

# 蛍光X線分析法による異物の非破壊解析

高貴 智久

製品故障の原因の一つに、異物によるものがある。異物による製品の故障は、接点の接触不良、めっき不良、外觀の損失などがある。

異物の成分を解析することにより、その異物の由来を分析し、製品故障の原因を特定することができるが、その方法には大きく分けて二つあり、一つは元素分析、もう一つは有機成分を解析する方法である。これらは異物の性状によって、どちらか一方の方法、または二通りの方法を合わせて解析する。

本稿では、大型の試料室を持つ蛍光X線分析装置を使用し、故障した製品上の異物を非破壊で解析した結果を紹介する。

## 製品故障解析の現状

市場や実装工程で生じた部品の故障状況を把握し、電気特性の測定やさまざまな観察・解析することにより故障原因の究明するのが「故障解析」である。故障を発生させている製造ロットを特定し、問題の広がりを最低限に抑え、製造又は使用上の改善を導くことで、製品の品質と製造者の信頼性を確保することを目的としている。

解析する対象は、LSI・パワーデバイス・抵抗・コンデンサー・LED・スイッチ・コネクタ・プリント回路基板などの電子部品から電気部品・接点の故障まで多岐にわたっている<sup>1)</sup>。

故障原因を追究するにはさまざまな調査をする。図1に示す故障解析手順フローに従い、非破壊検査、破壊検査、故障メカニズム推定の順に進めていく。

非破壊検査では、外觀検査や電気的特性評価、X線透視検査などを用いて故障サンプルを評価する。文字通りサンプルを破壊しないためサンプルの持つ故障状態を損なうことがない。これらの検査で十分な故障分析ができない場合、さらにサンプルの破壊を伴う検査(破壊検査)を行って、故障状態、故障メカニズムの解明、その検証、対策などを行う。

故障状態のなかで故障要素が異物の存在によるものと判明されたとき元素分析が有効なことが多い。元素分析でその異物の元素構成を明らかにし、その異物が何に由来するものか、いつ付着したのかなど故障メカニズムの推定に非常に有効である。

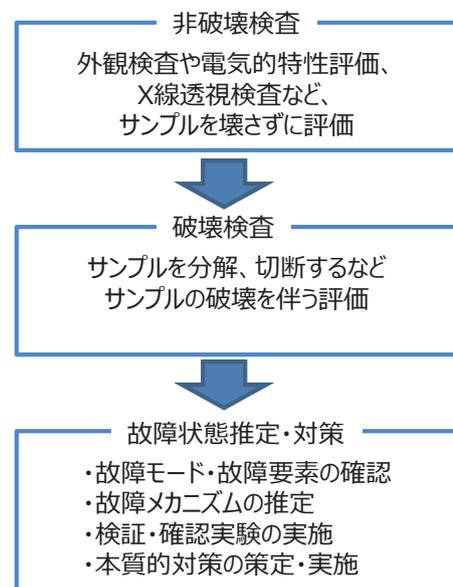


図1 故障解析手順フロー

## 元素分析の現状と課題

元素分析法<sup>2)</sup>には、電子線マイクロアナリシス、オージェ電子分光法などがあるが、いずれも測定対象試料を投入する試料室は高真空が要求されるため小さく、測定対象となる部分を分解して試料室に投入しなければならず、破壊解析が避けられなかった。

故障解析で供試されるサンプルは(故障の起きた製品)は、世界に一つしかないことが多く、そのサンプルには品質に関するさまざまな情報が詰まっている。そのため、故障の原因を解析するときは、サンプルのもつ品質情報を極力損なわないように、非破壊解析で故障メカニズムを特定できることが最良である。

## 蛍光X線分析法の原理と特徴

蛍光X線分析装置は、比較的大きな試料室(長辺190mmまでの試料に対応)をもち高真空にする必要がないため、非破壊で元素分析することができる。

蛍光X線とは、元素にX線を照射することによって、元素内殻の電子が励起されて空孔を生じ、その空孔に同元素の外殻にいる電子が遷移して、その遷移時に放出される特性X線のことを言う。

その特性X線(=蛍光X線)のもつエネルギーは元素によって固有である。蛍光X線の強度は元素量と比例するため、X線を照射し、得られた蛍光X線強度と蛍光X線エネルギーを活用して測定対象の元素情報を得ることを蛍光X線分析法と言う。

図2に蛍光X線分析で得られるスペクトルの例を示す。これは2種類の元素を、個別の蛍光X線スペクトルで模式的に示したもので横軸に蛍光X線エネルギー、縦軸に蛍光X線強度となっている。元素Aと元素Bで蛍光X線のピークが異なっているのが分かる。このピークのエネルギーがそれぞれの元素の特性X線エネルギーに対応する。

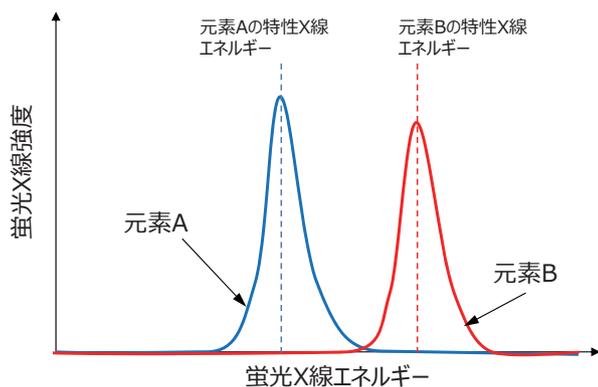


図2 蛍光X線スペクトル特性の模式図

各種元素の特性X線エネルギーは、すでにデータベース化され、試料の蛍光X線スペクトルのピークを観測することにより、どのような元素が存在するのかを分析できる。またピークの強度比で、試料表面の元素濃度を定量分析することもできる。

蛍光X線分析法には、上記のような測定点の元素濃度を知ることができるポイント分析と、試料を走査し、ある元素固有のエネルギーだけで描画することで元素分布図を得ることができるマッピング分析がある。

マッピング分析では、異物の形状などの外観と元素の濃度分布が一目で分かり、故障解析や原因究明をする上で非常に有効である。

写真1に当該蛍光X線分析装置の外観像を示す。



写真1 蛍光X線分析装置 外観

### 蛍光X線分析法での解析例

Lightning® \*1) - USBケーブルの充電不具合品を、非破壊で蛍光X線分析した解析例を示す(写真2)。

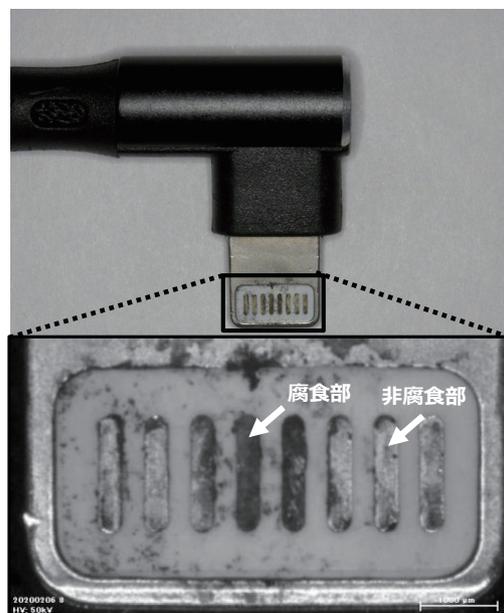


写真2 Lightning端子のマイクロスコブ像

解析例に使用した試料は、購入して3回ほど充電できた後、まったく充電できなくなったものである。

外観観察の結果、Lightning端子部に腐食部位が確認された。そこで、腐食の顕著な部分(右から5番目の端子)と非腐食部(右から2番目の端子)のポイント分析を行った。

図3に、端子腐食部と非腐食部のポイント分析を行った結果を重ね書きしたもの(蛍光X線分析チャート)を示す。

\*1) Lightning, iPhone, iPad, iPodは、米国および他の国々で登録されたApple Inc.の商標です。iPhoneの商標は、アイホン株式会社のライセンスにもとづき使用されています。

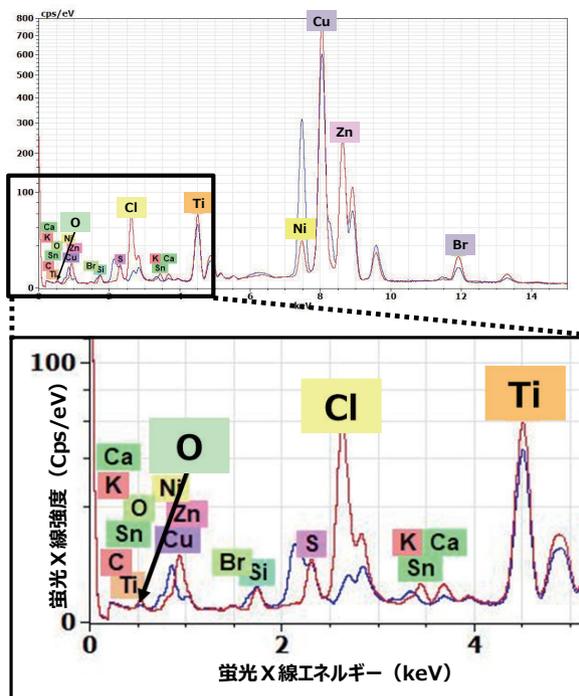


図3 Lightning 端子の蛍光 X 線分析チャート  
(赤線：腐食部、青線：非腐食部)

ポイント分析の結果、非腐食部に比べ腐食部は塩素 (Cl) の検出が大きいことが分かる。非腐食部と腐食部の酸素検出量に大きな差がないことから、腐食部は銅又は亜鉛の塩化物を生成していると考えられる。

次に端子全体のマッピング分析を行なった結果を図4に示す。

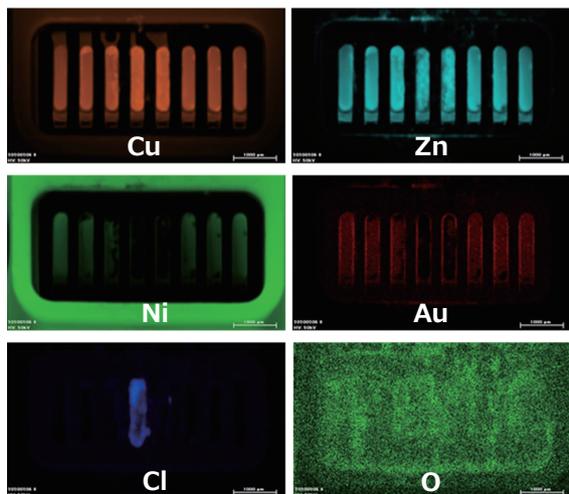


図4 Lightning 端子元素分布図

それぞれ橙は銅 (Cu)、水色は亜鉛 (Zn)、黄緑はニッケル (Ni)、赤は金 (Au)、青は塩素 (Cl)、緑は酸素 (O) の元素分布を表している。

銅 (Cu)、亜鉛 (Zn) ははっきりとした端子の形に見え、ニッケル (Ni)、金 (Au) は薄っすらと端子の形に見える。これらの結果と一般的な端子の金属構成を合わせ考えると、端子の金属構成は銅-亜鉛合金にニッケルメッキをした後、金メッキしたものと推測される。

次に、塩素 (Cl) は右から5番目の端子に集中して検出されていることがわかる。Lightning端子では、右から5番目の端子は給電端子であり、充電時に塩素イオン存在下で通電したことによって、プラスの電荷を帯びた給電端子に塩素イオンが集まり、端子が塩化腐食して充電不具合が起きたと考えられる。

酸素 (O) は特に腐食部分に集中した形で検出されているものではなく、全体から検出されていることから、腐食部分は酸化物ではない。

これらの現象が起きるためには水分と塩素イオンが必要である。このことから、海水、水道水、雨水など塩素を多く含む水分に濡れた状態で通電したことによって、不具合が起きたと推測される。

通常はそのような状態でも容易に塩化腐食などが起きないが、本試料の端子表面の金メッキの膜厚は非常に薄いと考えられた。そこで、Apple社のMFi認証を取得している純正相当品のLightning端子のポイント分析を行ない、本試料の腐食部のポイント分析結果と重ね書きをしたものを図5に示す。

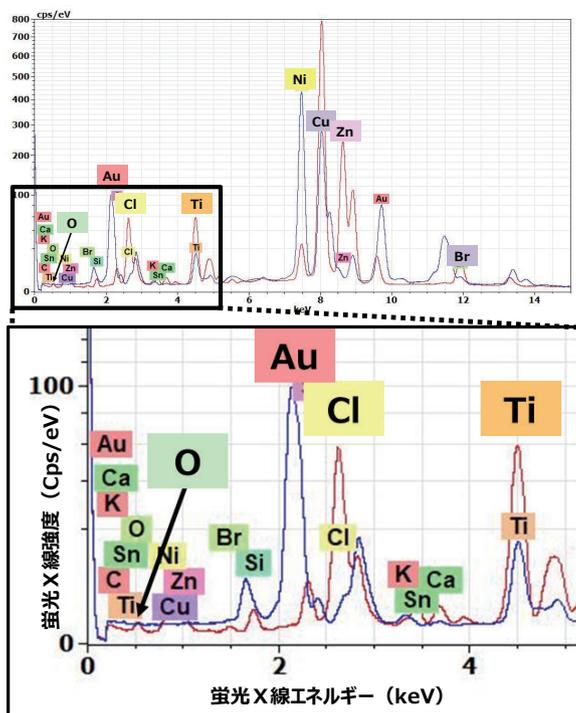


図5 Lightning 端子の蛍光 X 線分析チャート  
(赤線：故障品端子部、青線：認証品端子部)

認証品は金の検出がはっきり確認できるが、腐食している端子では金の検出が見られないほどである。よって本試料の金メッキ厚不足が不具合の原因と考察できる。

このように、得られた分析結果から検出された元素を提示するだけでなく、故障の要素から故障のメカニズムまでを考察し、提供できるところが当社の強みである。

以上のように、従来、異物の元素解析には試料を破壊して解析するしかなかったが、大型の試料室をもった蛍光X線分析装置を使用することで、非破壊で解析できる手法を紹介した。

## あとがき

今回、非破壊で元素分析する方法を紹介したが、新たに提案した非破壊元素分析は、異物が故障要素時の故障解析レシピの一つであり、この元素分析だけで故障解析が完了することは少ない。当社の故障解析サービスは、40余年の経験と各種解析手法を駆使し、故障のモード、故障の要素、故障メカニズムを突き止めることによって、お客様に製品の品質改善を提供することを目的としている。

また、当社は、故障解析だけでなく、正常に動作する製品がどの程度の品質で造られ、市場での長期間稼働にどの程度耐えられるかを解析する「良品解析」、各種規格（メーカー特有の規格も含め）に沿った「環境試験」、「EMC試験」、欧州で施行されているRoHS指令やREACH規則に即した「有害物質分析」や、「部品情報の収集」、など多岐にわたるサービスを提供している。これらのサービスが「モノづくり」の一助になれば幸いである。◆◆

## 参考文献

- 1) 沖エンジニアリング株式会社、故障解析  
<https://www.oeg.co.jp/analysis/trouble.html>
- 2) 沖エンジニアリング株式会社:実践!電子部品の信頼性評価・解析ガイドブック、第1版、258～271ページ、2014年、日刊工業新聞社

## 筆者紹介

高貴智久:Tomohisa Takanuki. 沖エンジニアリング株式会社 環境事業部

## TiPO【基本用語解説】

### 電子線マイクロアナリシス

電子ビームを照射した際に発生する元素特有の特性X線を分光し、分析する方法である<sup>2)</sup>。

### オージェ電子分光法

電子ビームを照射した際に発生する元素特有のオージェ電子を分光し、分析する方法である<sup>2)</sup>。

### Lightning端子

Apple社がiPhone<sup>\*1)</sup>やiPad<sup>\*1)</sup>などの自社端末用に開発したインターフェース。

### MFi認証

「Made For iPhone/iPad/iPod<sup>\*1)</sup>」のことでApple社が定める性能基準を満たしていることを示す。

### RoHS指令

欧州で施行された電気・電子機器における特定有害物質の使用を制限する指令。

### Reach規則

欧州で施行された化学物質の登録・評価・認可・制限に関する規則。