

イオンスパッタによる還元を利用したPb酸化物の結合エネルギーの決定

名越正泰

鋼管計測 (株) 〒210 川崎市川崎区南渡田町1-1

Application of sputter-induced reduction to determine the binding energy of Pb oxides

Masayasu Nagoshi

Kekan Keisoku K.K., 1-1 Minamiwatarida, Kawasaki 210, Japan

1. はじめに

PbO₂の内殻レベルはPbOのものより低結合エネルギー側に存在することは知られているが¹⁾、それらの値は報告者によって異なっている。PbO₂が金属に近い電気伝導性を有するのに対してPbOが絶縁体であるため、後者のチャージング効果が同一エネルギー基準における結合エネルギーの決定を困難にしている。そこで、PbO₂の表面をイオンスパッタにより還元することでチャージング効果の無視できるPbOの標準的なXPSスペクトルの測定を試みた。

2. 実験方法

PbO₂粉末をインジウム板に圧着したものを試料とした。加速電圧3 kVと5 kVのAr⁺イオンを用いて試料表面をスパッタし (ラスタ: 2 mm x 2 mm)、SSX-100 (SSI) により約300 μmの領域についてXPSスペクトルを測定した。イオンの入射角度および光電子の検出角度はともに、試料表面の法線に対して55°である。なお、分光器のエネルギー軸を、Au 4f_{7/2}ピークの結合エネルギーが83.95 eVになるように調整した。

3. 結果および考察

Fig.1 に、3 kVと5 kVの加速電圧で10秒間Ar⁺イオンスパッタしたPbO₂粉末表面のPb 4fスペクトルを示す。スパッタリングによりPb 4fレベルは高結合エネルギー側に移行していることがわかる。Pb 4f_{7/2}とO 1sの積分強度から計算した酸素濃度は、未処理、3 kVスパッタ、および5 kVスパッタの表面でそれぞれ、65%、58%、および51%であった。また、5 kVで10秒より長時間スパッタしても、Pb 4f_{7/2}の結合エネルギーと酸素濃度は変化しなかった。未処理表面と5 kVスパッタ表面の酸素濃度はPbO₂とPbOのもの非常に近い。PbO₂がPbOの層状構造に酸素を挿入した結晶構造であることを合わせ

て考えると、前者の表面はPbO₂に、後者の表面はPbOにほぼ対応していると考えられる。3 kVで10秒間スパッタした表面のPb 4fスペクトルにはPb⁴⁺の成分が残っていることから、スパッタによる還元層は光電子の脱出深さ程度であると考えられる。したがって、スパッタした表面におけるチャージング効果はほぼ無視することができる。未処理表面と5 kVスパッタ表面におけるPb 4f_{7/2}結合エネルギーは、それぞれ136.7 eVと137.5 eVであることから、PbO₂の方がPbOより約0.8 eV高い結合エネルギーを有すると結論される。なおO 1s結合エネルギーは、PbO₂の方がPbOより約0.2 eV高かった。

参考文献

- 1) K.S.Kim et al., Anal.Chem. 45, 2214 (1973).

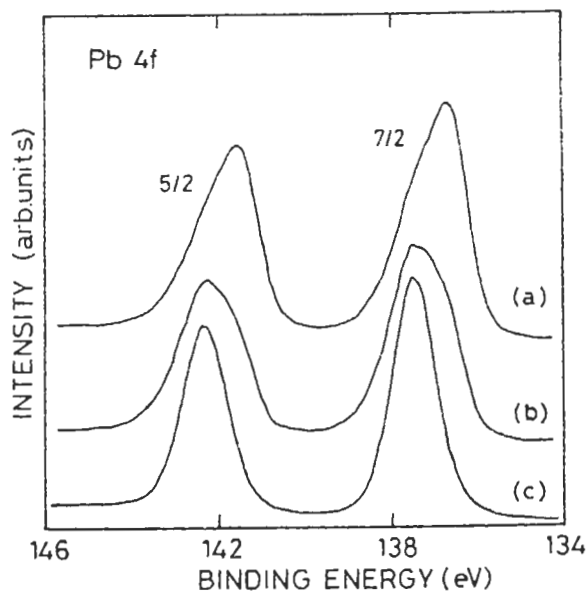


Fig.1 Pb 4f spectra for as-received (a), 3-kV-sputtered (b), and 5-kV-sputtered (c) surfaces of PbO₂ powder. The sputtering time was 10 sec. for (b) and (c).