

Application News

No. K75

X線光電子分光法

Ag L α 線源を用いた アルミニウムと銅の分析

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。

XPS は検出されるピークのエネルギー値を用いて分析を行いますが、試料に含まれる元素の組み合わせによっては、近隣のピークが重なってしまい、目的の分析ができないことがあります。通常このような場合、別軌道のピークを用いますが、例えば Al、Cu の両者が含まれているジュラルミンなどの試料はアルミニウムが銅のピークと重なってしまうため、アルミニウムの化学結合状態の解析は困難とされてきました。しかし近年、より高いエネルギーの X 線源を用いることで、従来の Al K α 線で励起できない、より内殻軌道の電子を励起し、ピークの重なりを回避して分析する手法が用いられるようになりました。ここでは、Al K α 線の約 2 倍のエネルギーをもつ Ag L α 線を用いて、アルミニウムと銅が同一分析箇所が存在する試料を分析した例を紹介します。

S. Watanabe

■ モノクロ Ag L α 線源について

Ag L α 線は 2984.2 eV のエネルギーを持っており、これは Al K α 線の 1486.6 eV の約 2 倍となっています。励起源のエネルギーを高くすることで、得られるメリットは大きく 2 つあります。1 つは、Al K α 線では不可能な、より内殻軌道の電子を励起できることです。もう一つは、Al K α 線より深くからの情報が得られることです。Ag L α 線では Al K α 線の約 2 倍の深さまでの情報を得ることができます。島津/Kratos 製高性能 X 線光電子分析装置 KRATOS ULTRA2™ ではこの 2 つの励起源を自動で切り替えて分析ができるため、同一分析箇所において、非破壊で情報深さの異なるデータを取得することも容易です。

■ 新たに励起できる軌道について

図 1 に Ag L α 線で新たに励起できる電子軌道の一覧を示します。

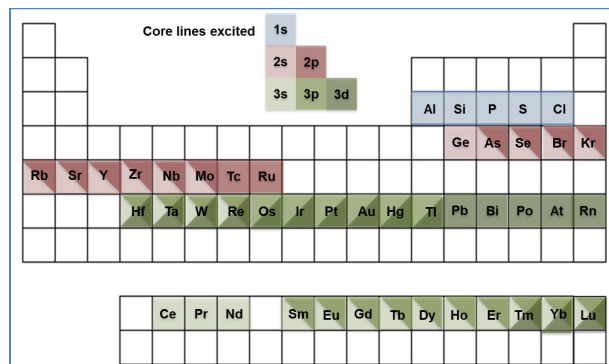


図 1 Ag L α 線で新たに励起できる軌道の一覧

■ 分析試料・分析位置について

分析試料は、図 2 のように家庭用アルミホイルを銅板 (純銅) で固定したものを用いました。分析位置は、アルミホイルと銅板の境目とし、同一箇所を Al K α 線および Ag L α 線を用いて測定しました。

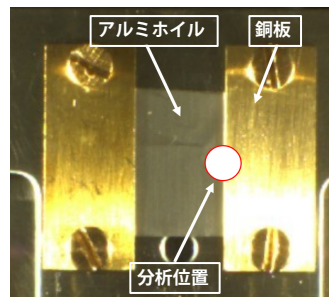


図 2 試料導入室カメラ像での分析試料と分析位置

■ Al K α 線での Wide スペクトル測定

図 3 に Al K α 線で測定した wide スペクトルを示します。wide スペクトルでは、Al 2p と Cu 3p、Al 2s と Cu 3s がそれぞれ重なっていることがわかりました。

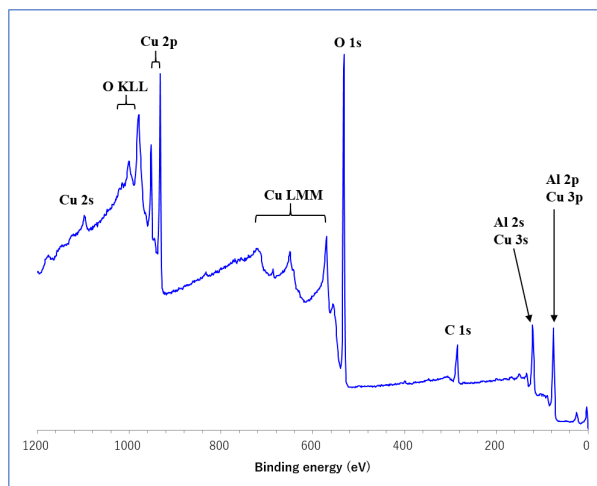


図 3 Al K α 線による wide スペクトル

■ Al K α 線での Al 2p, Al 2s スペクトル測定

Al K α 線で測定した Al 2s および Al 2p スペクトルを、それぞれ図 4 および図 5 に示します。どちらのスペクトルからも Al (0) ピークが明瞭に観察できますが、Al 酸化物ピークは Cu のピークに重なるため、その存在を確認することが困難であることがわかります。

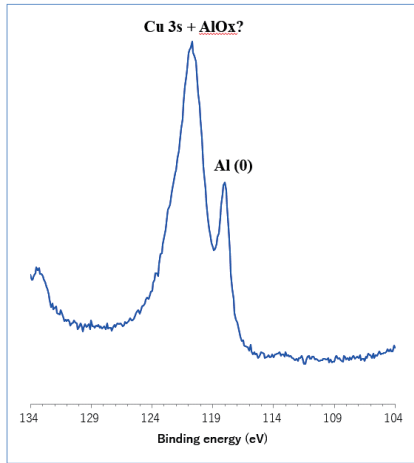


図4 Al K α 線源による Al 2s スペクトル

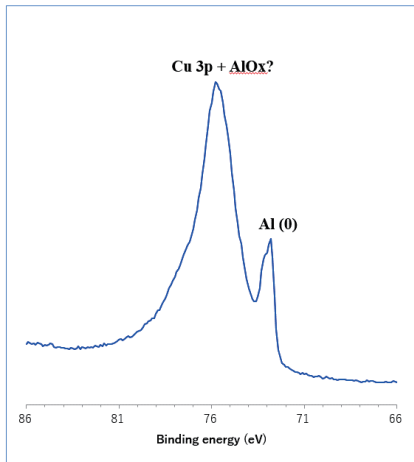


図5 Al K α 線源による Al 2p スペクトル

■ Ag L α 線での Wide スペクトル測定

図6に Ag L α 線で測定した wide スペクトルを示します。Al K α 線では励起できなかった Al 1s が検出されており、他のピークとの重なりがないことが確認できます。

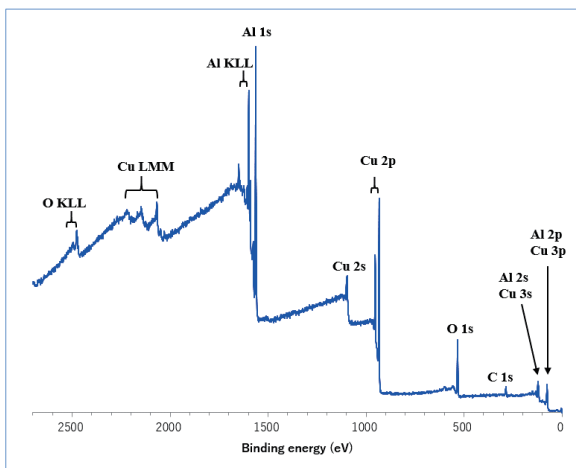


図6 Ag L α 線による Wide スペクトル

ULTRA2 は、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

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：2020年6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。

■ Ag L α 線での Al 1s スペクトル測定

図7に Ag L α 線で測定した Al 1s スペクトルの波形分離結果を示します。波形分離の結果より、アルミニウムの化学結合状態は金属と酸化物であることがわかりました。またその比率は、それぞれ 23.3%、76.7%となりました。酸化膜の厚みは計算により、約 5 nm と見積もることができました。これらの結果から、Ag L α 線を励起源として用いることで、従来は解析が困難であった元素の組み合わせでも、容易に化学結合状態の解析が行えることがわかりました。

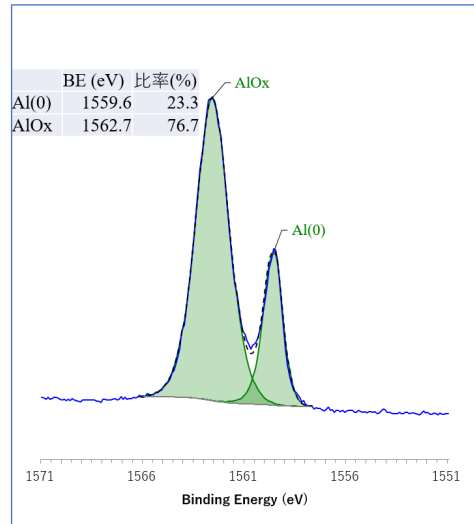


図7 Ag L α 線による Al 1s スペクトルの波形分離結果

■ まとめ

従来から用いられている Al K α 線の約 2 倍のエネルギーをもつ Ag L α 線を用いた XPS 分析を行いました。

Al K α 線では分析が困難な元素の組み合わせ (Cu, Al など) に対して、Ag L α 線でも新たに励起できるようになった内殻軌道の光電子ピークを解析することが、有効な手段であることがわかりました。

また、Al K α 線の約 2 倍の深さまでの情報が得られるため、スパッタエッチングによる試料ダメージが懸念される試料の非破壊深さ方向分析などにも有効な分析手法として注目されています。