

図 窒化膜の膜厚分布測定

膜厚の面分布を高解像度で迅速に測定できる『FiDiCa』

『膜厚分布測定装置FiDiCa (フィディカ)』は、シリコンウエハ・ガラス・樹脂フィルム・金属などの表面の0.1～50 μ mの薄膜の膜厚分布を短時間に高精度で測定・表示できる画期的な装置です。

原理と特徴

面分光が可能なイメージング分光器「インスペクター (ImSpector[®])」(当社独自商品)を用い、薄膜の分光スペクトルを測定し、分光干渉法を利用した独自アルゴリズムにより、膜厚の分布を高解像度かつ高精度に測定します。

従来の分光干渉法を用いた膜厚計は、点測定のため、走査して面分布を測定すると100点でも1時間以上要し

ていました。本装置では、150万点の膜厚データを約10分で測定することができ、大幅な効率化が図れます。

測定事例

本装置を用いて、シリコンウエハ上の窒化膜の膜厚分布を測定した結果を、カラーマップとして図に示します。

本結果から、今まで見えなかった薄膜中央部の数nmレベルのへこみを鮮明に検出できることがわかります。

本装置は、面の各点を1mmレベルの高分解能で測定可能で、さらに、測定再現性は0.5%以下と高く、信頼性のある測定を可能にしています。

測定モード

測定モードは、高精細／高速の二つ

のモードを備えています。A4サイズの対象を、高精細モードでは、0.2mmメッシュで、約10分間で測定します。高速モードでは、3mmメッシュで、約15秒間で迅速に測定できます。上記のように目的に応じた測定・結果表示を行うことができます。

本装置の膜厚が分布として「見える化」できる特徴を活かし、製造条件の違いによる膜厚分布の変化の把握など製品性能の評価に、また生産現場での製品の検査に広く活用できます。

お問合せ先：計測システム事業部 近藤孝司
k-kondo@jfe-tec.co.jp

蛍光X線分光分析

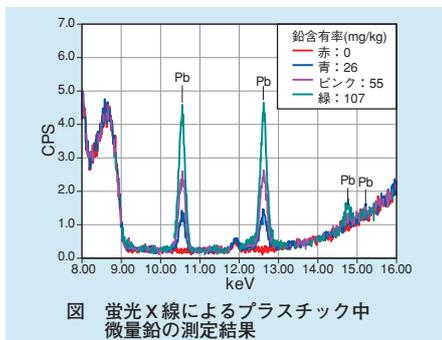
～迅速定量分析としての応用～

千葉分析・材料事業部 望月 正
mochizuki@jfe-tec.co.jp

蛍光X線分析法は、固体・液体を問わずさまざまな材料を簡便迅速に分析できる技術であり、多様な分野で利用されてきました。近年、エネルギー分散型検出器を用いた装置において、分析精度向上や装置のコンパクト化がなされ、その応用分野が更なる広がりをみせています。

原理と特徴

エネルギー分散型蛍光X線分析装置では、試料にX線を照射して放射され



る蛍光X線のエネルギーと強度より定性・定量分析を行います。フィルターを用いたバックグラウンド低減技術の実用化や、液体窒素フリーの高感度検出器の開発、試料の形状補正や理論計算による定量のためのソフト開発などにより、迅速分析が可能な装置となっています。

迅速分析としての活用事例

1) RoHS及びREACH規制への応用:

RoHS指令5元素6物質の測定など、重金属やハロゲン元素の簡便なスクリーニングに極めて有効な手法です。図にプラスチック中微量鉛の測定事例を示しました。本装置は、ppmレベル



の優れた検出感度を有し、100ppm以下の微量濃度域においても含有量と測定強度には強い相関が得られます。定量は、このような相関曲線(検量線)を用いることで精密定量しますが、検量線作成が難しいケースでは、X線強度を理論計算して含有量を推定する簡易定量法(ファンダメンタルパラメータ法)などを利用することで、スクリーニング評価が可能となっています。

2) 土壌オンサイト分析への応用:

土壌調査現場に装置を持ち込み、その場で土壌中の重金属類を分析することが可能です(写真)。ボーリングなどにより採取した土壌を乾燥・篩分したのちに分析することで、有害な重金属の有無やその含有量を迅速に把握することができ、大幅な調査期間の短縮と調査費用の削減が図れます。鉛、カドミウム、クロム、水銀、砒素、セレンなど多くの有害成分を測定でき、この技術は「重金属等の土壌汚染調査の簡易で迅速な技術」として東京都より認定を受けています。

Microbeam Analysis for Nano-structure

微細構造を明らかにする物理解析(6)

～FE-EPMAによる微小部高分解能分析～

京浜分析・材料事業部 北原保子
kitahara@jfe-tec.co.jp

FE-EPMA とは

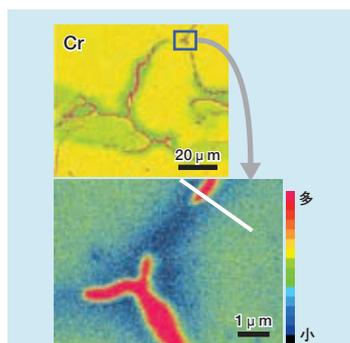
EPMA (Electron Probe Micro Analysis) は、金属・セラミックス・電子材料などさまざまな固体材料の評価・研究、品質管理に活用されている代表的な分析技術です。湿式分析では対応できない微小領域の分析に特に威力を発揮します。電界放出型の高輝度電子銃を搭載し、電子線を細く絞れるタイプのFE (Field Emission)-EPMAにより、従来の熱電子銃搭載EPMAでは不可能であった100nmエリアの元素分析が可能になりました。これまで鮮明に見えなかった鋼中の析出物の分析や、接合界面などの微小部分析を得意とします。

FE-EPMA による微小部の定量分析

図1は、フェライト系ステンレスにおける結晶粒界近傍のCrの分布を示しています。低倍マッピングにより、結晶粒

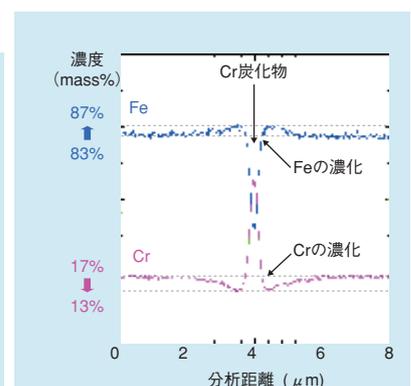
界にCr炭化物が析出しており、周囲にCr欠乏層が形成されている様子がわかります。さらに、高倍マッピングで、数百nm幅の細長い析出物であることもわかります。従来装置では、特性X線強度を高めるため電流を大きくする結果、電子線が広がりマッピング像がぼやけるのに対し、FE-EPMAでは、高電流でも電子ビームを細く絞れるとともに、高感度な分析が出来るため、1μm未満の微細析出物を鮮明に識別できます。

図2に、結晶粒界に析出したCr炭化物の近傍の定量線分析結果を示します。Cr炭化物の周囲で、母相に比べてCrが約4%減少しています。この



ように、FE-EPMAを用いると、サブミクロン領域におけるわずかな濃度差を捉えることが可能になりました。

この他にも、鉄鋼材料における析出物の分析、電子部品のはんだめっき界面における合金化反応やめっき中の特定元素の挙動を定量的に捉える(相マップ)などの分析も可能です。当社では、鉄鋼で培った分析技術をベースに非鉄金属やセラミックスなどさまざまな材料の評価・分析に対応しています。



数値解析による電気部品の品質評価

～圧着コネクタの応力解析事例～

CAEソリューションセンター 湯川和彦
yukawa@jfe-tec.co.jp

圧着コネクタとは

電線（より線）とコネクタ端子に物理的圧力をかけて結合（圧着）させた圧着コネクタは、配線を接続する部品として自動車、電気設備など幅広い分野で使用されています。

圧着コネクタは、何本もの電線がコネクタで圧着されているため、圧着時の圧力が弱いと電線の抜け、逆に強すぎると断線やコネクタの損傷につながるため、電線の本数、コネクタの材質や形状を考慮し、適切な圧力を与えて

結合する必要があります。

応力解析事例

圧着時の電線とコネクタが適切に結合されているか確認するために実施した数値解析の事例を紹介します。

(1) 解析の方法

この事例は一般的な力の釣合いから求める方法の静的解析では困難であり、さらに電線とコネクタ間に多数の接触面が存在する問題（数値解析では材料間に接触が発生すると複雑になり、熟練した解析技術を要します）が含まれるため、接触を考慮した動的構造解析を有限要素法解析ソフトABAQUSにて行っています。

(2) 解析の結果および適用

図1は圧着前の電線とコネクタの解

析モデルです。この状態からコネクタに圧力を加え、図2に電線とコネクタの圧着時の状態、および応力分布を示しています。また、図3には解析結果より求めた圧着後のコネクタに対する電線の引抜き強さを示しています。これらの解析結果は、負荷された圧力の妥当性の判定を可能にし、また、コネクタの内側にセレーション（鋸歯状の溝）やディンプルを設けたコネクタ設計の最適化や生産品質の向上に役立ち、経費削減効果が期待できます。

当社は、素材を熟知し、高度な解析技術を有したスタッフが、お客様の要望を迅速に具体化し、的確な数値解析、コンサルティングにより課題解決までのお手伝いをいたします。

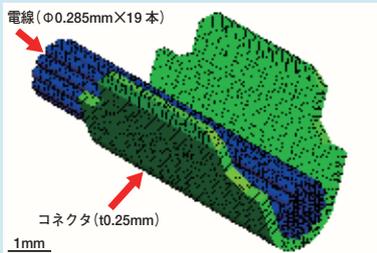


図1 圧着前の電線とコネクタのモデル化

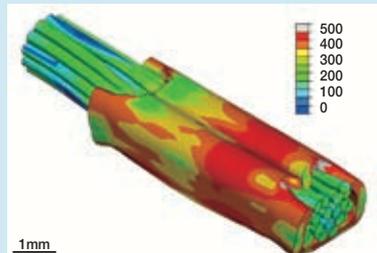


図2 圧着時の形状およびミーゼス（相当）応力分布（単位：MPa）

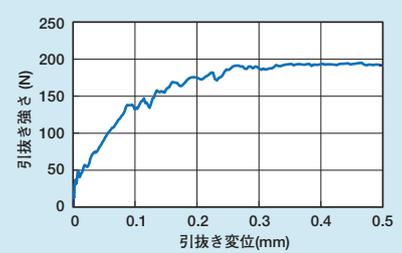


図3 解析結果より求めた圧着後のコネクタに対する電線の引抜き強さ

Application of Advanced IR Camera

高精度赤外線カメラの応用(3)

～疲労限度の迅速推定～

京浜分析・材料事業部 杉本薫昭
sh-sugimoto@jfe-tec.co.jp

高精度赤外線カメラの応用のひとつに疲労限度（それ以下では疲労破壊が起らない最大の応力範囲）の迅速推定があります。ここでは、アルミニウム合金のMIG溶接継手の疲労限度を推定した例を紹介します。

微小温度変化によるひずみ蓄積の測定

溶接部を含む試験片を疲労試験機に取り付け繰り返し応力を加え、赤外線カメラで数十秒間撮影して、ひずみ蓄積による温度変化を測定します。加える応力範囲を段階的に上げていき、ひずみ蓄積による温度変化の測定を繰り返して実施します。この温度変化 ΔT は応力範囲 $\Delta \sigma$ が大きくなるに従って増大し、 ΔT と $\Delta \sigma$ の関係は図のようになります。 $\Delta \sigma$ が小さいところでは ΔT と $\Delta \sigma$ の間に直線関係が成り立ちますが、 $\Delta \sigma$ がある値以上になると ΔT は

急激に増加します。写真は、応力範囲が高い条件で行ったひずみ蓄積による温度変化測定の画像です。溶接金属や熱影響部よりも母材部で ΔT が高くなっています。

疲労限度の推定方法

この測定結果から、この合金のMIG溶接継手の疲労限度は、 ΔT が急激に増加し始める $\Delta \sigma$ 、すなわち118MPaと推定されます。また、疲労破壊の場所は母材部になると予測できます。このようにして求めた疲労限度は、測定に用いたアルミニウム合金の文献データとよく一致してい

ます。 ΔT が急激に増大する応力範囲では、材料の内部でミクロ的なひずみの蓄積

が起り、疲労き裂の前駆的な欠陥が生じていると考えられます。何本もの試験片で疲労試験を行って疲労限度を求めるには通常10日間ほどかかりますが、この方法を用いれば、半日程度の測定で疲労限度を求めることが可能です。

高精度赤外線カメラは、疲労限度測定に限らず、多くのさまざまな分野に応用できます。当社では、この技術の利用範囲を広めるような試みにつぎつぎと取り組んでいます。

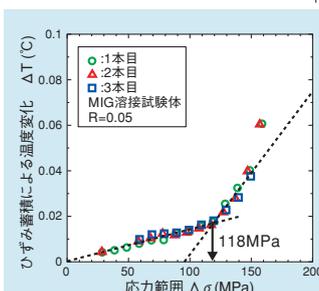


図 4 ひずみ蓄積による温度変化と応力範囲の関係

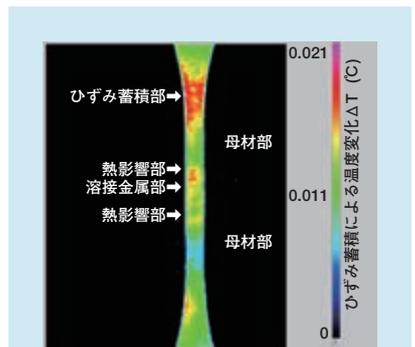


写真 アルミニウム合金 MIG 溶接継手疲労試験片のひずみ蓄積による温度変化画像

知的財産に関する 最近のトピックス(5)

～より良い特許を早く権利化できる方法～

知的財産事業部 井上 茂
shi-inoue@jfe-tec.co.jp

特許を出願したら、特許庁の審査官がその内容を審査して、審査に通れば特許権として認められます。発明者として特許を出願したことのある方は、忘れた頃になって審査官からの拒絶理由通知を受け取った方も多いと思います。

読者の皆様は、権利を取得するには、ただ審査官が審査してくれるのを待つだけと思いませんか？

審査を早くするには？

実は、特許庁は早く権利を取得したいという要望に応える体制を取っています。特許庁のホームページを開くと、「審査を早くするには？」¹⁾という項目があり、早期審査制度やスーパー早期審査、関連出願連携審査、面接審査等が掲載されています。

外国出願をしたかその発明を実施中(2年以内の実施予定も含む)の案件であれば、出願審査請求をして早期審査の申請書を提出すると、数ヶ月の内に審査官の判断がきます(外国出願済みかつ実施中であれば、スーパー早期審査の申請が可能になります)。

より良い権利を取得するには？

審査官から拒絶理由通知を受け取った際に、当の審査官と面接するのも有効な手段です。書類上だけでは把握し難い審査官の意図が正確につかめる場合もありますし、審査官に誤解がある場合や背景技術に詳しくない場合でも直接説明して理解してもらうこともできます。発明者が直接審査官と話すこともあります。

また、関連出願連携審査では、互いに技術的に密接に関連した一群の出願について、審査官に技術説明等を行って一括した審査をしてもらえます。書類上だけではなく、実際の物やプロセスを見せることも可能です。

外国出願との関連は？

外国出願との関連で、特許審査ハイウェイ(PPH)や優先権基礎出願の早期審査着手(JP-FIRST)などの施策もつぎつぎと打ち出しています(No.19「知的財産に関する最近のトピックス(1)」参照)。最近新たにPCT-PPHも開始しました(PCTは特許協力条約)。PCTの国際調査報告を有効に使用しようというものです。特許庁には外国との重複した調査を避けて負荷軽減することにメリットがあるのですが、外国の審査より遅くならないようにするため、国内でも早期に権利を取得できます。

知財担当者は適切な方法を考えています

知財の出願・権利化担当者は、上記のような制度改正に目を光らせています。特に重要案件では最適かつ効率的な権利取得方法を、案件毎に考えながら進めています。

1) <http://www.jpo.go.jp/cgi/link.cgi?url=/sesaku/sinsa00.htm>

お問い合わせ先

【営業本部】

営業開発部 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161

【CAEソリューションセンター】

各種数値解析ソリューションの提供
TEL:044-322-6182 FAX:044-322-6529

【分析・材料分野】

LSI、電子部品、有機材料、金属等広範囲な対象物における高精度の分析・試験・評価。各種材料、製品、構造物の研究開発サポート、損傷解析、最適利用技術の提言。

【千葉分析・材料事業部】

TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199

【京浜分析・材料事業部】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

【知多分析・材料事業部】

TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990

【倉敷分析・材料事業部】

TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

【福山分析・材料事業部】

TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

【ナノ材料評価センター】

TEL:044-322-6181 FAX:044-322-6528

【インプラント材料評価センター】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

【電池材料解析評価センター】

TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199

【環境技術事業部】

環境と省エネルギーに関するあらゆる測定、分析、評価、コンサルタント

千葉 TEL:043-264-5212 FAX:043-264-5212

京浜 TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528

東京 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469

埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928

横浜 TEL:045-506-0910 FAX:045-506-0910

静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251

九州 TEL:092-643-6890 FAX:092-643-6891

【計測システム事業部】

分光器関連、画像検査関連、商品の開発販売、各種分野の計測診断、数値解析

千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665

【知的財産事業部】

知的財産の発掘・権利化、特許調査・出願支援、知財研修、係争等のサポート

東京 TEL:03-3510-3355 FAX:03-3510-3471

【技術情報事業部】

各種技術動向・情報調査、翻訳、WEB・DTP制作、ISO等のマネジメント支援、IT開発

東京 TEL:03-3510-3389 FAX:03-3510-3476

詳しくは、当社ホームページで <http://www.jfe-tec.co.jp>

◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp へご連絡ください

JFE-TEC News <2010>

No.23

2010年4月発行

発行人/小原隆史

発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業本部企画部

〒103-0027 東京都中央区日本橋2-1-10 (柳屋ビル)

Tel: 03 - 3510 - 3425

©JFE Techno-Research Corporation 2010