

XPSを用いた酸化皮膜分析 (カラーステンレスの深さ方向分析)

1. 概要もしくは特長

X線光電子分光分析 (XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy) は、検出深さが数nmの表面分析法として知られていますが、Ar⁺スパッタリングを併用する事で深さ方向への分析も可能となります。XPSを用いた深さ方向分析では、本分析法の特徴でもある結合状態分析を深さ方向分析に適用する事により、金属成分と酸化物成分とを分けた組成プロファイルを描くことができます。

2. 装置仕様

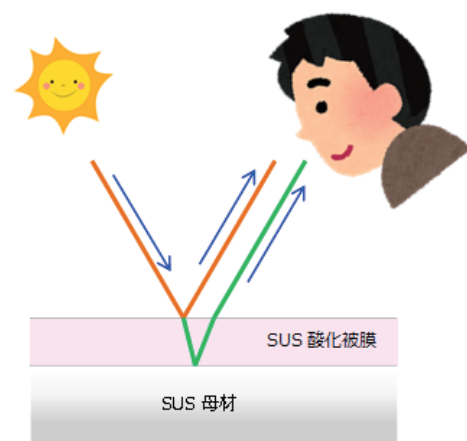
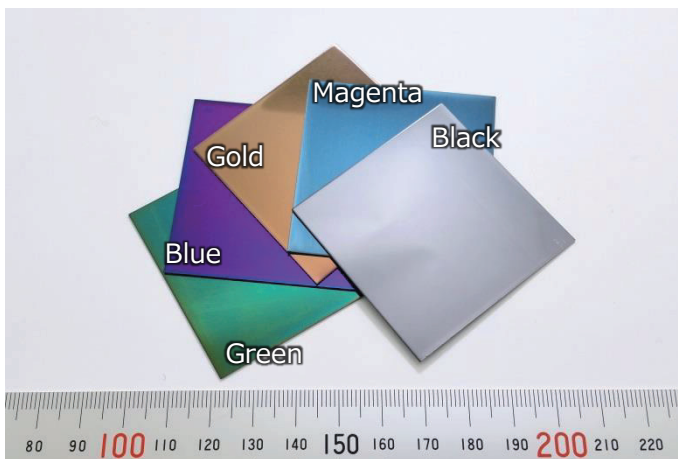
Ulvac-Phi 社製 : VersaProbeIII & Quantera SXM
 X線 : mono-AlK α (hv=1486.6eV)
 分析領域 : 9 μ m ϕ ~ 1400 \times 300 μ m \square (可変)
 スパッタ用イオンガン : Ar⁺, Ar-GCIB
 Sput.Rate : 約1nm/min. ~ 約50nm/min (SiO₂換算値)
 試料サイズの目安 : 10mm \times 10mm \times 1mm程度
 最大搭載サイズ : 50mm \times 50mm \times 5mm程度



PHI 5000 VersaProbe III ※

※) <https://www.ulvac-phi.com/ja/>

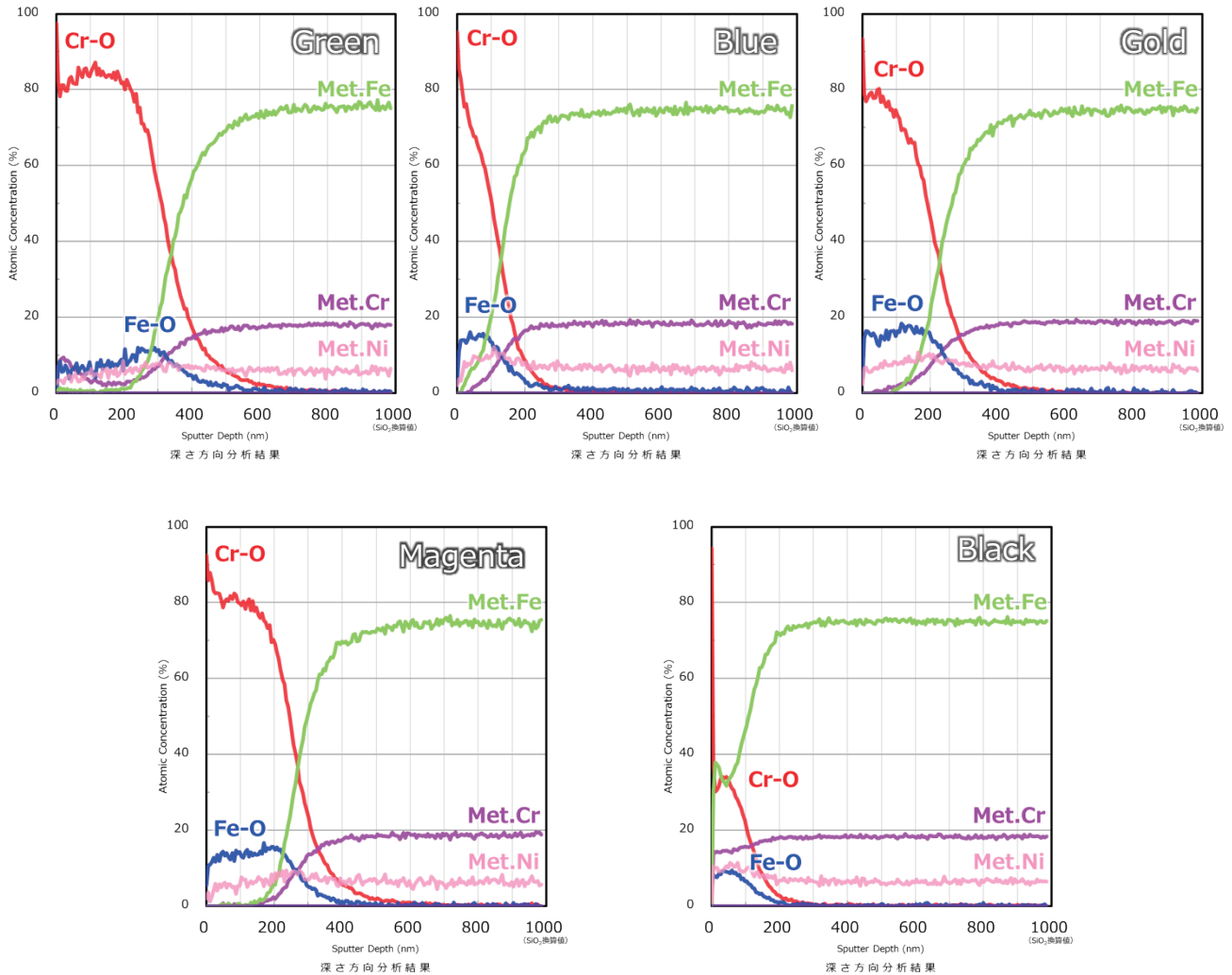
3. 試料情報



金属光沢を残した艶やかな発色が得られ耐食性も兼ね備えたカラーステンレスは、装飾用パネルや食器等に採用され私達の身の周りで目にする機会も増えてきました。カラーステンレスの色調は、ステンレスの表面に存在する数100nmの酸化皮膜により生じた「干渉色」を人の目が捉えたものです。入射した光がステンレス母材と酸化皮膜とで異なる経路で反射して生じた「干渉色」は、酸化膜厚の組成や厚さの違いによって波長の異なる光となり見た目の色調が変化するとされています。

XPSを用いた酸化皮膜分析 (カラステンレスの深さ方向分析)

4.測定事例



各々の深さ方向分析結果より、色調と酸化膜厚の大小関係は以下の順列である事がわかりました。

Green (360nm) > Magenta (290nm) > Gold (250nm) > Blue (140nm) ≧ Black (130nm)

さらに、XPSが得意とする結合状態解析を深さ方向分析に適用する事で、各々の元素の酸化物or金属成分が、どれくらいの量比率で、どんな深さまで存在しているのか? について判別する事が可能です。

カラステンレスの深さ方向分析結果では、鮮やかに発色したステンレスの酸化膜厚に差があるだけでなく、GreenはほぼCr酸化物からなる厚い酸化皮膜である事、Blue, Gold, MagentaはCrとFeを含む酸化皮膜組成としてはほぼ同一で各々酸化皮膜の厚さが異なっている事、Blackでは酸化皮膜自体は薄く金属成分と酸化物とが混在するまだらな皮膜が生成している事が判りました。

普段身近に感じている製品の変色に関わる問題はナノメートルオーダーの表面で生じている酸化や腐食が関与している事も多く、XPSはそういった表面に関する分析・解析に威力を発揮します。