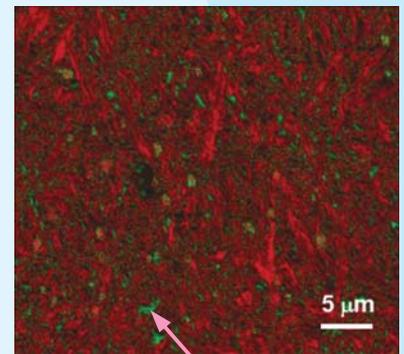


結晶相 (未記録部)

アモルファス相 (記録部)

図1 ULV-SEM-EBSPで調べた市販DVDにおける無機系薄膜記録層



残留オーステナイト相

図2 ULV-SEM-EBSPで測定した鋼中
残留オーステナイト相の分布

極低加速SEM-EBSPを用いた結晶相解析

IT関連、バイオ、素材などの産業分野において、マイクロからナノレベルの材料制御が要求されており、その構造を明らかにする解析技術が必要になっています。

当社が国内に先駆けて導入した極低加速電圧走査顕微鏡 (ULV-SEM; Ultra Low Voltage Scanning Electron Microscope. 100Vまで加速電圧を低くできる。)は、電子線を細く絞ったまま、電子の侵入深さを小さくできるため、通常のSEMに比べ、ナノレベルの材料表面の観察に適しています。

EBSPによる結晶構造解析

SEMにEBSP (Electron BackScattering Pattern) 装置を組み合わせると、結晶粒ごとの方位分布や結晶相の分布など、試

料表面の微細な結晶構造を調べることができます。特にULV-SEMと組合せることで、これまで困難であったサブミクロン以下の微細構造を観察することができるようになりました。

ULV-SEM-EBSPを用いた測定事例

図1に、市販のDVDにおける記録層を測定した例を示します。DVDでは、レーザー照射によって生じる、結晶相とアモルファス相との相変態を情報の記録に利用しています。この図では、厚さ10nm程度の無機系薄膜記録層中において、未記録部すなわち結晶相の中に、サブミクロンサイズの長円状をしている記録部すなわちアモルファス相が、暗く観察されています。

図2に、焼入れされた鋼中における残留オーステナイト相の分布を示します。従来のSEM-EBSPでは、残留オーステナイト相がサブミクロン程度と細かい上、母相のマルテンサイト相に歪が多いため、EBSP解析が困難でした。ULV-SEMと組み合わせることで、EBSP測定の空間分解能が高くなり、残留オーステナイト相の分布が得られました。

このように、ULV-SEM-EBSPを用いることにより、ナノレベルの極表面形状観察に加えて、結晶構造解析のニーズにもお応えできるようになりました。

分析・評価事業部 橋本 哲
s-hashimoto@jfe-tec.co.jp

電子材料(1)

～電子部品の故障解析・信頼性試験～

分析・評価事業部 原田 匡教
m-harada@jfe-tec.co.jp

携帯用電子機器の普及とともに、電子部品の短小化や高密度化技術の進歩に著しいものがあります。当社でも電子部品や実装基板の故障解析や信頼性試験の依頼が増加しています。

故障解析

故障解析では、市場や、出荷/受入れ試験、信頼性試験、開発評価など様々な段階で発生した不良品の解析を行っています。そのため、故障現象、使用環境、動作期間などの事前情報を得ることが大切となります。その情報をもとに、非破壊調査により不具合箇所を絞り込みます。その後SEM、TEMなどを用いた物理分析や、化学、有機分析を行って故障原因を推測します。

非破壊調査

非破壊調査として簡単な電気特性測定、透過X線観察、超音波探傷を行っています。透過X線観察では、IC内部のボンディングワイヤーやプリント基板配線パターンなど

の金属材料の状態を観察することにより、断線・接触などの不具合を調査します。超音波探傷では、材料間界面の剥離や、材料内部のクラックなどを調査します。電子部品は、環境の影響を避けるために樹脂や金属で封止されています。そのため、このような非破壊調査は非常に有効な手段となります。

破壊調査

破壊調査としては、故障箇所の観察、解析がし易くなるように、機械的、化学的な方法によるパッケージ開封、断面試料作製などを実施します。パッケージ開封では、

封止樹脂や金属を除去して内部の素子を露出させます。断面試料作製では、パッケージ内部の数十 μm 程度のワイヤーやバンプの断面を正確に位置出しする技術を当社は保有しています。

写真1、2はICのオープン品を解析した事例です。透過X線観察、開封後観察では異常は観られなかったため、ワイヤーのリードフレーム側接続部(写真1の赤□部)を断面観察した結果、ワイヤーの断線が確認されました。

今回は信頼性試験について紹介します。

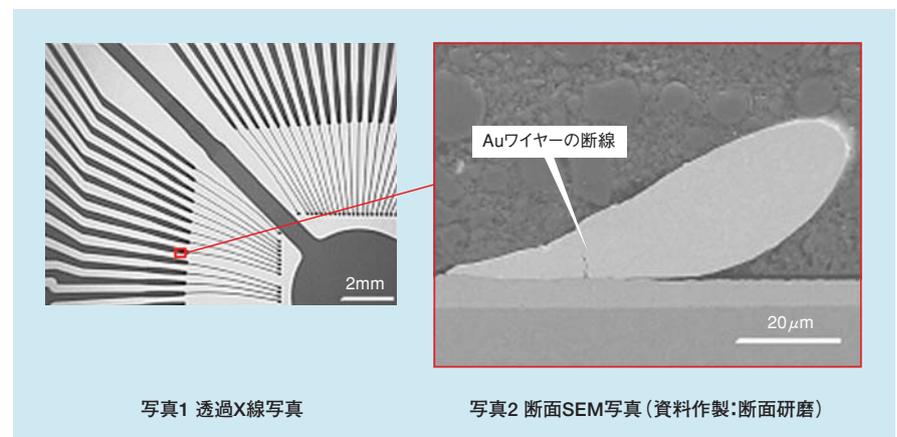


写真1 透過X線写真

写真2 断面SEM写真(資料作製:断面研磨)

Characterization of Organic Material

有機材料の不具合解析事例(1)

～プラスチック成形品の破損事例～

分析・評価事業部 小川 太一
t-ogawa@jfe-tec.co.jp

有機材料の不具合原因

有機材料の製品不具合の原因には、大きく(1)材料の強度や性能不足等の製品・部品原材料の問題(2)原料の乾燥不足、成形加工条件などの成形加工上の問題(3)光、オゾン、熱、金属、油などの使用環境下での材料劣化問題があります。

不具合原因の解明手法

プラスチック部品の不具合原因を解明する上で、金属部品と同様に、プラスチック部品の破壊の痕跡模様を残す破面の形態分析(フラクトグラフィ)は重要な分析手段です。不具合を引き起こした製品・部品の履歴、いつ、どこで作られ、どのように保管され、いつごろ市場にでて、どの位の期間、どの様な環境で使用された結果不具合となったのか、等の情報の収集と合

わせることにより、不具合製品・部品の破損履歴を考察することができます。

フラクトグラフィによる不具合解析事例

プラスチック製品・部品の破壊の中で、最も多く発生する破壊には、溶剤クラックと疲労破壊の2つがあります。溶剤クラックは、ABS樹脂、ポリカーボネート樹脂などに顕著に見られ、製品出荷から約1年以内の短期間に発生し、特に成形品の残留歪の大きな箇所に、外部から浸透してきた有機溶剤や油類などが作用して生じます。油類としては、軟質塩ビ樹脂用のフタル酸エステル系可塑剤やサラダ油、ゴマ油等の脂肪酸エステル系油類などがこれを引き起こす化合物として知られています。その破面は平坦な鏡面状態(写真1)を示す特徴があります。一方、疲労破壊は繰り返し外力や変形力が加えられることによって発生します。疲労破壊の破面には貝殻模様(写真2)を示す特徴があります。破面の広い部分が、このよう

疲労破壊の特徴を示している場合でも、その起点付近では溶剤クラックが起きていることがあり、実際にはこれらの複合破壊により部品破損に至る事例が多く見られます。

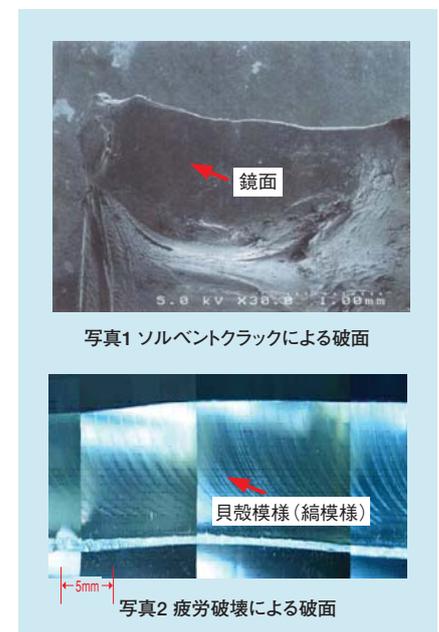


写真1 溶剤クラックによる破面

写真2 疲労破壊による破面

環境・エネルギー(1)

～当社の土壤汚染対策工事～

環境技術事業部 日並俊雄
hinami@jfe-tec.co.jp

平成15年2月の土壤汚染対策法施行以来、世の中の土壤汚染への関心も高まり、TV・新聞で取り上げられることも多くなってきました。最近も築地市場の移転先土壤汚染の問題が話題となっていたことを記憶されている方も多いと思います。

土壤汚染の対策技術

土壤調査の結果、その土地に汚染の存在が明らかになった場合、何らかの土壤汚染対策の実施を求められるケースが多くなっています。

土壤汚染の対策技術は、『汚染土壤をその土地から別の土地に移動させて処理する方法』と、『その土地で処理する方法』の2つに大別できます。

別の土地で処理する対策

別の土地に移動させて処理する方法

には、その土地の汚染土壤を掘削し、汚染のない良土で埋め戻す「場外搬出」(写真)と、掘削した汚染土壤を別の場所で汚染物質が地下水に溶け出さないように化学処理をした後に元の場所に埋め戻す「不溶化埋戻し」があります。「場外搬出」で持ち出した汚染土壤の処分は管理型処分場での埋立と、セメント原料としての再利用があります。

その土地で処理する対策

一方、その土地で行う対策方法として、薬剤を添加、化学処理を行い汚染物質が地下水に溶け出さないようにする「原位置不溶化」、石灰を添加し、石灰と水分による発熱で土壤中の汚染物質を気化させ回収する「石灰混合法」、薬剤を添加、土壤中の汚染物質を分解する「酸分解法」、汚染土壤の周囲を囲ってしまう「封じ込め」等があります。

又、工事実施時には、一般の土木工事以上に環境保全に留意した施工を行わ



なければならず、汚染土壤を周囲に拡散させないための養生、設備も必要になります。そのためこれらの対策工事の費用は決して少なくはなく、時にはその土地全体の評価額(土地の売価)を超えてしまうこともあります。その結果土壤汚染のある土地が、対策工事を行わずそのまま遊休地となってしまう有効活用されない「ブラウンフィールド問題」と称される問題も発生してきています。

当社の対策工事

当社では、汚染物質の種類・濃度、工事場所の状況等を考慮して、技術面、コスト面の両方で最も適した、対策工事の方法を提案しています。

Tensile Test at a Wide Range of Strain Rate

高速変形試験(2)

～高速変形に伴う弾性衝撃波～

材料技術事業部 橋口 耕一
hashiguchi@jfe-tec.co.jp

今回は、高速変形試験に特有の問題について説明します。

引張試験機の構成

通常の引張試験機は基本的に、試験片への変形付与(数mm/分の速度)のための駆動装置、試験片の変形荷重を測定するロードセル(弾性体に歪ゲージを貼り、材料の負荷荷重に比例した弾性変形を歪ゲージ出力として計測)、変形量を測定する伸び計で構成されています。

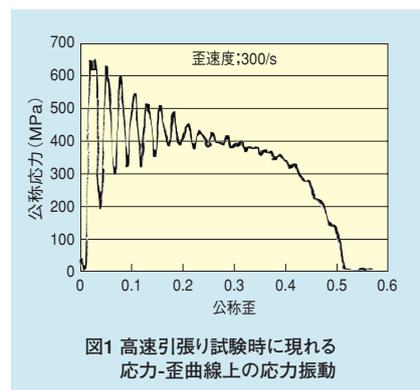
高速変形試験でも、試験機の基本構成は似ていますが、高速変形では非常に短い時間で変形が終了するため、高速の駆動装置、伸びや荷重を計測する高速のレコーダーが必要となることに加え、静的試験のものとは大きく異なるロードセルを使用する点に違いがあります。

高速変形試験に特有の弾性衝撃波

図1は、軟鋼板を油圧サーボ引張試験機を用い、歪速度300/sで引張った場合

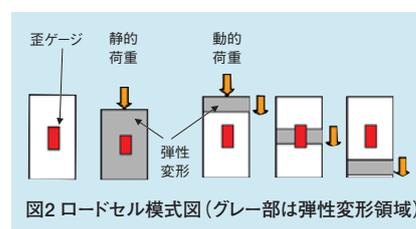
の応力-歪曲線です。応力-歪曲線は、材料に力を加えて変形させる時の力(応力)と材料の伸び(歪)の関係を示すもので、本来、応力は歪とともに徐々に増大して滑らかな曲線になるはずですが、図1では、応力が大きく振動していますが、これは高速変形に特有の現象で、弾性衝撃波に起因するものです。

図2は、ロードセルの変形の仕方を模式的に示したものです。静的試験では材料変形が数分のオーダーで進行し、そのためロードセルは均等に弾性変形します。一方高速変形では例えば0.5ms程度の短時間で変形が終了してしまうので、ロー



ドセルは均等に变形するのではなく、次のような変形が起こります。試験開始と共にロードセル端部に材料の変形荷重に比例した歪が生じますが、この歪は一定の速度で弾性波として伝わります。その伝播速度は鋼の場合約5000m/sです。他端に達した弾性波は反射し、符号を反転して戻ってきます。このように弾性波はロードセル内で符号を+-反転しながら往復し、この波をロードセル内の歪ゲージで計測した結果が図1の振動になります。静的試験では、変形速度が遅くロードセル内の歪分布が均等となっているためこのような振動は現れません。

高速変形試験では、このような応力振動を避けるために、少し変わった方法で荷重を計測します。次回では、その方法について説明します。



特許に係わる最近の動向(1)

～米国の特許法規の改正～

知的財産事業部 岡田 進
s-okada@jfe-tec.co.jp

米国では近年、パテント・トロール(自らは事業を起こさずに他者から多額の使用料を得る特許権者)が問題となっており、その対策を主体として、特許法や施行規則(米国特許庁の規定)の改正が予定されています。未確定の部分もありますが、以下に紹介します。

米国特許法改正の動向

2007年9月、上下院で若干内容が異なるものの、米国議会を特許法の改正案が通過し、近々成立が見込まれています。現状では特許性の無い技術でも一旦特許されると、これを無効とする手段が侵害訴訟に事実上限られます。しかし米国の特許訴訟には、多大な費用や労力が掛かる、勝敗予測が困難、負けた場合の賠償額が莫大(損害の最大3倍)、等の問題があり、無効に出来そうな特許でも対抗するには多大な労力とリスクが掛かります。改正案

では特許庁への異議申立制度を導入し、裁判に依らず特許を無効とする手段を強化しました。また訴訟での損害賠償額抑制のため、前記の3倍賠償の対象を限定し、さらに部品の特許料を製品全体の収益で計算したりしないよう定めました。他方で、特許出願人の義務(最適実施様態の記載、先行技術の開示等)が不履行であるという、侵害被疑者からの攻撃手段については、先行技術開示違反についてのみ、要件をより明確にしました。なお、他国の特許制度との調和等の観点から、先願主義の導入や、全件を出願公開する等の改正も盛り込まれています。しかし、先使用権の拡大は見送られ、ビジネス方法特許に限定されたままです。

施行規則改正の動向

米国特許庁は、審査の厳格化(パテント・トロール防止の為、無効となるような特許を与えない)と迅速化の両方が求められています。このため特許庁は、①従来無制限に認められていた継続系出願(継続出願・分割出願等の総称)の回数を制限する、②類似発明について審査する請求

項数を(複数出願間でも)制限する等の施行規則改正を2007年11月1日から施行する予定でした。しかし大手英国企業が改正を違法として米国地裁に訴訟を起こし、10月末に仮差止が認められたため、施行の可否や時期が不透明となっています。なお、改正案では出願に際し、同じ発明者を含み、出願人が実質的に同じで、利益日(全ての優先日・米国出願日)が互いに2ヶ月以内の関係にある米国出願・特許の全リストを特許庁に提出する義務が課されますので、実質的な貢献者のみに発明者を絞ることが、負担増を回避する上で重要となります。



米国特許施行規則の改正を差止めたバージニア連邦地裁

お問い合わせ先

【営業本部】

東京 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469
salesmarketing@jfe-tec.co.jp
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374
nagoyasales@jfe-tec.co.jp
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099
osakasales@jfe-tec.co.jp
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161

【分析・評価事業部】

LSIから埋蔵文化財にいたる、広範囲の分野における高精度な分析・試験・評価
千葉 TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199
chiba-com@jfe-tec.co.jp
京浜 TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528
keihin-com@jfe-tec.co.jp
知多 TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990
chita-com@jfe-tec.co.jp
倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618
kurashiki-com@jfe-tec.co.jp
福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989
fukuyama-com@jfe-tec.co.jp

【環境技術事業部】

kankyoegyobu@jfe-tec.co.jp
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
福山 TEL:084-946-6960 FAX:084-946-6966
東京 TEL:03-3217-2177 FAX:03-3217-2169
埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928
横浜 TEL:045-506-1096 FAX:045-506-1096
新潟 TEL:025-275-1101 FAX:025-270-7209
静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251
福岡 TEL:092-643-6890 FAX:092-643-6891

【材料技術事業部】

material@jfe-tec.co.jp
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 TEL:043-262-2186 FAX:043-262-2986
京浜 TEL:044-322-6189 FAX:044-322-6528
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374

【計測システム事業部】

isales@jfe-tec.co.jp
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、IT開発
千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665
京浜 TEL:044-322-6273 FAX:044-322-6529

【知的財産事業部】

pat@jfe-tec.co.jp
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】

joho@jfe-tec.co.jp
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
京浜 TEL:044-322-6429 FAX:044-322-6520

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 <2008>

No.14
2008年1月発行

発行人/緒方順一
発行所/JFEテクノリサーチ(株) 技術情報事業部
〒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 2008

印刷所/大日本印刷株式会社