピング分析）
3.2 解析事例（LED発光素子）
3.3 解析事例（バッテリー内部）
3.4 解析事例（IC内部の解析）
3.5 解析事例（大型基板の解析）
3.6 解析事例（フィルター上の異物の解析）
3.7 解析事例（非破壊の基板上の異物の解析）
3.8 解析事例（端子メッキの膜厚測定）
3.9 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング１）
3.10 解析事例（BGAのAuワイヤボンディング２）
3.11 解析事例（BGAのはんだボール部）

4 まとめ

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

まとめ

➢ 蛍光X線分析の長所

・非破壊での元素分析では、蛍光X線分析が有効である。
・大型基板も試料室に入るため、広域の解析が可能である。
・粒子の分布も明確にとらえ、基板洗浄度の解析にも応用が可能である。
・有機異物についても採取なく試験が可能である。
・表面上のみではなく、内部までの把握が可能である事から含有量値の算出に有効である。

➢ 蛍光X線分析の短所

・内部までX線が入ってしまう事で、表面上のみの解析は不向きである。
・スポットサイズが20μmが最小のため、さらに微小のものは対象と出来ない。

➢ 解析手法の検討の必要性

蛍光X線分析、EPMA分析、SEM－EDX分析、それぞれに長所短所があるため、
解析の目的に応じて装置、測定条件の選定が必要である。

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.

ご清聴いただき、ありがとうございました

Open up your dreams

沖エンジニアリング株式会社
□ 環境事業部
□ 担当　：征矢　健司
□ TEL　：03-5920-2356
□ E-mail ：oeg-env-div@oki.com
□ URL　：https://www.oeg.co.jp/

© Copyright 2020 Oki Engineering Co., Ltd.