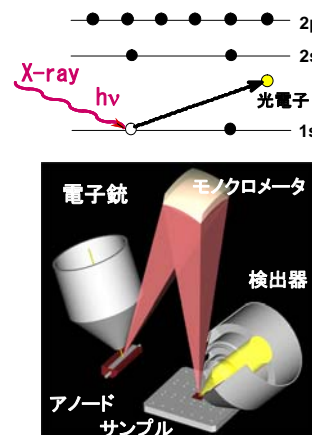


ディビジョン番号	14
ディビジョン名	ナノテク・材料化学

大項目	3. ナノ計測・分析
中項目	3-2. 分析
小項目	3-2-4. XPS

概要（200字以内）

X線光電子分光法（XPS）は、固体試料にX線を照射する事で表面深さ～10nm から放出される光電子のスペクトルを測定し、表面組成並びに化学結合状態に関する情報を得る手法で、ハードマテリアルからソフトマテリアルまで最も普及している表面分析手法である。X線の微細化技術と走査技術により10 μ m以下の分解能でイメージングが可能になった。一方、C60イオン銃の出現により、SIMSに匹敵する深さ方向の化学組成分析が可能となった。



現状と最前線

ナノメートル・レベルの膜厚で種々の機能を担う有機高分子薄膜や有機積層材料は、有機表示デバイス、有機電子デバイス、バイオデバイスなど広範な分野で利用されている。このような有機高分子薄膜、積層材料の研究・開発には、その表面および内部（界面）の化学構造解析が不可欠である。X線光電子分光法（XPS: X-Ray Photoelectron Spectroscopy）は、固体試料にX線を照射する事で表面深さ～10nm から放出される光電子のスペクトルを測定し、表面の組成並びに化学結合状態に関する情報を得る手法である。

X線ビームの微細化と走査技術の向上により、高分解能での表面化学組成の二次元マッピングが実現している。図1はライン状に撥油性のフルオロアルキルシラン単分子膜でパターン化したシリコンウエハー上にポリスチレンのキシレン溶液よりインクジェット製膜したポリスチレン超薄膜のイメージングXPS像である。パターンの線幅は10 μ mであり、PS溶液が撥油性のフルオロアルキルシラン単分子膜表面を濡らすことが出来ず、Si-OH表面に移行し、PSがSi-OH部分に位置選択的に製膜されていることが明確に観察できる。このようにイメージングXPSによって表面の有機・高分子材料の二次元元素分析が実現されている。

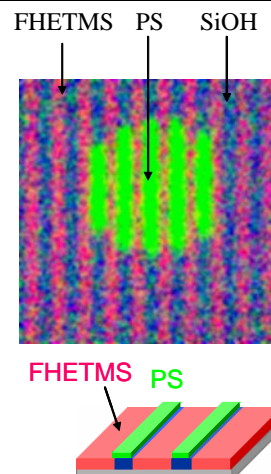


図1 パターン化したシリコンウエハー基板にインクジェット法で製膜したポリスチレン超薄膜のイメージングXPS像

従来の XPS では、深さ方向分析は光電子放出角可変法や Ar イオンによるスパッタリングが用いられてきたが、Ar イオンを照射すると試料の損傷が大きいため、有機高分子材料の化学構造（組成および形態）を深さ方向に分析することは極めて困難であった。近年、 C_{60} イオンを試料表面に照射すると、Ar イオンに比べて試料の表面損傷がほとんどなく、これまで不可能とされていた有機・高分子材料の低損傷スパッタリングが実現されることが明らかにされた。この技術開発により、XPS による有機薄膜内部の化学構造や、有機積層材料の界面構造の分析等が可能になった。図 2 は C_{60} イオンでスパッタリングした場合のポリスチレン-ポリフルオロアルキルアクリレートジブロック共重合体薄膜の C, F, O のデプスプロファイルである。表面層に低表面自由エネルギーのフルオロアルキル鎖が濃縮しており、ブロック共重合体の周期性に対応した表面組成の深さ方向依存性が観測

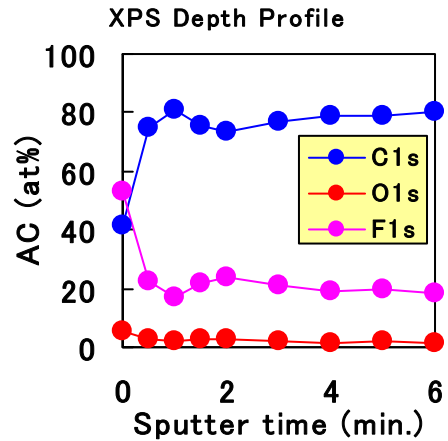


図2 C_{60} イオンでスパッタリングした場合のポリスチレン-ポリフルオロアルキルアクリレートジブロック共重合体薄膜のデプスプロファイル

されている。この挙動は動的二次イオン質量分析法で評価されるデプスプロファイルと良く対応している。

このように XPS は歴史の古い表面分析法であるが、高性能の表面分析法として大きく発展しつつある。(いずれの図も筆者の研究グループとアルバックファイの共同研究の成果である。)

将来予測と方向性

- ・ 5年後までに解決・実現が望まれる課題
 - 1) X線のビームの微細化と検出器の感度向上による位置分解能の向上 (1 μ m 以下)
 - 2) 有機物で安定で定量的なスパッタリング可能なイオン銃の開発
- ・ 10年後までに解決・実現が望まれる課題
 - 1) 実験室レベルの線源での単色性の向上 (半値幅の低下) →化学シフトの高精度同定
 - 2) 実験室レベルでの XPS と表面 X 線回折あるいは表面微細形状の同時測定

キーワード

XPS、イメージング XPS、 C_{60} スパッタリング、デプスプロファイル

(執筆者：高原淳)