

高感度・低ダメージスパッタリングの表面分析装置 “Arガスクラスターイオン銃搭載XPS”

筑波ラボラトリー 佐伯 敦恵

1 はじめに

近年、高機能化する新材料開発において、開発から生産までの各工程で、材料の表面や界面の化学結合状態を明らかにすることの重要性が高まっています。例えば、自動車の排気ガス処理用の触媒開発においては、触媒担体や担持金属の表面状態を評価することが、触媒活性の発現機構や劣化機構を解明するためには非常に重要です。また、材料の改質においては、開発や改良の為に、濡れ性等の表面物性と表面の化学構造を理解する必要があります。

2 X線光電子分光分析法

(X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)

XPSは、表面分析の代表的な手法の一つです。真空中での軟X線の照射により試料表面から放出された光電子を検出して試料最表面から数nmの深さに存在する元素の種類と化学結合状態を評価することができます。当社では、Arガスクラスターイオン銃を搭載した高感度XPS装置を新たに導入しました。また、大気非曝露での分析を可能とするグローブボックスや専用ホルダなど周辺機器も整備しました。これら最新型の装置では、特に以下の3つの特徴により、高分子、触媒、電池など様々な分野の材料評価を行うことが可能となりました。

■特徴1 高感度分析が可能

レンズ系や検出器の向上により、当社従来機種に比べて10倍以上の感度で分析可能です。これまで評価困難であった触媒中の微量な担持金属の化学結合状態や不純物等の組成を評価することが可能です。

■特徴2 有機材料に対して低ダメージでのスパッタリングが可能

XPSの分析深さが試料最表面から数nmであるため、それ以上の深さを評価するためには、Ar⁺イオンによるスパッタリングを使用します。しかし、Ar⁺イオンの場合、特に有機材料に対しては、スパッタリングに伴う化学構造の損傷が大きく、正確な構造情報を得ることが出

来ません。一方、数千個程度の原子からなるArガスクラスターイオンは、スパッタリングによるダメージが小さいため有機材料の表面化学構造の損傷を大幅に抑制した深さ方向分析が可能です。またArガスクラスターイオンは、試料表面に存在する有機物汚染の除去にも利用でき、試料本来の表面状態を評価することが可能です。

図1に代表的な高分子（ポリエチレンテレフタレート、PET）を用いた深さ方向分析の測定事例を示します。スパッタ時間が長くなると（図1赤→緑→青）Ar⁺イオンでは構造変化が起きますが、Arガスクラスターイオンでは殆ど起こりません。この結果から判るように、Arガスクラスターイオンではダメージを抑制した深さ方向分析が可能であり、高分子材料の表面改質効果や有機半導体の積層構造の評価に有用と言えます。

■特徴3 大気非曝露の分析が可能

リチウムイオン電池(LIB)の正極や負極、反応ガス処理した触媒等、大気中で変化しやすい試料に対しては、大気非曝露で分析可能です(図2)。



図2 大気非曝露によるXPS分析の流れ

3 おわりに

今回導入した高感度、低ダメージスパッタリング、大気非曝露分析を特徴とするXPSによる評価は、高分子材料の表面改質の評価、リチウムイオン電池や有機エレクトロニクスなどの劣化原因解析に対して非常に有力な手段です。当社では、お客様の要望を踏まえて、電子顕微鏡やTOF-SIMSなど各種分析手法を組み合わせ合わせた複合的な評価も提供しております。ご用命の際は当社までお問い合わせ下さい。

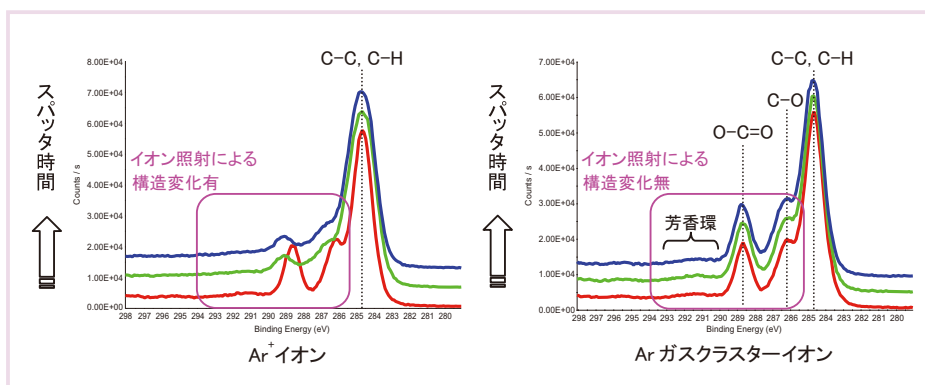


図1 PETを用いたXPS深さ方向分析の測定結果



佐伯 敦恵
(さえき あつえ)
筑波ラボラトリー