



高度計測センター NEWS

第6号

2010年12月1日

技術の解説

走査型X線光電子分光分析装置(XPS)の紹介

X線光電子分光分析装置(X-ray Photoelectron Spectroscopy)は、試料表面の極薄い層(数nm)の元素分析(水素、ヘリウム以外)、半定量分析(検出限界~0.1at%程度)および化学結合状態分析ができます。金属や半導体、酸化物、セラミックス、有機物などの絶縁物試料等、あらゆる固体が対象です。また、アルゴンイオンスパッタリングを併用することによって深さ方向の分析も可能です。

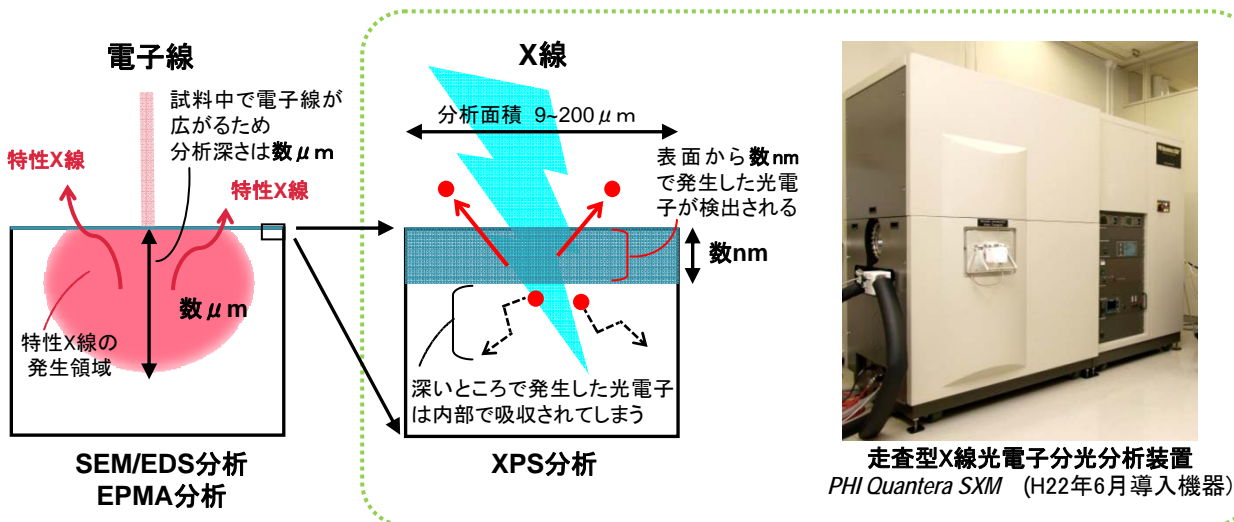


図1 各装置による深さ情報範囲

SEM-EDS分析、EPMA分析では特性X線が深さ数 μm の領域から発生するため、最表面のみの情報を得ることができません。

薄いシミ、接点不良、接着や濡れ性の問題、洗浄評価などの表面の問題を解決するためには、材料の最表面だけの情報を得ることが必要です。

XPSは・・・

品質管理・トラブル対策

- 目視などでは確認できない表面付着物の分析
- 物質極表面のシミ、変色の解析
- 電子材料の接点不良など故障解析

調査・研究開発

- 材料の表面改質評価
- 材料の洗浄評価
- 金属薄膜の組成、化学結合状態の評価
- 多層膜の深さ方向の組成・結合状態・拡散状態の分析

など、材料の表面の問題を解決します。

技術支援の事例

……高度計測センターで行った試験分析の支援事例です。トラブルの対策や技術開発などにお役にたて下さい。……

技術支援の事例1

ステンレス不動態皮膜の解析事例

ステンレスは、鉄(Fe)にクロム(Cr)という金属を添加した合金です。ステンレスがなぜ錆びにくいかというと、その表面が、空気中の酸素によって酸化されて0.003 μm (3 nm)程度の極めて薄い、化学的に安定したCrの酸化皮膜(Crに酸素、水酸基、水が結合した化合物)で覆われているからです。この皮膜は不動態皮膜と呼ばれています。この極表面に形成された不動態皮膜がステンレスの錆の発生を防いでいます。

解析目的 SUS316の表面について、電解研磨法とCMP法*の異なる方法で加工を行った。加工方法の違いによる不動態皮膜層のCr濃度、化学状態の違いについて評価を行う。

方法 アルゴンイオンスパッタリングを併用した深さ方向分析を行った。

結果 電解研磨法ではCMP法と比較して、図2より表面層3nm程のCrの濃度が高いことが明らかとなった。これは電解研磨の際、FeがCrより溶出速度が速くCrの濃度が濃縮されるためと考えられる。さらに図3にCr2pのスペクトルを示す。電解研磨法で得られたスペクトルの酸化CrピークがCMP法の酸化Crピークより強度が高いことがわかる。このことから、電解研磨法表面はCMP法よりも酸化濃度が高い皮膜を有することがわかり、耐食性が良いことが考えられる。

* CMP法 (Chemical Mechanical Polishingの略: 化学的作用と機械的作用により、表面を平坦化する研磨加工法)

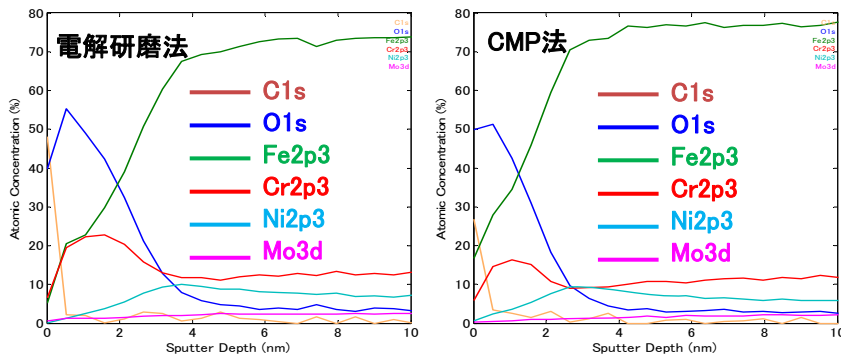


図2 深さ方向プロファイル

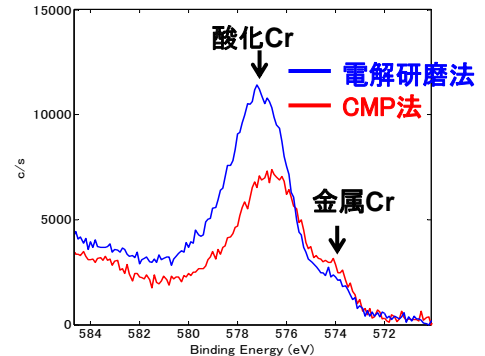


図3 Cr2pスペクトル

技術支援の事例2

金めっき端子上的シミの解析事例

金めっき端子上的シミ成分の分析を行った。

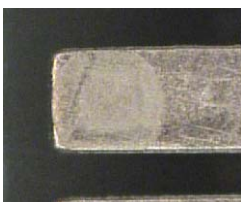


図4 光学顕微鏡像

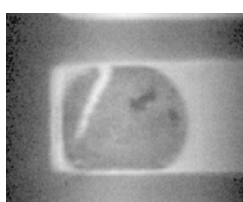


図5 X線励起二次電子像

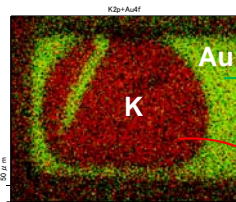


図6 元素マッピング

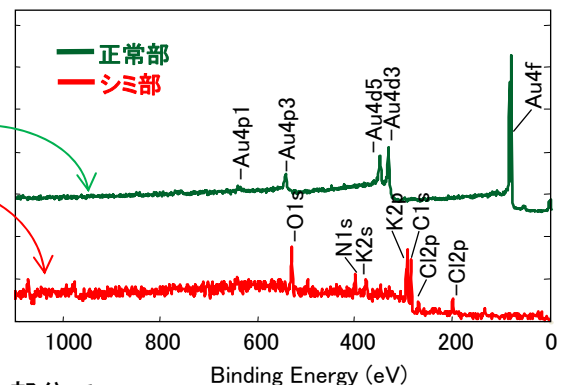


図4 ワイドスキャンスペクトル

解析目的 シミの成分を分析する

方法 ワイドスキャン測定による元素分析およびマッピング分析

結果 図4より正常部では金(Au)メッキのAuのみが検出した。シミ部分では下地の材料であるAuは検出されず、C、O、K、Cl、Nが検出された。シミ成分はK、Cl、Nであることがわかった。

【問合せ先】

材料解析グループ

竹内 純一(たけうち じゅんいち)

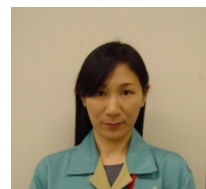
(Email: takeuchi@newkast.or.jp)



材料解析グループ

鈴木 操(すずき みさお)

(Email: msuzuki@newkast.or.jp)



(複製を希望する場合は当高度計測センターにご連絡ください)