

実例から学ぶ表面分析の基礎

機械電子研究所 電子技術課 研究員 升方 康 智

1. はじめに

表面分析は、試作品の状態の確認や、製品に混入した異物の同定など幅広い分野で用いられます。表面分析はプローブとして物質に電磁波、電子線などを照射し、得られる信号を解析することにより行いますが、プローブと検出信号の組み合わせにより多くの種類に分類されます。それぞれの特徴を理解し、分析内容に応じて装置を選択することが重要です。本レポートでは表面分析上の注意点について具体例をあげて述べた後、機械電子研究所保有の主な分析装置の特徴について紹介します。

基板の構成元素が検出されたと考えられます。このように、同じ試料でも分析手法が異なると違った結果になることもあるため注意が必要です。

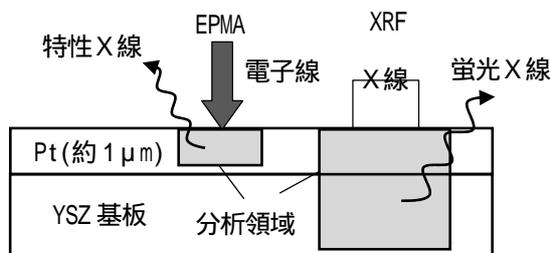


図1 EPMA, XRFの分析範囲の断面模式図

2. 分析例と分析上の注意点について

イットリア安定化ジルコニア (YSZ) 基板上にPt厚膜を形成した試料の簡易定量分析を、X線マイクロ分析 (EPMA) と波長分散型蛍光X線分析 (XRF) により行った結果を表1に示します。

表1 EPMA, XRFによるPt膜の簡易定量分析結果

	Pt	Zr	O	Y	その他
EPMA	100	-	-	-	-
XRF	34.1	40.3	22.5	2.9	0.3

(at.%)

EPMAではPtのみが検出されたのに対し、XRFではPtに加えて基板の構成元素であるZr, Y, Oが検出されました。この差は、分析手法による分析深さの違いに起因しています。EPMAのプローブは電子線、XRFのプローブはX線ですが、電子線よりもX線の方が固体内部へ深く侵入するため、より深い領域からの信号も検出します (図1)。このため、XRFでは

また、YSZの主成分はZrO₂ですが、XRFによる簡易定量ではZrよりOの原子濃度が低くなっています。これは、一般に原子番号の小さい原子ほど蛍光X線の吸収効果が大きくなるため、ZrよりもOからの信号の方がPt膜により大きく減衰するためだと考えられます。また、XRFは軽元素の分析精度が悪いことも原因の一つであると考えられます。このように、試料の構造や構成元素に注意して分析結果を解釈する必要があります。

3. 表面分析装置の種類とそれぞれの特徴

表2に、機械電子研究所が保有する主な表面分析装置とその特徴をまとめます。分析手法によっては元素のマッピング分析や、試料深さ方向の元素分布の分析が可能です。なお、機械電子研究所の波長分散型蛍光X線分析装置は公益財団法人JKAからの補助金により平成27年度中に更新予定です。

表2 機械電子研究所が保有する主な表面分析装置とその特徴

分析手法	プローブ	検出信号	サンプル	得られる情報	検出感度	簡易定量	面/線分析	深さ分析	微小面積分析 (分析範囲)	分析深さ
波長分散型X線マイクロ分析 (EPMA, SEM-WDS)	電子線	特性X線	金属, (絶縁物)	元素 表面形態	○	◎	○		◎ (数 μm φ ~)	数 μm
エネルギー分散型X線マイクロ分析 (SEM-EDS)	電子線	特性X線	金属, 絶縁物	元素 表面形態	○	○	○		◎ (数 μm φ ~)	数 μm
オージェ電子分光分析(AES)	電子線	オージェ電子	金属	元素 表面形態	△	△	○	○	◎ (数十 nm φ ~)	~数nm
波長分散型蛍光X線分析(XRF)	X線	蛍光X線	金属, 絶縁物	元素	◎	◎			(0.5mm φ ~)	~数mm
X線光電子分光分析(XPS)	X線	光電子	金属, 絶縁物	元素 化学結合状態	△	△	○	○	○ (数十 μm φ ~)	~数nm
グロー放電発光分析(GD-OES)	イオン	発光	金属, 絶縁物	元素	◎	◎		○	× (4mm φ)	数十nm~
フーリエ変換赤外分光分析(FT-IR)	赤外線	赤外線吸収	有機物, 無機物	分子構造					○ (30 μm φ ~)	~数 μm
X線回折(XRD)	X線	X線回折	金属, 絶縁物, 有機物	結晶構造					(0.3mm φ ~)	数十 μm ~