

(294) 光電子分光法の測定におけるチャージアップの補正法

川崎製鉄㈱ 技術研究所 ○大橋善治 羽根孝子

1. 緒言

X線光電子分光装置(ESCA)は、目的元素の内殻電子結合エネルギーを直接測定するという特徴を持っているために、表面分析装置としてばかりでなく、状態分析装置として広く利用されている。化合物を形成した場合の電子の結合エネルギーの変化(ケミカルシフト)の大きさは、例えばMet. FeとFe₂O₃でFe2P電子の結合エネルギーの変化は4eV程度である。この程度のケミカルシフトを正確に測定するには装置の正確な較正が必要であるが、導電性の良い試料を用いている限りエネルギー再現性は良く、我々の使用している装置(VG-ESCALAB-5)では0.05eV以下である。

ところで、通常ESCAによる状態解析の対象となる物質は、金属酸化物など電気的には絶縁体である場合が多い。絶縁体にX線を照射すると試料は正に帯電し、この状態では放出された光電子は試料の電位の影響を受け正しいエネルギー値を示さなくなる。この問題を解決するためのいくつかの手法について比較検討して来たので、以下報告する。

2. 実験

用いた装置はV. G. Scientific社製ESCALAB-5である。試料は、化学的に安定であること、化学量論的にも結晶学的にも一定のものであることを条件として入手しやすいものから選んだ。チャージアップの補正值の比較は主としてAl₂O₃で行ない、その他TiO₂、SiO₂で方法の妥当性をチェックした。チャージアップの補正法としては、

- ① Au粒の表面付着
- ② Cu蒸着
- ③ 黒鉛添加
- ④ Inベースへの試料の押し付け

以上の他に、すべての試料について吸着カーボンによる補正も行った。

3. 結果

Al₂O₃を各種補正法で測定した結果を図-1に示した。

この結果

- (1) グラファイト混合、Inメタル押し付け法は、最も誤差が大きく使用できない。
 - (2) 吸着カーボンを284.6eVとして補正するのが最も正確で安定したデータを得ることができる(表-1)。
 - (3) Cu蒸着法、Auチップうめ込み法は変動が大きく、また完全には補正できない。しかしスパッタリングを行なう実験では一次近似としてこの方式を使用せざるを得ない。
- ということが明らかとなった。

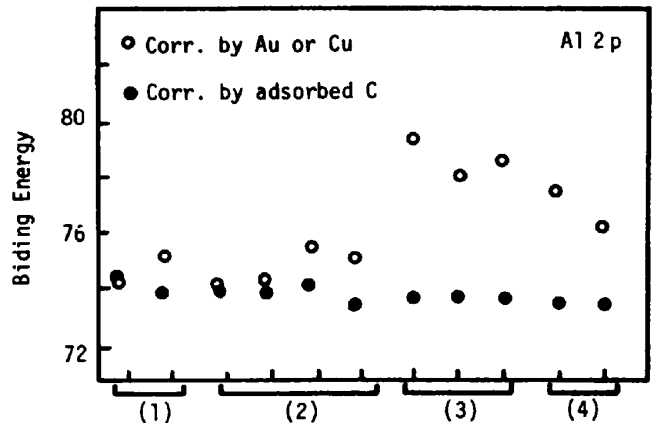


Fig. 1 Charge correction of Al₂O₃ by various Methods. (1) Au particle adhesion, (2) Cu deposition, (3) mixing with graphite, (4) adhesion on In plate

	Al 2p		O 1s	
	before corr.	after corr.	before corr.	after corr.
1	79.20	74.05	535.80	530.65
2	77.10	73.95	533.60	530.45
3	77.30	74.05	533.85	530.60
4	77.10	73.95	533.70	530.55
5	79.05	73.90	535.60	530.45
\bar{x}		73.98		530.54
R		0.15		0.20
σ		0.068		0.088

Table 1. Charge correction of Al₂O₃ by adsorbed C