

## 第5 1回分析技術共同研究分析手順書

### 分析試料と分析項目

I	無機分析	無電解ニッケルーりん皮膜分析
II	材料評価1	X線粉末回折
III	材料評価2	HfO <sub>2</sub> 膜厚測定

### I 無電解ニッケルーりん皮膜分析

担当：小池 明夫（長野県工業技術総合センター）

#### (1)分析項目

①ニッケル（Ni） ②りん（P） ③ビスマス（Bi） の3元素とします。

#### (2)試料

試料はボールミルにより破碎しています。分級は60メッシュ以上です。1機関あたり5gを配布します。配布試料量内で、上記の3元素の分析をお願いします。

#### (3)分析方法

分析方法は指定しません。

（参考）JIS H 8645 無電解ニッケルーりんめっき 付属書3（規定）めっき皮膜の化学成分含有率試験法にニッケル及びりんの記載があります。

分析は2回行い、分析値の相加平均をとり、ニッケル、りんは（質量%）で、ビスマスは(mg/kg)で表示してください。報告値は、整数部分が3桁の場合は小数点以下1桁まで、整数部分が2桁の場合は小数点以下2桁まで報告してください。

#### (4)報告値と報告方法

あらかじめ定められた電子ファイル（EXCEL）の報告書書式に数値を入れ、電子メールにて下記提出先に報告して下さい。数値の丸め方は JIS-Z8401（数値の丸め方）に従ってください。

#### 【試料に関する問い合わせ】

長野県工業技術総合センター

精密・電子技術部門 化学部 小池明夫

TEL：0266-23-4000、 FAX：0266-23-9081

E-mail：koike@seimitsu-ri.pref.nagano.jp

## II X線粉末回折

担当：林 茂雄（三重県工業研究所）、小島勇夫（産総研）

### 1. 目的

本年度で初回のトレーニングを含めて5回目となるX線粉末回折の共同研究では、第2～4回の相組成分析（定量分析）と同様に未知試料を解析します。今回は非晶質相の定量分析を目的に、試薬等を人工的に混合調製したものを未知試料とします。本共同研究を通じて、参加者がX線粉末回折法による定量分析の特徴を理解し、分析方法を習得することが期待されます。

### 2. 内容

非晶質相を含む試薬等を人工的に混合調製したものを未知試料として、粉末X線回折法による定量分析を行います。なお、定量手法として、内部標準（コランダム）法を用い、解析には、リートベルト法を用います。

### 3. 配布物

- (1) 未知試料：1種類（内部標準物質を一定量添加済みのもの）
- (2) 手引き書等
  - ①共同研究の手引き書
  - ②解析ソフトウェアのダウンロードとインストール方法の手引き書
  - ③X線回折データの変換プログラムの使用方法
  - ④報告書に添付するデータファイル等の作成方法
- (3) 配布ソフトウェア

### 4. 報告書

指定の書式に必要事項を記入して報告していただきます。（前回までと同様です）

#### 【連絡先】

小島 勇夫

産業技術総合研究所 計測標準研究部門 先端材料科

〒305-8565 茨城県つくば市東 1-1 中央第5

tel&fax: 0298-61-4623

i.kojima@aist.go.jp

### Ⅲ HfO<sub>2</sub>膜厚測定

担当：小島 勇夫（産総研）、福本 夏生（産総研）

半導体デバイスでゲート絶縁膜として用いられる予定のHigh-k材料に関連する課題として、スパッター成膜されたHfO<sub>2</sub>薄膜の膜厚測定について実施する。種々の手法を用いることが可能であるが、標準物質が存在しないことから、精度を保証した測定値の比較を行うことは困難である。従って、ここでは、装置の性能の比較を主たる目的とする。

#### 1. 測定対象：

HfO<sub>2</sub>薄膜の膜厚、深さ方向分布、Hf量等

#### 2. 配付試料：

HfO<sub>2</sub>/Si(100)、サイズ 約 15 mm x15 mm、1 個。

C, Ar, F などの不純物が含まれている。

複数の手法を用いる場合、あるいは、破壊的手法が含まれる場合はその旨申告すること。必要数の試料を提供することは可能である。

#### 3. 測定方法：

測定手法は問わない。下記に可能な手法を挙げるが、報告値は長さの単位で表示するため多くの場合は適切な標準試料をレファレンスにする必要がある。

ARXPS（角度分解 XPS）→ 可能なら 5 点以上の異なる放出角度で測定する。

SIMS, AES（スパッター深さ方向分析）

→通常用いる薄膜標準試料をレファレンスに膜厚を計算する。

TEM → Si 格子像をレファレンスとする。

その他、Hf 量に関する測定も歓迎する。

#### 4. 報告：

独自のフォーマットにて提出すること。

ARXPS については、データ処理が複雑になるため、データ処理用の EXCEL ファイル提供を検討する。

#### 【連絡先】

小島 勇夫

産業技術総合研究所 計測標準研究部門 先端材料科

〒305-8565 茨城県つくば市東 1-1 中央第 5

tel&fax: 029-861-4623