

平成 26 年度 東海・北陸地区国立大学法人等技術職員合同研修

(物理・化学コース) 「樹脂包埋と XPS による表面分析」

神野貴昭

工学系技術支援室 分析・物質技術系

はじめに

本研修は、技術職員の知識及び技術の向上を目的とした合同研修である。平成 26 年 7 月 30 日～8 月 1 日の 3 日間にかけて、講義・実習・施設見学などを三重大学で行った。講義は主に環境をテーマとしたものが行われ、実習は少人数のコースに分かれて行われた。B コース「樹脂包埋と XPS による表面分析」の実習に参加したので、実習内容を中心に報告する。

1. X 線光電子分光法(XPS: X-ray Photoemission Spectroscopy)について

XPS は、X 線を励起光として、試料から放出される光電子のスペクトルを測定する手法である。試料の表面元素分析や、原子の結合状態を調べることによく使われるため、Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA)とも呼ばれる。

2. 樹脂による試料包埋

XPS では平滑な試料表面を観察するために試料の研磨処理をよく行う。微小試料の場合、そのままでは研磨が困難なため、樹脂に試料を包埋してから研磨処理をする必要がある。

今回の実習では、ニッケル被覆されたアルミナの粉末試料を、導電性を有する樹脂 (Technovit 5000) に包埋し、研磨処理を行った。図 1 は、包埋後の試料と包埋用の型の写真である。XPS 測定では、試料が帯電すると正しい光電子スペクトルが得られなくなるため、樹脂包埋する際は、導電性を有する樹脂を用いるのが望ましい。ただし、Technovit 5000 の注意点として、比較的气体を多く放出する点が挙げられる。XPS 測定は高真空中で行う必要があるため、樹脂が完全に硬化し、脱ガスがなくなるまで真空引きをする必要がある。今回の実習では 1 日真空引きを続けたものを使用した。



図 1:包埋後の試料と包埋用の型

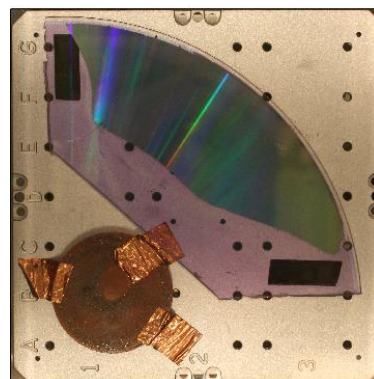


図 2:XPS 測定試料

3. XPS による測定・解析

今回の実習では、図 2 に示す CD の反射層と前述の包埋試料の 2 つに対して XPS 測定を行った。測定に使用した装置は、アルバック・ファイ社製の PHI Quantera SXM である。

1) 包埋試料

図 3 は、包埋試料の X 線による二次電子像(SXI: Scanning X-ray Image)である。白色の部分に包埋したアルミナ粉末であると予想し、図の円の部分に対して XPS スペクトル測定を行った。

XPS スペクトル測定の結果が図 4 である。横軸は電子の束縛エネルギー(E_B)であり、縦軸はそのエネルギーを持つ電子の数に対応している。 E_B は元素ごとにほぼ固有の値を持つため、試料中に含まれる元素の分析が行える。図中のシャープなピークが元素固有の E_B に対応しており、今回の測定では、Al, C, O, Ni, Cu のピークが観測された。

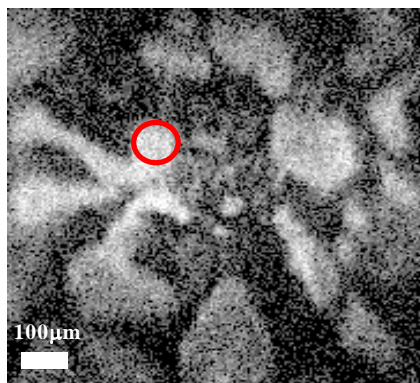


図 3:包埋試料 SXI 像

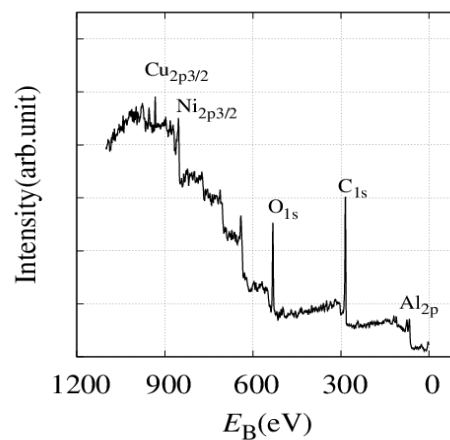


図 4:包埋試料の XPS スペクトル

2) CD の反射層

XPS 測定では、Ar イオン銃により、試料表面を削り、順次スペクトルを測定することにより、深さ方向の情報を得ることができる。

図 5 は、CD の反射層に対して、一定時間 Ar イオンを照射するたびに XPS スペクトルを測定したものである。図中の上にあるものほど、深い部分のスペクトルである。浅い部分では、主に Ag のピークが観測されたが、深くなるにつれて Ag のピークが消え、代わりに C のピークが現れた。これは、銀の反射膜を削りきり、CD の基盤に到達したことを示している。

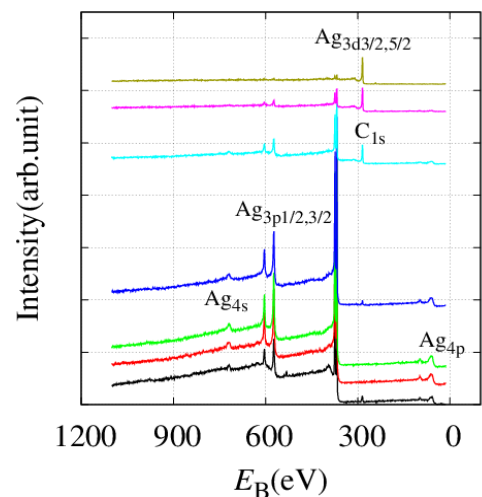


図 5:CD 深さ方向分析

4. まとめ

日常業務で XPS と同様に表面元素分析のできるオージェ電子分光(AES)測定を行うことはあったが、XPS 測定は今回の実習で初めて経験した。今後は、XPS と AES の特性の違いを考慮して、AES の特性をより活かせるように努めたい。