

課題番号 : F-17-AT-0016  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名(日本語) : D-SIMS によるイリジウムめっき膜中のニッケルの定量分析  
 Program Title (English) : Quantitative analysis of nickel in iridium electroplating film using D-SIMS  
 利用者名(日本語) : 岸信人  
 Username (English) : N. Kishi  
 所属名(日本語) : 株式会社アドバンテスト  
 Affiliation (English) : ADVANTEST CORPORATION  
 キーワード/Keyword : ニッケル、定量、分析、二次イオン質量分析装置(D-SIMS)、標準試料

### 1. 概要(Summary)

イリジウム(Ir)めっき膜は、低比抵抗・高硬度・高融点であることから、電気接点の表面に使われる場合があるが、ニッケル(Ni)等の不純物が表面で酸化すると接触抵抗が高くなり問題となる。従って、めっき膜に不純物として取込まれている Ni の量を予め調べておくことは重要である。

金属中の微量元素の分析には二次イオン質量分析法(SIMS)が適しているが、検出した元素の量を知るためには標準試料を使用した感度校正が必要となる。

今回は、内部標準を使う方法[1]を適用して、SIMS による Ir めっき膜中の Ni の定量分析を試みた。

### 2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】二次イオン質量分析装置(D-SIMS)

【実験方法】

分析対象の Ir めっき膜に対して、既知量の Ni イオンを直接注入することで標準試料を兼ねた分析サンプルとし、その膜中の Ni の深さ方向分布を D-SIMS(PHI 社製 ADEPT-1010) の定量分析機能を使用して測定した。

分析に使用したサンプルは、Ti/Au のスパッタ膜が付いた Si 基板の表面に、市販のめっき液(新品)を使用して Ir めっき層(純度 99.9%以上、厚さ約 0.5 μm)を成膜し、その表面からドーズ量  $10^{15}$  atoms/cm<sup>2</sup> の <sup>58</sup>Ni イオンを 190 keV のエネルギーで注入することにより作製している。成膜やイオン注入は、外部機関の工程を使用して行った。分析用の一次イオンとしては、酸素イオン(加速電圧 5kV、イオン電流 30 nA、スキャン範囲 0.2 mm<sup>2</sup>)を選択した。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

分析した結果を Fig. 1 に示す。Fig. 1 は <sup>58</sup>Ni とその同位体である <sup>60</sup>Ni の深さ方向分布を表している。<sup>60</sup>Ni の分布から、めっき成膜時に取込まれた Ni は、表面に向か

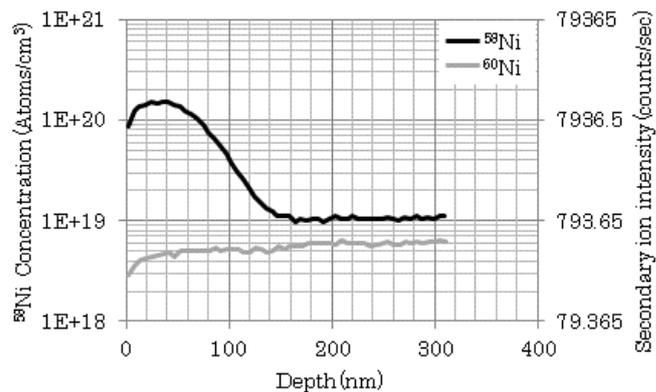


Fig. 1 Depth profiles of <sup>58</sup>Ni and <sup>60</sup>Ni (right axis), and quantified result for <sup>58</sup>Ni (left axis).

って徐々に減少した形の分布状態であると予想できる。深さ 150 nm より深い部分の <sup>58</sup>Ni は、一定の比率を保って <sup>60</sup>Ni に追従した分布であるため、めっき成膜時に取込まれた Ni であると考えられる。一方、150 nm より浅い部分の <sup>58</sup>Ni は、<sup>60</sup>Ni に追従させた予想値を常に上回っており、この増加分が注入した <sup>58</sup>Ni イオンによるものとなる。強度の増加分と注入したイオンのドーズ量との関係から、<sup>58</sup>Ni に対する相対感度因子(1.26E+16)が得られ、<sup>58</sup>Ni の濃度は Fig. 1 の左軸の様に求まった。同位体比を考慮し、深さ 200 nm の Ni は 0.02 at.%程度であるとわかった。

### 4. その他・特記事項(Others)

・参考文献:[1]D.ブリッグス 他,表面分析:SIMS,p.194, アグネ承風社(2003)

### 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

### 6. 関連特許(Patent)

なし。