XPS分析事例 ③

酸化アルミニウムの酸化数評価

XPS分析では、各軌道から検出されるピーク位置を詳細に解析することで、測定領域(Φ10 ~ 100 µm, 深さ10 nm以下)に存在する元素の結合状態を求めることが可能な手法です。

今回はアルミニウム酸化物についてもXPS分析スペクトルを確認すると、図1のように結合状態(金属、酸化物)の差がスペクトル形状に現れたため、結合状態比の解析を行いました。

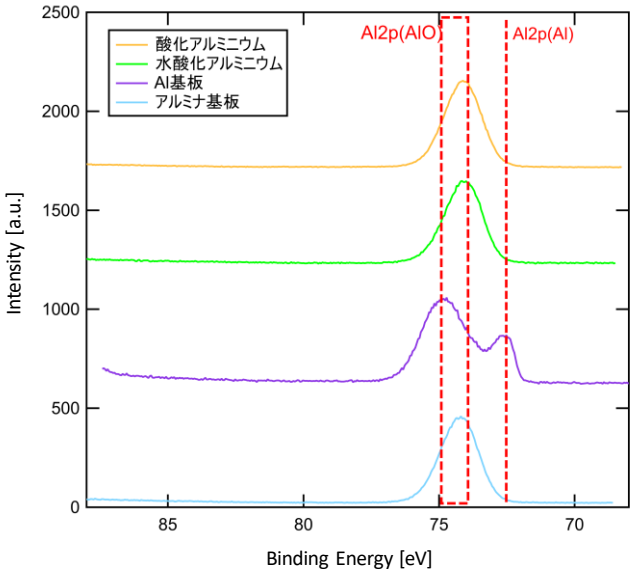


図1:各試料のAl2pスペクトル
(縦軸(強度)は規格化処理済)

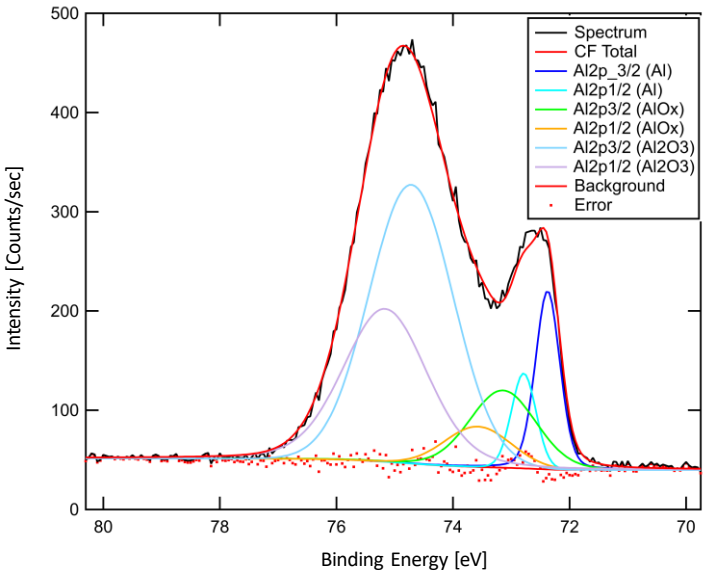


図2:Al基板のAl2pスペクトル
カーブフィッティング解析結果

アルミニウム酸化物はAl_2O_3、$Al(OH)_3$などが存在しますが、Al2p3/2ピーク位置が74 ~ 75 eVの間に存在し、個別にカーブフィッティング解析で結合状態を求めるのは困難な場合が多いことが知られています。その場合、解析方法としては、全体のアルミニウム酸化物(AlOx) の組成比x(または酸化数)を求める方法を用いて評価を行います。

評価はSurveyスペクトルで不純物が存在していないかを確認し、検出された元素をカーブフィッティング解析が可能な高分解能スペクトルで測定します。測定結果のスペクトルを解析し、結合状態比を求めて元素組成比を求めます(下表)。

以下の4試料のアルミニウム材料を評価しました。

- 酸化アルミニウム(粉末)
- 水酸化アルミニウム(粉末)
- Al基板
- アルミナ基板

Sample	C1s	O1s			Al2p			Total	AlOx
			Cと結合するO	Alと結合するO		Al金属	Oと結合するAl		
酸化アルミニウム	10.7	59.0	3.4	55.6	30.3	0.0	30.3	100.0	1.8
水酸化アルミニウム	39.1	45.1	4.9	40.2	15.8	0.0	15.8	100.0	2.5
Al基板	28.9	44.4	2.1	42.3	26.7	5.7	21.0	100.0	2.0
アルミナ基板	24.6	49.0	4.8	44.2	26.4	0.0	26.4	100.0	1.7

表:4試料におけるアルミニウム酸化物の組成比x 解析結果(単位はatom%)

求めた結果から、Oと結合するAl、Alと結合するOを求めて組成比を算出しました。解析の結果、アルミニウム酸化物は主に酸化アルミニウム(x=1.5)、水酸化アルミニウム(x=3.0)、の2状態が考えられ、粉末2試料は最表面の影響はありましたが、化学量論的に近い結果となりました。アルミナ基板は酸化アルミニウム粉末に近い状態として酸化物が存在し、Al基板表面にある酸化膜は、水酸化アルミニウムが含まれる酸化物で存在していることが示唆されました。

今回の解析では、Al基板の結合状態は化学量論的なアルミニウム酸化物と、中間組成としてのアルミニウム酸化物があり、2状態を合わせた形で評価しましたが、さらに組成比の違いを仮定すると、同じAl基板の表面処理の違いなどを詳細に評価することも可能になります。

お問い合わせフォームからお気軽にお問い合わせください。
https://iontc.co.jp/contact