

(様式第4号)

金めっき膜中のタリウムの微量分析評価 2

Evaluation of small quantity analysis for Tl in electrodeposited Au films

齋藤 美紀子
Saito Mikiko早稲田大学・ナノテクノロジー研究所
Waseda Univ. Nanotechnology Res. Lab.

1. 概要

Auめっき膜形成時のタリウム添加効果を明らかにすることを目的に、シンクロトン放射光による全反射蛍光 X 線分析を行った。タリウム標準試料、タリウム添加量を変化させた Auめっき膜試料を準備し、実験を行った。12.2 keV のタリウム L β 殻に相当する蛍光 X 線のエネルギーのピークの有無からタリウム有無の評価を行った。タリウムの添加量の多い (200 mg/L) Auめっき膜においてタリウムの存在を確認した。一方タリウムを微量添加した (30 mg/L) Auめっき膜ではタリウムのピークを確認できなかったことから、タリウム添加量により Auめっき膜中への取り込み量が異なることが推定された。

(English)

X-ray Fluorescence Analysis with synchrotron radiation was performed in order to clarify the additive effect of Tl in Au electrodeposited films. The Au electrodeposited films formed with and without Tl and a standard Tl sample were prepared. The existence of Tl in the films was confirmed with a peak at 12.2 keV which corresponds to X-ray fluorescence energy state for Tl L β . The peak was observed when the additive quantity of Tl was 200 mg/L. However, the peak was not observed when the additive quantity of Tl was lower, such as 30 mg/L. It was suggested that the quantity of the Tl in the films was different with additive quantity of Tl to the bath.

2. 背景と研究目的：

Auめっき膜は優れた耐蝕性、伝導性、硬度などの特性の観点から電極材料、コネクタ材料などに用いられており、多くの電子機器、携帯電話などにも使用されている。また装飾品としても使用されている。一方 Au はイオン化しにくい材料であることからシアン溶液を用いためっき液が用いられている。最近では、シアンは毒性の問題があり、環境を配慮し、ノンシアンの検討も行われている。また、めっき法においては膜物性を良好にするため、さまざまな添加剤が用いられている。これらは理論的な解明よりもむしろ経験的に使用されてきた経緯がある。今回検討を予定しているタリウムもその添加剤の一つである。しかし、タリウムもまた、

毒性の強い材料であることから、タリウムと同様の効果をもたらす添加剤を選出していくためにもタリウムの効果を明らかにしていくことが必要であり、本実験もその試みの一つである

3. 実験内容：

測定に用いた試料の概観図を図 1 に示す。20mm \square Si基板にスパッタリング法を用いてTiを 10 nm、Niを 100 nm形成した基板を用いて、タリウムを添加しためっき浴を用い、電解めっき法により 0.3~2.0 μ m 厚の Auめっき膜を形成した。またタリウム標準試料を樹脂封止した試料についても評価を行った。評価は九州シンクロトン光研究センター、BL-15を用いて蛍光 X 線の全反射分析により行った (図 2 参照)。

Ti/Ni スパッタ膜



図 1 評価試料の構成

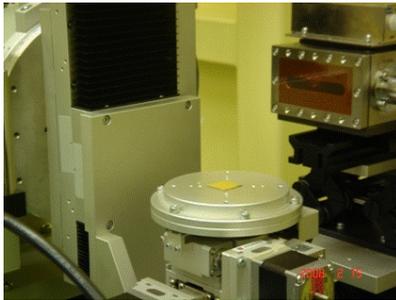


図2 測定概観図

4. 結果、および、考察：

図 3 にタリウム標準試料にシンクロトロン放射光から分光した X 線を入射させたときの蛍光 X 線のエネルギーとその強度について調べた結果を示す。前回の評価結果から Au とタリウムを識別できる X 線エネルギーは 12.2 keV のタリウム LB 殻に相当するエネルギーであることを確認しており、このエネルギーにおけるピークに着目し、評価を進めた。

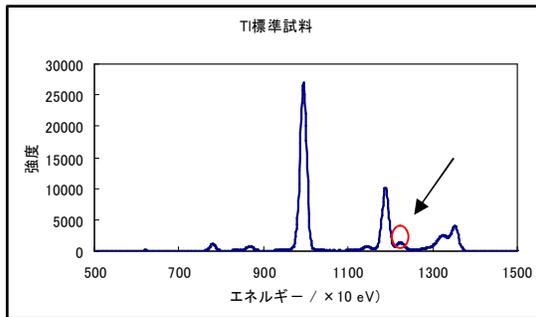


図 3 シンクロトロン放射光を用いた蛍光 X 線分析結果 タリウム標準試料

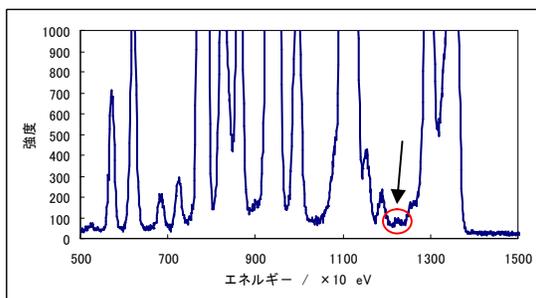


図 4 シンクロトロン放射光を用いた蛍光 X 線分析結果 タリウム添加の Au めっき膜

次にめっき浴にタリウム 200 mg/L を添加し、作製した Au めっき膜の試料に全反射となるような条件で X 線を入射させたときの蛍光 X 線のエネルギーとその強度について調べた結果を図 4 に示す。12.2 keV のタリウムの LB 殻に相当するエネルギーを確認でき、Au めっき膜中にタリウムが取り込まれることを確認した。図 5 にはタリウムの添加量を 30 mg/L と約 10 分の 1 程度にし、作製した膜の評価結果を示す。測定結果からはタリウムの存在を確認することはできなかった。

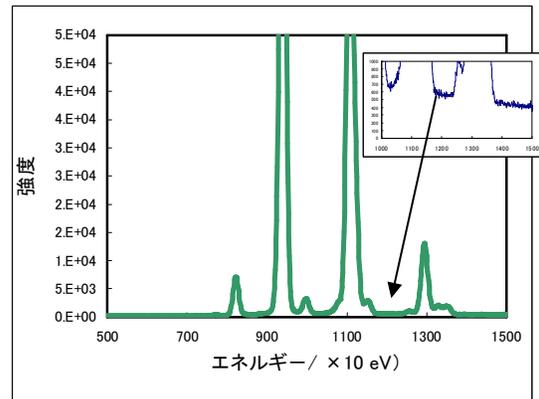


図 5 シンクロトロン放射光を用いた蛍光 X 線分析結果 微量タリウム添加の Au めっき膜

5. 今後の課題：

今回の全反射蛍光分析評価結果から Au めっき膜中のタリウムのピークを確認でき、タリウムがめっき膜中に存在することが確認できた。また、タリウムの添加量の少ない試料ではそのピークが確認できなかったことから添加量によりその取り込み量が異なることが推定された。全反射による分析であることから極表面にタリウムが多く存在することを示す結果であるとも考えられる。今後はめっき膜深さ方向に対するタリウムの偏析に関する評価を行う予定である。

6. 論文発表状況・特許状況

7. 参考文献

8. キーワード

・ 蛍光 X 線

物質を X 線で照射したときに原子の内殻軌道の電子を励起放出し、この空準位に高い準位の電子が移るときに放射される特性 X 線のこと。