



金属表面の分析

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、金属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（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

金属粒子としてニオブ粒子（高純度科学社製）、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ニオブ/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 Nb3d のスペクトルにおいても金属 Nb と Nb₂O₅ 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。Kataby(G. Kataby et. al., Langmuir, 1999, 15, 1703)や Combellas(C. Combellas et. al., Chem.

Mater, 2005, 17, 3968)によれば、530 eV よりやや高いエネルギーに生じるピークは M(metal)-O-C 結合に帰属される。鉄の場合は雰囲気によって明確な M-O-C 結合が認められたがニオブの場合は雰囲気による際は認められなかった。

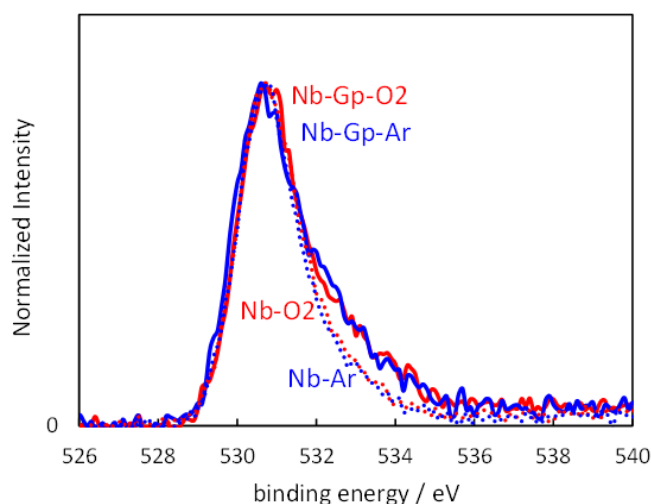


図 1 酸素中およびアルゴン雰囲気中で粉砕されたニオブ/黒鉛複合粒子の O1sXPS スペクトル