



金属と黒鉛の界面結合状態の分析

本塚 智

九州工業大学 マテリアル工学科

キーワード：XPS, 界面結合

1. 背景と研究目的

金属粒子と黒鉛を同時にボールミルで粉砕すると、黒鉛によって金属粒子の表面が潤滑され、その結果、鉄粒子を扁平形状に塑性変形させられるだけでなく、表面の潤滑によって変形モードが変わり、変形組織も変化する。ボールミルで粉砕する際、ミル内の雰囲気における酸素の有無が、金属粒子表面の黒鉛の潤滑性に影響を与えることが分かった。また、透過型電子顕微鏡による観察の結果、黒鉛のベール面の配向性が、酸素の有無によって変化することが明らかとなった。このベール面の配向性機構に、金属表面の酸化状態が影響していると考えられた。そこで、この金属/酸素/黒鉛の界面結合状態をXPSで評価した。

2. 実験内容

金属粒子として純鉄粒子（神戸製鋼所製）、黒鉛として日本黒鉛製のUCPを用いた。ボールミル用の粉砕媒体であるSUJ-2製の直径約10 mmの鋼球を粉砕容器に入れ、これを遠心ボールミル（日新技研社製）で粉砕した。粉砕容器の雰囲気として、純酸素および純アルゴン(G3)を採用し、比較を行った。粉砕後、得られた試料をあいしンクロトン光センターのBL6N1を利用し、XPS測定を実施した。粉砕後の試料の操作はグローブバッグおよびグローブボックス中で用い、大気非暴露で行った。

3. 結果および考察

図1に酸素及びアルゴン雰囲気中で粉砕された鉄/黒鉛複合粒子のO1sのXPSスペクトルをそれぞれ示す。共通して530 eV付近に金属酸化物のピークが認められる。またFe2pのスペクトルにおいてもFe²⁺に帰属されるピークが認められた。金属粒子を粉砕すると新生表面、すなわち金属鉄表面が形成され、元の粒子の表面の占める割合は5%程度になってしまう。それにも関わらず、酸化物に帰属されるピークが存在することは、系内にある程度の酸素が混入していることを示している。一方、酸素中で粉砕された試料において、酸化物のピークに対して高エネルギー側に明確なショルダーが認められる。

Kataby(G. Kataby et. al., Langmuir, 1999, 15, 1703)や Combellas(C. Combellas et. al., Chem. Mater, 2005, 17, 3968)によれば、532～533 eV付近のピークはFe-O-C結合に帰属されると報告している。このFe-O-C結合が鉄粒子表面の黒鉛の配向において重要な役割を果たしていると考えられる。

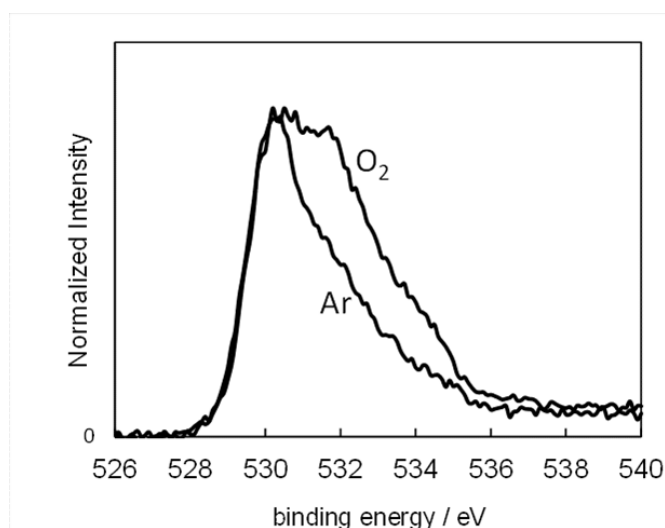


図1 酸素中およびアルゴン雰囲気中で粉砕された鉄/黒鉛複合粒子のO1sXPSスペクトル