

●XPS による未知試料の組成分析

TN002

Analysis of Unknown Sample by X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

[概要]

装置や製品の表面に異物が付着すると問題となることが多々あります。このような場合、その原因の調査には、まず異物の成分を把握することが必要となります。付着異物といってもさまざまですが、異物が数 mm 程度の微小なサイズである場合、湿式分析では対応困難なケースがあります。XPSの分析エリアは1 mm 以下であるため、そのような異物であっても、ピンポイントで測定可能です。

さらにXPSでは異物の成分(構成元素)だけでなく、その化学結合状態についての情報も得ることが可能です。

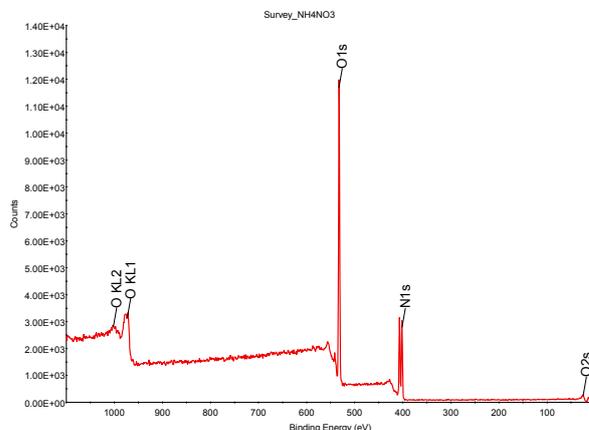


図1 ワイドスキャンスペクトル

[事例]

製品上に付着した白色異物の分析例

1. 定性分析

サーベイスキャンモードによる定性分析結果を図1に示します。横軸は結合エネルギー値 (eV) を、縦軸は光電子の強度 (counts/s) を示しています。元素固有の結合エネルギー値にピークが現れます。

図1では、酸素 (O)、窒素 (N) が検出されていることがわかります。

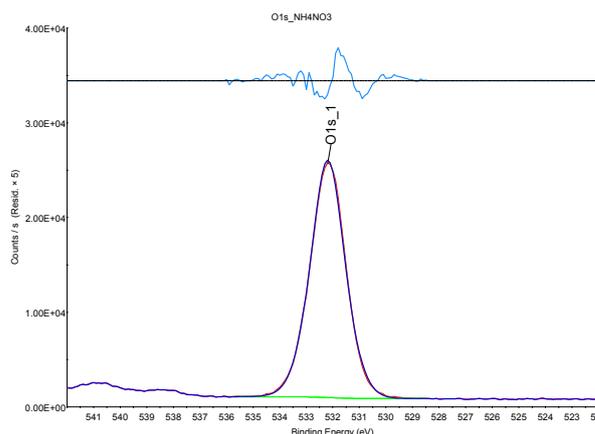


図2 O1s ナローズスキャンスペクトル

2. 化学結合状態分析

定性分析により検出されたO、Nの2元素について、化学結合状態分析を行った結果を図2~3に示します。化学結合状態分析とは、特定の元素に着目し、測定する結合エネルギー範囲の分解能を上げて、積算回数を増やして測定する分析です。図2のO1sピークは1本しか現れていません。図3のN1sピークは2本現れています。各ピークの結合エネルギー値から、右側 (低結合エネルギー側) が NH_4^+ (アンモニウム塩)、左側 (高結合エネルギー側) が NO_3^- (硝酸塩) に由来するNであることが推定されます。

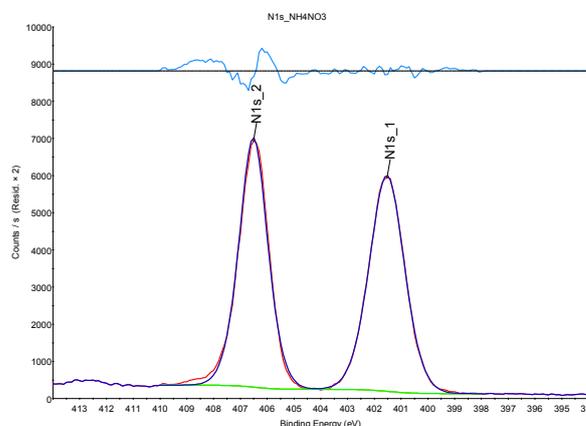


図3 N1s ナローズスキャンスペクトル

3. 帰属および状態比率の推定

化学結合状態分析の結果より推定した帰属および状態比率（原子百分率）を表1に示します。状態比率とは、各元素のスペクトルのピーク面積をそれぞれの光電子の発生し易さを考慮した感度係数で補正し、原子百分率で表したものです。

結合エネルギー値についての標準データとの対比からN1s①、N1s②、O1s①のピークはNH₄NO₃由来と推定されます。XPSでは水素（H）を検出できませんがN1s①：N1s②：O1s①の状態比率が理論値（1：1：3）にほぼ近い値を示していることから、この白色の異物はNH₄NO₃であると判断されます。

表1 推定帰属と状態比率

光電子	結合エネルギー (eV)	状態比率 (atom%)	推定帰属
N1s ①	402.1	21.3	<u>N</u> H ₄ NO ₃
②	407.1	20.4	NH ₄ <u>N</u> O ₃
O1s ①	532.8	58.3	NH ₄ N <u>O</u> ₃

このように、XPSでは湿式分析による対応が困難な微小異物の分析を、化学結合状態の把握まで行うことが可能です。