



エックス線光電子分光分析 (XPS)

概要

エックス線光電子分光分析 (X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS あるいは Electron Spectroscopy for Chemical Analysis : ESCA) は表面分析法の一つで、物質にエックス線を照射した時に発生する光電子のエネルギーと強度を測定することにより、組成や化学状態を分析します。光電子は脱出深さ (吸収されずに試料表面に到達し真空中に放出される深さ) が非常に小さいため、表面から数ナノメートルの深さの領域だけを分析できます。薄膜など表面改質により機能を発現する材料の分析、合金表面の酸化膜の分析、機能劣化につながる表面変質層の特定などに非常に有効な装置です。SEM-EDXなどバルクの成分分析を行う手法と組み合わせることにより、試料表面からバルクに至るまで全体を俯瞰した構造を知ることができます。

原理

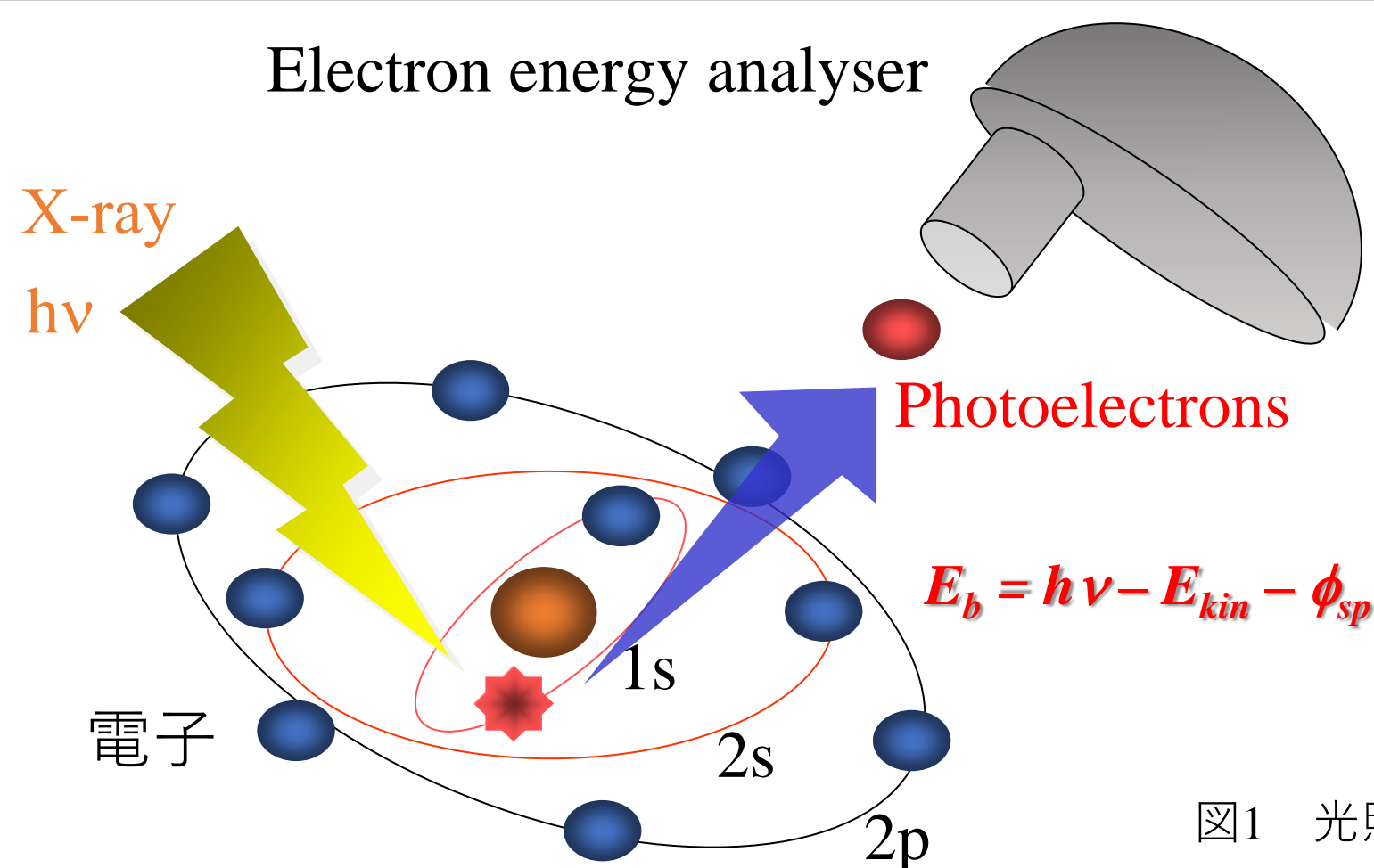


図1 光照射による光電子発生模式図

超高真空中でX線 (hv) を試料に照射し、光電効果によって放出された光電子の運動エネルギー (E_{kin}) と数を測定し、その電子の結合エネルギー (E_b) を求めます。結合エネルギーは元素固有の値を持つこと、結合状態によってわずかに変化すること (化学シフト) から、試料表面を構成する元素の組成、化学結合状態の推測が可能となります。

- 周期律表でLiより原子番号の大きい元素の検出が可能、検出限界は0.1~1at%程度(元素により異なる)
- Ar⁺イオン銃によるスパッタエッチングや試料傾斜を併用することにより深さ方向分析が可能
- 中和銃の使用により絶縁物の分析が可能
- 試料移送容器を使用することにより、大気暴露せずに分析を行える

装置仕様

- 島津製作所(KRATOS) AXIS-ULTRA DLD
2009年10月導入
- ・ X線源：単色化Al K α ：非単色化Al/Mg K α デュアル線源
 - ・ 最小分析径：15 μ m
 - ・ エネルギー分解能：最高0.48 eV (Ag 3d_{5/2})
 - ・ スパッタリング：Ar⁺イオン銃、1-4 kV
 - ・ トランスファーベッセル



XPS装置の外観

測定例

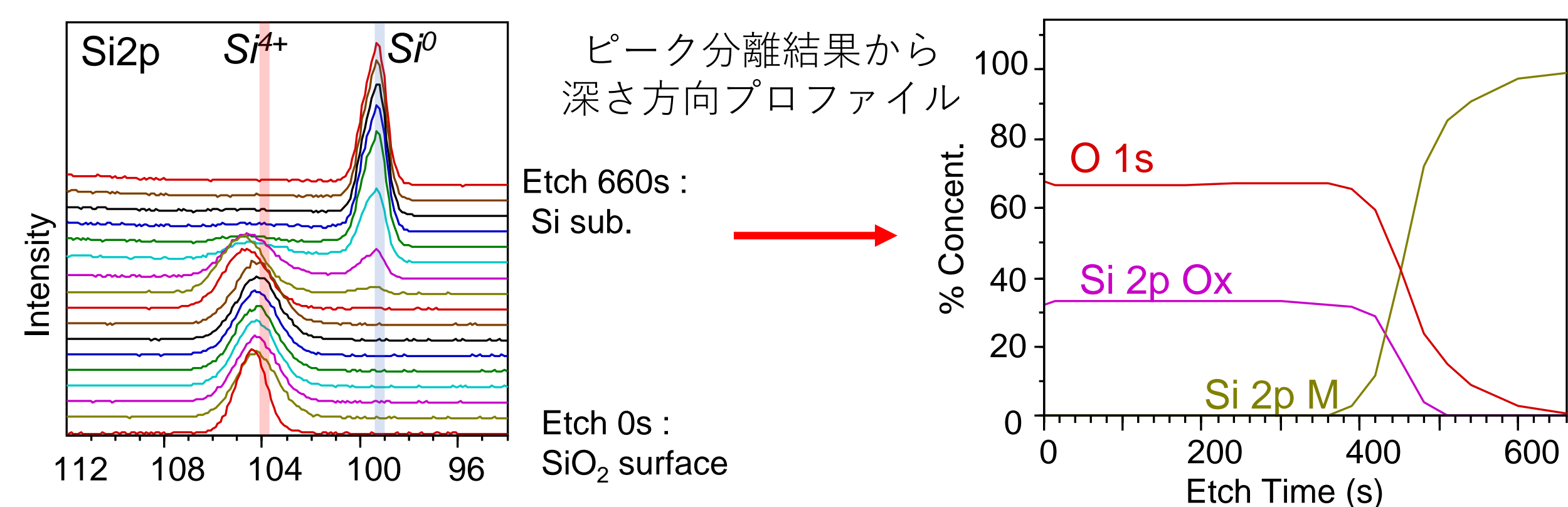


図2 SiO₂/Si膜の深さ方向分析 分析とエッチングを繰り返すことによって、深さ方向の元素分布が得られる。エッチング400s程度まではSi₄価と酸素が検出されていたが、内部ではSi単体のピークになっている

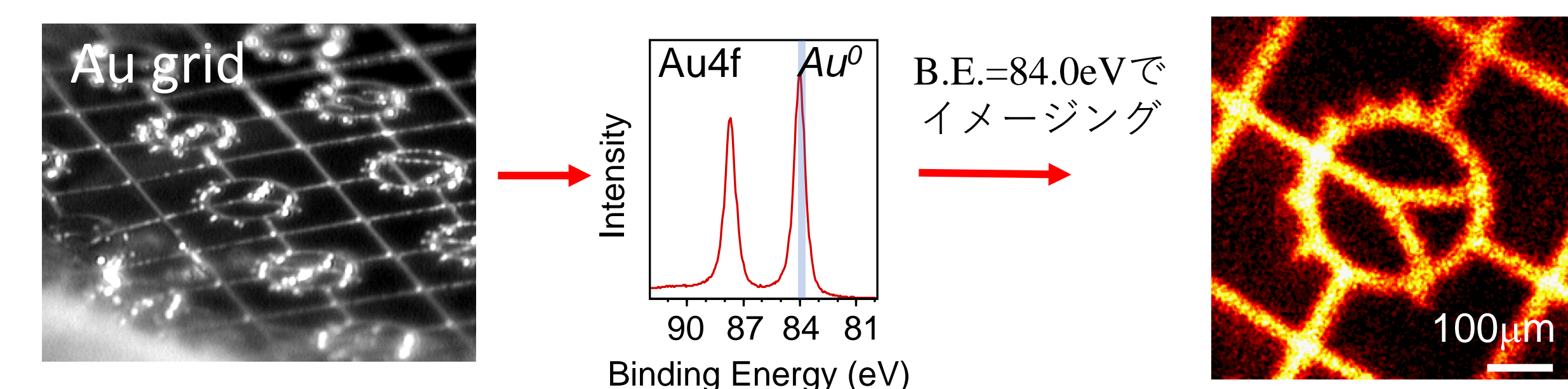


図3 Au グリッドのイメージング ピークエネルギーを指定して面内の分布を測定できる

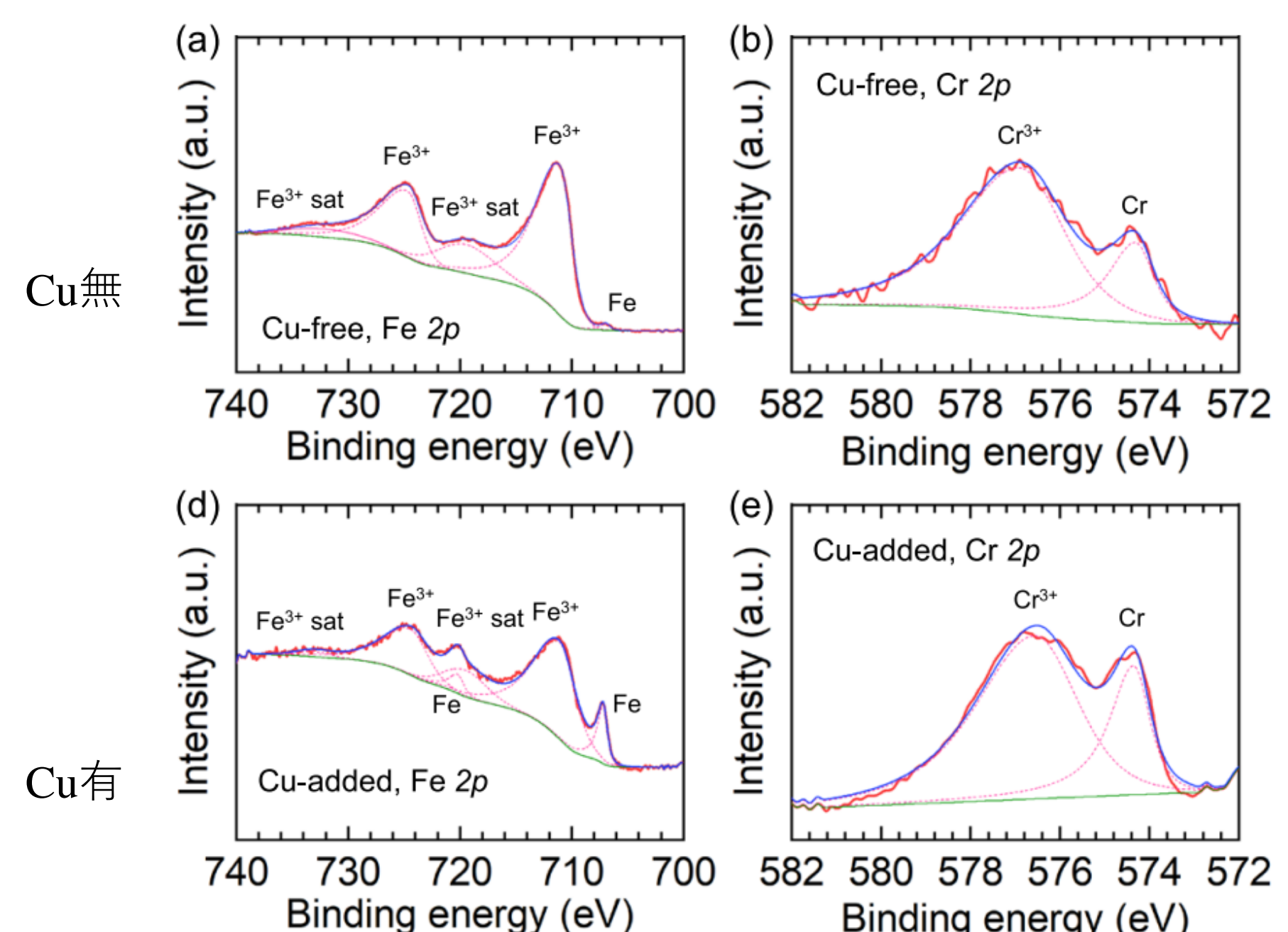


図4 1M H₂SO₄水溶液に1h浸漬後のFe2p、Cr2pスペクトル：Cu有では酸化物の生成が抑制され、Fe-Cr-W-C合金の耐食性が向上する