

X線回折法による金属ガラス界面酸化物の非破壊分析法の開発

住友電気工業(株) 飯原順次

真空装置等への電極の導入部では、気密性、絶縁性を確保するために、金属リードをガラス封止した構造が良く使用される。封止部の密着強度はリードとガラス界面の状態、とくに金属酸化物層の厚さ、種類に依存することが知られている。これまで、界面酸化物の評価は、ガラスと金属リードを剥離し、おのこの表面を分析するのが通常であった。しかしながら、本方法では確実に界面のみの情報が得られないこと、剥離後にリード表面が再酸化する可能性があるなど真の界面を評価している保証がないという問題があった。そこで、われわれは SPring-8 の高輝度、高エネルギー放射光を用いて上記界面の非破壊分析方法を検討した。

図 1 左に試料断面の模式図を示す。リード線としては直径約 1 mm のコバール線、ガラスとしてはシリカガラスを使用した。この試料を X 線が透過可能な厚さとして平行研磨等により約 200 μ m 厚さに薄膜化した。この試料に対しラウエ配置となるように放射光を入射し、回折 X 線の測定を行った。測定は BL16XU にて行い、25 keV の X 線をスリットによりビーム高さを 30 μ m に制限して測定した。これにより、ガラスからリード線にかけて、分析位置に対応した回折パターンを取得できることを確認した。

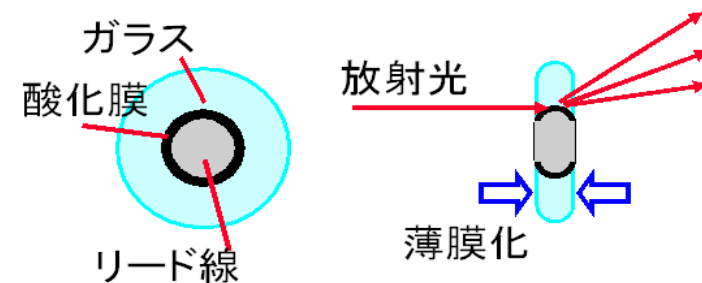


図 1 (左) 測定試料の断面模式図
(右) 界面酸化物分析の模式図

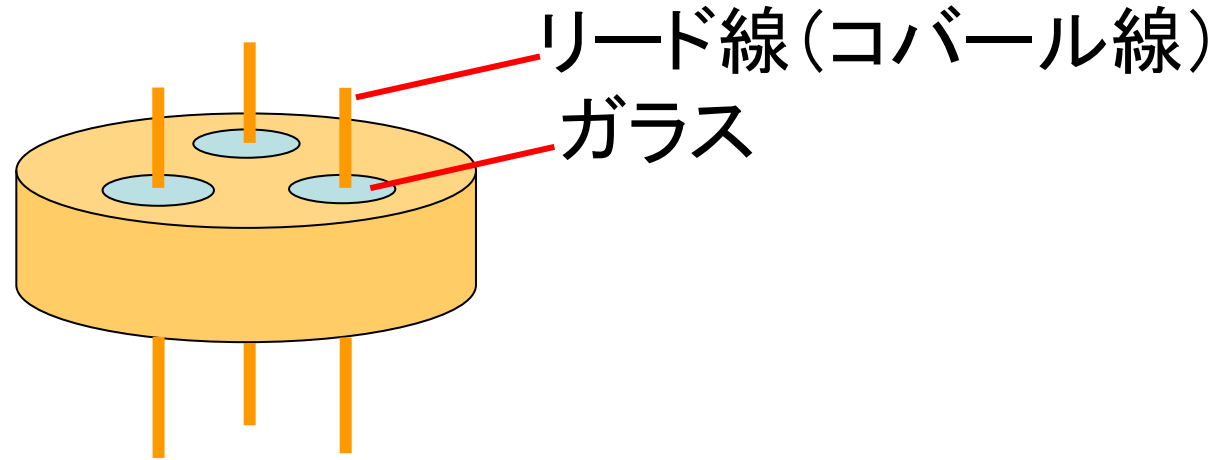
開発目標: ハーメチックシールの接合性改善

評価ポイント: リード線/ガラス接合界面の酸化物分析

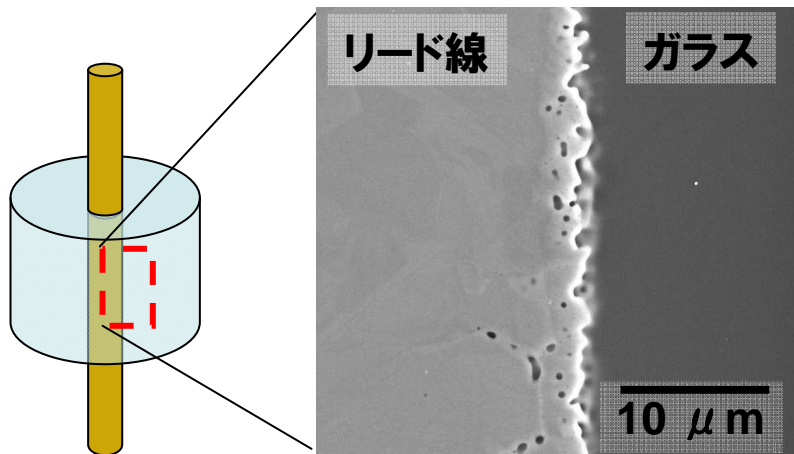
対象製品: PD(Photo Diode)、LD(Laser Diode)
CCFL(Cold Cathode Fluorescent Lamp) etc.



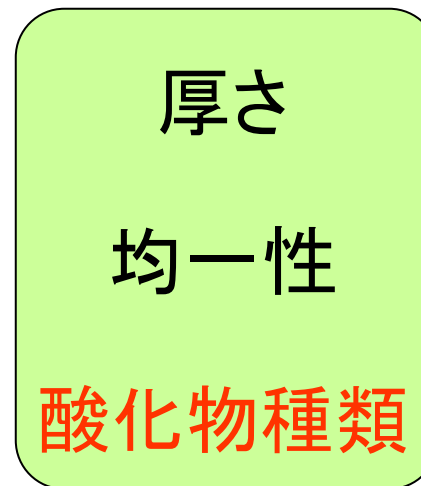
PD用パッケージ



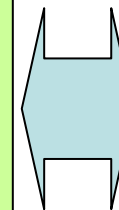
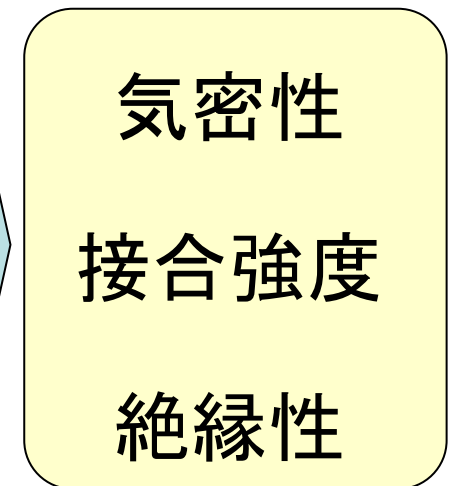
酸化膜

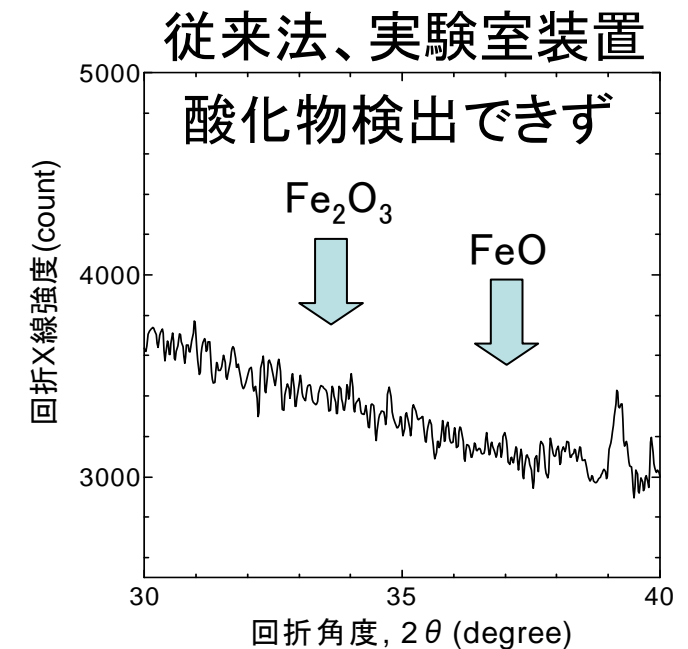
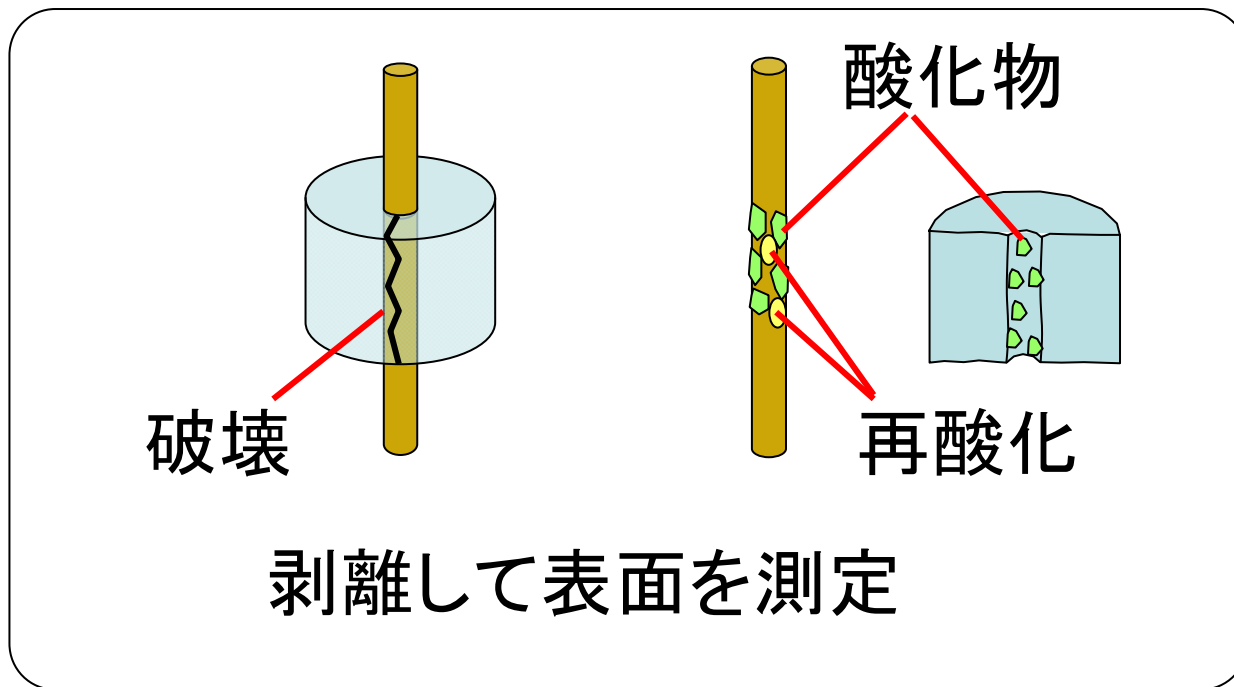


酸化膜



特性





課題

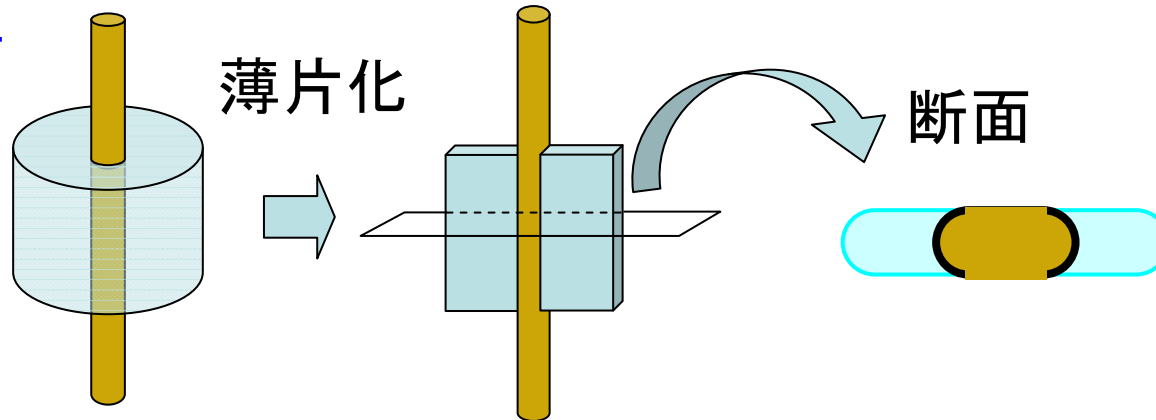
- ・ リード、ガラスの両側に酸化物が残存
- ・ リードのフレッシュ面が再酸化の可能性

オリジナル界面の
特定困難

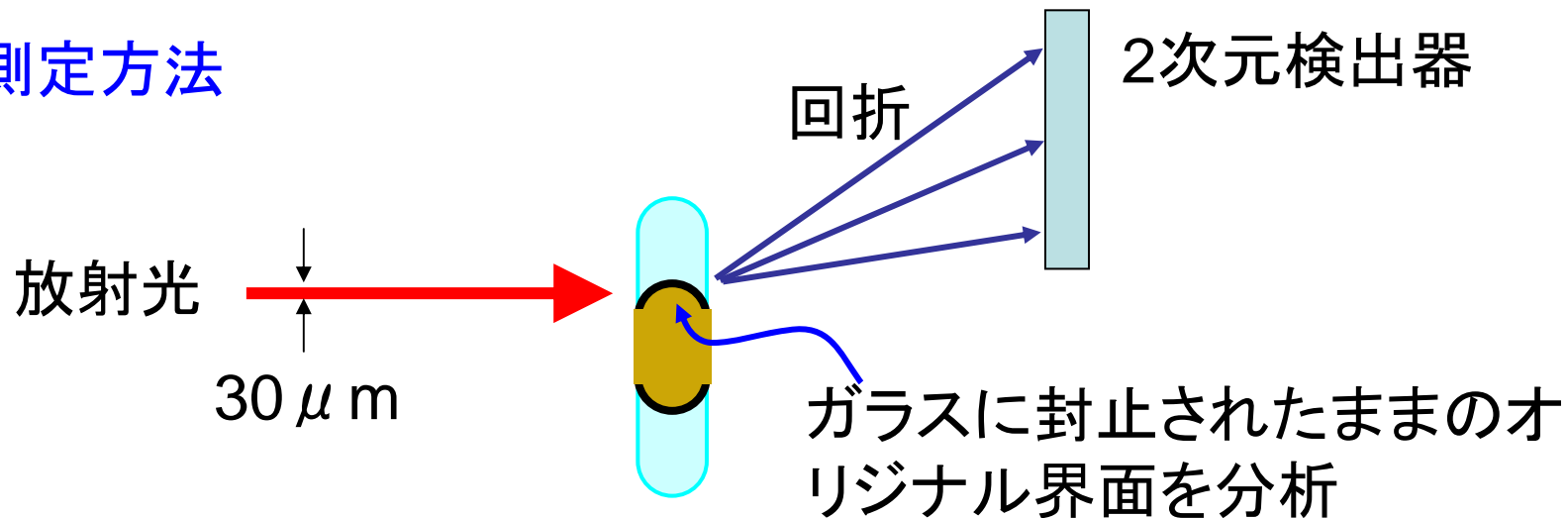
- ・ 酸化層の薄層化 → 高感度化が必要

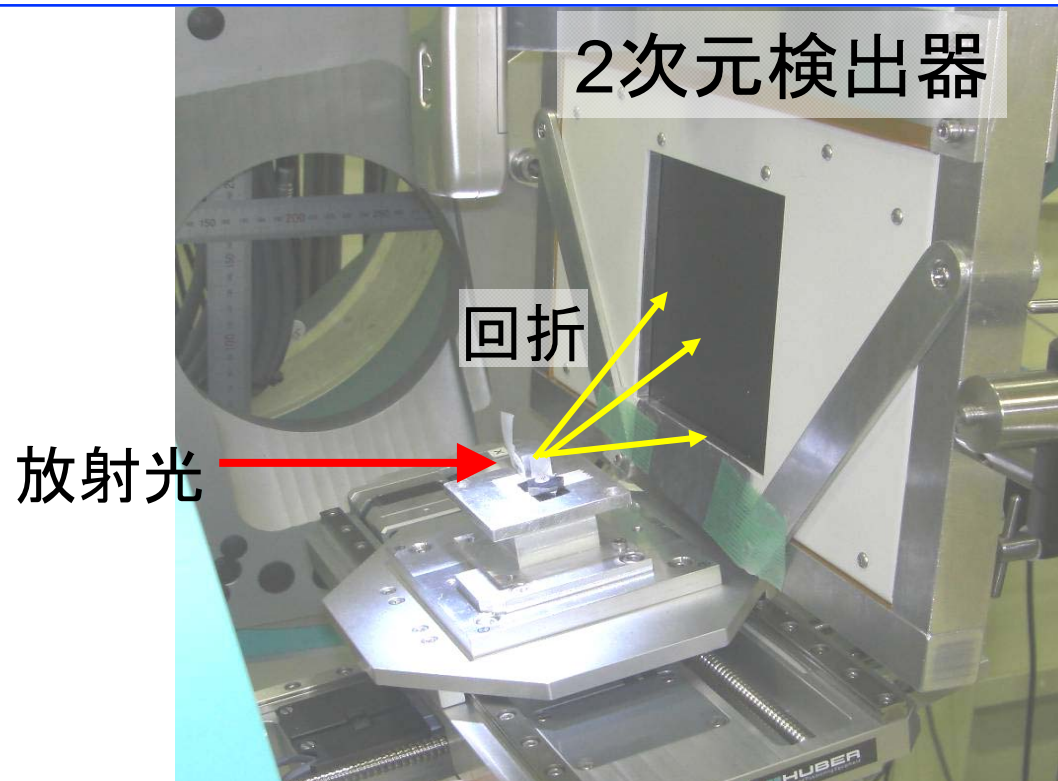
コンセプト：酸化層を破壊せず、そのまま測定

試料前処理



測定方法



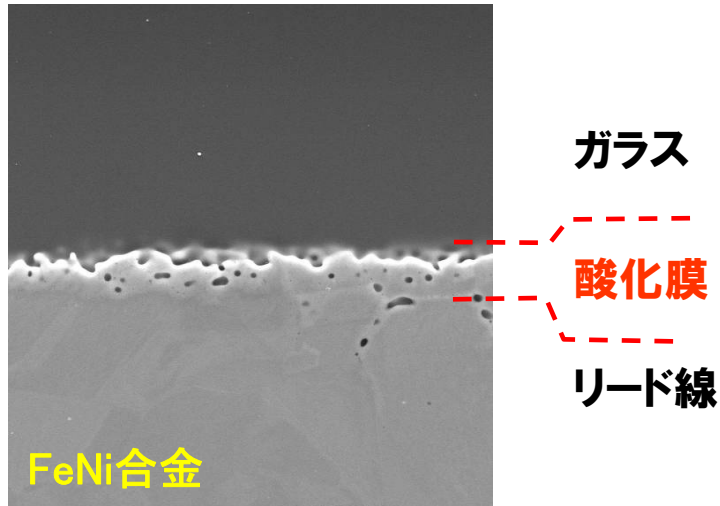


検討条件

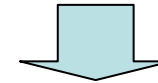
測定場所: SPring-8 BL16XU

検出器: IP(富士フィルム社製BAS 2040)、
FPD(Rad-icon社製 Shad-o-cam 4k)

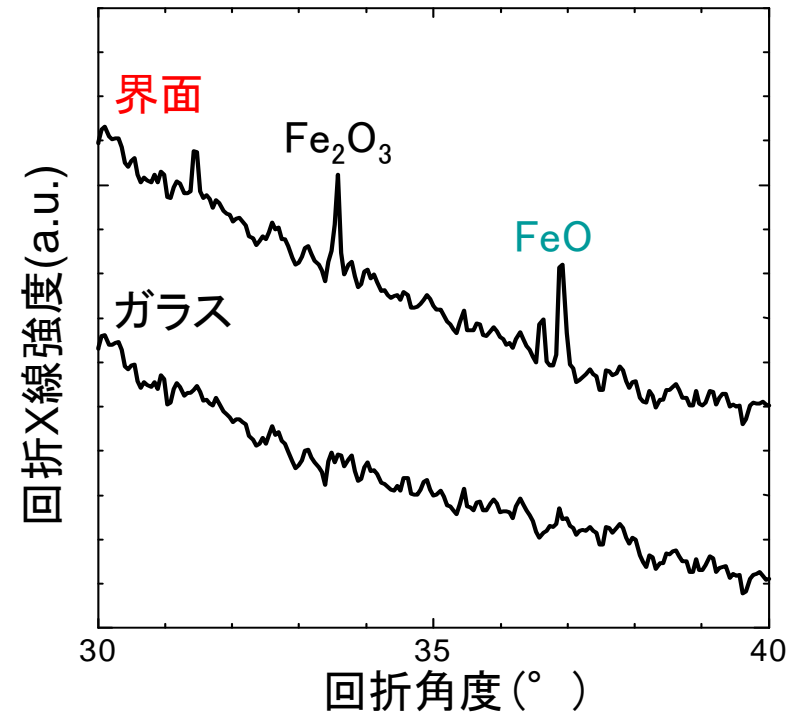
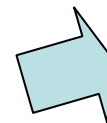
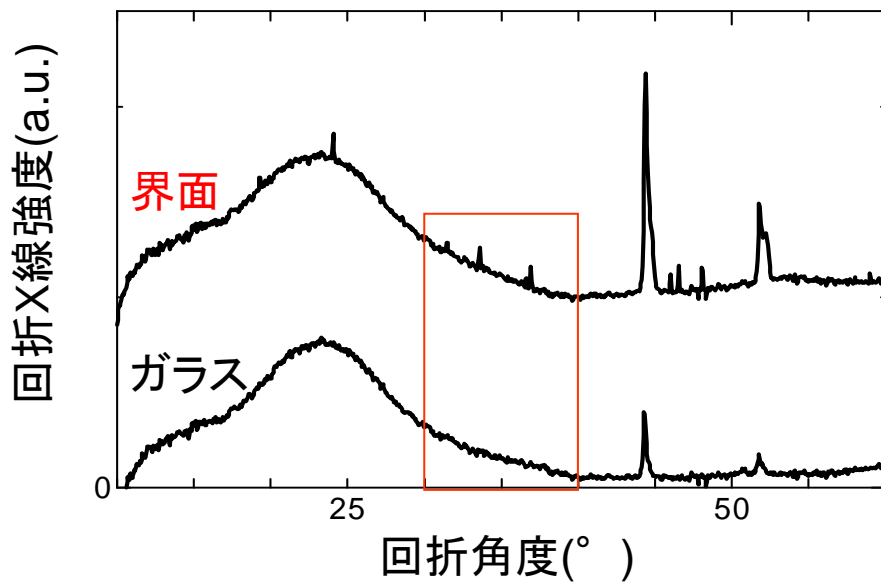
YAP(BEDE)



界面の酸化物の検出に成功



プロセス条件による
界面酸化物の解析に適用



まとめ

- ハーメチックシールのガラス/リード界面酸化物の非破壊分析方法を開発
- 高エネルギー放射光と2次元検出器の組み合わせにより、界面酸化物を高感度で検出可能

今後の展開

- 他の材料(線材/被覆界面)に適用
- マイクロビームとの組み合わせでより微小部の分析に適用