

XPS、AESを用いた微細構造解析支援

Technical support for Advanced Characterization Using XPS and AES

「技術支援貢献賞」受賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者: 鈴木 啓太 (北海道大学・ナノテクノロジープラットフォーム エキスパート)

Awardee: Keita Suzuki (Hokkaido University・Nanotechnology Platform Expert)

KEY WORDS

X-ray Photoelectron Spectroscopy, Auger Electron Spectroscopy, CCP, CP, AFM, LSCM, SEM, EBSD, EDS



概要 | Overview

北海道大学ナノテクノロジープラットフォーム事業では「微細加工」「微細構造解析」の2つの領域について、共同利用体制を構築した装置群と技術者のノウハウを用いた研究支援を行っている。本受賞者は本事業に参画している共同利用施設「光電子分光分析研究室」の担当職員として装置管理と利用者への支援を行っている。ここでは本共同利用施設についてXPS及びAESについての支援事例を紹介する。

Hokkaido University Nanotechnology Platform Project, research support is provided in the two areas of “Nano-fabrication” and “Advanced characterization” using a group of instruments that have been established as a joint use system and the know-how of. This awardee is a staff member of “Laboratory of XPS analysis(Joint-use facilities)”, which is participating in this project, and manages the equipment and provides support to users. In the following, this facility and cases of support for the XPS and AES will be introduced.

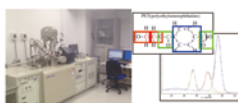
光電子分光分析研究室設備について

Instruments of Laboratory of XPS analysis

北海道大学 光電子分光分析研究室は主に固体材料極表面の観察・形状評価・化学状態分析について、試料加工等の前処理から解析までの支援を行う共同利用施設である。ナノプラットフォーム事業に参画し、主に下記の設備を用いて学内外の幅広い分野の利用者への技術支援を行っている。

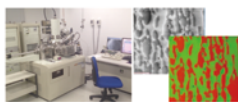
●X線光電子分光装置(XPS) JPS-9200(JEOL)

試料にX線を照射し、生成した光電子の運動エネルギーを測定する事で深さ数nmの試料表面の組成、化学状態分析を行う。Mg-Kα/AI-KαツインアノードX線源と単色化X線源があり、Ar⁺イオンエッチングを利用したデプスプロファイル測定、マッピング測定、角度分解測定、全反射測定に対応出来る。大気非露露導入用トランスファーベッセルも保有している。



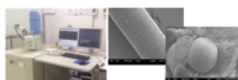
●オージェ電子分光装置(AES) JAMP-9500F(JEOL)

FE-SEMに同心半球型分光器を備え、電子線照射で生成したオージェ電子の運動エネルギーを測定し、深さ数nmの試料表面の組成、化学状態分析をSEM観察と共にを行う。Ar⁺イオンエッチングを利用したデプスプロファイル測定、マッピング測定、他、反射電子像観察、結晶方位解析(EBSD)、トランスファーベッセルを使用した大気非露露導入も可能である。



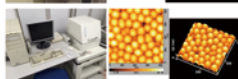
●走査電子顕微鏡(SEM) JSM-6510LA(JEOL)

熱電子銃タイプの汎用SEM。EDSによる元素分析、反射電子像観察の他、低真空(10-270 Pa)モードでの観察・分析も可能である。簡便ながら必要十分な設備であり、初学者を含め幅広い分野の利用者に使用されている。



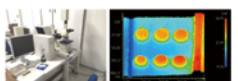
●原子間力顕微鏡(AFM) SPA-400(Hitachi High-Tech)

カンチレバーの探針を用い、カンチレバーに照射したレーザーの反射による光起電力を利用して試料表面をなぞる。または一定間隔を保って表面を走査する事で、形状像を主とした各種物性の画像をナノメートルスケールで取得する。LSCMと共に試料表面の凹凸評価に用いられる。



●共焦点レーザー走査顕微鏡(LSCM) 1LM21D(Lasertec)

共焦点光学系のレーザー光を用い、試料表面を走査しながらステージ高さを移動する事で、全焦点画像と2次元高さ画像をマイクロメートルスケールで取得する。AFMと共に試料表面の凹凸評価に用いられる。



●クロスセクションポリリッシャ(CP) SM-09010(JEOL)

共焦点光学系のレーザー光を用い、試料表面を走査しながらステージ高さを移動する事で、全焦点画像と2次元高さ画像をマイクロメートルスケールで取得する。AFMと共に試料表面の凹凸評価に用いられる。

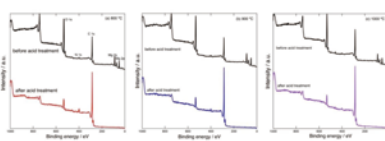


XPSによる技術支援事例

Examples of Technical support by XPS

●事例1. 窒素含有メソポーラスカーボンの評価

窒素含有高分子であるポリビニルピロリドンと酸化マグネシウム前駆体の混合物を加熱して得られる炭素質固体の、酸処理前後でのXPS測定支援を行った。スペクトルの評価により、酸処理によって酸化マグネシウム結晶が除去され、窒素含有メソポーラスカーボンとなったことが確認できた。



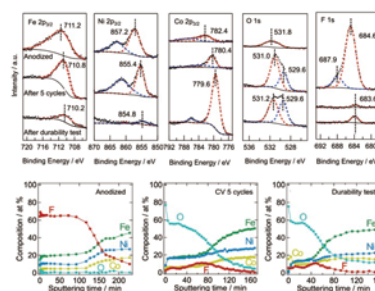
Heating Temperature	Acid Treatment	C	N	O	Mg
800 °C	Before	36	2	29	33
	After	85	5	9	1
900 °C	Before	34	2	29	36
	After	87	3	9	1
1000 °C	Before	48	2	28	22
	After	87	2	10	1

Amounts of C, N, O, and Mg in the carbonized products (in mol%).

Tomoya Takada et al., Journal of Carbon Research, 2019, 5(2), 15

●事例2. 高活性高耐久性OER電極の構造評価

FeNiCo合金をアノード酸化させて作製された高活性高耐久性のOER電極触媒について、作製直後、活性測定CV5サイクル後、耐久性試験後にXPSでの化学状態分析とデプスプロファイル測定の支援を行った。スペクトルの評価により、電解後の皮膜ではオキシフッ化物から活性相であるオキシ水酸化物に変化し、また皮膜全体の組成が安定している事が確認出来た。



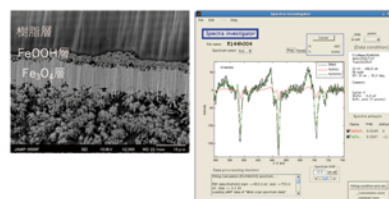
Masahiro Nishimoto et al., ACS Sustainable Chem. Eng. 2021, 9, 28, 9465-9473

AESによる技術支援事例

Examples of Technical support by AES

●事例1. 腐食した低合金鋼の断面構造評価

人工海水で腐食させた低合金鋼を樹脂埋め後にAr⁺イオンミリングで断面を作製し、錆部分の層組織についてAESでの化学状態分析支援を行った。Fe-LMMオージェスペクトルの波形分離を通してFeの化学状態を評価したところ、最表層がFeOOH、下層側がFe₃O₄という構造となっている事が判明し、腐食機構解明に繋がった。

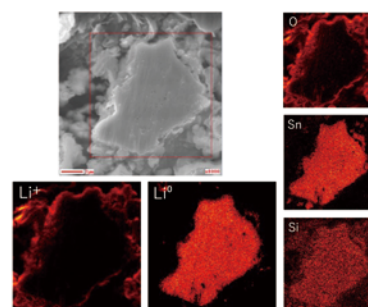


	分離結果 (%)		原子濃度 (%)		
	FeO	Fe ₂ O ₃	Fe ²⁺	Fe ³⁺	O ²⁻
Fe ₃ O ₄ 層	28.1	71.9	14.1 (14.3)	28.8 (28.6)	57.1 (57.2)
FeOOH層	7.4	92.6	0はFe ₃ O ₄ の理想的な原子数比		

大谷恭平 他、材料と環境, Vol.68, No.8, 205-211(2019)

●事例2. 3元系Li合金粉体試料のLi化学状態別分布評価

より温和な条件でアンモニア合成が行えることされる3元系14族合金(Li₁₇Si₂Sn₂)の粉体試料について、Ar⁺イオンミリングにより試料断面作製とAES分析を支援した。試料合成からCCPミリング加工、AES導入に至るまでトランスファーベッセルを使用して大気非露露輸送を行った。ケミカルシフトを利用した金属LiとLi⁺の化学状態別マッピング分析により、粉体の表層部でLi₂Oが、内部ではLiが合金として存在していることが確認できた。



CONTACT

鈴木 啓太 Keita Suzuki
北海道大学 光電子分光分析研究室/Laboratory of XPS analysis, Hokkaido University
URL : <https://xpslab.eng.hokudai.ac.jp/>