

# XPS による分析例

## 1. 定性分析

ステンレス鋼に発生した孔食部およびその周辺の正常部の被膜分析結果を示します。写真1は孔食部の光学顕微鏡写真で、Aの部分が孔食部、Bが正常な部分です。この部分の分析結果を図1に示します。正常部Bでは孔食部Aに比べ酸素のピークが高く、正常な不動態被膜が形成されていますが、孔食部はCrの多い被膜になっています。これらの結果から孔食発生の原因を推定することが出来、材料改善の指針が得られました。

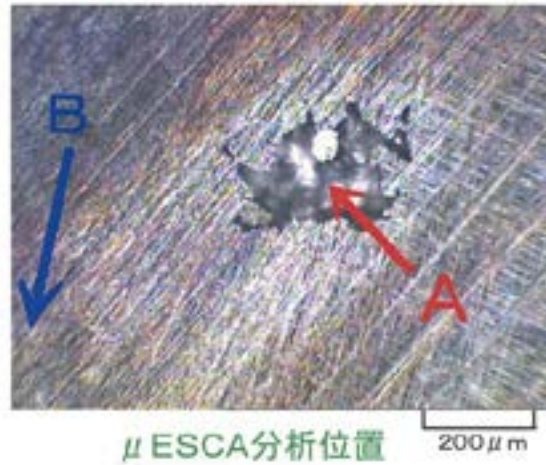


写真1 孔食部の光学顕微鏡写真

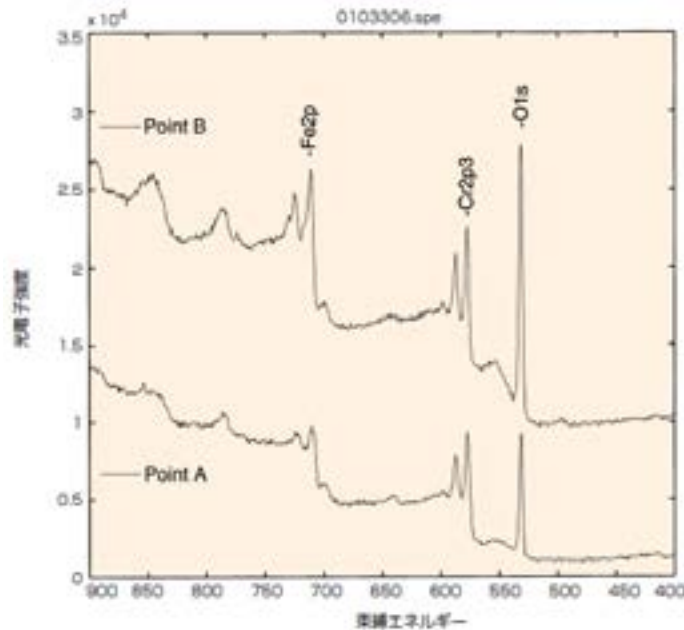


図1 孔食部および周辺部の XPS スペクトル

## 2. 状態分析

### ① ステンレス鋼の孔食部

上記試料の Fe と Cr のスペクトルを詳細に調べると(図2)、孔食部 A では Fe の金属状態のピークが見られ、Cr もわずかに金属状態のピークがあります。しかし正常部 B では全てが酸化状態にあることがわかります。

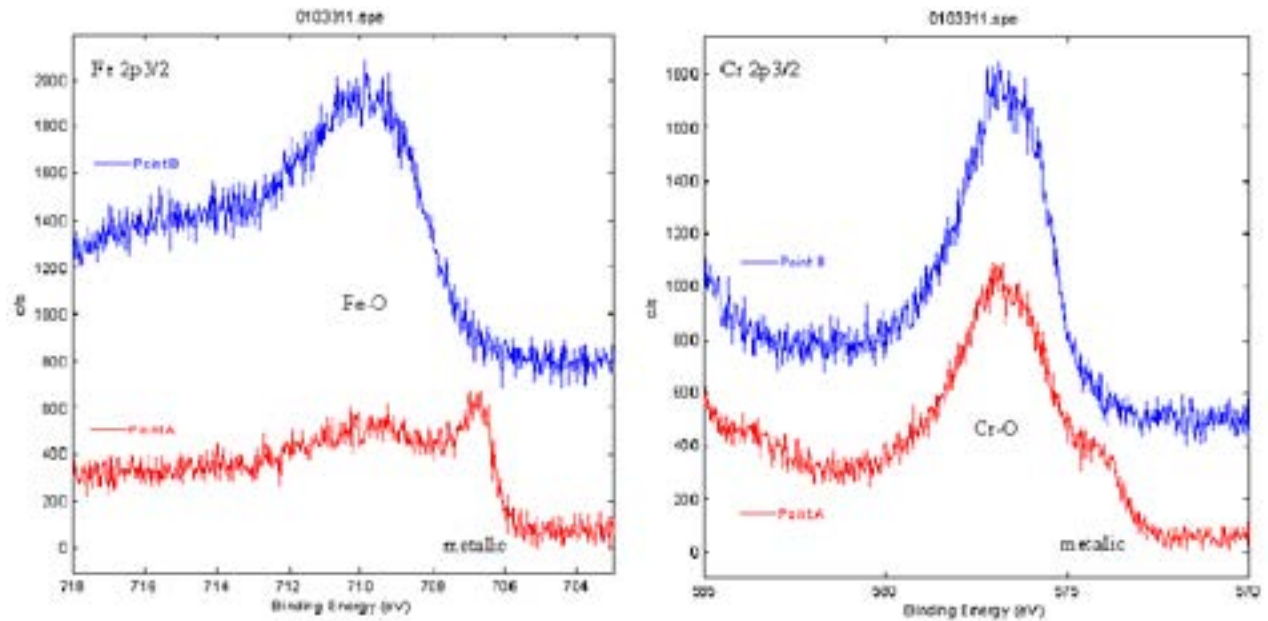


図2 状態分析結果

### ② Al 被膜の分析

接合不良を生じた Al 被膜の状態を XPS の Al のピークで分析した。(図3)

正常品では金属状態と酸化状態がほぼ1:1で存在していますが、不具合品では大部分が酸化状態にあり(酸化膜被膜が厚い)、一部にはフッ化物のピークも見られます。また組成分析でFの存在も確認できました。

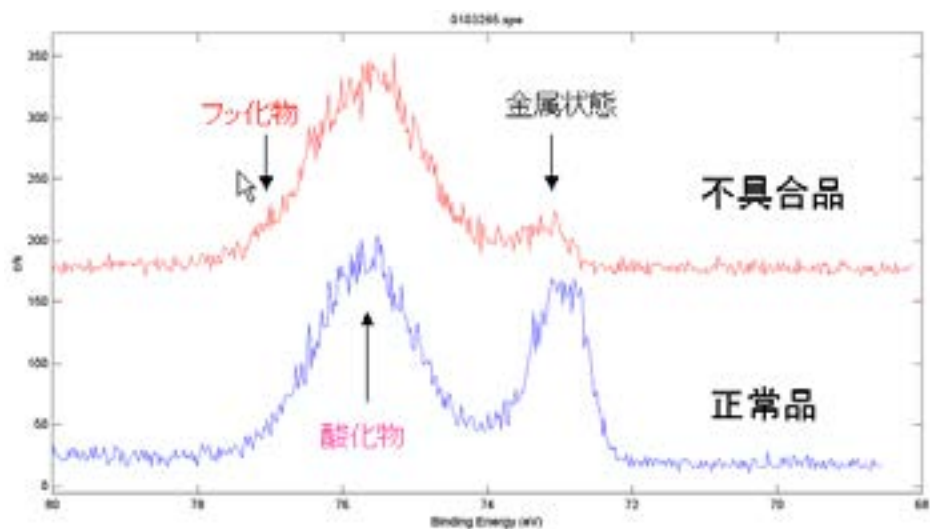


図3 Al膜の状態分析

### 3. 組成分析

Mg-Ni 合金の表面酸化物をその XPS のスペクトル(図4)から半定量解析を行うと、表1に示すように、O と Mg、Niの原子比が約6:3:1であることが分かりました。

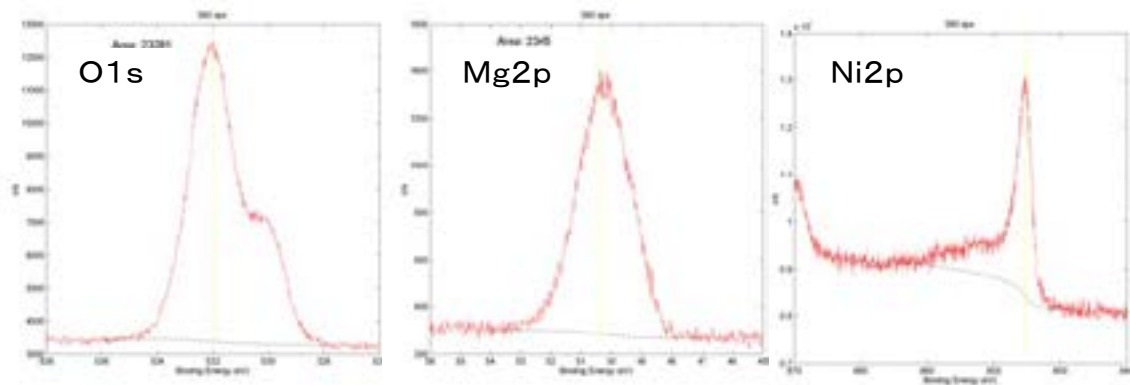


図4 O, Mg、NiのXPSスペクトル

ピーク名	O1s	Mg2p	Ni2p <sub>3/2</sub>
相対強度	31774	14041	4059
原子比(at.%)	63.7	28.2	8.1

表1 XPS半定量分析結果

#### 4. 深さ方向分析

深さ方向分析はXPS測定とArスパッタを繰り返すことにより深さ方向の元素濃度の変化を知ることが出来ます。但し化学結合状態はスパッタで変化することもあり注意が必要です。

図5はステンレスの不動態被膜の分析結果で表面にCrの濃縮が観察されます。

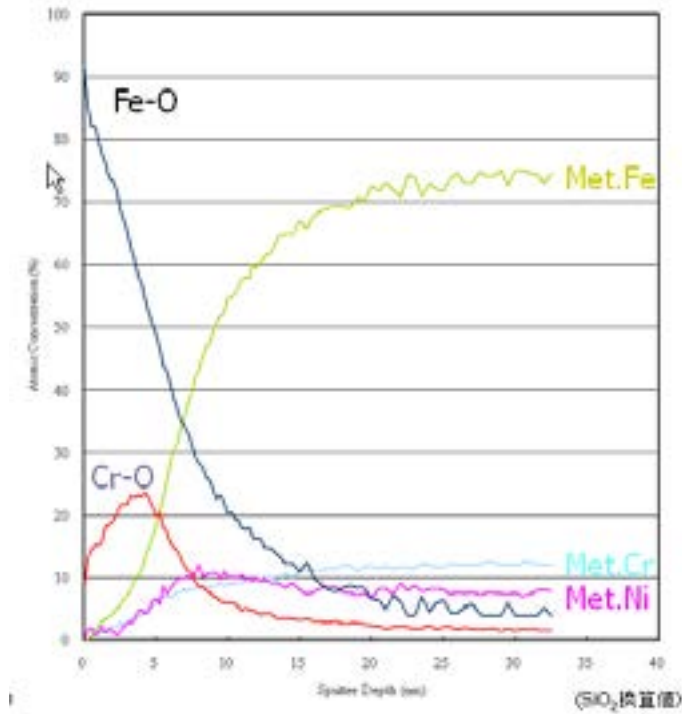


図4 SUS304の不動態被膜の深さ方向分析

## 5. マッピング分析

XPSの一つのピークでマッピングを行うことができます。

図5はPTFE (Polytetrafluoroethylene:  $-\text{[CF}_2-\text{CF}_2-\text{)]}$ )とPVDF (PolyVinylidene DiFluoride:  $-\text{[CF}_2-\text{CH}_2-\text{)]}$ )の $\text{C}_{1s}$ のピークを示したもので、1は $\text{CH}_2$ に相当するピーク、2はPVDF中の $\text{CF}_2$ に相当するピーク、3はPTFE中の $\text{CF}_2$ に相当ピークです。それぞれ結合状態によってシフトします。これらのピークで図6に走査X線イメージ像で示したフッ素樹脂混合試料をマッピングしました。図7は1と2のピークでマッピングした

結果で、図8は3のピークでマッピングした結果です。この結果より図9に示すように図6の混合物の白い部分はPTFEであり黒い部分がPVDFであることが分かります。

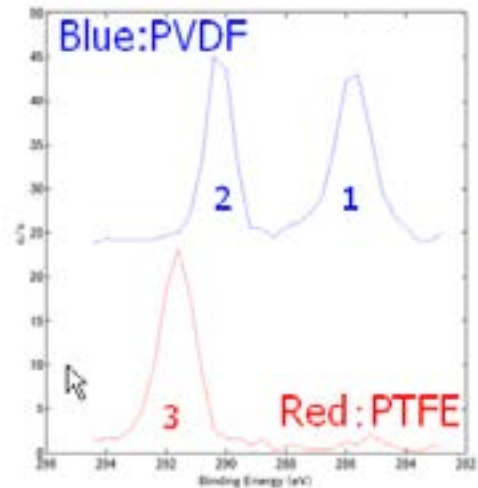


図5 PTFEとPVDFの $\text{C}_{1s}$ ピーク

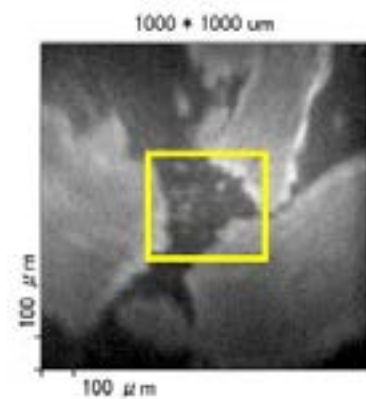


図6 フッ素樹脂混合試料の走査X線イメージ像

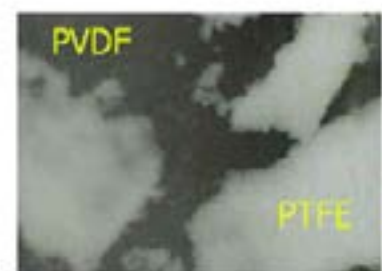
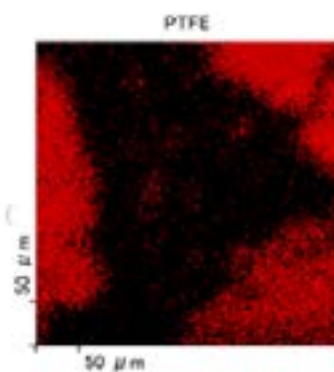
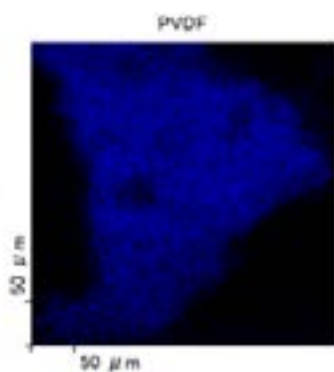


図7 1と2のピークによるマッピング

図8 3のピークによるマッピング

図9 マッピング測定から判明したPVDFとPTFEの分布

[お問い合わせはこちら](#)