

新技術

排気系部材の熱疲労試験

① 概要

自動車エンジンは、低燃費化・高出力化によるダウンサイジング化が進み、排気ガス温度が年々上昇しているため、耐熱性に優れた部材の材料開発が加速しています。自動車業界において、材料の熱疲労特性評価が重要課題の一つと考えられ、高い熱疲労試験技術による熱疲労寿命評価の要求も高まっています。熱疲労試験技術に重要である温度分布をえるため、任意温度域でPID自動制御を採用し、かつ当社独自の加熱コイルを製作したことで、より実機温度分布に近づけ、信頼性の高い熱疲労寿命評価が可能になりました。

② 主な仕様

- (1) 最大荷重：±100kN
- (2) 温度制御範囲：50～1100℃
- (3) 温度勾配：5℃/秒(加熱・冷却時)

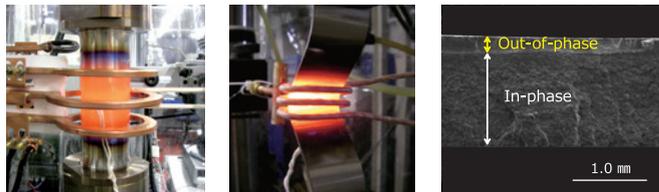
③ 特徴

- (1) 実体のエキゾーストマニホールド(排気多岐管)を模擬した単管試験片を用いて、高温疲労寿命を予測する試験技術を提案します。
- (2) 薄板の熱疲労特性評価として屈曲試験片を用いた熱疲労試験により、1本の試験片でIn-phaseとOut-of-phaseの位相の異なるモードの疲労寿命が評価可能です。

■ 装置外観



■ 単管、薄板の熱疲労試験技術



単管の熱疲労試験

薄板の熱疲労試験

破断面のSEM写真(薄板)

新技術

大気非開放と高分解能を合わせもつ FE-EPMA (電界放出型電子線マイクロアナライザ) 分析

① 概要

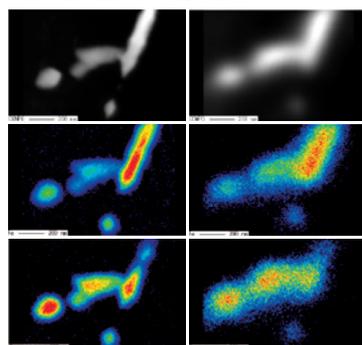
二次電池等、大気接触による試料変質を嫌う試料が増えつつあり、当社では、SEM、TEM、XPSの大気非開放化を順次進め、今回FE-EPMA分析にも、大気非開放システム化した新装置を導入しました。

酸素や水分などの雰囲気によって反応する材料に対して、試料調製(前加工)の段階から観察・分析までの一連の作業をトランスファー・ベッセル(大気遮断封入容器)を介して調査することが可能となりました。当社のFIBや断面イオンミリングなどの試料調整と組み合わせれば、さらに万全な分析が行えます。第1表は、本装置による試料変性の軽減が要求される対象分野です。

本装置は、X線空間分解能が優れ、材料開発では欠かせない元素分析および元素マッピングをより明瞭に調査することができますので、たとえば、ハンダ接合界面、鉄鋼材料中の微細析出物(0.5μm以下)、微量添加成分(200ppm)など微小領域の元素分析にも力を発揮します。

第1図は、鋼材中の微小析出物に対する、新装置と非FE電子銃EPMAとの空間分解能の比較です。本装置によりFe、Cr粒子をより明瞭に形状や元素情報が得られます。

■ 第1図 空間分解能の比較



JXA-8530F (最新モデル)

旧装置(西神)

② 性能、仕様

機種：日本電子(8530F)
大電流(50～300nA)の場合でも明瞭な高倍率像が得られ、分析空間分解能の向上および微小領域の高精度微量(200ppm)定量分析が可能です。

分解能：二次電子像3nm(30kV)
倍率：×40～×20000
検出信号：二次電子像、反射電子像、特性X線
分析元素範囲：B(ホウ素)～U(ウラン)
加速電圧：1～30kV
照射電流範囲：1×10⁻¹⁰～2×10⁻⁶A

③ 主な特徴

- (1) 大気非暴露対応トランスファーベッセルの装着により、リチウムイオン電池関連部材の組成・分布の高速かつ高感度分析が実現します。
- (2) 高いX線空間分解能により、0.1μmオーダーの物質の分布を的確にとらえられます。
- (3) 第1表に新規提案ポイントを示します。

■ 第1表 新規提案ポイント

対象物	提案ポイント
二次電池	大気非開放下での正極活物質中に微量添加された金属の分布状態や均一性の評価
燃料電池	セパレータ表面処理層厚さの非破壊調査
車載部品	極薄膜の調査(TiN, TiCN, TiCなど、EDXでは波長が分離できない元素の確認)
Cuワイヤボンディング	微細部における定量精度の高いマッピング
Alボンディング	パワーガード、パワーモジュールにおけるAlワイヤボンディングの開発、調査
LED	微細多積層構造の組成分析
半導体向け装置	セラミックス表面の微量F、Cの分布状況
マルチマテリアル	セラミックス/金属接合界面の微小領域におけるマッピング

新技術

絶縁油診断(2-フルフラール成分分析)技術の確立

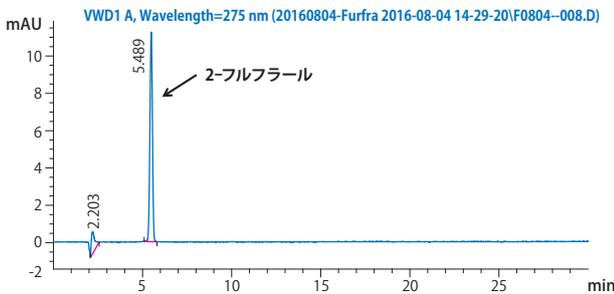
① 概要

高度情報社会では、電気は欠くことのできない社会インフラであり、継続的で安定した変電設備の稼働が求められています。1970年代の高度経済成長期に作られた変圧器の高経年化が進んでおり、設備の安全と信頼性確保が必要となっています。

② 劣化診断の必要性

通常変圧器には、コイルの絶縁のために紙(絶縁紙)が用いられ、70°C以上の熱エネルギーを受けると劣化するという欠点があります。劣化した変圧器は、近くに落雷が起こった場合や外部で短絡事故が発生した場合に、大電流が流れ、絶縁紙が碎けてコイルがショートし、変圧器が使用不能に陥ってしまう可能性があります。変圧器の故障を未然に防ぐためには、絶縁紙の劣化度を監視しておくことが重要となります。

■ 2-フルフラールのクロマトグラム



③ 劣化診断の指標と分析方法

絶縁油の劣化診断には、さまざまな指標がありますが、その代表的な指標として絶縁紙の劣化・分解により生成するフルフラールを定量分析する方法が有効です。フルフラールは、油中に安定して溶解しているため、他の油中ガスなどの指標にくらべて精度の高い分析から正確な診断ができるというメリットがあります。

■ Agilent 1220 HPLC

フルフラールの分析には、高速液体クロマトグラフ分析装置(HPLC)を用いています。絶縁油から2-フルフラールを抽出し、カラム分離により分析するまで、わずか1時間で劣化度を診断することが可能です。同時に2-フルフラール以外の劣化生成物についても、分離分析が可能で、より信頼性の高い診断が可能となりました。



新技術

大型二次電池用の安全性評価 第2ドームチャンバ

① 概要

大型二次電池の安全性評価試験に対応できる新しいドーム型チャンバを新設しました。

チャンバ内部の床部にレール定盤を配置し、既存の試験機だけでなく、フレームとジャッキを組み合わせたような汎用性の高い試験機も収納可能で、試験体の形状に合わせたどんな試験にも柔軟に対応可能です。もちろん、既設の試験場(第1ドームチャンバ)同様の高容量セルや組電池の安全性評価試験にも対応可能ですので、1日の試験能力が向上しました。

② 主な仕様

- チャンバサイズ：内径5.5m、高さ6m
(既存第1ドームチャンバ：内径6m、高さ7m)
- 主な付帯設備：床面にレール定盤設置、
排ガス処理設備(第1ドームチャンバと併用)
- 主な試験設備：圧壊試験機(200～1000kNクラス)、釘刺し試験機
(最大速度80mm/sec)、外部短絡試験機(～3000A)、
充放電装置(500V-70A)など
- 主な試験項目：圧壊試験、釘刺し試験、過充電・過放電試験、外部短絡試験、加熱試験、落下試験、塩水水没試験 など

■ 第2ドームチャンバ (写真右側。左側は 第1ドームチャンバ)



③ 特徴

- (1) レール定盤を備えていることにより、試験体形状や試験種類に合わせ、既存の試験機ではできなかった試験に対応できる
- (2) 大容量セルや組電池(モジュール、パック)レベルの安全性評価試験が可能
- (3) 既設の試験場と併設しているため、複数の安全性評価試験が並行して進められる

④ 利用分野

- (1) 車載用・定置用蓄電池などの二次電池安全性評価
- (2) 過電流、過電圧を試験体に付加する電氣的過負荷評価
- (3) 水素タンク強度試験などの燃料電池分野の静的強度評価
- (4) その他、試験体破壊などによる飛散や燃焼等でガスが発生する評価試験

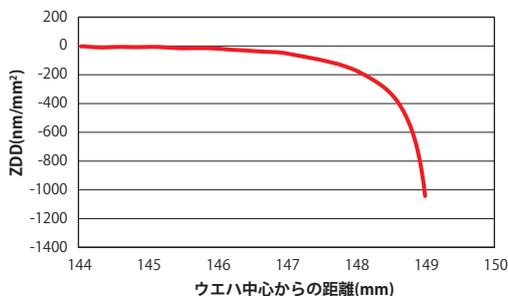
新製品

シャックハルトマン方式を用いた Siウエハ用エッジロールオフ (ZDD) 測定装置

①概要

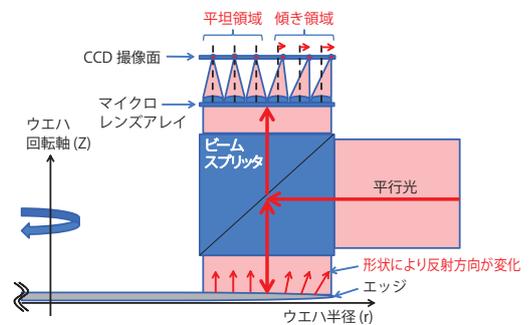
半導体デバイス構造の微細化に伴い、Siウエハの平坦度への要求は厳しいものとなっています。とくに、ウエハエッジから数mm幅の外縁部はウエハ研磨の際、内側の領域に比べ平滑化が困難であり、表面形状にダレが生じやすいため、研磨、およびリソグラフィなどの工程管理で重要視されています。このダレ形状はエッジロールオフ (Edge Roll-off) と呼ばれ、形状をウエハの半径方向に2回微分して求めたZDDと呼ばれる指標を用いて管理されています (図1)。近年、ウエハ出荷検査におけるZDDの管理への要求が高まり、ウエハ研磨の中間工程で検査の需要が拡大しています。このニーズに応えるため、当社はシャックハルトマン方式をもちいたZDD測定システムを開発しました (図2)。当システムは当社独自の補正機能を備え、1.0nm/mm²以下の高精度な測定が可能です。光源にLEDを使用したことによりコンパクトかつ低コストであるため、すでに製品化しているサブナノ精度サイトフラットネス計と組み合わせたシステム化も可能となりました。

■図1 当システムによるZDD測定例



■図2 シャックハルトマン方式を用いたウエハ形状測定の原理図

レンズが2次的に配列されたマイクロレンズアレイにより、ウエハからの反射光をCCD撮像面上に集光します。ウエハ面の傾きに応じて決定される多数の集光点の位置によりウエハエッジの形状を算出します。



②主な仕様

- (1) 対象ウエハ：Siウエハ (Polish)
- (2) 測定項目：ZDD
- (3) 測定方式：シャックハルトマン方式
- (4) 測定領域：ウエハエッジ全周 (r=145mm to 149mm)
1ショットの視野：r方向約5mm、θ方向約5mm
- (5) 空間分解能：約150um
- (6) 測定再現性： $\sigma \leq 10 \text{ nm/mm}^2$ (Typ. $\sigma \leq 1.0 \text{ nm/mm}^2$ 以下)
※ σ ：セクタ分割数16、r=148mm
- (7) ウエハ全周スキャン時間：約35 s (φ300 mm)

③特徴

- (1) SEMI規格に準じたZDDの各種出力が可能
- (2) 弊社保有の測定機能との組み合わせが可能
- (3) メンテナンスフリー
- (4) 付属の表示・解析ソフトにより、パラメータ変更に応じた再計算が可能

新製品

有機ELディスプレイの反射電極向け新規AI合金材料

①概要

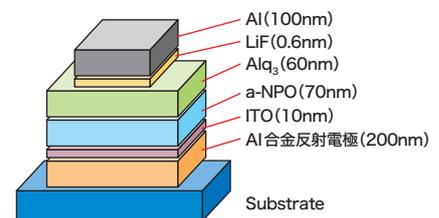
AI合金 (製品名：DC-03) は、トップエミッション型有機ELディスプレイ (以下OLED) のアノード反射電極に適したAI合金スパッタリングターゲット材料です。DC-03のスパッタリング薄膜は、OLEDの反射電極に必要とされている高反射率に加え、低駆動電圧、耐熱性を兼ね備えています。

AI合金の駆動電圧は、Ag合金に劣るとされてきました。しかし、DC-03では積層されるホール注入層 (ITO) との接触特性を改善したことで、Ag合金同等の低駆動電圧を得ることが可能となりました。

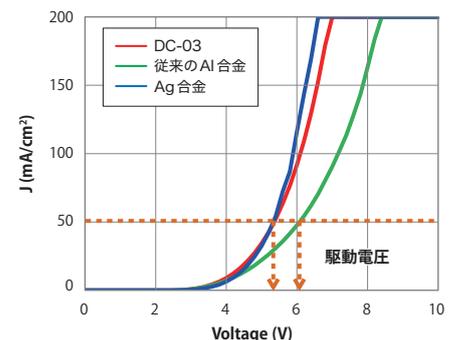
また、ドライエッチングが可能ことから、OLEDの高精細化に貢献することが期待されます。

- (2) 加工性：Ag合金はドライエッチングができず、またウェットエッチングでもエッチングレートが速いことから微細加工が難しいとされています。一方、AI合金 (DC-03) はウェットエッチングに加え、ドライエッチングが可能であり、微細加工ニーズにも対応することが可能です。

■駆動電圧評価用 OLED簡易素子構造



■DC-03の駆動電圧



②主な仕様

- (1) 駆動電圧：5.3V (Ag合金同等)
- (2) 反射率：89.7% (波長450nm)
- (3) 加工性：ウェットエッチ、ドライエッチに対応
- (4) 耐熱温度：350°Cまでヒロックの発生なし

③特徴

- (1) 低駆動電圧：従来のAI合金では、駆動電圧低減のためにOLED製造工程で追加工程が必要でした。しかし、DC-03では追加工程なしで、Ag合金と同等の低駆動電圧が得られます。