

お客様とSMTを結ぶ

1996春 NO.11

●1996年4月1日発行

# com-mu-ni-cation bulletin

## SMT

住友金属テクノロジー株式会社

本社 ● 尼崎市扶桑町1番8号 〒660

☎06-489-5778 FAX06-489-5799

## SMTの新鋭設備「超微量元素分析装置GDMS」を紹介します。

### 真新しいランドセル

が目につくシーズンになりましたが、皆様にはますますご清栄のことと拝察いたします。

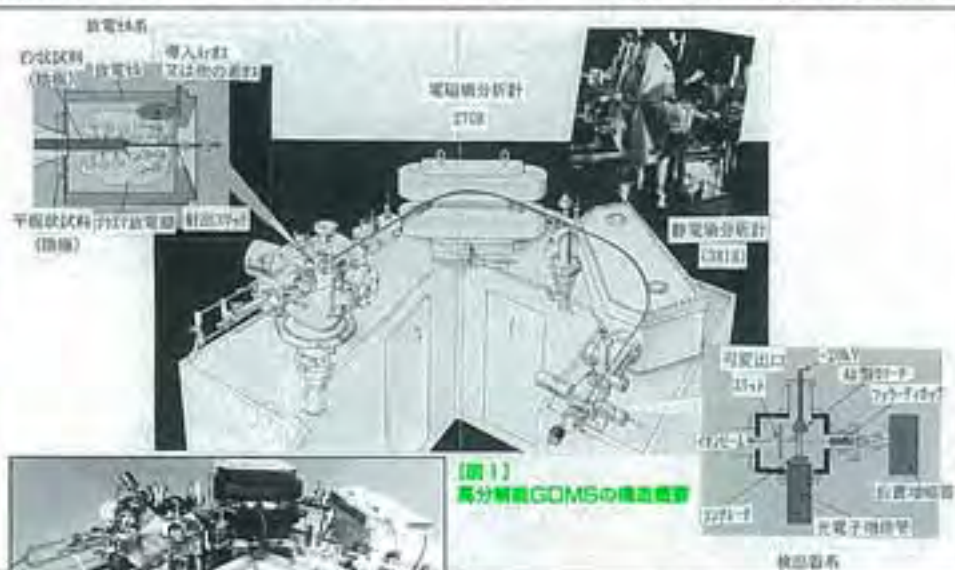
さて、今回は、微量元素分析の短納期化とコストダウンに威力を発揮する「微量元素分析装置GDMS」をご紹介します。

#### はじめに

研究開発のテンポが早まった現在、分析ニーズのウェイトもデータの質の向上から納期短縮へと大きくシフトしてきました。微量元素分析も例外ではなく、むしろその真只中にあるといっても過言ではありません。この点、グロー放電質量分析(GDMS)は、固体の状態で主成分からppb~pptレベルの微量までを同時に測定するため、分析効率の向上のみならず試料汚染の危険もきわめて少なく、超純度物質の分析にふさわしい方法と言えます。さらに、操作も比較的簡単・迅速なので、短納期化に加えコストダウンにも威力を発揮するものと期待されます。

#### GDMSの概要

今回導入・設置した装置は、FI Elemental社製のVG9000型で、その全体像を[写真1]に示します。構成は[図1]に示すように、放電セル系(分析元素のイオン化部)、質量分析系(電磁場分析計と静電場分析計の二重収束型)、イオン検出系、制御・データ処理系および真空排気系からなっています。放電セル内でグロー放電が生じると、試料表面でスパッタリング現象が起こり、構成元素がプラズマ内に放出されてイオン化します。生じたイオンを質量分析することによって試料内での含有率がわかります。グロー放電のスパッタリングは非常に安定で、一定のスパッタリング速度で試料表面を掘っていくので、深さ方向の分析ができるのもこの装置の大きな特徴であり、薄膜分析に威力を発揮します。



[写真1] グロー放電質量分析装置(GDMS)

#### 特長と応用分野

- 本装置は、測定濃度範囲が10桁と広い上に、深さ方向分析もできるので、以下に示すような多くの特長と広い応用分野をもっています。
- ①電導性固体試料は直接主成分(~100%)から超微量成分(0.0X ppb~)までを同時に測定できる。
  - ②粉体、セラミックスなどの非導電性試料は、補助電極などで導体化処理を施すことで電導体と同様に測定できる。
  - ③放電が安定しているので再現性が良く、マトリックス効果も小さい。
  - ④相対感度は元素間に大きな差がなく、標準試料なしでも半定量分析が可能。
  - ⑤μmオーダーの深さ方向分析(分解能:0.1μm以下)が可能。ただし、スパッタ速度が0.0X~X μm/minと大きいため、0.1μm以下の薄膜分析は苦手である。
  - ⑥同位体に関する情報が得られる

ので、同位体比測定ができる。以上の特長を生かした応用分野として、次のような材料の分析ができます。

- ①高純度金属および炭素材料などの電導体材料
- ②Si、SiC、GaAsなどの半導体材料
- ③Ti合金、Zr合金、Al合金、金属間化合物、鉄鋼などの合金
- ④石英、セラミックスなどの絶縁材料
- ⑤各種薄膜材料およびコーティング材
- ⑥スケール、Si、めっき被膜、各種薄膜の深さ方向分析
- ⑦B、Taなどの同位体比測定

#### 分析例

●Siウェハの分析  
[表1]に、未処理のSiウェハとPをドーブしたものの分析結果を示します。Pドーブの分析結果

[表1] Siウェハの分析結果

| 試料      | P: 10 <sup>16</sup> (atoms/cc) |       |       |       |
|---------|--------------------------------|-------|-------|-------|
|         | 1                              | 2     | 3     | X     |
| Siウェハ   | <0.08                          | <0.08 | <0.08 | <0.08 |
| Pドーブウェハ | 1.24                           | 1.28  | 1.21  | 1.24  |

分析条件: 分析面積 8mm<sup>2</sup>、分解能: 4000  
積分時間: 90秒(Siウェハ)、50秒(Pドーブウェハ)  
①) ICP-MS分析値: 1.41 × 10<sup>16</sup>(atoms/cc)

は、検量線なしで求めたにもかかわらず、ICP-MSの値と非常によく一致しています。なお、ここではウェハの面内偏析を調査するため、測定面を直径8mmで分析していますが、直径25mm(max.)に広げて測定すれば、桁程度の感度向上が期待できます。また、積分時間を長くすれば感度はさらに改善されます。

●Ni-Znめっき被膜の深さ方向分析  
密着性不良と良のNi-Znめっき被膜について深さ方向分析を行った結果を[図2]に示します。良材に比べ不良材は膜が厚いうえ、界面でのNi濃化現象が見られないことがわかります。この結果が実際の製造プロセスにおいてどのような差で現われたか、また密着性とGDMSの分析結果がどのような関係にあるのかを考えると、非常に興味深いデータが得られたと言えます。GDMSは、他の分析法に比べてはるかに操作が簡単で迅速なため、納期短縮の点でも大いに期待できます。

