

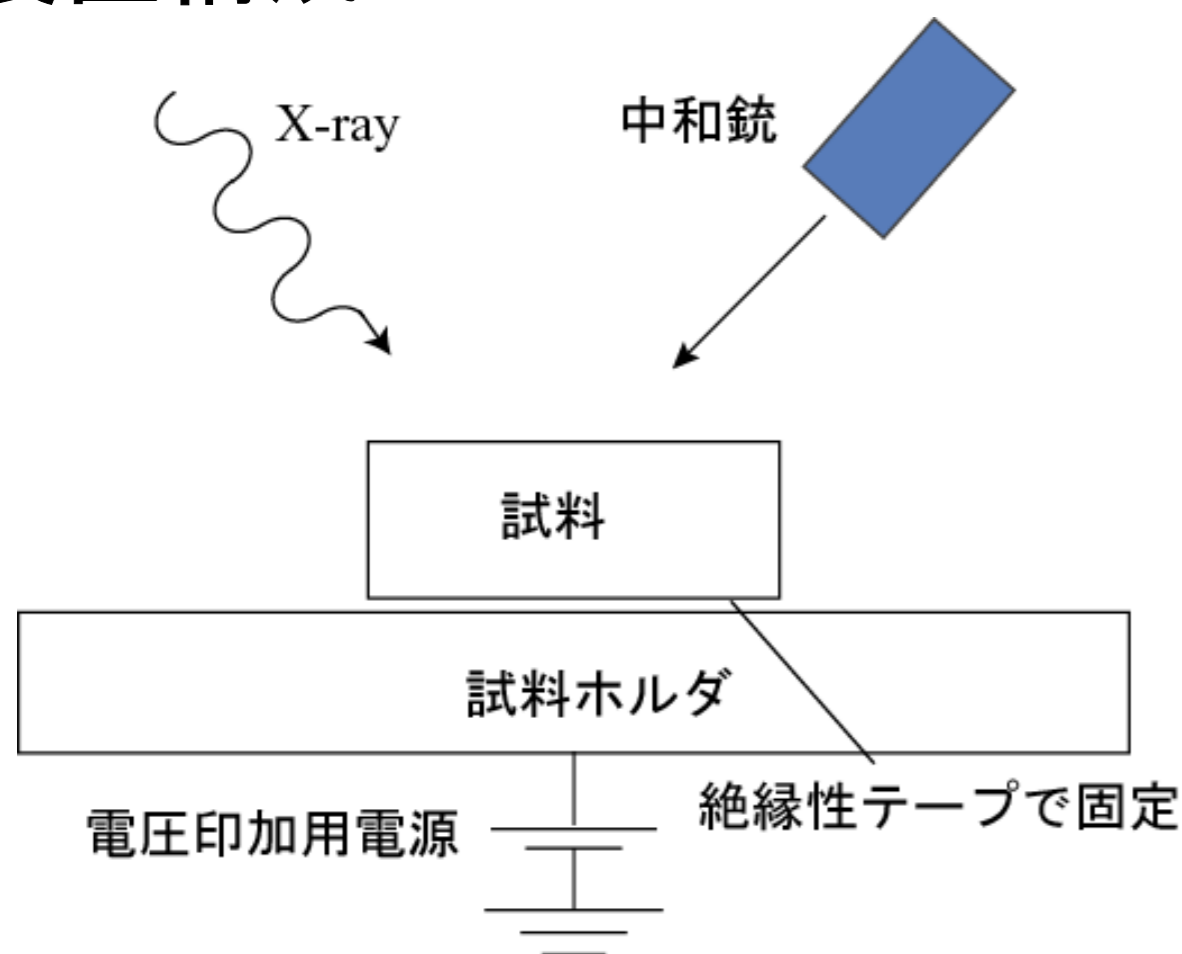
中和銃と試料バイアス印加を用いたXPSにおける絶縁物分析法

XPSにおける帯電について

XPSは励起源としてX線を用いているため、オージェ電子分光法(AES)など電子線を使用する装置と比較し帯電の影響を受けにくい。このためXPSは金属から絶縁物にいたるまで幅広い測定対象をもつ分析手法である。しかし、XPSの特長である化学結合状態分析を行うという観点からすると、帯電現象は精度の高い分析を妨げる現象であり、測定時に帯電の影響を取り除いておく必要がある。

今回、中和銃の使用と試料へ正のバイアスを印加することにより、ピーク形状の歪みを抑えることができたためその紹介をする。

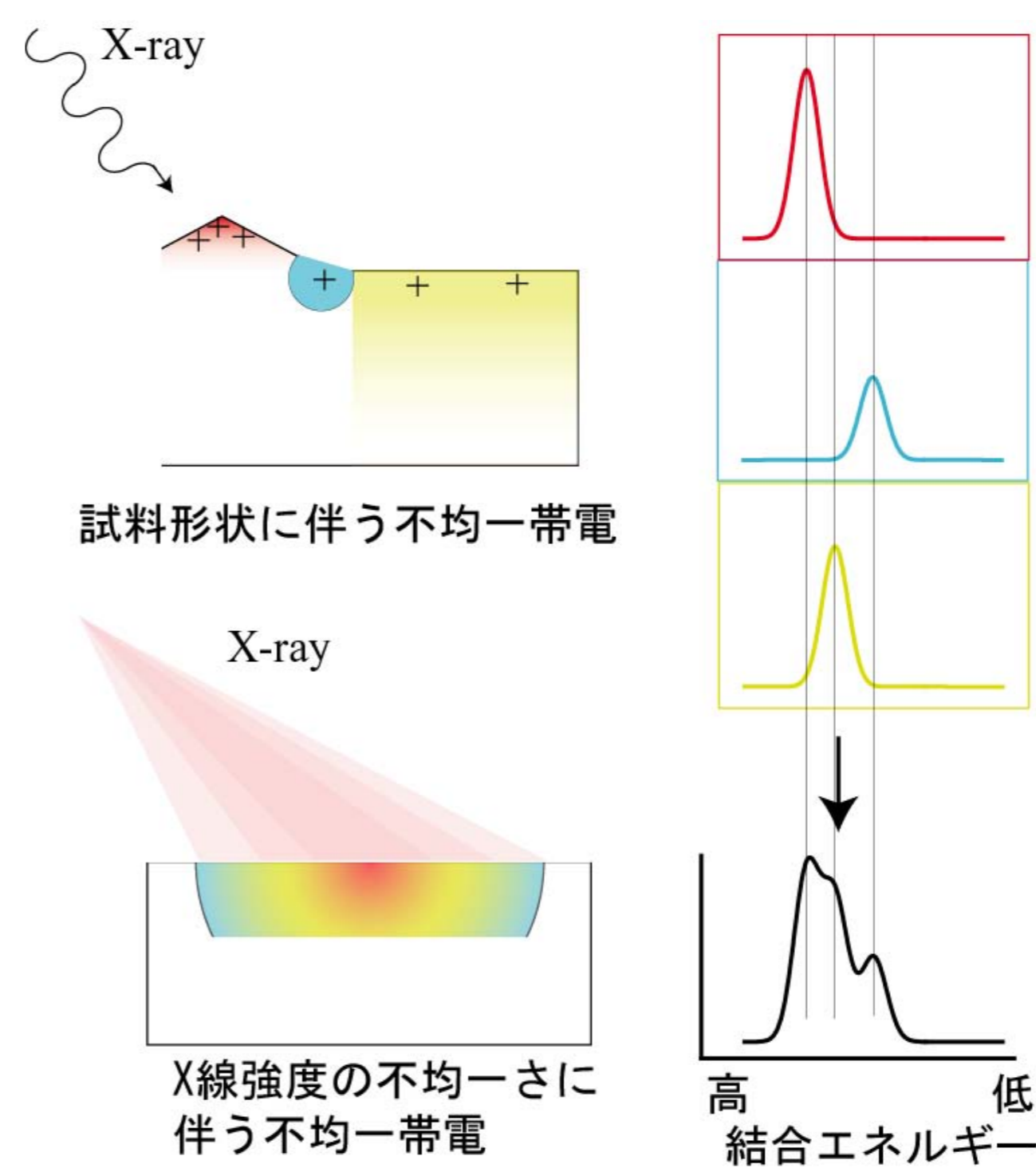
装置構成



左に装置の構成の模式図を示す。

試料は絶縁性のテープで試料ホルダに固定した。全ての試料に対し、中和銃の加速電圧は6V、電流量は約4 μ Aと通常使用する条件よりも、供給する電流量を多くした。試料には0~20 V程度の電圧を印加した。

ピーク形状変化の要因



試料の凹凸やX線の不均一性により微量なポテンシャルの変化が生まれる。測定される結果はこれらの重ね合わせとなり、ピーク形状の歪みをもたらす。

PETフィルム測定結果

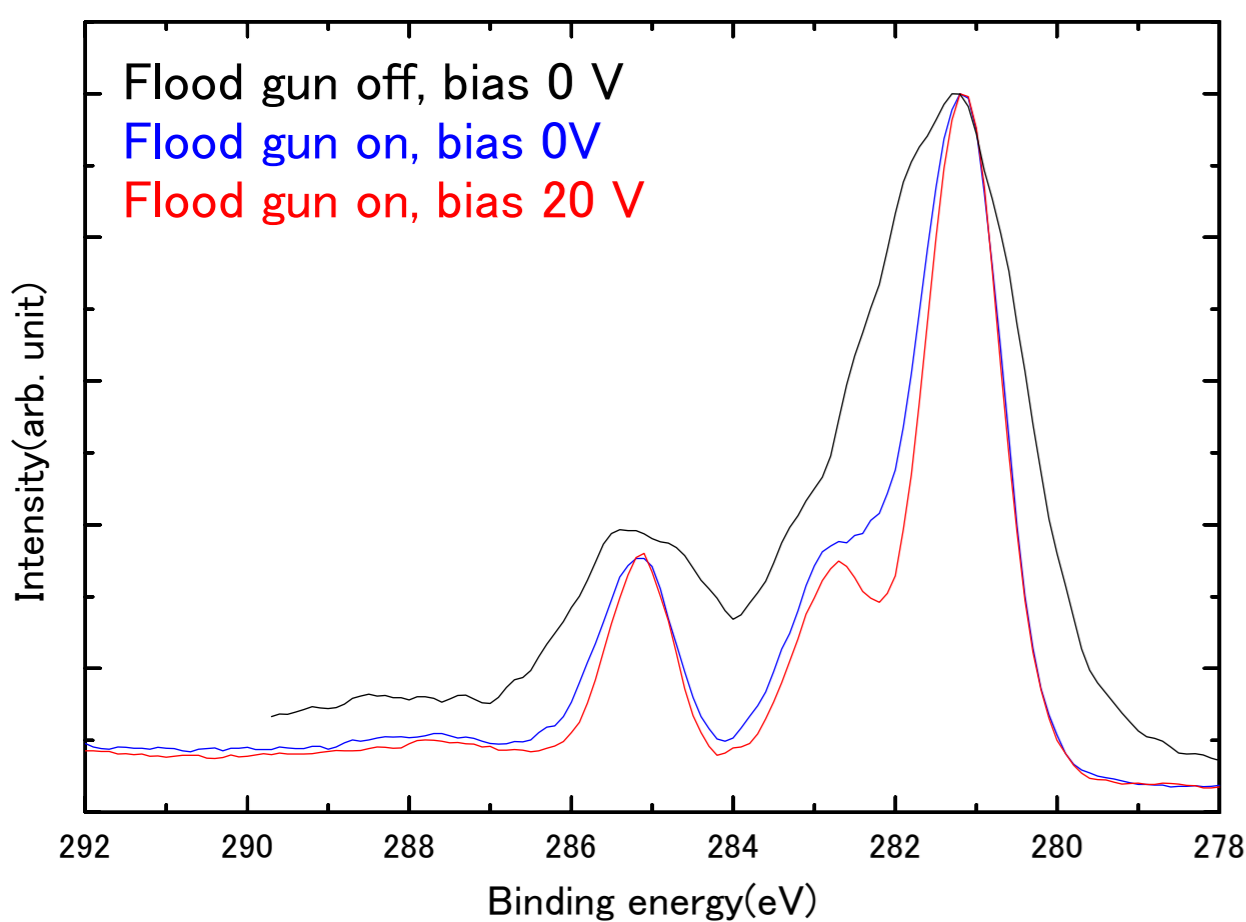


測定に用いたPETフィルム
ポリマーの代表的な試料として測定を行った。

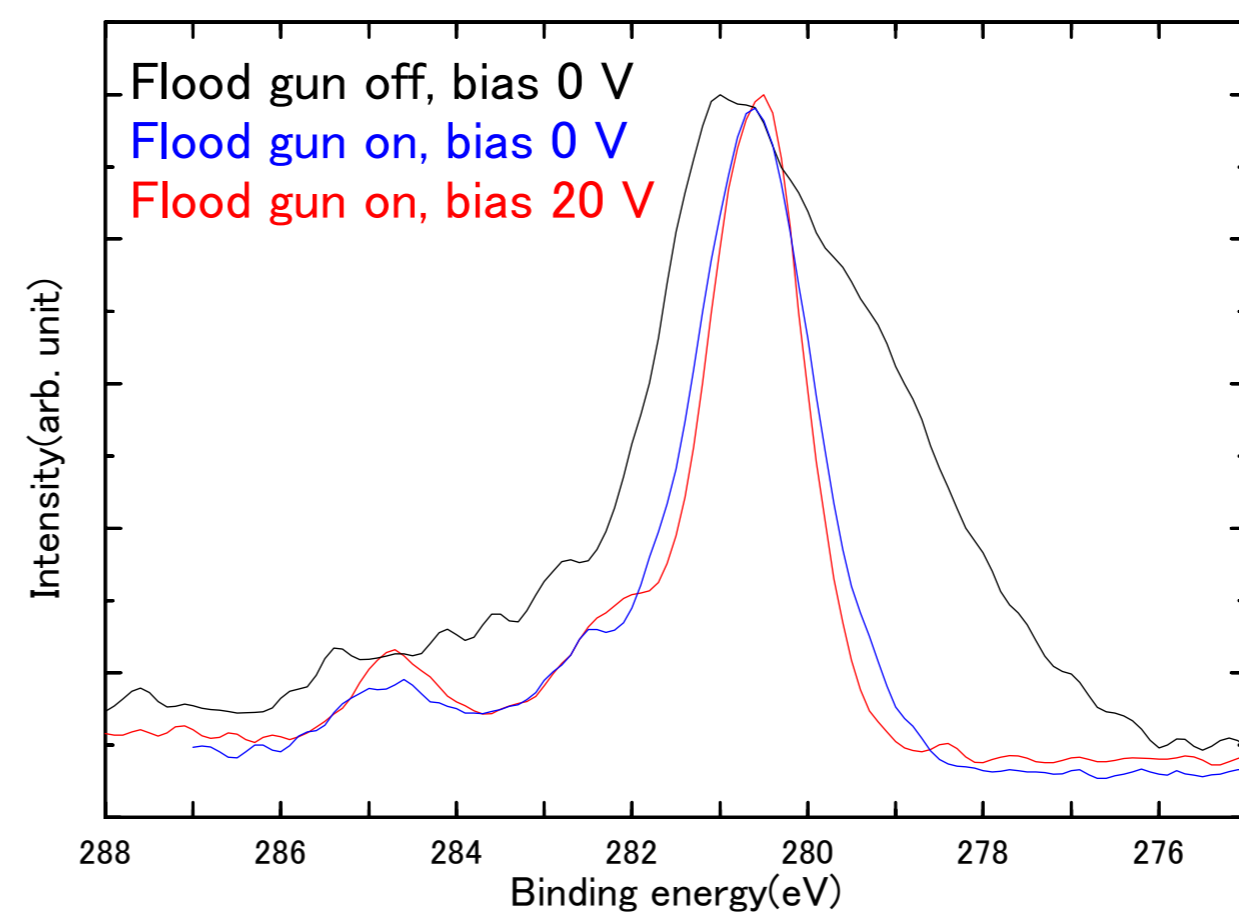
繊維試料測定結果



試料の凹凸が非常に大きい試料として、繊維を用いて測定を行った。



PETの測定結果。中和銃の使用により、大幅なピーク形状と位置の補正がなされ、さらにバイアスを印加することにより、ピーク形状が整っていく様子が見られる。



PETフィルムの場合とほぼ同じような結果が得られた。これにより、写真のように非常に凹凸の大きな試料に対しても本手法が適用できることがわかった。

考察

中和銃と試料バイアス印加を併用することにより、帯電を抑制し、ピーク半値幅が狭いスペクトルが得られることがわかった。

これは右図のような機構であると考えられる。
1. 試料の帯電により、不均一な帯電が形成される。2. 中和銃を用いても不均一な帯電を全て補正できない場合がある。3. 試料にバイアスを印加することにより、均一な電場を作成する。その電場により再配列された電荷が不均一な帯電状態を補正する。

