

# ルテニウム金属中の塩素の非破壊分析

利用者 丸子智弘、渡邊俊一、秋葉崇、鈴木雄、住谷拓志  
所属 (株)フルヤ金属

## 1. はじめに

汎用コンピュータの記録装置として使用されるハードディスク(HDD)は、近年、記録層の一部に金属ルテニウムを用いた人工多層膜のものが主流となりつつある。記録層の作製は通常、スパッタリング法にて行われるが、その元となるスパッタリングターゲットは金属ルテニウムを加工して作製され、製品の安定性の面から高い純度が要求される。そのため、金属ルテニウム中の不純物分析にも高い精度が要求され、一般的にグロー放電質量分析法(GD-MS)や誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)を用いて定量分析を行っている。しかし、ルテニウム中の塩素(Cl)分析に関しては、前処理方法や分析精度の問題から課題が多い。

そのため本研究では、高い精度を持つ中性子即発線分析によって金属ルテニウム中の塩素を非破壊で検出し、濃度既知の塩素標準試料を用いて比較法および標準添加法(共に検量線法)による定量が可能か検証した。

## 2. 実験方法

試料: ルテニウム試料は、粉末試料とバルク体試料を使用した。また、比較法および標準添加法の標準試料として塩化アンモニウム(和光純薬、JIS特級)を用いた。なお、ルテニウムバルク体は、GD-MS分析から塩素の濃度が100ppm程度と推定されている試料である。

手順:

比較法による定量

塩化アンモニウムおよびルテニウム中の塩素を測定し、一定時間における測定カウント数と試料重量のそれぞれの比からルテニウム試料中の塩素を算出した。なお、Clを定量するために用いた分析線は1165keVである。

標準添加法による定量

の比較法で測定したのと同じルテニウム粉末を507.63mg、501.56mg、506.57mgに小分けし、それぞれに塩化アンモニウム粉末を、5.31mg、10.23mg、20.76mg加えて十分に混合した試料を作製した。これらの試料を測定し、塩素-ルテニウム重量比と、塩素-ルテニウム計数比から検量線を作成し、で測定したデータとの相関から塩素量を算出した。ルテニウムに起因する分析線は540keVを、塩素に起因する分析線は517keV、788keV、1165keVであることを確認した。

## 3. 実験結果

比較法による定量 塩化アンモニウムの測定結果と、そこから算出したルテニウム粉末およびバルク体の測定結果を表1に示す。バルク体に関しては、サンプリング箇所、測定時間に関して条件を振り分け、3回測定したが、ほぼ100ppm程度の分析値となり、GD-MS分析値と近い値となった。

標準添加法による定量

表2に標準添加法による塩素の計数比を、図1に計数比を用いたルテニウム-塩素の重量比の検量線を示す。いずれの分析線においても、直線性を示した。この結果から、1165keVの数値を採用して比較法で測定した試料の塩素濃度を算出すると、パウダーは $132 \pm 4$ ppm、バルク体No.1~No.3はそれぞれ、 $85 \pm 3$ ppm、 $105 \pm 1$ ppm、 $106 \pm 2$ ppmという値が得られた。

表1 比較法による塩素濃度測定結果

試料名	試料重量(mg)	測定時間(sec)	計数	塩素濃度(ppm)
NH <sub>4</sub> Cl	5.394	1,000	9,263±109	—
Ru Powder	611.66	4,586	558±192	116±32
Ru Balk No.1	863.78	3,956	493±180	84±31
Ru Balk No.2	798.91	35,890	4,959±515	101±10
Ru Balk No.3	798.91	19,000	2,880±443	102±16

表2 標準添加法による塩素の計数比

試料名	Cl/Ru (g/g)	517keV	788keV	1165keV
No.1	0.00693	0.1282±0.0022	0.1427±0.0184	0.1303±0.0017
No.2	0.01352	0.2274±0.0030	0.2677±0.0028	0.2399±0.0024
No.3	0.02716	0.4452±0.0052	0.5254±0.0049	0.4656±0.0043

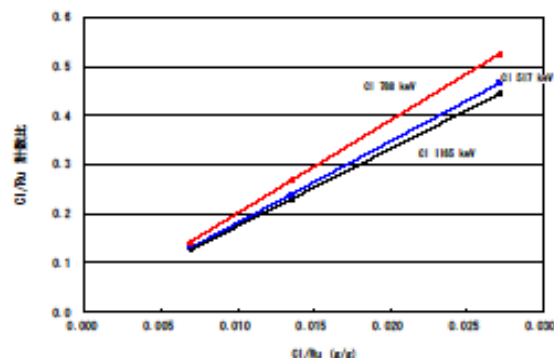


図1 ルテニウム-塩素の重量比と計数比

## 4. まとめ

金属ルテニウム中の塩素を、即発線分析によって非破壊で分析する事が出来た。比較法による分析では、他の分析法と同等の値を示し、また同一試料間での再現性も得られ、即発線分析の精度の良さが伺えた。また、標準添加法では計数比に直線性が得られた。測定回数を増やしてプロット数を多く取ることににより、さらに精度の高い分析手法になると期待している。