

XPSによる環境分析例

WEEE/RoHSに対応する6価クロムの分析

1.はじめに

クロムメッキ処理は工業用防食の表面処理法として鉄鋼・自動車材料に広く用いられている。最近、特に環境問題対策として、製品廃棄の際、使用されている材料の組成、化学状態の把握が重要で、クロムメッキ材料に対しWEEE/RoHSでは6価と3価クロムの判定をすることが求められています。現状では毒性の高い6価クロムに対する優れた測定機器がないのが現状で、通常はクロムメッキ層を剥離し、ICP など発光分光法で測定をしている。XPS は情報の深さが数nmの表面敏感な測定法で、メッキなどの薄い材料から高感度で酸化状態(価数)分析ができるため、このようなクロムの価数判定に有効な分析法として注目されている。

2.クロムメッキ処理したビスのXPS分析

Fig.1 に測定に用いたクロムメッキを施したビスの光学顕微鏡写真を示す。このビス表面はNi メッキ上にクロムメッキ処理が数nm 以下の厚さで処理されているものである。分析試料としてA,Bの2試料を測定した。A 試料は6 価クロムをほとんど含有しない試料、B 試料は逆に6 価を多く含む試料である。測定装置は光電子分光装置(JEOL:JPS-9010MC)「1」で、分析領域は1mm 、分析時間は1試料で20分である。



Fig.1 クロムメッキ処理ビス光学顕微鏡写真

Fig.2にXPS で測定したCr2p 光電子スペクトルを示す。Crの価数判定は光電子スペクトルCr2p3/2 ピークの化学シフトから判定する。Table 1 に Cr2p3/2の結合エネルギーのケミカルシフトを示す。この表から3 価クロムのCr2p3/2 の結合エネルギーは576.0eV に、6 価クロムは578.9eV にそれぞれピークを持ちことがわかる。3 価と6 価のクロム酸化物のエネルギー差は2.9eV となり、XPSにより容易にピークの判定ができ、価数判定が可能となることがわかる。

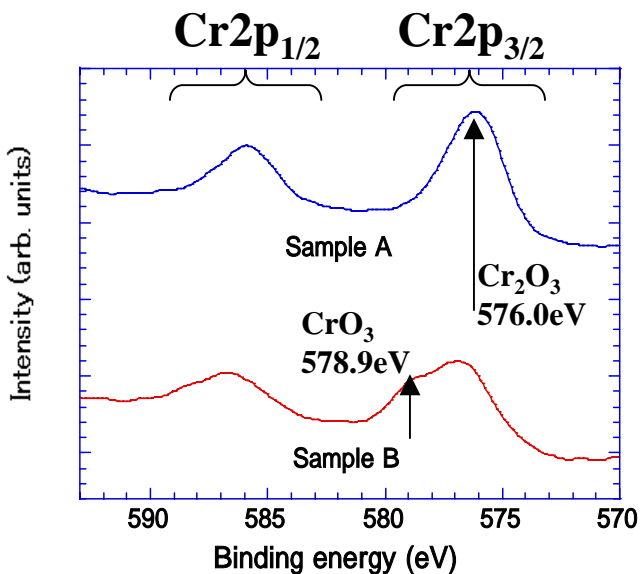


Table1:クロム化合物のケミカルシフト

	Cr2p _{3/2} ピーク 結合エネルギー(B.E.)
Cr	574.3eV
Cr ₂ O ₃	576.0eV
CrO ₃	578.9eV

Fig.2 クロムメッキピスのCr2p光電子スペクトル

試料(A)のCr2p_{3/2}ピークは576.0eV で3価クロムの表面処理に対応したスペクトルが測定されている。試料(B) Cr2p_{3/2}ピーク波形は化学結合によりピークの重なりが観察される。この多重ピークを波形分離ソフトウェアによりピーク分離することで578.9eV にピークを検出できることで、6価クロム処理に対応したスペクトルが測定できる。このようにXPS によりピス表面のクロムメッキ膜中の6 価クロムの検出ができることが分かる。「2」

3.おわりに

XPSによりピスのクロムメッキ膜の分析を行い、クロムの3価と6価の価数判定ができた。XPSの特長は表面敏感な測定装置のためクロムが表面に濃縮している場合や、薄いクロムメッキ膜などで価数判定に有効である。

参考文献

1. 日本電子カタログ(JPS-9010MC)
2. JEOL-Web / 技術情報 ([容易な操作による XPS 化学結合状態分析](#))
3. 日本電子News Vol.36,(2004)38P・・・会員制「定期刊行物」ですので、会員登録がお済でない方は「こちら」からどうぞ。