

顕微レーザーラマンによる微小異物の非破壊分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 IR/Raman 営業部
編集発行：マーケティング部

M05007

Key Words

- ・ 顕微ラマン
- ・ 微小異物
- ・ コンフォーカル
- ・ 非破壊分析
- ・ ライブラリ検索

はじめに

近年、電気・電子製品用部材やデバイスの微細化に伴い、不良部分の異物分析が困難になってきている。ポリマーフィルムやガラスなどの部材では、異物が内部にある場合、サンプリングが困難な場合もある。最近注目を浴びてきている顕微ラマン装置は、数ミクロン大の異物や欠陥部をサンプリングせず、そのまま測定できる長所がある。サーモフィッシャーは、赤外光の回折限界を超えた微小領域の分析に有用な顕微ラマン装置、Nicolet Omega (ニコレーアルメガ) シリーズを開発後、異物分析の分野でラマン分光法の新たな利用法を導き出した。ここでは、各種工業材料における異物の非破壊分析例を紹介する。

顕微ラマン分光法の特長

ラマン分光法は、測定対象となる物質面に単波長光(レーザー)を照射し、散乱する光を分光することで、赤外分光法と同様の分子振動スペクトルを得ることができる。赤外法では、よりよい吸収スペクトルを得るためにサンプルの前処理を必要とすることに対し、ラマン法は特別な前処理を必要とせず、しかもレーザー焦点を微小に絞ることで、赤外法では困難な $1\mu\text{m}$ 程度の極微小な物質でも、非常に感度よく、短時間で測定することができる。顕微ラマン装置 Nicolet Omega XR (図1) の特長を以下に示す。



図1 Nicolet Omega XR 顕微ラマン分光装置

システムの自動調整、校正機能

自動波長校正、光学系の自動最適化、目的に最適なレーザーの選択、グレーティングの切替など、世界初の完全自動化対応(クラス1レーザー安全基準適合)。

高空間分解能

レーザーの絞込みにより、サブミクロンから数 μm の異物測定に対応。

コンフォーカルラマン顕微鏡

周囲の材料を傷つけることなく、任意の深さ($2\mu\text{m}$ の深さ分解能)のスペクトルを測定。埋没した異物測定に最適。

微小異物の非破壊分析例

1) $1\mu\text{m}$ の微小付着物の分析

半導体や電子部品は、高品質と高歩留まりが要求され、数 μm という汚染部であってもその原因究明が不可欠となる。図2 はシリコンウェハ上に発見された $1\mu\text{m}$ の汚染部の分析例である。異物分析への応用の普及に伴い、ラマンスペクトルデータベースも多様な化学物質に対応することが見込まれる。

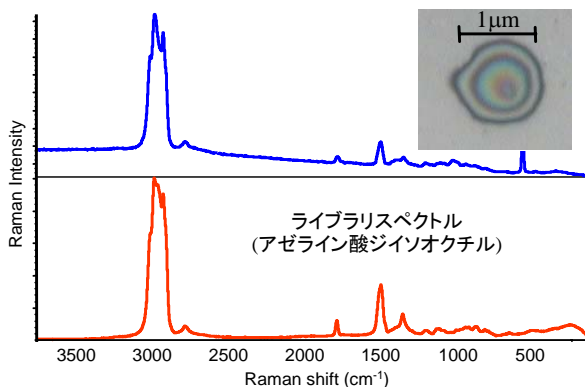


図2 ウェハ上の微小汚染物の分析

2) ポリマー内部に埋没した白色異物

Nicolet Omega シリーズは、コンフォーカル機能(図3)を用い、試料表面から内部まで任意のポイントを非破壊で測定することが可能である。異物の可視観察には、高性能の生物顕微鏡と同等の機能が利用できるため、明視野では観察しにくい異物を、偏光・暗視野観察などで特定することができる。図5は、ポリエチレン中の白色異物の測定例である。データベースによる検索の結果、白色異物は、セルロース骨格を持つ物質であることが特定された(図6)。

3) ラミネートフィルム層間の異物

ラミネート断面を切り出すことなく、そのままの状態でも各層の分析が行えると同時に、例えば図7に示すような層間に埋没した異物を測定することも可能である。

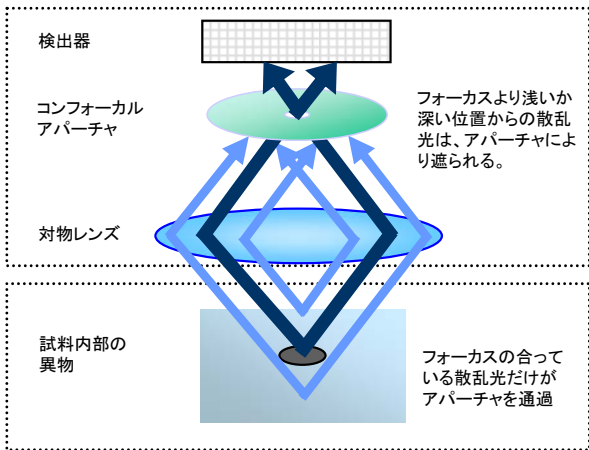


図3 顕微レーザーラマンのコンフォーカル機能

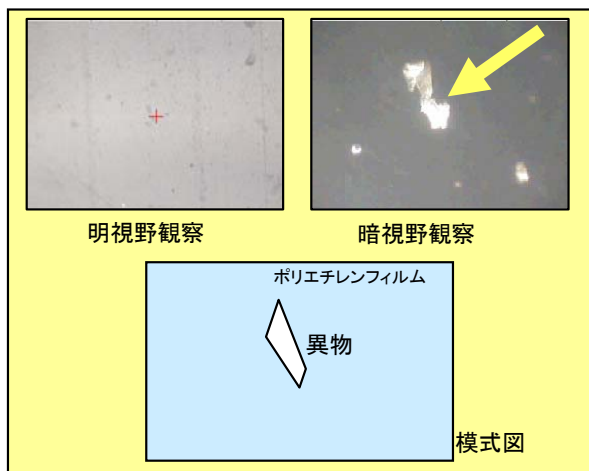


図4 PEフィルム中に埋没した異物

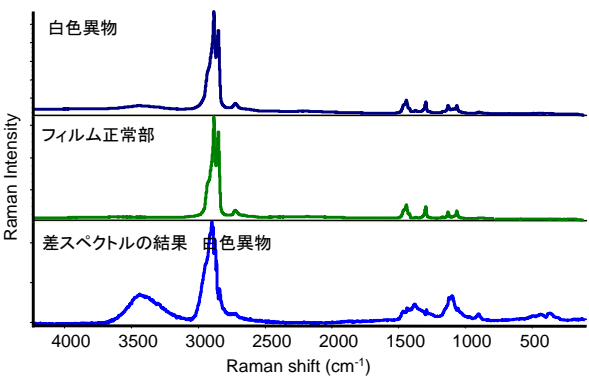


図5 フィルムと埋没した異物のラマンスペクトル

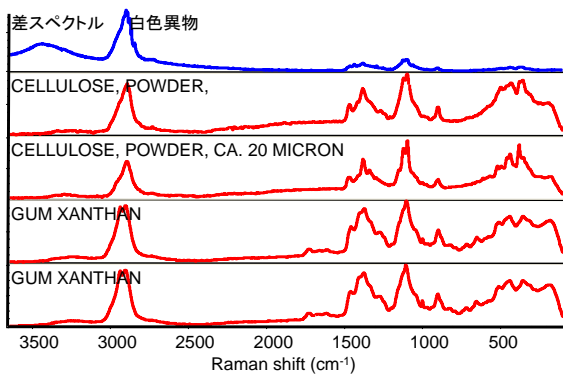


図6 異物のライブラリ検索結果

図8に、ナイロン層とポリエチレン層の間に発見された異物の、顕微ラマンによる測定結果を示す。測定ラミネート内部の異物に焦点をあわせてスペクトルを測定後、データベースと照合することで、異物がルチル型の酸化チタンであることが判明した(図9)。

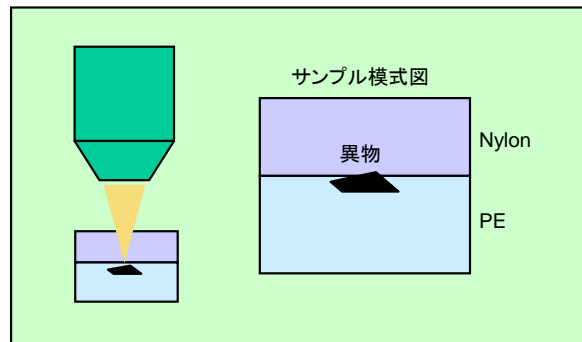


図7 ラミネートフィルム層間の異物(模式図)

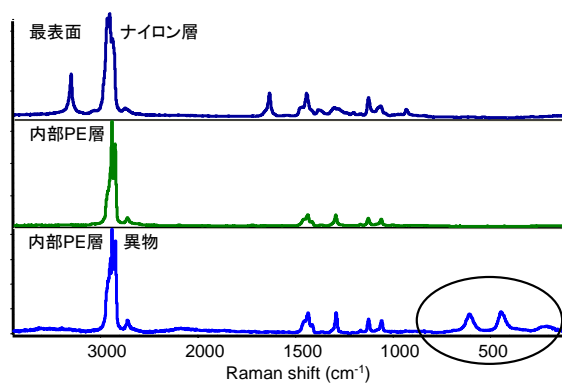


図8 各層のフィルムと異物のラマンスペクトル

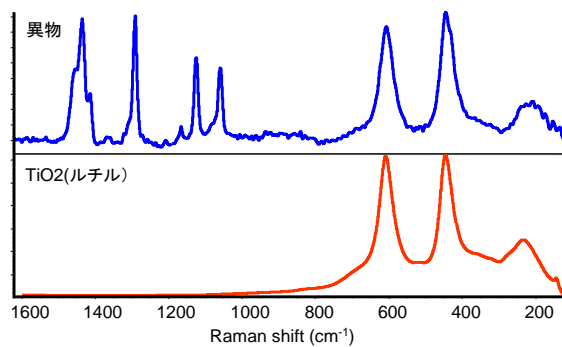


図9 異物のライブラリ検索結果

まとめ

顕微ラマン分光法は、試料の前処理がほとんど不要な上、コンフォーカル顕微鏡を搭載したラマン分光装置を用いることにより試料の表面から内部情報までを非接触・非破壊で取得することが可能となる。水やガラスの影響をほとんど受けないため、従来の手法では測定が困難なサンプルでも、迅速な分析が可能となる。また、ラマン法は骨格構造を反映したスペクトルが容易に得られるため、結晶性評価や、偏光測定を用いた試料内の分子配向評価など、有意な構造情報を得ることができる。

M05007

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

スペクトロスコピー営業本部
IR/Raman 営業部

横浜本社
045-453-9210

大阪支店
06-6863-1552

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermofisher.co.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2007 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.