

## 鉛フリーはんだと銅の接合面の三次元元素マッピング

関連製品: 複合ビーム加工観察装置 (FIB-SEM), エネルギー分散型X線分析装置 (EDS)



Fig. 1 JIB-4700Fの外観

## FIB-SEMによる三次元観察・分析

複合ビーム加工観察装置 (FIB-SEM) は、集東イオンビーム加工観察装置 (FIB) と走査電子顕微鏡 (SEM) を組み合わせた装置である。Fig. 1に最新の複合ビーム加工観察装置 JIB-4700F の外観を示す。FIB-SEMは、FIBにより加工した面を同じ試料室内で試料移動なくSEMで観察することができる。この機能を拡張させ、FIB により等間隔にスライス加工を繰り返し、それぞれのスライス断面のSEM観察像を収集、再構築することにより、試料の内部構造を三次元的に観察することが可能となる (Fig. 2)。この機能を Three-dimensional View (3D-View) と呼び、材料系、生物系問わず、幅広い分野で応用されている。

また、FIB-SEM は SEM の各種分析アタッチメントを取り付けることができ、エネルギー分散型X線分析装置 (EDS) を装着すると元素分析が行える。これを 3D-View 機能に用いることにより、元素マップを各スライスごとに収集する 3D-EDS が実施できるようになる。3D-EDS は、FIB 加工、SEM 観察、EDS 測定のサイクルを自動で繰り返す (Fig. 3)。3D-EDS は試料の構成元素の各元素マップで三次元画像を構築するため、SEM 像だけでは組成分布が判別しにくい場合等に非常に有効な手法である。

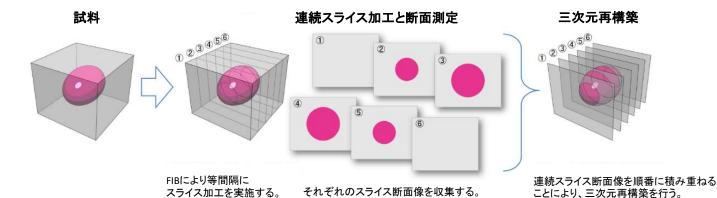


Fig. 2 FIB-SEMによる三次元測定の測定原理

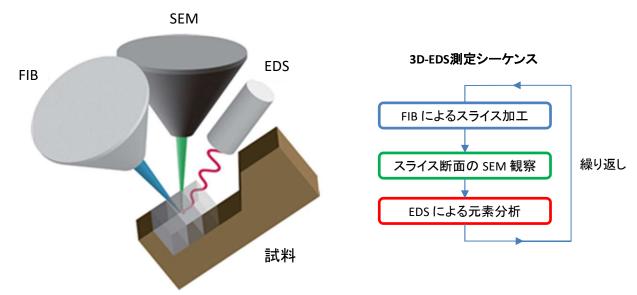


Fig. 3: FIB-SEMによる3D-EDSの模式図

## 鉛フリーはんだと銅の接合面の3D-EDS

近年、環境、健康への配慮から、高い信頼性を求める分野以外では共晶はんだから鉛フリーはんだへと大きく移行している。はんだを銅基材にはんだ付けすると、銅と錫の接合面は、反応拡散現象により金属間化合物が生成することで接合される。鉛フリーはんだを評価する際、金属間化合物、はんだ合金の状態を知ることは重要な点の一つである。

FIB-SEMで鉛フリーはんだの接合部を断面加工し、反射電子組成像で観察した結果をFig. 4 に示す。反射電子組成像のコントラストは平均原子番号によるもので、大きいものは明るく、小さいものは暗く観察される。左側の暗い層が銅、右側の明るい部分がはんだ(錫)で、その間の銅側の暗い中間調が $Cu_3Sn$ 、はんだ側の明るい中間調が $Cu_5Sn_5$ であることは容易に調べられる。しかし、錫中や $Cu_6Sn_5$ 内に $Ag_3Sn(銀)$ 粒子が分布しているが、錫と平均原子番号が近いためコントラスト差が小さく判断が難しい。Fig. 4 と同視野の元素マッピングの結果をFig. 5 に示す。金属間化合物の形状と共に銀粒子の分布が元素マッピングで明瞭に選別できた。次に、この試料の3D-EDS測定の結果(三次元再構築像)をFig.6に示す。それぞれの画像は、反射電子組成像(左上)、Ag-L線のEDSマップ(右上、シアン)、Cu-L線のEDSマップ(左下、赤)、Sn-L線のEDSマップ(右下、緑)の三次元再構築像である。3D-EDSにより、反射電子組成像では識別が困難であった銀粒子の三次元的な分布を明瞭に観察することができた。

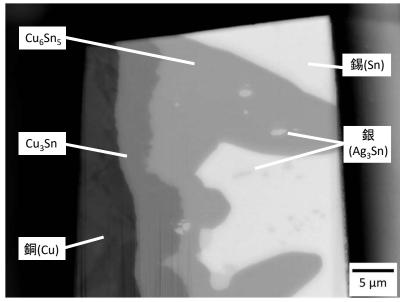


Fig. 4 鉛フリーはんだと銅接合面の 反射電子組成像

測定条件

FIB: 加速電圧: 30 kV 照射電流: 10 nA ドーズ: 40 nC/μm<sup>2</sup> ピッチ: 100 nm

スライス: 171枚

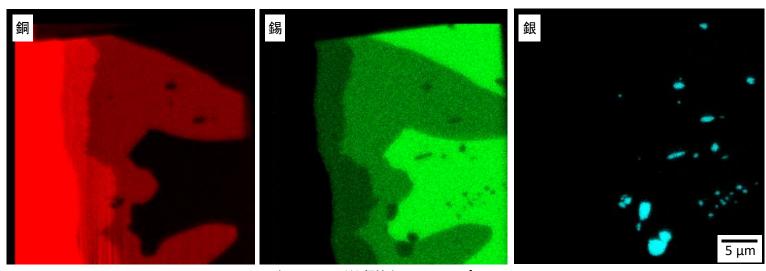
SEM:

加速電圧: 8 kV 照射電流: 30 nA 反射電子組成像

EDS:

画素数 512x384

測定時間: 62.5時間 (22分/枚)



**Fig. 5 鉛フリーはんだと銅接合面のEDSマップ** 赤: Cu-Lα EDS マップ、緑: Sn-Lα EDS マップ、青: Ag-Lα EDS マップ

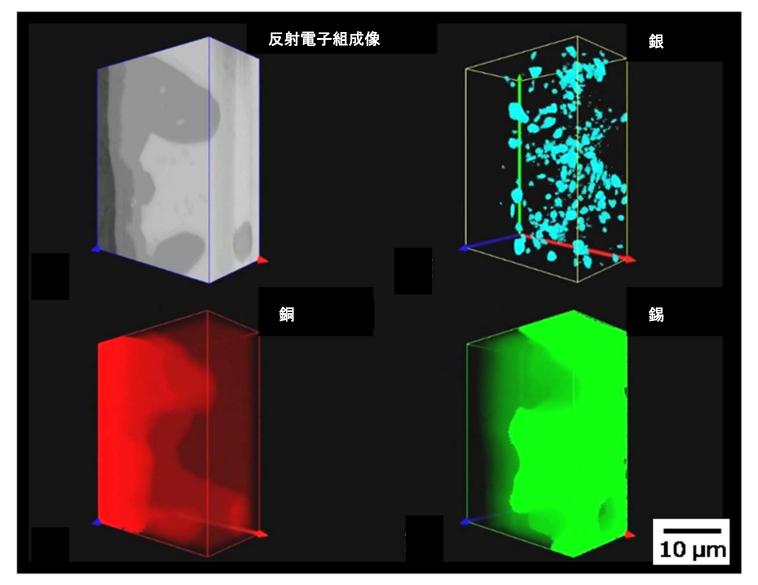


Fig. 6 接合面の反射電子像とEDSマップの三次元再構築像

反射電子組成像 (左上)  $Ag-L\alpha線のEDS$ マップ (右上、青)  $Cu-L\alpha線のEDS$ マップ (左下、赤)  $Sn-L\alpha線のEDS$ マップ (右下、緑)

引用文献: 松島英輝, 長谷部祐治: 「イオンビームによる電子顕微鏡用試料作製の進展」 表面技術, Vol. 71, No. 4, pp. 288-290, (2020)

Copyright © 2021 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。



本社・昭島製作所

〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111(大代表) FAX: (042) 546-3353 www.jeol.co.jp ISO 9001·ISO 14001 認証取得

