

(293) 角度分布測定法を用いた光電子分光法における粗度の影響

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○羽根孝子, 角山浩三  
大橋善治

1. 緒言

表面分析手法として、現在多種開発されているが、いずれも深さ方向の分析を行なう場合は、 $Ar^+$ イオン照射を用いる必要がある。この場合、試料表面の化学状態の変化、例えば還元・脱水等が起こることがあり、その影響を考慮しなければならない。そこで、Fadley らの検討した<sup>1)</sup>光電子分光法における角度分布測定法に着目し、光電子の脱出深さを変えることによって、表面 $\sim 50\text{\AA}$ 程度の領域の深さ方向の分布を推定することを考えた。しかし実際の試料では試料表面の粗度により、分布に大きな差を生じるので、その影響を取り去る手法を検討した。

2. 実験

使用した装置は、V. G. Scientific社製 ESCA LAB-5 で、X線入射と電子線放出方向のなす角は固定であるが、光電子脱出角 $\theta$ を変化できる。用いた試料は、純Feをバフ研磨又は#1500 エメリー研磨した上にCuを極く薄く蒸着したもので、蒸着厚みの違う試料によるCu/Fe強度比の角度分布を求めた。又、T. F. S. 中Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Crmet強度比の角度分布を、 $\theta$ を90°から15°まで変化させて測定した。

3. 結果および考察

粗度の影響の検討に先立って厚みの差の影響について検討した。その結果、

- (1) 蒸着したCuの厚みが増加してもCu/Fe比は、測定した範囲内では $\theta$ によらず、一定の割合で増加する。
  - (2) 粗度が異なる場合その影響は、 $\cos^2\theta$ で経験的に補正できる。
- ことがわかった。

Fig. 1はエメリー研磨した純Fe上のCuから得られたCu/Feの角度分布A( $\theta$ )と、バフ研磨した同様の試料から求めた分布B( $\theta$ )を示したものである。粗度の影響を $\log A(\theta)/B(\theta) = C \cos^2\theta$ で補正するとともに、蒸着厚みの差を考慮に入れることによって図に見られるように、良好に補正可能である。

4. 応用例

本方法を、T. F. S. 表面酸化膜の状態解析に用いた結果をFig. 2に示す。これらはいずれも同様の剝離強度を持つが、補正前では粗度や厚みの影響を受けて複雑であるが、図中●印を基準にして補正を行なうと、表面層ではCrがより酸化されていることが明瞭となる。この補正法は、他の様々な試料に対しても有効に利用できる。

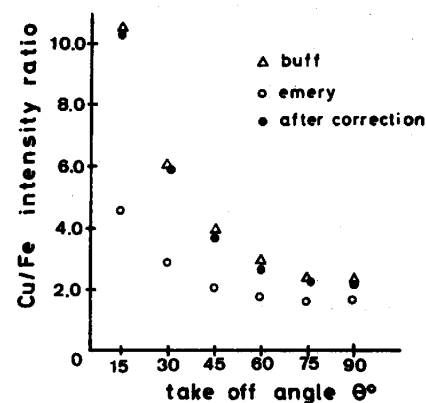


Fig.1 Angular distributions of Cu/Fe intensity ratio for different roughness

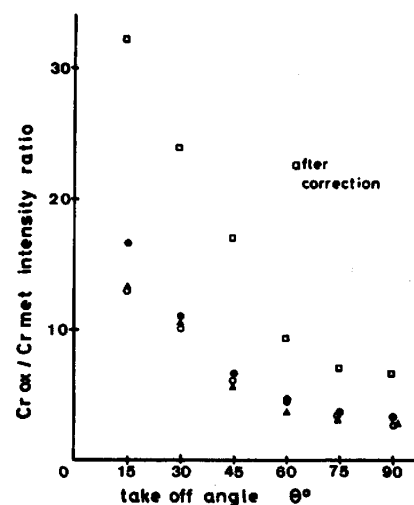
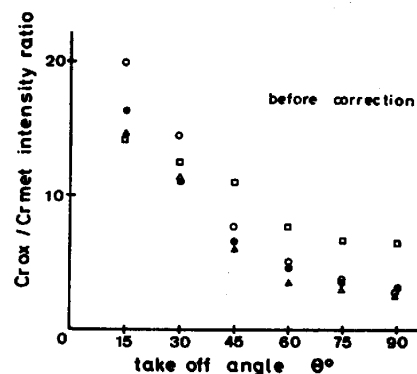


Fig.2 Angular distributions of Cr oxide/Cr metal intensity ratio for oxide film in T.F.S

1) C. S. Fadley, Faraday. Discuss. Chem. Soc, 1976, 60