



標準化に向けた放射光ラウンドロビン実験 HAXPES②, ③

池野成裕¹, 安野聡², 陰地宏^{1,3}, 村井崇章¹

¹あいちシンクロトロン光センター, ²高輝度光科学研究センター, ³名古屋大学

キーワード : 光電子分光

1. 背景と研究目的

3 keV 以上の励起光源を用いた放射光光電子分光は, Mg K α や Al K α 線を用いた XPS に比べて光電子の脱出深さが大きいことから, 深い領域の情報が得られ試料のバルクを評価することができる. しかし, ①どの程度の検出深さがあるか, ②定量評価を行いたい公開された測定事例が極めて少なくデータベースがない, などの課題を抱えている.

そのような中, 光ビームプラットフォーム事業では, SPring-8 の産業利用ビームライン BL46XU およびあいちシンクロトロン光センターの軟 X 線光電子分光ビームライン BL6N1 において, 励起エネルギー 3~10 keV を用いて, 分析深さの精密化および光電子スペクトル収集を行い, データベース構築を行っている. 本報告では, 定量評価を行うための相対感度係数導出を目指して, 酸化物粉末試料から光電子スペクトルを取得した結果を報告する.

2. 実験内容

実験は BL6N1 エンドステーションにある超高真空チャンバーに設置されている光電子アナライザー (PHOIBOS) を用いた. 白色放射光を二結晶分光器 (InSb(111)) により単色化し, 励起エネルギーは 3 keV とした. 測定は室温, 光電子の脱出角度 (Take-off-angle) は 90° とし, アナライザーのスリット条件は 7 x 25 mm curved とした. 測定試料は, 8 種類の酸化物粉末を試料ホルダーのカーボンテープ上に貼り付けたもの, および錠剤成形したものを使用した.

3. 結果および考察

Fig.1 に TiO₂ 粉末から得られた Ti 2p スペクトルを示す. 粉末からのスペクトルは既存の文献と良い一致を示し, ピーク形状もガウス分布であった¹⁾. 一方, 同粉末を錠剤成形した場合には, ピーク位置は約 6 eV だけ高結合エネルギー側にシフトし, ピーク形状は非対称となった. これは, 帯電による効果と結論付け, その対策として, 錠剤成形する際にカーボンブラック (CB) を混ぜたところ, 粉末のスペクトルと同程度の結果が得られた. これらをもとに, 強力な帯電が予想される他の酸化物材料 (例えば Al₂O₃, MgO などバンドギャップが大きい材料) に対して適用し, 放射光光電子分光において相対感度係数導出のための標準スペクトルの取得, 解析を進める.

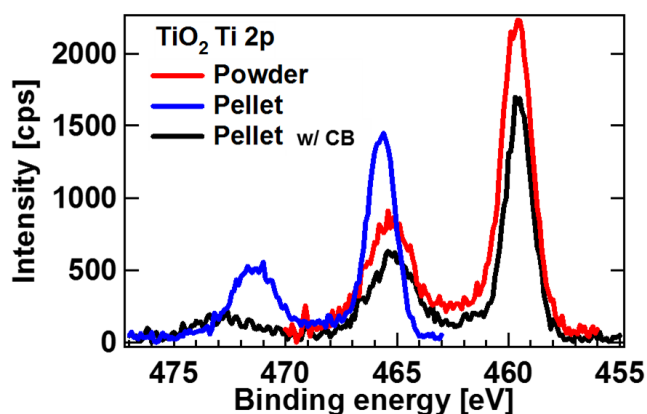


Fig.1 試料調整法が異なる TiO₂ 粉末からの Ti 2p スペクトルの比較

参考文献

- 1) Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy, ULVAC-PHI Inc.