

(406) 高純度金属 (Mo・W) 中の微量不純物元素の分析方法

大同特殊鋼(株)新素材研究所 工博 藤根道彦, ○伊藤清孝

中央研究所 茂木 文吉

1. 緒言 半導体などの電子工業を中心として、各種の高純度金属が使用されている。今回筆者らはVLSI用の電極材料として、注目されている5N純度のMo, W金属中の微量不純物元素の分析法について検討したので その概要を報告する。

2. 実験方法 分析元素および測定装置をTable 1に示す。Na~Cuの10元素についてはFig. 1に示すイオン交換分離処理¹⁾をした後測定した。Uについては、水酸化鉄共沈²⁾ - 溶媒抽出処理をして測定した。

3. 前処理法の検討

(1) 試薬の選択 : 試薬はいずれも特級あるいは電子工業用試薬を用いた。Naについては、同じグレードでも高値を示すものがあり厳選して使用した。

(2) イオン交換分離: 酸濃度, 溶離液量を変えて分離条件を検討した結果をFig. 2に示す。0.2N HClでMoを洗浄除去した後、1N、6N HClで溶離し分析に供した。

(3) Uの前処理: Moを分離するために水酸化鉄共沈を2回実施した後、Feを分離するために酢酸エチルで溶媒抽出を行った。回収率は96%であった。なお、Wについてもほぼ同様の処理条件が適用できることを確認した。

4. 測定結果 主な元素の回収率をTable 2に示す。また5N純度のMo, Wの分析結果と合成した溶液(5 μ g/100ml)による連続くり返し精度をTable 3に示す。本法によれば、数十~数百ppbレベルの分析が十分可能である。

Table 1 Instrument

Element	U	Na	K	Mg	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Co	Cu
Instrument	Fluorescence Spectrometer	Flameless Atomic Absorption	Inductively Coupled Plasma								
Apparatus	HITACHI F3000	SHIMADZU AA670G	SHIMADZU ICPV-1000								

Table 2. Recovery test of Na, Ca, Cr, and Fe

	Na	Ca	Cr	Fe
Sample (μ g)	<0.01	0.02	0.09	0.28
Added (μ g)	1.00	0.60	1.00	1.06
Found (μ g)	0.75	0.64	0.89	1.04
Recovery (%)	75	103	80	72

Table 3. Analytical results for Mo and W.

(n=10, unit: ppm)

	U	Na	K	Mg	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Co	Cu
Purified	Mo	<0.001	0.11	0.02	0.02	0.07	<0.05	<0.02	0.4	0.1	<0.02
Powder metal	W	<0.001	0.20	0.02	0.04	0.45	0.39	0.04	0.4	0.1	<0.02
Precision	Mo	0.0001	0.003	0.003	0.004	0.016	0.010	0.006	0.035	0.042	0.007
σ (5 μ g/100ml)	W	0.001	0.004	0.004	0.003	0.015	0.011	0.007	0.037	0.052	0.009

5. 文献 1) W. T. Hall: "Analytical Chemistry", Vol.1, p.544 (1930) (J. Wiley & Sons, Inc., New York)

2) 大道寺, 田村, 松原, : 分化, 34, p. 340, (1985)

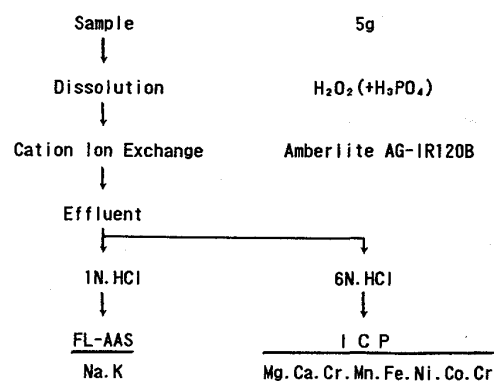


Fig 1. Flow sheet for chemical separation of Na, K and other elements.

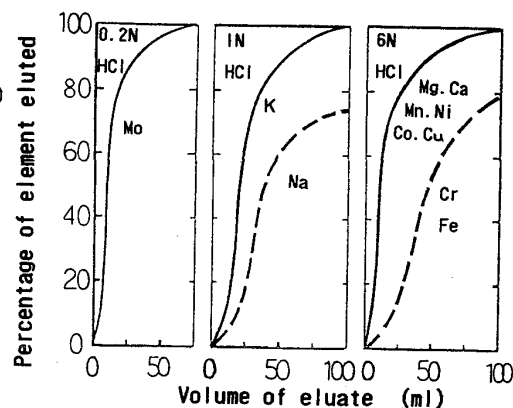


Fig 2. Separation of Mo, Na, K and other elements.