

【技術資料】ESCA による高分子膜の深さ方向分析

概要

高分子膜は、包装材料から半導体材料まで様々な用途に使用されます。膜を構成する高分子の種類や構造などは材料特性に影響するため、その化学状態を把握することは重要です。X線光電子分光分析装置(ESCA(XPS))は分析深さが数 nm と非常に浅いため、薄膜の化学状態解析に特に有用ですが、高分子膜では化学状態を維持したまま測定可能なアルゴンガスクラスタースターイオン銃(Ar-GCIB)が必須となります。

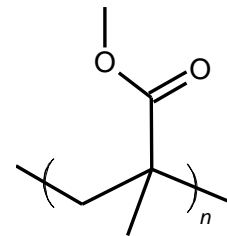
今回は標準試料とモデル試料を例に、Ar-GCIB を搭載した ESCA(以下、GCIB-ESCA)による高分子膜の深さ方向分析を紹介します。

分析事例の紹介

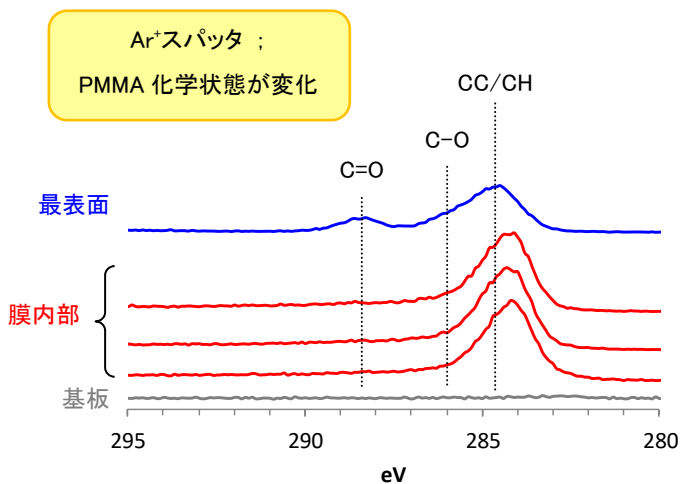
<Ar-GCIB の特徴>

Ar-GCIB は、高分子膜の低損傷スパッタが可能です。ESCA と組み合わせ、nm オーダー単位で深さ方向の化学状態を解析できます。

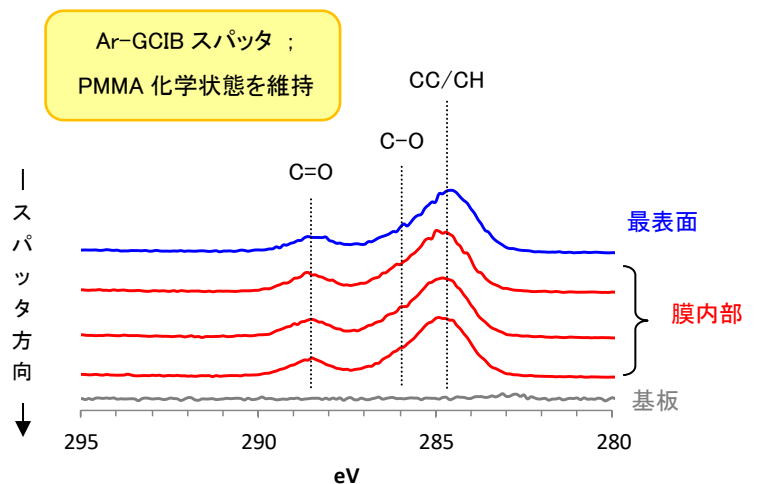
標準試料 PMMA(ポリメチルメタクリレート)/Si 基板の深さ方向分析結果を行いました。PMMA の構造式を【図 1】に、深さ方向の C1s 高分解能スペクトルを【図 2, 3】に示します。



【図 1】PMMA の構造式



【図 2】Ar モノマーイオン銃を用いた PMMA/Si 基板の ESCA 深さ方向分析結果



【図 3】Ar-GCIB を用いた PMMA/Si 基板の ESCA 深さ方向分析結果

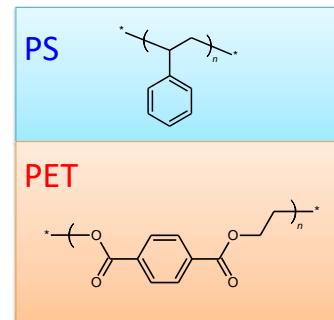
汎用的なスパッタは Ar モノマーイオン(Ar⁺)を用いますが、スパッタ後にピークシフトやピーク消滅が確認され、PMMA の化学状態が変化しています【図 2】。一方、GCIB スパッタはスパッタ前後のピーク形状が同等であり、PMMA の化学状態を維持していることが分かります【図 3】。

これらの結果より、高分子膜の深さ方向分析には GCIB-ESCA が有用となります。

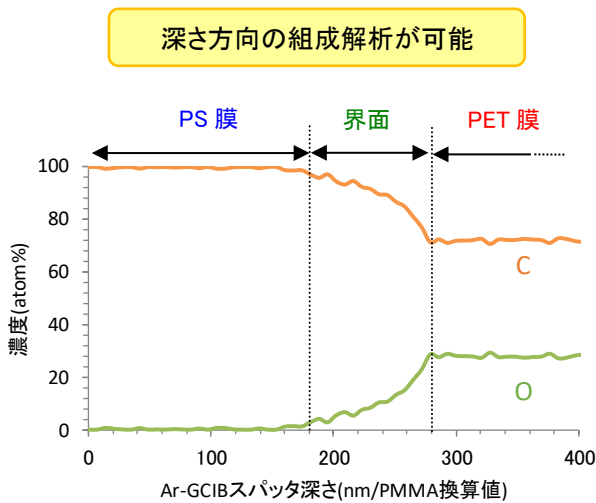
＜高分子膜の深さ方向分析＞

ポリスチレン(PS)／ポリエチレンテレフタレート(PET)膜【図 4】をモデル試料として、GCIB-ESCA による深さ方向分析を行いました。

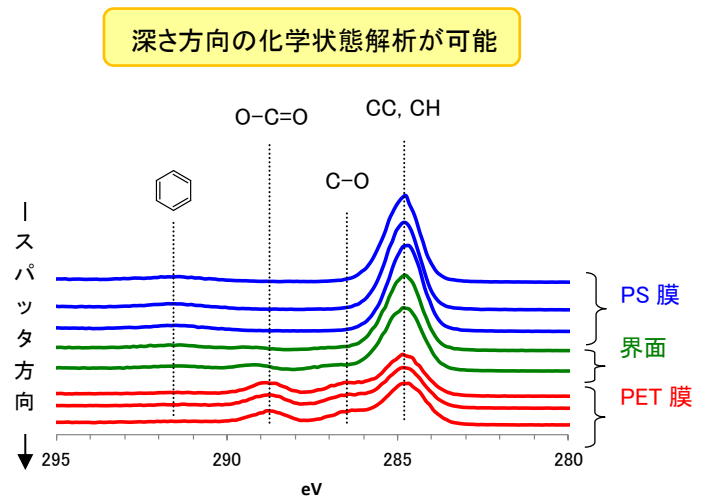
ESCA では、スパッタと測定を交互に繰り返してスペクトルを取得し、元素組成や化学状態を解析できます。深さ方向の組成分析結果(デプスプロファイル【図 5】)と C1s 高分解能 スペクトル【図 6】を示します。



【図 4】PS/PET 膜の模式図



【図 5】PS/PET 膜のデプスプロファイル
(横軸のスパッタ深さは PMMA 換算値)



【図 6】Ar-GCIB を用いた PS/PET 膜の
ESCA 深さ方向分析結果

デプスプロファイルの組成分析結果は理論値(PS:C/O=100/0, PET:C/O=78/28)と良く一致し、C1s ピークはPSおよびPETの化学状態を反映しました。さらに、PS/PET界面(約180~280nm 深さ/PMMA 換算値)の存在が明らかとなりました。

このように、GCIB-ESCA による深さ方向分析は高分子膜の化学状態解析に有用です。今回は数百 nm オーダー膜厚の高分子膜を分析した結果を示しましたが、ESCA では、さらに薄膜(nm オーダー膜厚)の高分子膜も評価可能です。

適用分野：食品包装材、電池・半導体材料、フラットパネルディスプレイ、その他有機製品
キーワード：高分子膜、有機膜、界面、ESCA、XPS、GCIB、深さ方向分析