



（実地研修）Cu、Al 標準試薬の軟 X 線 XAFS 測定

坂本 堯則，坂本 佳史
JX 金属（株）

キーワード：XAFS，軟 X 線、化学状態、検出深さ

1. 背景と研究目的

企業での材料開発や品質保証の面において、化学状態を分析する技術は極めて重要であり、X 線吸収微細構造解析(以下、XAFS) が、一手段として用いられている。XAFS は K 吸収端だけでなく L 吸収端でも測定可能であり、外殻電子が関与する後者の方が、スペクトルの変化がより大きいと想定される。ただし、遷移金属の場合、K 吸収端を測定する硬 X 線を用いた XAFS と比較して、L 吸収端を測定する軟 X 線を用いた XAFS では、測定環境や試料形態の制約が大きく、かつ透過法の適用が難しいため、バルク敏感でなく表面敏感な測定になる。本実験では、今後の軟 X 線 XAFS の活用を見据え、Cu の L 吸収端 XAFS スペクトルを測定し、スペクトルの変化および検出深さを検証することとした。

2. 実験内容

測定試料として Cu ブロック(8mm×8mm×1.5mm 厚)を用い、研磨なしのもの、大気中で研磨したもの、およびグローブボックス内で研磨したものを準備した。グローブボックス内で研磨したブロックは、トランスファーベッセルを用いて大気非暴露で分析室へ導入した。上記 3 種類の Cu ブロックを BL1N2 にて全電子収量法、および部分蛍光収量法での Cu L_{3,2} 吸収端測定を実施した。

3. 結果および考察

Fig.1、2 にそれぞれ全電子収量法、および部分蛍光収量法で取得した Cu L_{3,2} 吸収端スペクトルを示す。全電子収量法で測定したスペクトルでは、表面酸化膜が存在する研磨なしの Cu において、酸化物に起因する 931eV 付近のピークが明瞭に観測され、大気中で研磨した Cu においてもわずかに確認された。グローブボックス内で研磨した Cu では、酸化物由来のピークは検出限界未満であり、ほぼ金属由来の情報を反映したスペクトルといえる。一方、部分蛍光収量法で取得したスペクトルは、3 試料ともにほぼ一致しており、試料表面の酸化膜や汚染の影響が少ないバルク情報を主に反映していることが確認された。Cu L_{3,2} 吸収端測定時の情報深さは電子収量法で数十 nm 程度、蛍光収量法で数百 nm 程度という報告と矛盾しない結果となった^[1]。軟 X 線 XAFS を用いると、表面近傍およびバルクの化学状態が分析可能であり、硬 X 線 XAFS のデータとの組み合わせによって得られる情報はより多くなると期待される。また、軟 X 線 XAFS のデータベースは、硬 X 線 XAFS のそれと比較して少ないため、今後、充実させていく必要がある。

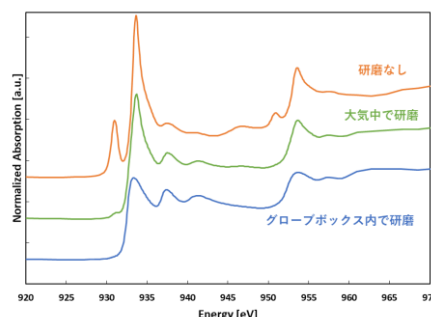


Fig.1 Cu L_{3,2} 吸収端スペクトル (全電子収量法)

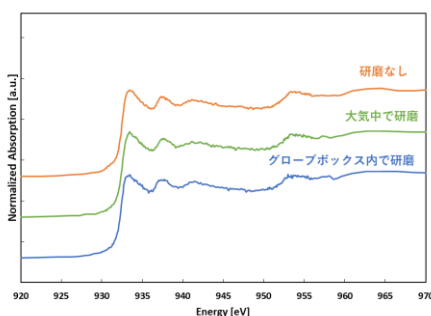


Fig.2 Cu L_{3,2} 吸収端スペクトル (部分蛍光収量法)

4. 参考文献

1. Alejandra B.Gurevich et al., *Surface Science*, 442(1), (1999), P.973