

掲示板

XPS ワーキンググループ活動報告

高野 みどり¹, 當麻 肇², XPS ワーキンググループ

¹ パナソニック エレクトロニックデバイス株式会社, 〒571-8506 大阪府門真市大字門真1006 番地

² 株式会社日産アーク, 〒237-0061 神奈川県横須賀市夏島町1 番地

¹takano.midori@jp.panasonic.com, ²tohma@nissan-arc.co.jp

(2011年5月11日受理)

XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy : X線光電子分光法) は, 現在の材料研究・開発には不可欠な分析となっている. 一方で, 装置の基本操作としてのX線源・分光器・検出器の設定の他に, 試料の保管・搬送を含めた取り扱い方法 (handling), ホルダへの取り付け方法 (mounting), 前処理方法 (preparation), 汚染 (contamination), 試料損傷 (degradation), 帯電補償 (charge control), 帯電補正 (charge correction) などの測定上の課題からデータ処理条件, 報告方法まで広い範囲で課題がある. 複数の機関で同一の試料を測定して, ラウンドロビンテスト的に XPS 測定における課題の洗い出しやその解決を目指して検討を行っている.

メーリングリストで流れた「Ag系酸化物は価数が高いほど結合エネルギーが低くなるのは何故か」の疑問を基に, 2008年3月に行われた第31回研究会 (大宮) にて「Ag系酸化物」の測定を呼びかけた. 7機関からデータを提出していただき, 2008年6月の第32回研究会 (軽井沢) でそのデータの検討を行った. 試料として粉末状のAg₂O, Ag₂O₂を準備し, 各機関の一般的な方法で測定した. ほとんどの機関で価数が高いほど結合エネルギーが低くなる傾向を得ていた. 各機関のスペクトルの比較を行ったところ, Ag₂O₂粉末のスペクトルの形状が微妙に異なる傾向を示した. この結果はPSA08 (仙台) にて紹介した.

Ag₂O₂粉末のスペクトル形状の違いが, 測定中の損傷に関係するのではないかと仮説を立て, 2009年6月の第33回研究会 (軽井沢) で損傷試験の提案を行った. 損傷試験はAg₂O₂粉末をIn箔に埋込み, 連続で測定したときのスペクトル形状の変化を観察した. 24機関からデータを提出していただき, それらの比較結果を2009年11月のPSA09 (甲府) にて紹介した. また, 変化の様子をピーク分離して詳細に調べることで, Ag₂O₂粉末の測定中に, 炭化水素の脱離, AgO₂/Ag(III)成分の還元,

Ag₂CO₃の分解が起きていることがわかってきた. この損傷プロセスを2010年10月のPSA10 (韓国慶州) にて紹介した.

一方で, 損傷の他にも初期スペクトル形状違いの原因があることがわかってきた. 装置を限定したり, 前処理を1機関で行うなど, 条件を限定した測定・検討を2010年3月の第34回研究会 (京都), 6月の第35回研究会 (軽井沢) で行った. この結果, 別機関でもある程度同様のAg₂O₂粉末の初期スペクトルが得られる状態になってきた. これらの検討を基に, 装置や測定条件についてまとめていく方向で進めていく.

また, XPS-WGでは次のテーマとして, 「深さ方向分析中の化学状態分析」について準備を進めている. 第37回研究会 (秋田) での展開に向けて, 現状や課題を整理し, 予備実験などを進めていく.

2011年2月3日デイセッション参加者 (敬称省略)

伊藤 (住友金属テクノロジー), 應矢 (東洋紡), 大村 (東北大), 奥井 (神津精機), 木下 (鳥取大), 木村 (JX日鉱日石金属), 島尾 (菱電化成), 高木 (名古屋工業大学), 千葉 (あきた企業活性化センター), 千葉 (秋田県産業技術総合研究センター), 速水 (住友金属テクノロジー), 福島 (NIMS), 藤田 (日立マクセル), 安福 (リコー), 柳内 (TDK), 吉川 (NIMS), 當麻 (日産アーク), 高野 (パナソニック エレクトロニックデバイス)