

Application News

No. K67

X線光電子分光法

XPSによる有機物の化学結合状態解析

XPS (X線光電子分光法: X-ray Photoelectron Spectroscopy) は、物質表面約 10 nm に存在する元素の定性・定量分析に加え、化学結合状態の分析が可能な表面分析手法です。

物質の化学結合状態は材料の特性を決める重要な要素であり、XPS は、表面修飾の解析や樹脂劣化試験の評価、また電子部品の不具合解析といった場面などで幅広く利用されています。

精度の高い化学結合状態解析には、エネルギー分解能の高いスペクトルが必要です。ここでは、高いエネルギー分解能を持つ KRATOS ULTRA2™ で測定した有機物のスペクトルデータと波形分離の例をご紹介します。

■ エネルギー分解能によるスペクトル形状の変化

図 1 は、エネルギー分解能の異なる条件で測定した PLGA (Poly (lactic-co-glycolic acid)) の C1s スペクトルです。

高いエネルギー分解能で測定した青色のデータと、低いエネルギー分解能で測定した赤色のデータでは、青色の方が明確にピークを分離できていることがわかります。このように、精度の高い波形分離を行うには、高いエネルギー分解能のスペクトルが必要です。

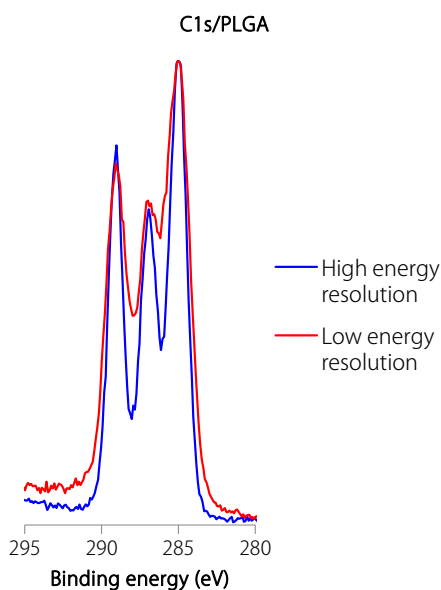


図 1 高エネルギー分解能（青色）と低エネルギー分解能（赤色）で測定した PLGA 試料の C1s スペクトル

■ 有機物の分析例

分析した有機物は、フィルム状の PI (Polyimide)、PET (Poly (ethylene Terephthalate))、PLGA (Poly (lactic-co-glycolic acid)) の 3 点です。試料は試料ホルダーにカーボンテープで固定し、帯電中和をかけて測定を行いました。励起源は Monochromatic AlKα を用いました。測定データは、各試料の C1s スペクトルです。

各スペクトルは化学結合状態を解析するために波形分離を行いました。

● PET の分析例

図 2 は、PET の C1s スペクトルと構造式です。XPS では、化学結合状態に対応したピークシフトが観測されます。

各ピークにコンポーネントをフィットして波形分離することにより、図中の表のように化学状態の比率を求めることができます。この例では、大気に触れた試料は、炭化水素によるコンタミネーションが付着し、表面は構造式通りの比率になっていないことがわかります。

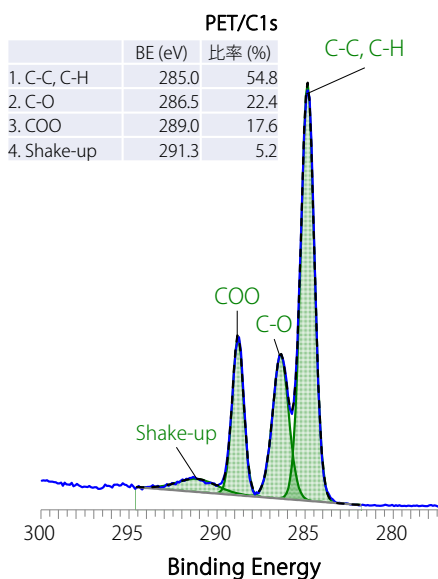
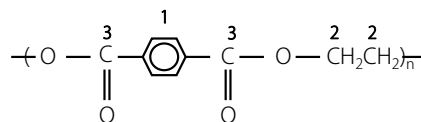


図 2 PET の C1s スペクトルと構造式

● PLGA の分析例

図3に、PLGAの一般構造式とC1sスペクトルを示します。スペクトル形状より、3本のピークで波形分離を行いました。

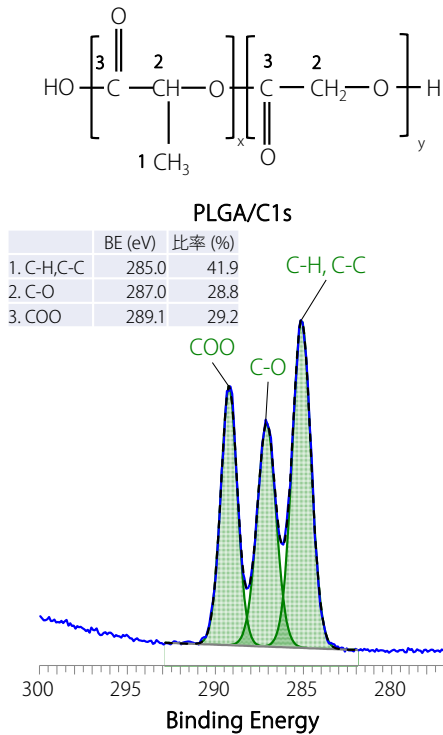


図3 PLGAのC1sスペクトルと構造式

● PI の分析例

図4に、PIの構造式とC1sスペクトルを示します。波形分離は、4本のピークで行いました。PIは構造中にベンゼン環を持つため、特徴的な Shake-up ピークが検出されています。前述の PET も同様に Shake-up ピークが検出されています。

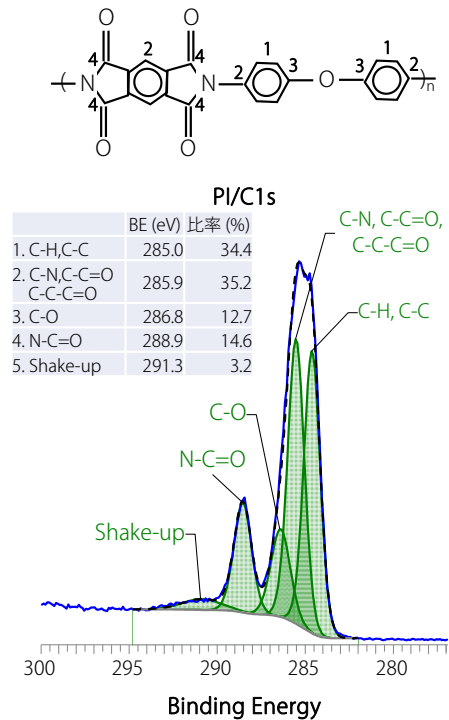


図4 PIのC1sスペクトルと構造式

■ まとめ

XPSで測定した、スペクトルの波形分離による有機物の化学状態解析例を紹介しました。

これを応用することで、PET、PLGA、PIなどの基本構造が明らかな物質のみならず、未知の試料に対しても同様の解析が可能です。例えば、製造工程で生じた不具合品の解析では、表面に存在する元素種および化学結合状態の解析によって、不具合が発生した工程を特定することができます。

弊社の XPS は、高いエネルギー分解能と高効率な帯電中和機構を備えており、精度の高い化学状態解析に貢献します。

ULTRA2 は、株式会社島津製作所の商標です。
本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年7月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。