

2021/5/21 材料計測学5の作業内容

(1) 10:20-30にWebexに入ってください。

<https://iwate-univ.webex.com/iwate-univ/onstage/g.php?MTID=e521bdd05b981861722b93c8a9bb2d4ca>

議題: 材料計測学 第5回 2021年5月21日 10:15, 日本時間(東京、GMT+09:00)

イベント番号: 165 820 8401 イベントパスワード: rpPJkC3uS92

(2) **出欠確認:オンライン講義の中ほどで問題を出します。**

時刻を決めて、WebClassから答えを入力してもらいます。

(3) 資料その2として、表面分析の解説資料をつけました。

(4) **課題:AESとXPSの原理と応用例を1-2枚程度でまとめて、保存しておいてください。**

次の課題とまとめて、後日 WebClassから提出してもらいます。

今回の説明動画(14:51) : <https://youtu.be/TE15jLErQCg>

参考動画

(参1) <https://www.youtube.com/watch?v=7NkX-FI5Qwc>

13:35 古いですが、よくまとまっています。
5:00頃 AFM, 9:50頃 EPMA, 11:20頃XPS

(参2) <https://www.youtube.com/watch?v=joAdaPS2C-Q>

5:41 音声無しが残念ですが、
AES, XPS, EPMA, XRFの違いと応用例がgood。

(参3) https://www.youtube.com/watch?v=ONW_7eHxpNU

15:21 古いですが、よくまとまっています。
Spring-8と応用例

材料計測学

動画5

①②③: 組織・構造(光顕・電顕、回折、原子の観察)

④⑤⑥: 化学組成・結合状態 AES, XPS, SIMS



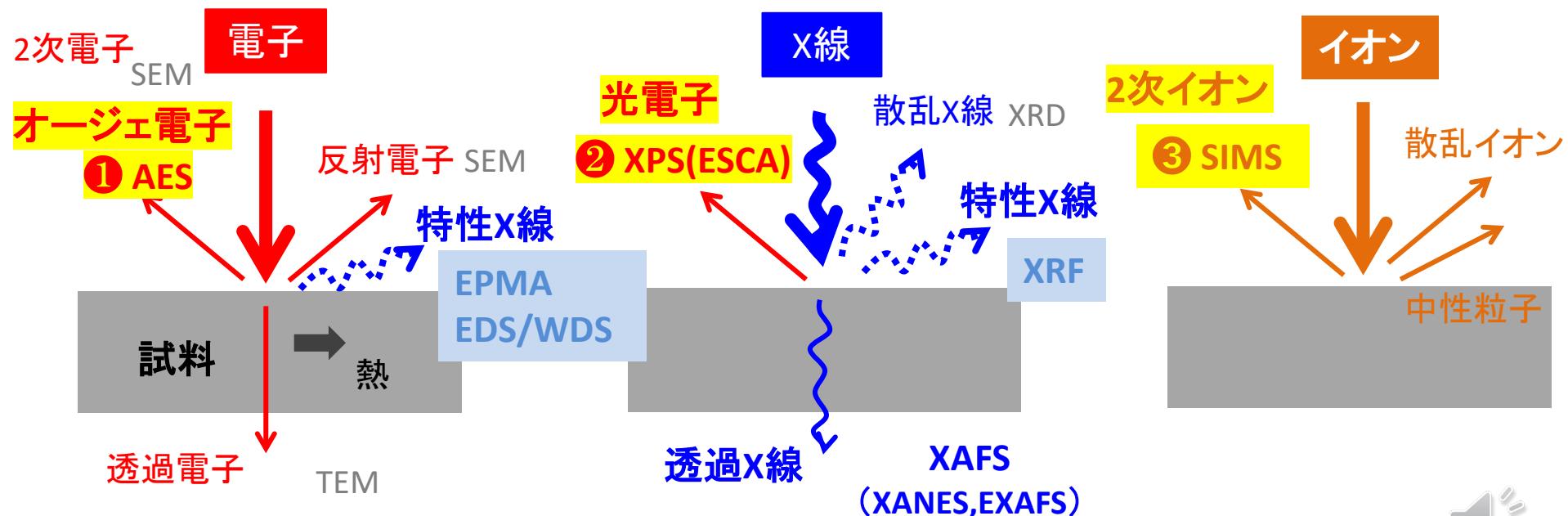
資料 吉原 J. Surface Analysis Vol.25 (2018) 122

表面分析入門 吉原・吉武 裳華房

表面科学の基礎2 日本表面科学会 共立出版

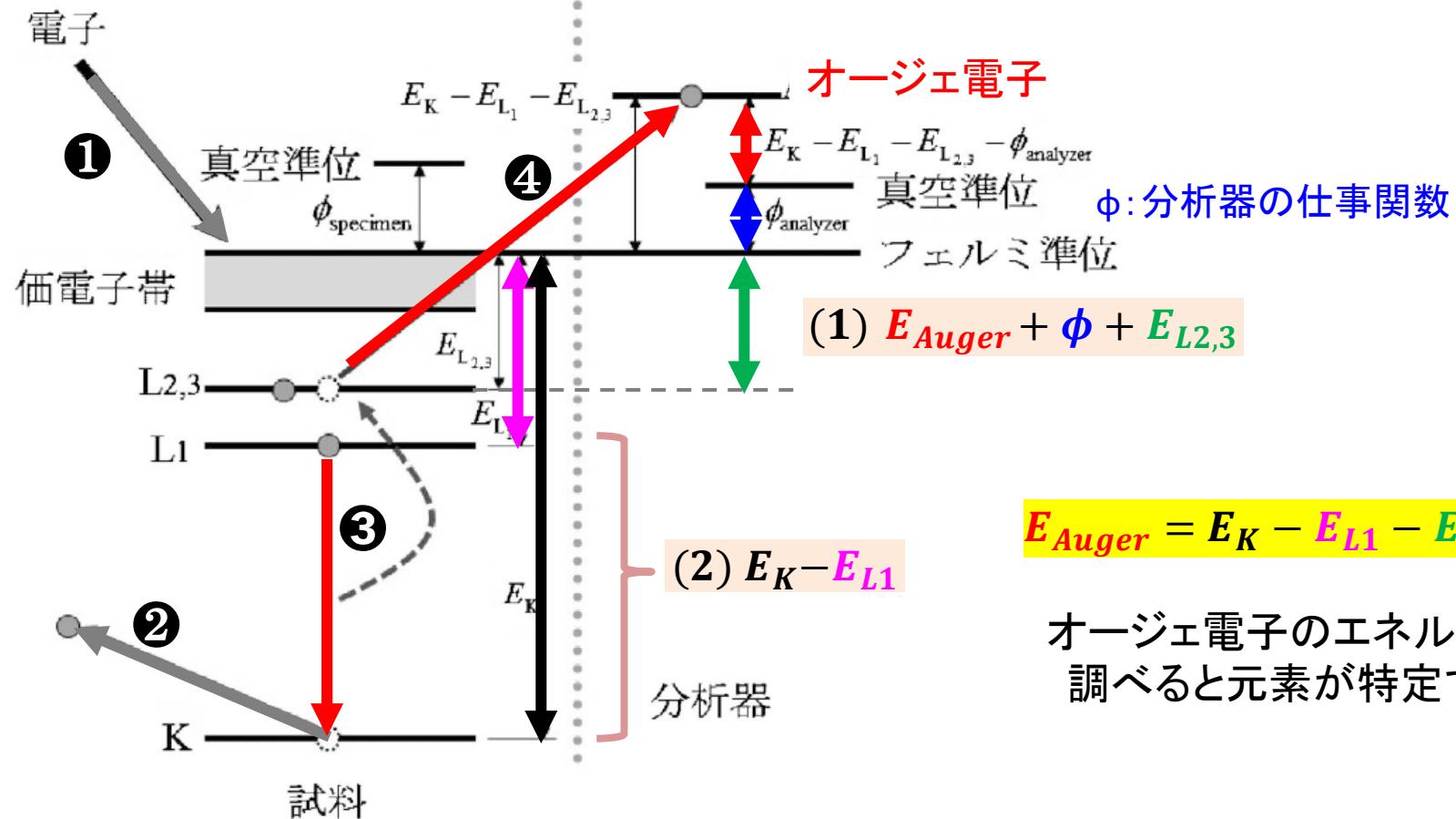
担当: マテリアル鎌田

● 電子・X線と固体の相互作用



●オージェ電子分光法 Auger Electron Spectroscopy : AES

原理



$$E_{Auger} = E_K - E_{L1} - E_{L2,3} - \phi$$

オージェ電子のエネルギーを調べると元素が特定できる

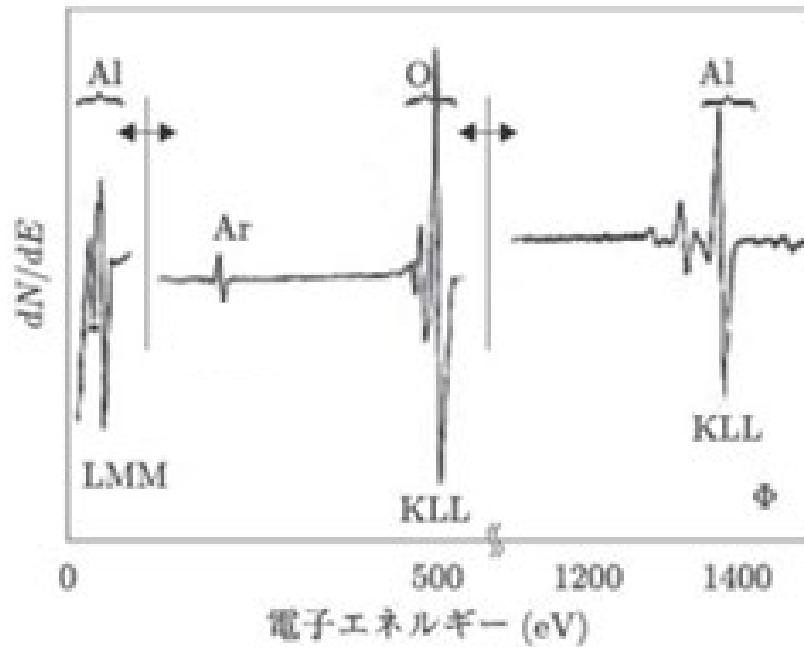
③のときのエネルギー放出…2通り

特性X線…EPMA, 今回: オージェ電子

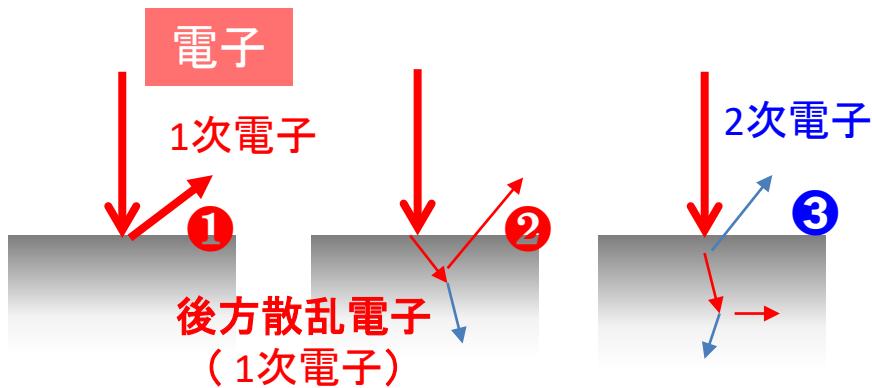


(例) Al_2O_3 のオージェスペクトル

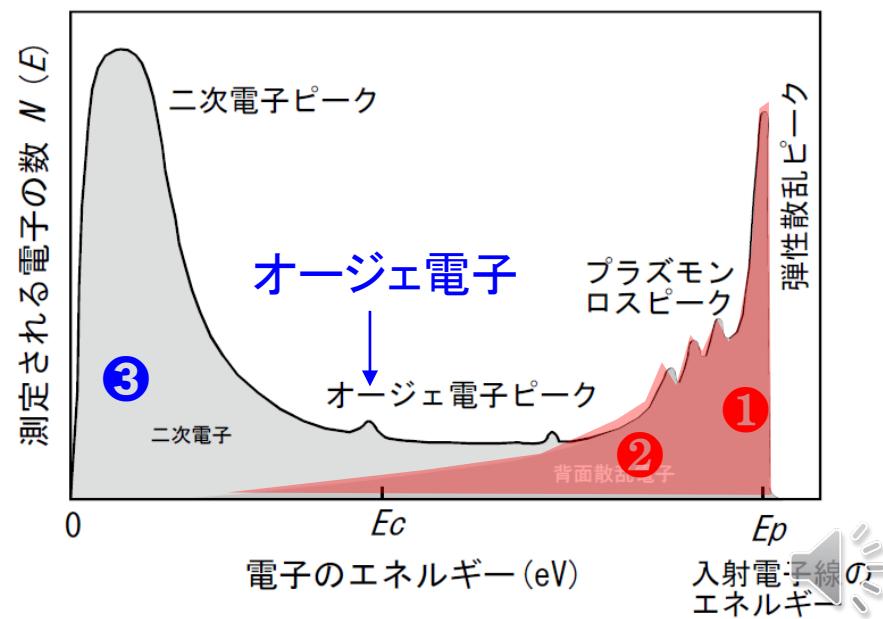
KLL…K殻とL殻の3つの準位が関与
LMM…L殻とM殻の3つの準位が関与



● 表面から放出される電子



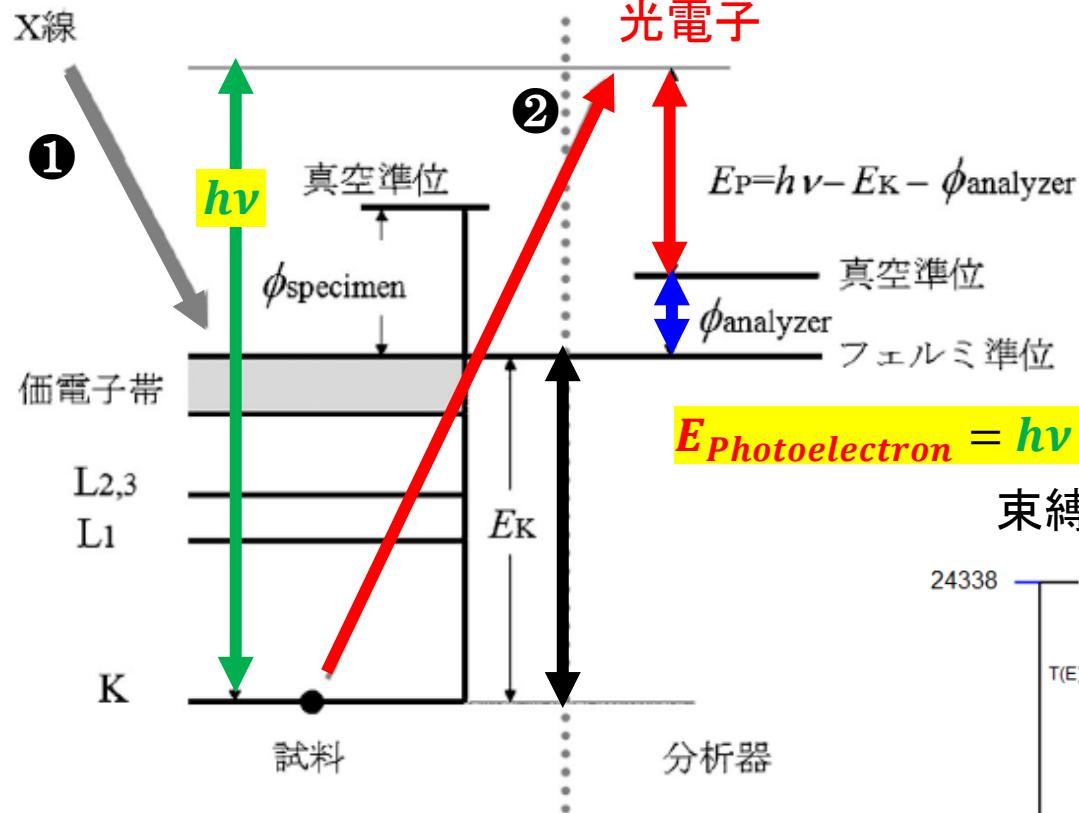
弹性散乱…向きが変わる。エネルギー:同じ
非弹性散乱…向きが変わり、エネルギー:失



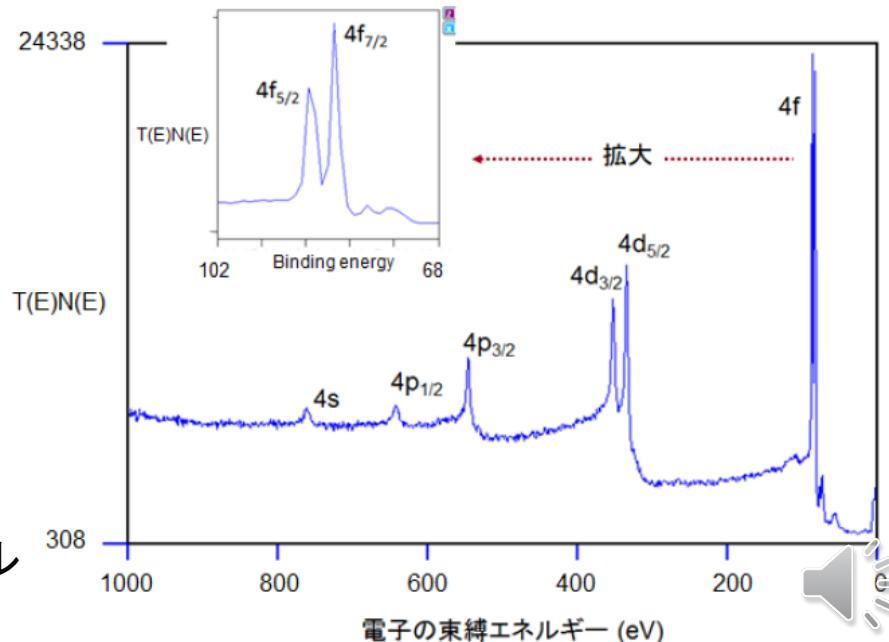
●X線光電子分光法 X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS

(Electron Spectroscopy for Chemical Analysis : ESCA)

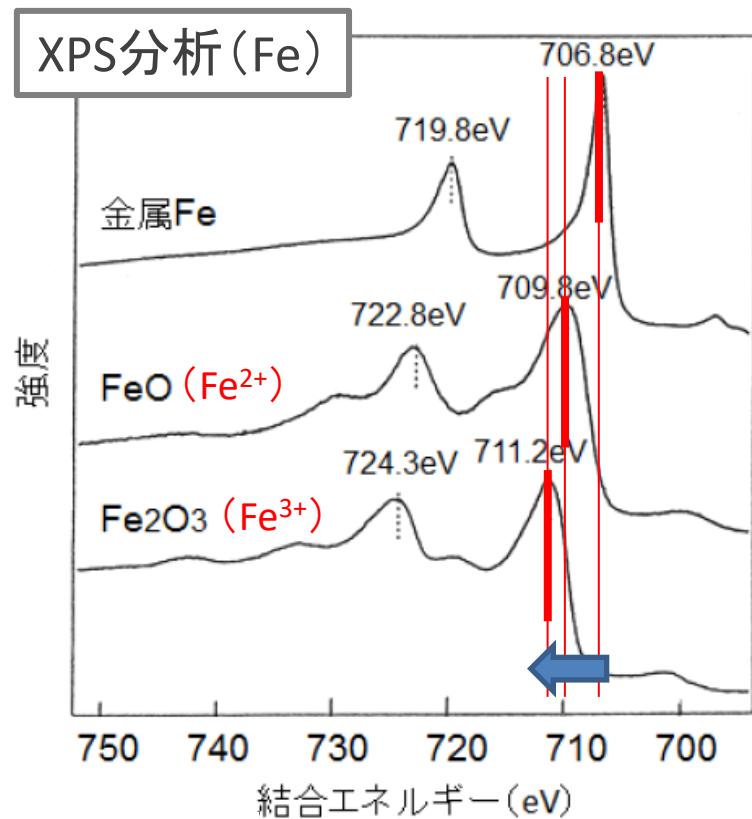
原理



MgK α 線で励起した
Auの光電子スペクトル



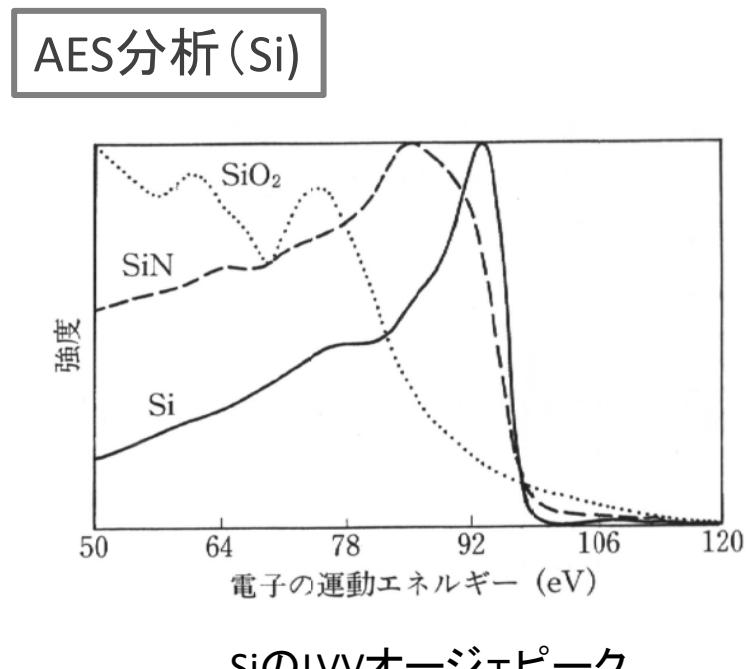
- 化学状態の分析が可能



0…電氣陰性度：大

- ・価電子···酸素側に移動
 - ・内殻電子···強く原子核に束縛
→ Fe 結合エネルギー: 大

(化学シフト, chemical shifts)



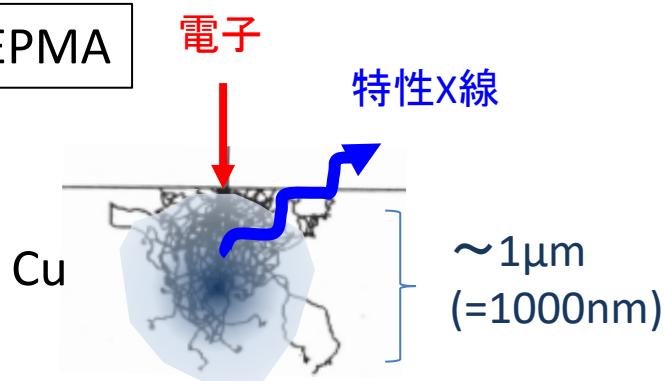
3つの準位が関与 → 解釈がやや難

ピーク位置・形状
…化学状態を反映

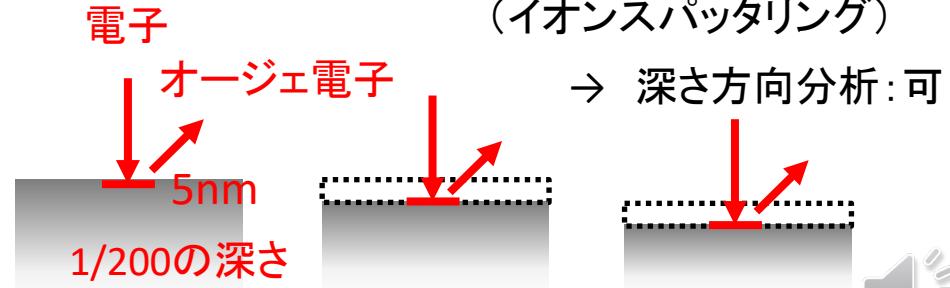


	EPMA	AES	XPS
用途	組成分析	組成・化学状態分析	
プローブ	電子	電子(数nm径)	X線(数μm径)
像観察	2次電子像	2次電子像	CCDカメラ等
検出対象	特性X線	オージェ電子	光電子
領域:深さ	~数μm	~5nm	~5nm
エネルギー分解能	10eV程度	2eV程度	0.3eV程度
その他	局所評価:可 チャージアップ	局所評価:可 チャージアップ:注	化学状態分析で優れ、 絶縁体:可

EPMA



AES



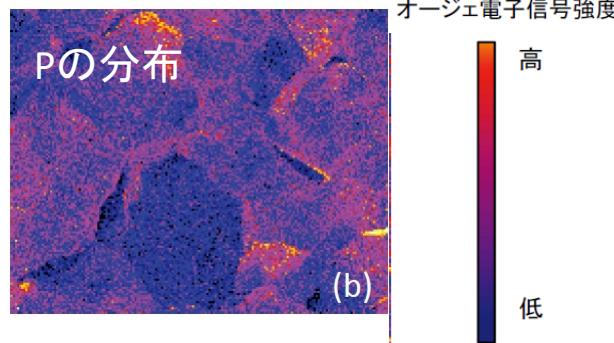
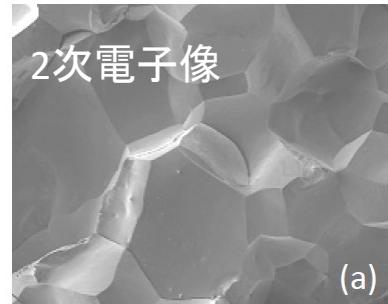
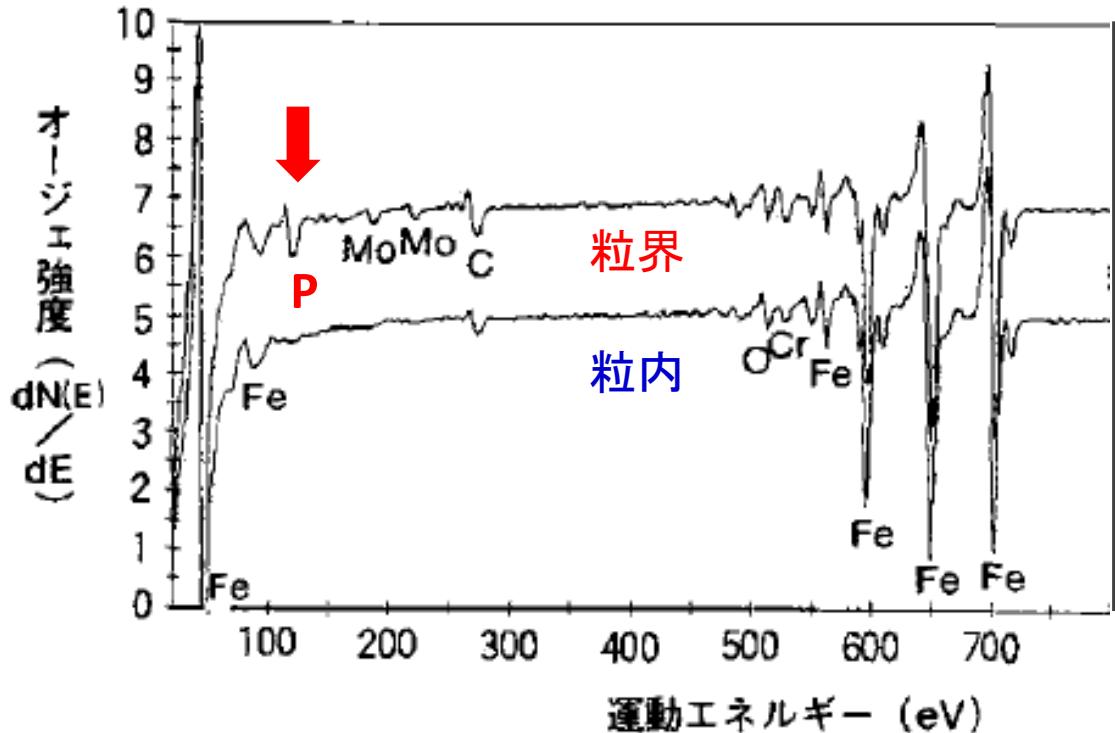
x線に比べて物質との相互作用が
非常に強く、表面近傍から脱出

表面分析



●AES分析:例 偏析の評価

P(脆化元素)を含む鋼を超高真空中で破断して分析



P偏析(1原子層程度、他では難)が評価可能

鋼中に添加した
Pの粒界偏析のAES分析

田中ら 表面技術 Vol.66 (2015) 614



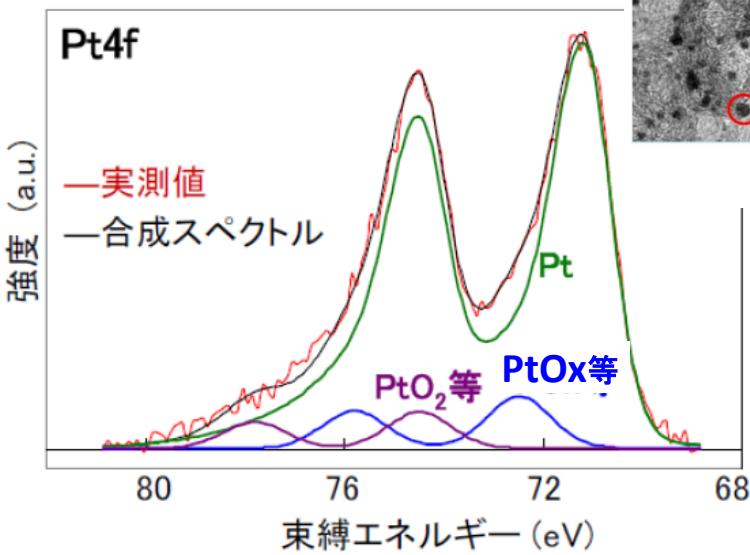
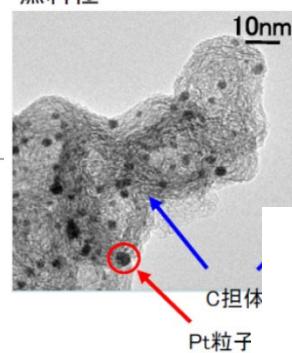
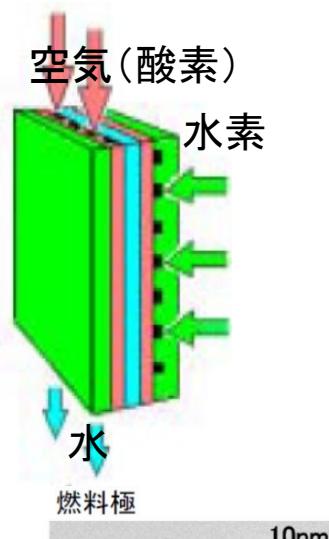
●XPS分析1

燃料電池の電極開発

・・・次世代エネルギー源

セパレータ/電極/電解質

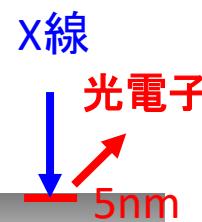
カーボン担体+Pt触媒



存在比 Pt : PtO_x (x<2) : PtO₂ = 85.2 : 8.7 : 6.1

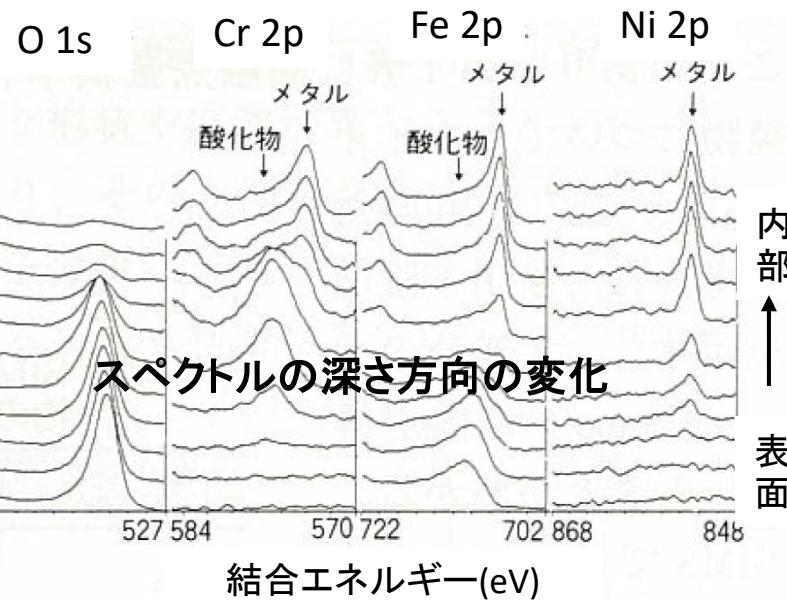
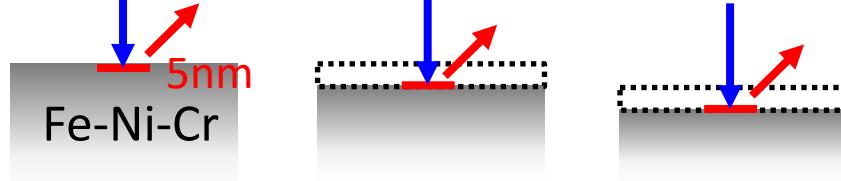
●XPS分析2

ステンレス鋼の酸化被膜の解析



Fe-Ni-Cr

イオンスパッタリング
→ 深さ方向分析: 可



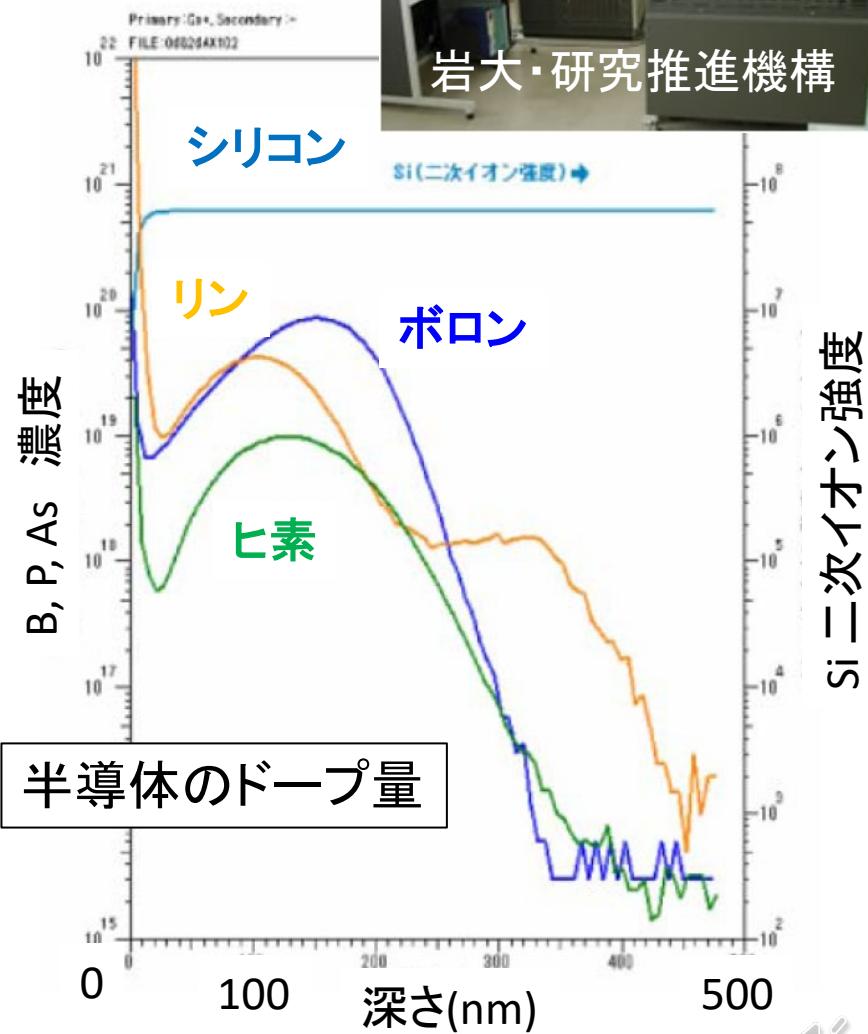
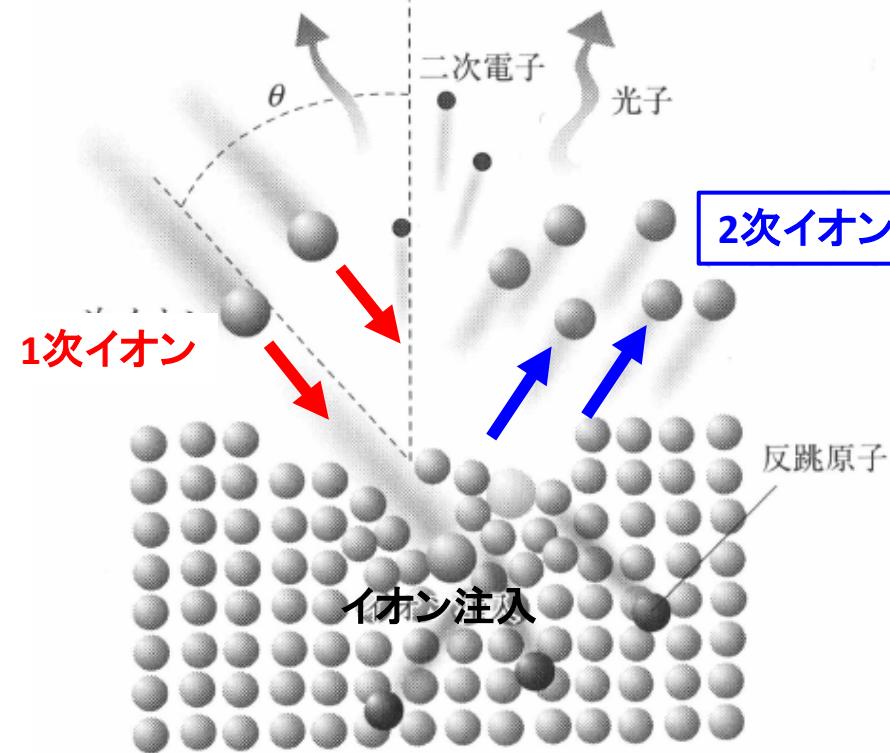
●二次イオン質量分析法

Secondary Ion Mass Spectroscopy : SIMS

- ・高感度(ppb～ppm)

1ppm (100万分の1, 10^{-6}) = 0.0001%, 1ppb (10^{-9})

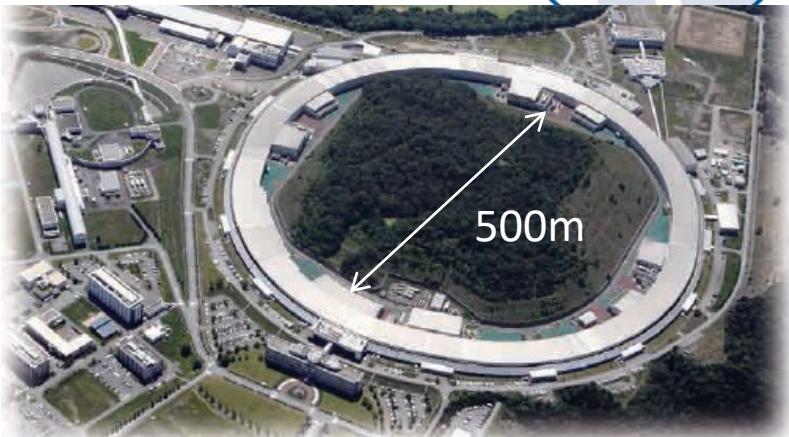
- ・H, He 分析可 (AES,XPSでは不可)



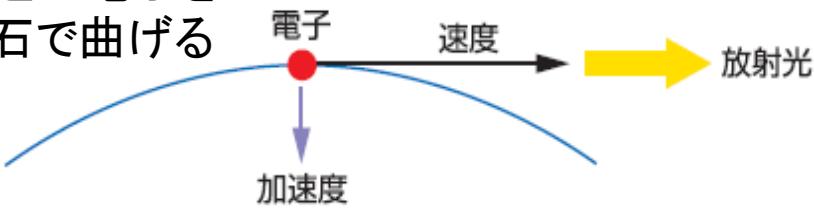
●放射光(X線)

Spring-8

Super Photon ring-8GeV

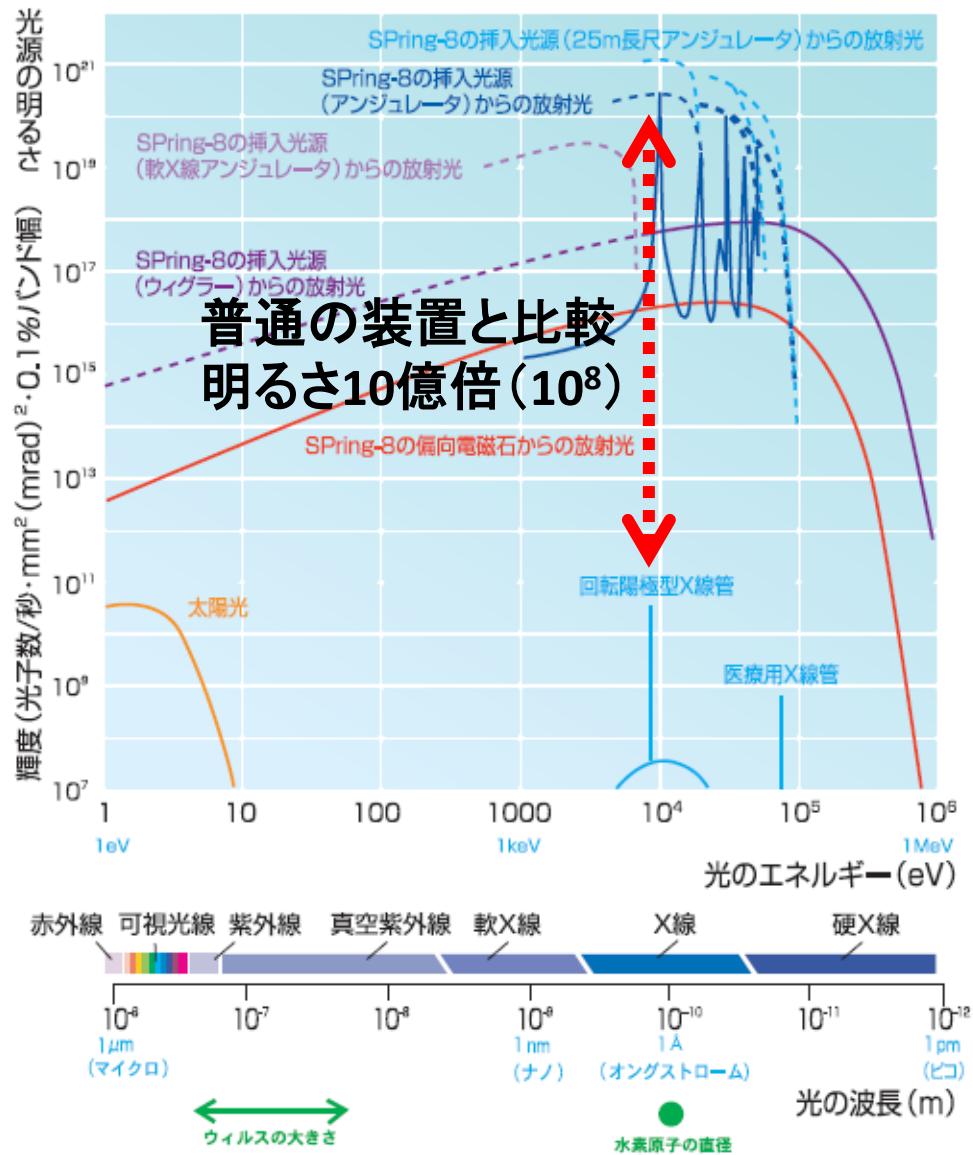


高速の電子を
磁石で曲げる

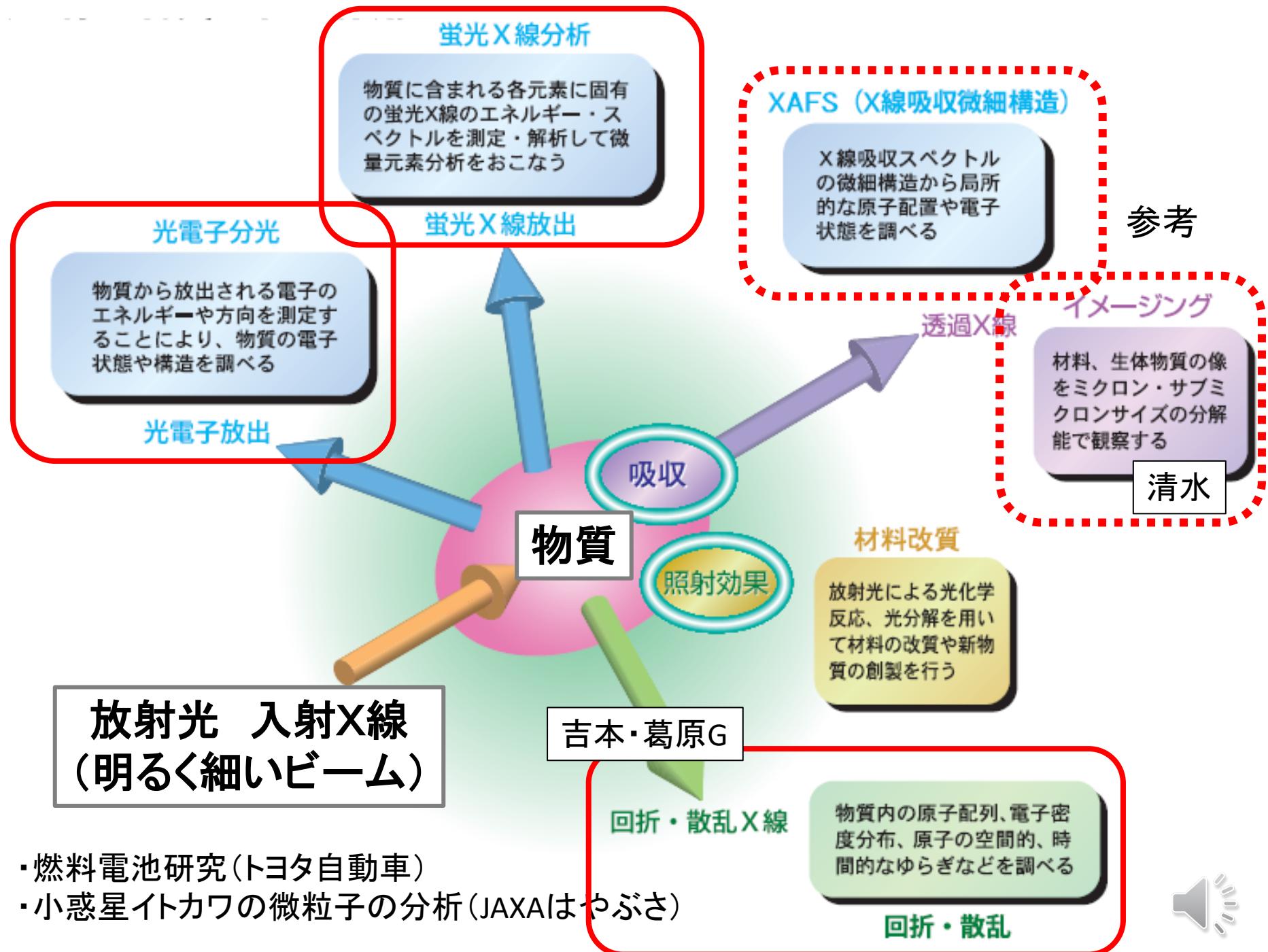


◎極めて明るく、細い

◎広い波長領域(X線～赤外線)
◎偏光、パルス光



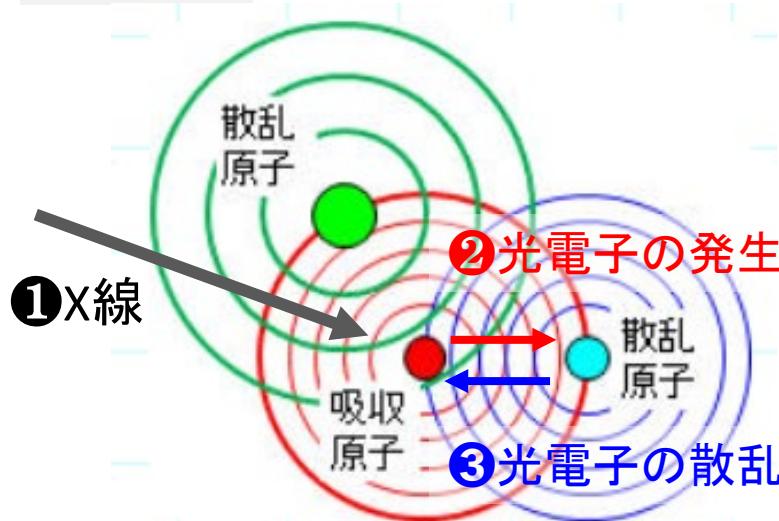
http://www.spring8.or.jp/ja/about_us/whats_sr/sp8_features/



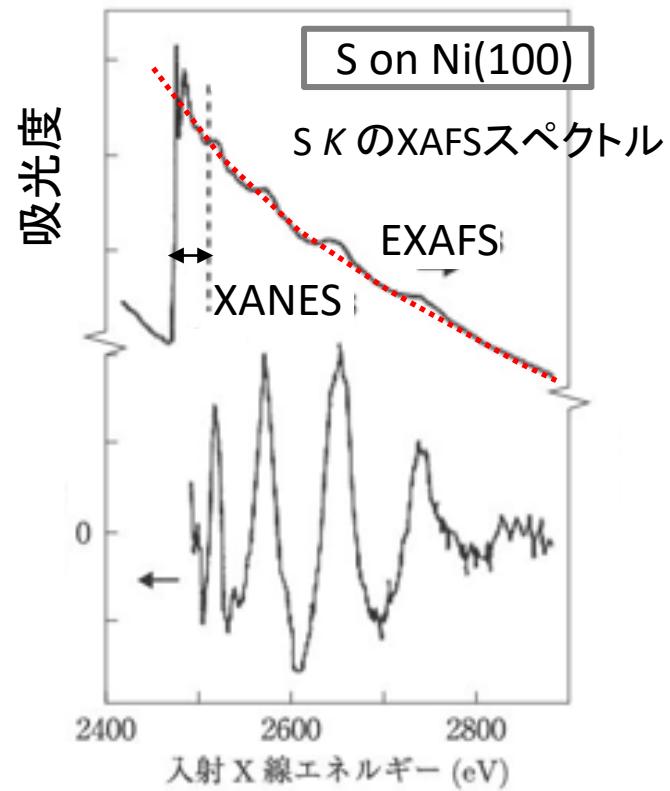
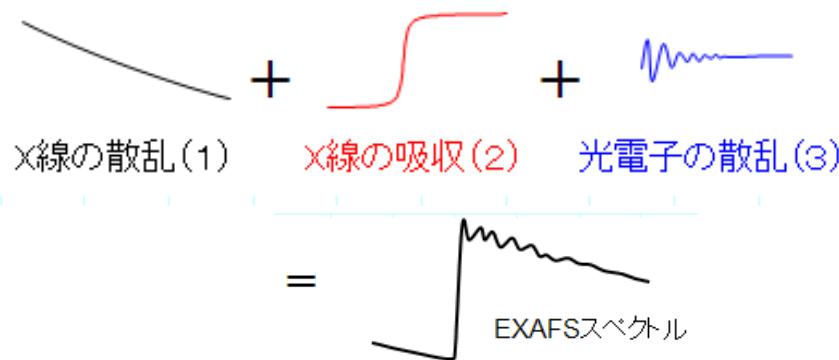
(参考) X線吸収分光

XAFS(ザフス): X線吸収微細構造 X-ray Absorption Fine Structure

- ザーネス **XANES**: XA Near Edge Structure(X線吸収端近傍スペクトル)
イグザフス **EXAFS**: Extended XAFS(広域XAFS)



周囲の原子による散乱
波の干渉による振動 → 周囲の様子がわかる



(例) S周りのNi原子の距離がわかる

https://staff.aist.go.jp/a.ohta/japanese/study/XAFS_ex2.htm

鎌田・清水G 放射光X線による材料の3D/4D解析 3D/4Dで材料研究はどう変わる？



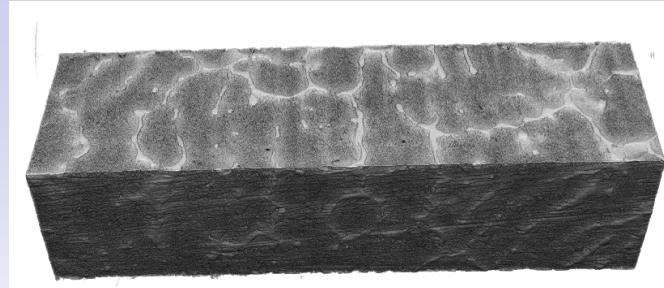
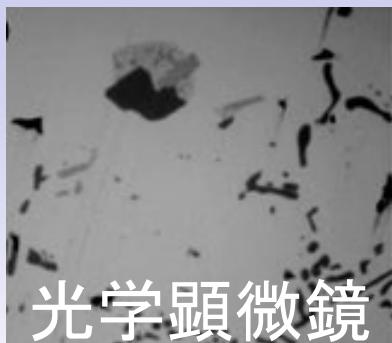
清水一行 助教

- ・物理学実験(2年前期)
- ・物理・材料理工学実験(3年前期)



大型放射光施設
SPring-8(兵庫県)

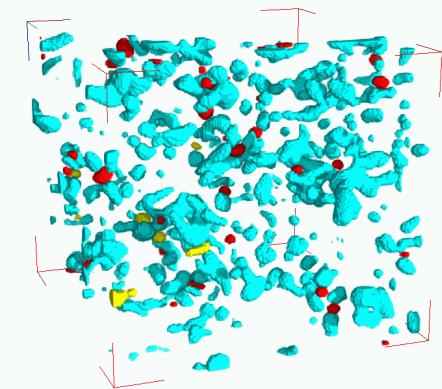
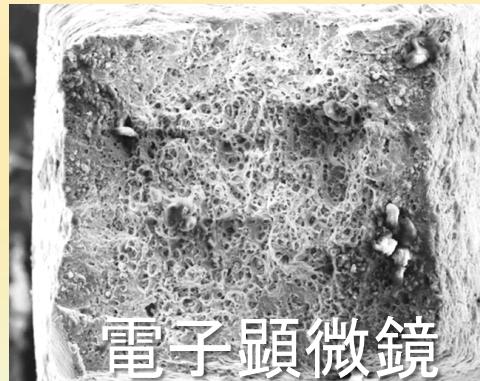
2Dから3Dへ



光学顕微鏡
従来の材料観察

X線による非破壊3D観察

2Dから4Dへ



電子顕微鏡
従来の破壊評価

X線による4D破壊評価

⑤： 化学組成・結合状態 AES, XPS, SIMS

表面分析法 原理？特徴？何ができるか？

(その他)

- 放射光
- XANES
- X線イメージング

次回

⑥： 発光分析、ガス分析

