

異物解析

●透明異物の正体を知りたい。

フーリエ変換赤外分光光度計

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

による構造解析



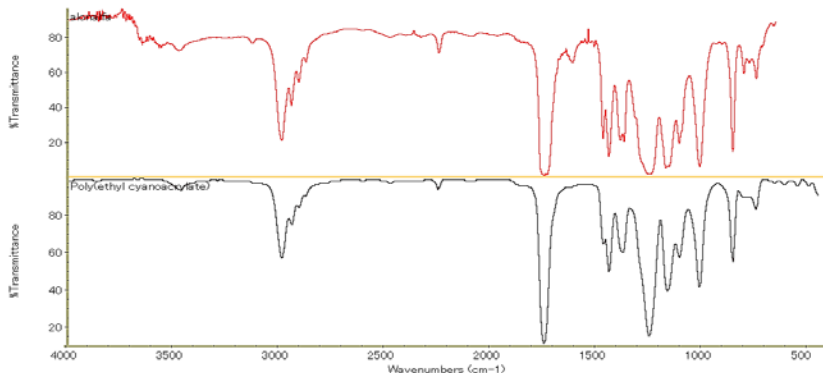
赤外光を測定したい物質に照射した時、物質を通過した光は、構造に応じて決まった波長の光を吸収することが知られています。吸収のパターンを知ることによって、物質の構造を調べることができます。

装置型番 : FT-IR 6100FV / IRT-5000 (日本分光)
導入年月 : 平成年月
測定波数 : 400 cm^{-1} ~ 4000 cm^{-1} (透過)
650 cm^{-1} ~ 4000 cm^{-1} (顕微)
測定モード : 顕微透過/反射・1回反射ATR

【測定結果】

検出スペクトル

照合スペクトル



プラスチック製品の表面に付着した透明な異物の顕微透過スペクトルを測定し、データベースにより照合を行った結果、シアノアクリレート構造が検出され、異物が接着剤に由来することが判明しました。

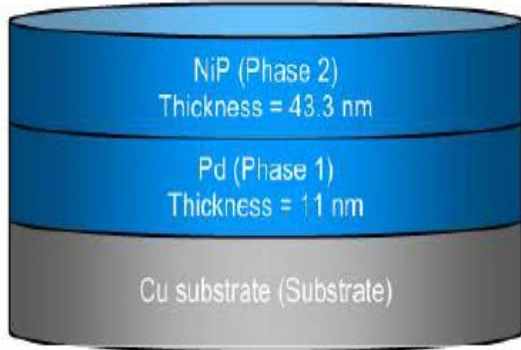


分析事例

膜厚測定

●無電解ニッケル薄膜の各層の膜厚を測定したい

膜の構成



分光エリプソメータ による膜厚測定



ナノからマイクロスケールの薄膜について、膜厚および屈折率や消衰係数といった光学定数などを、光を利用して非破壊で測定する装置です。

半導体デバイスにおける酸化膜の評価や、医療・生体分野において表面処理を施した材料表面の状態を評価するなど、短時間で薄膜の特性を知ることができます。

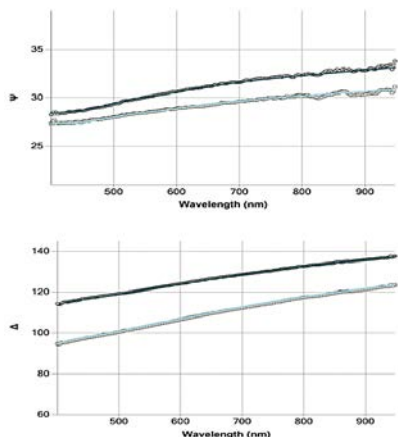
装置型番	: SE-2000(日本セミラボ)
導入年月	: 平成28年3月
光源	: Xe 回転補償子型
測定波長	: 193nm ~ 1690nm
入射角度	: 20°~90°
最大試料サイズ	: 200mmφ
測定径	: 約500μm/ 約70μm

【測定結果】

無電解ニッケル膜

膜厚 : 43.3nm

屈折率 : 1.8822(@632.8nm)



触媒層になっているパラジウム層についても、構成状態を見積もることができます。

本めっき条件では11nm程度の層が存在しています。



分析事例

構造解析

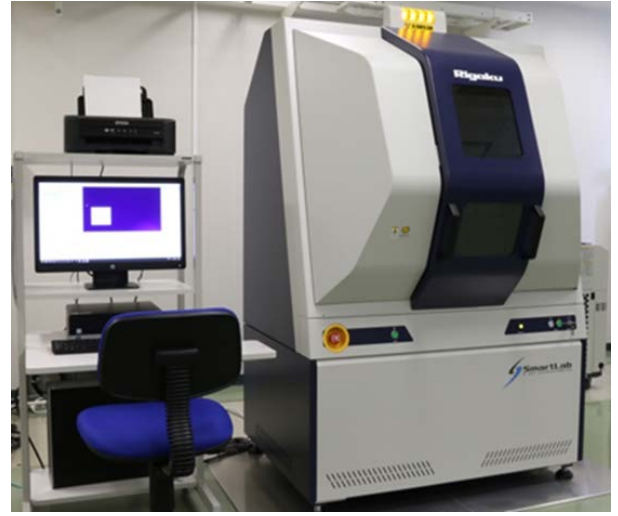
●温度を変えて作製した無電解Ni-Pめっき膜の結晶性評価を行いたい。

X線回折分析装置

X-Ray Diffractometry (XRD)

による結晶性評価

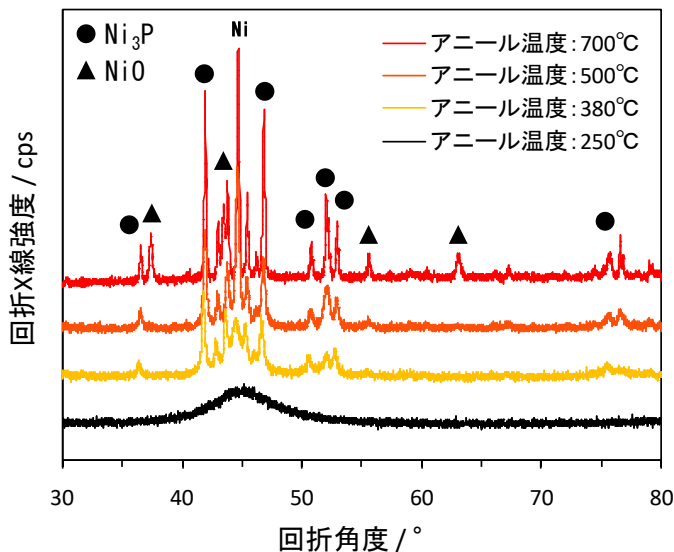
X線を試料に照射し、反射(回折)したX線を測定する装置です。測定の結果得られる回折パターンは物質の結晶構造(=原子の配列の仕方)によって異なることから、試料中の結晶相の定性分析や配向性の評価などを行うことができます。



Smart Lab / 株式会社リガク製

X線管球 : Cu
検出器 : 二次元検出器 HyPix-3000
アタッチメント : 微小部測定用コリメータ 等

【測定結果】



アニール温度が250°C以下のときめっき膜は非晶質の状態であり、アニール温度380°C以上になるとNi₃Pが結晶として成長し始めることがわかります。

さらにアニール温度を上昇させると、700°CのときNi₃Pの他にNiO結晶が生成する様子がみられました。



膜厚測定

●めっき膜の膜厚を非破壊で測定したい。

蛍光X線膜厚計

による膜厚計測

Wターゲットから引き出したX線を金属薄膜試料（めっき膜等）にあてると、試料を構成する元素に応じた蛍光X線が放出されます。その強度を、エネルギーごとに分離して計測（検出器：比例計数管、PIN検出器）しています。膜厚と蛍光X線強度には相関関係があるため、得られた蛍光X線強度によって膜厚が分かる仕組みになっています。

素材（金属、プラスチック）上の金属薄膜（単一層膜、二層膜、合金膜）の膜厚を知ることが可能です。



装置型番： FT9400
（日立ハイテクサイエンス製）
導入年月： 平成26年11月

【測定結果】

検量線法による測定可能な膜厚

（標準試料があれば他の元素の膜厚が測定可能）

Au : 0.05 ~ 2.0 μm

Ni : 0.1 ~ 21.0 μm

Sn : 2.0 ~ 9.0 μm

Zn : 5.0 ~ 22.0 μm

Cr : 0.1 ~ 5.0 μm

Cu : 1.0 ~ 18.0 μm

FP法による測定も可能です。

（FP法：ファンダメンタル・パラメータ

Fundamental Parameter)



断面解析

●円筒状の金属部品の内部表面のめっき膜厚を確認したい

自動研磨装置

による断面作製

試料の断面解析を行う際には、解析面の研磨が必要となりますが、その一つに機械式研磨があり、機械式では、自動研磨装置があります。試料の性状等により、荷重量や荷重方式、回転数など任意に設定することができ、面出しから最終仕上げまで、全ての研磨工程を行うことが可能です。

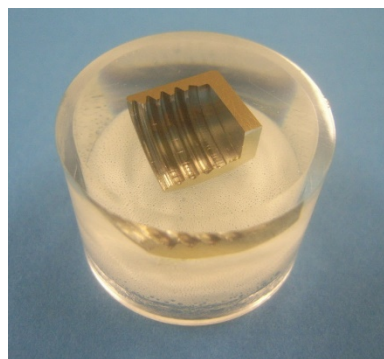
製品の品質向上や技術的問題解決のツールとして利用されています。



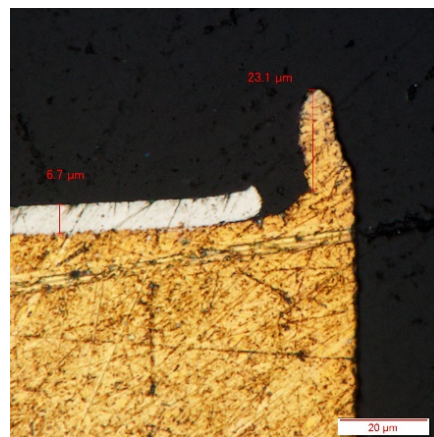
エコメット250/ビューラー社

(公財)JKAの平成28年度自転車等機械工業振興補助事業(RING! RING! プロジェクト)の補助により導入しました。

【観察結果】

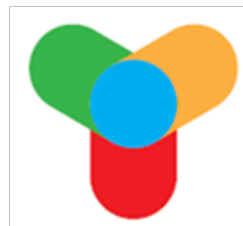


研磨済み試料



マイクロスコープによる断面解析写真

円筒状の部品を常温硬化型樹脂に埋め込み観察該当部まで研磨を行い、めっきの膜厚と内部形状の確認をしました。



環境試験

●めっきを施した板材の耐食性を確認したい。

塩水噴霧試験機

による評価試験



STP-90V-4/スガ試験機

塩水噴霧試験は、塩化ナトリウム水溶液の霧を充満させた35℃試験槽内に試験片を設置することにより、塩水に対する耐腐食性を調べることができます。

試験槽の内寸は、

900×600×400mm (幅×奥行×高さ)

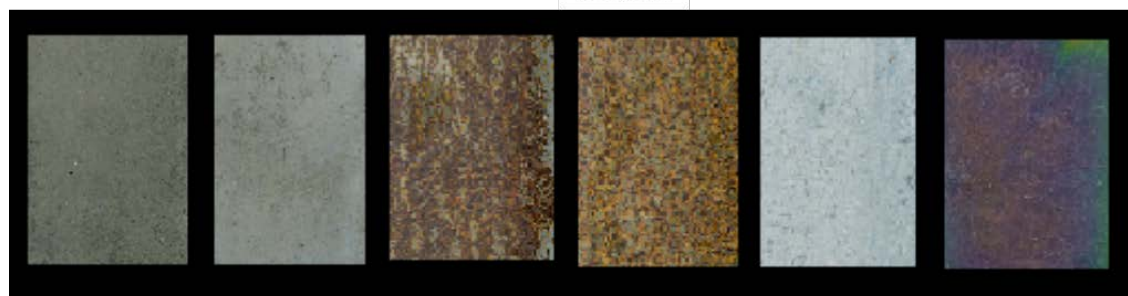
試験片 70×150mm では、最大48枚まで設置できます

【評価結果】

各板材の試験後の写真を比較検討しました。

試験前

試験後



ニッケルめっき

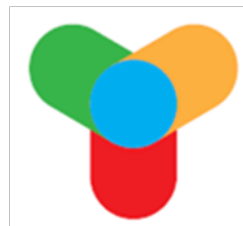
ニッケルめっき
8.4ミクロン

ニッケルめっき
0.15ミクロン

鉄素地

亜鉛めっき

亜鉛めっき
十クロメートル

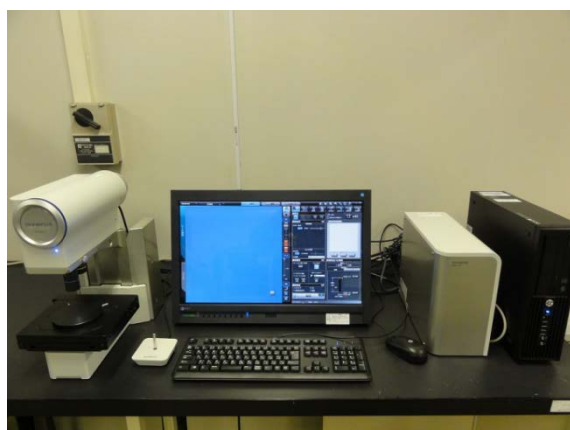


表面観察

●文字の形状を知りたい。

マイクروسコープ

による3D観察

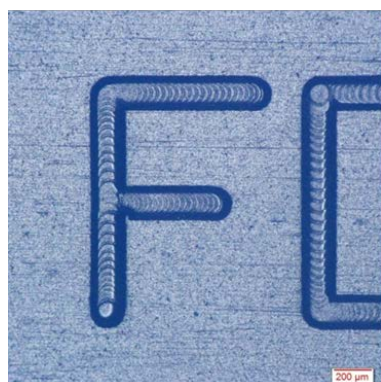


装置型番： DSX500
オリンパス 株式会社
導入年月： 平成25年10月

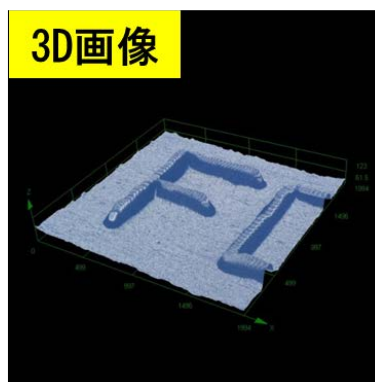
CCDカメラにレンズを取り付けた装置で、観察したい場所のカラー拡大像（倍率×17～9,014）をディスプレイに映し出し、撮影や長さ計測をすることができます。試料の前処理は不要なので、光学顕微鏡と同様の簡易さでカラー拡大像を撮影でき、簡易的な三次元画像を合成することも可能です。撮影した画像データはJPEG形式でお渡しすることができます。

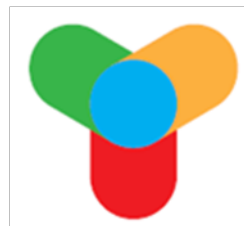
【観察結果】

文字部は、凸状であると分かりました。



3D画像





形状測定

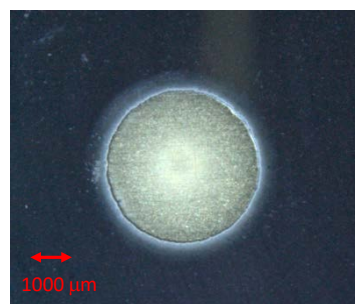
●エッチング後の痕跡部分の形状を知りたい。

触針式表面形状測定機

による段差形状測定



装置型番： Surfcoorder ET-200
(小坂研究所製)
測定力： 10 μ N ~ 500 μ N

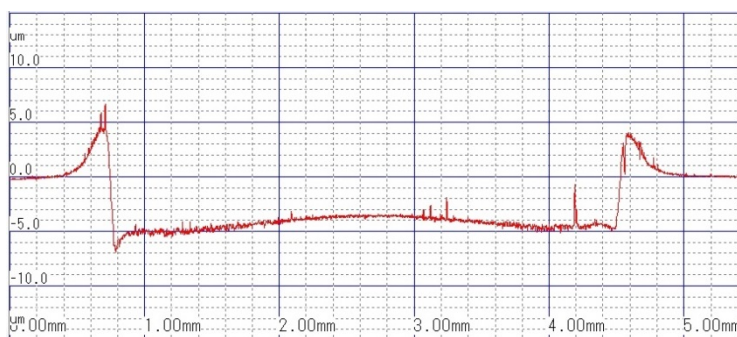
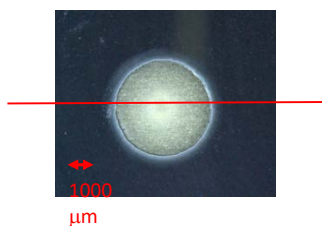


【グロー放電後のスパッタ痕】

測定表面に触針の先端を置き、表面に沿って触針を移動し、表面の凹凸により上下する量を電氣的に拡大して測定する装置です。

接触式の測定子（触針）を用いることで高精度に検出し、評価することができるため、二次元表面粗さ解析及び段差測定に適しており、高精度・高分解能・優れた安定性を実現しています。また、微少測定力のため軟質試料面にも対応可能です。

【測定結果】



Niめっき膜をGD-OESによりエッチングした際の痕跡部分の段差を測定したところ、中心部は浅く周縁部は深かったことから、エッチングの効果は周縁部ほど強いことが分かりました。



分析事例

摩擦摩耗試験

●めっき膜の摩耗評価を行いたい。

ボールオンディスク

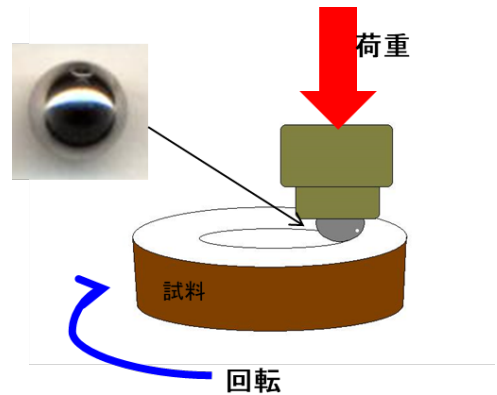
による摩擦摩耗評価

この試験機は、試料表面にボールを乗せて、荷重をかけ、試料に乗せたディスクが回転し、ボールと試料との摩擦力から摩擦係数を算出する装置です。

めっき等の表面処理をした表面の摩擦係数の比較を行うことができます。



Tribometer/CSM製

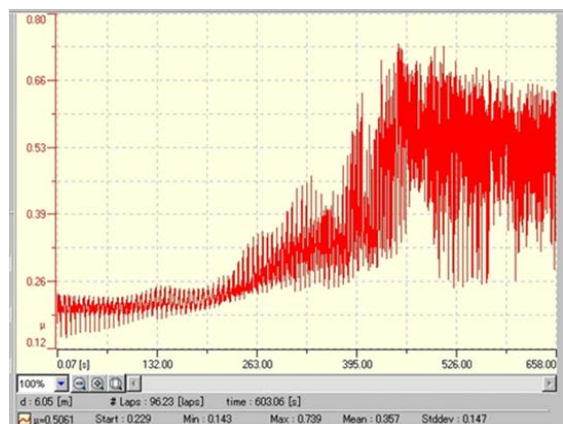


【評価結果】

右のグラフは、黄銅板上のNiめっき膜の摩擦係数の測定例です。時間の経過による摩擦係数の変化を読み取ることができます。



円状摩耗痕





分析事例

撥水性評価

●膜の撥水性を評価したい。

接触角計

による撥水性評価

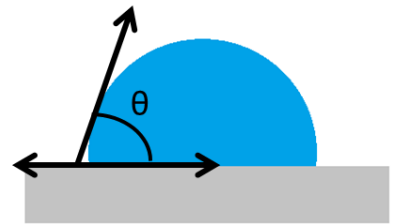
水などの液体を試料の表面に垂らすと、液体はその表面張力の影響で丸くなる性質があります。

液滴の接線と試料表面との角度を「接触角」といいます。接触角計は注射器のような細い針から水などの液滴を試料表面に垂らして、その液滴のつくる「接触角」を測定することにより、試料表面の「濡れ」特性を評価する装置です。

接触角計は、「濡れ」を表す指標として直感的で分かりやすく、また、「濡れ」は表面の汚れの指標ともなるので、多くの産業分野で表面評価手法として利用されています。新しい表面処理剤や表面処理手法などの開発評価に役立ちます。



装置型番 : Phoenix Alpha
(SEO社製)
導入年月 : 平成23年4月



【測定結果】

めっき膜上に水滴を垂らした状態について、側面側から観察した画像により、静的接触角の測定が行えます。

