

奥出進也

NKK基盤技術研究所

〒210 川崎市川崎区南渡田町1-1

Effects of surface contaminations and simultaneous Ar<sup>+</sup> ion sputtering during XPS measurements on the spectra for iron

Nobuya Okude

Applied Technology Research Center, NKK Corporation

1-1 Minamiwatarida-cho, Kawasaki-ku, Kawasaki 210, JAPAN

1.はじめに

AESやXPSを用いて金属表面のスペクトルを測定する場合、試料表面の酸化や汚染が測定中に生じるため、不純物のない表面のスペクトルを得ることは難しい<sup>1)</sup>。そのため、得られたスペクトルを標準スペクトルとして取り扱う際、不純物がどの程度スペクトルに影響を及ぼすのかを明らかにしておく必要がある。そこで、我々は、測定時に生じる表面汚染がFe 2pの結合エネルギーやスペクトル形状に及ぼす影響を調べるとともに、不純物除去のために、測定中にイオンスパッタリングを併用する方法を検討した<sup>2)</sup>。

2.実験

供試材として金属材料分科会で配布されたFe試料(純度:5N,鏡面仕上げ)を用い、超高真空中におけるFe清浄表面の表面組成やスペクトル形状の経時変化を調べた。イオンスパッタリングにより試料表面を清浄化した後、真空度 $1.0 \times 10^{-7}$ Paの超高真空中において、約15分おきにFe 2p、O 1sおよびC 1sスペクトルの測定を合計約36時間繰り返し実施した。

測定中のイオンスパッタリング併用に関する実験方法は文献<sup>2)</sup>に述べた。

3.結果および考察

測定時間に対するO 1sピーク強度および金属Feに帰属されるFe 2p<sub>3/2</sub>ピークの結合エネルギー値の変化をFig.1に示す。後者の結合エネルギー値は、清浄化処理直後に測定して得られたFe 2p<sub>3/2</sub>スペクトルから求めたピークの半値幅と非対称パラメーターを金属Feに帰属されるピークのものであると仮定して、各経時時間において得られたFe 2p<sub>3/2</sub>ピークを

金属と酸化物の二つの状態に分離することにより求めた。図から、測定時間の経過にともなってO 1sピーク強度が増加していることがわかる。また、Fe 2pスペクトルに酸化状態に対応するピークが見られた。このように、スパッタクリーニングしたFe表面でも、測定時間の経過にともない、表面酸化膜が成長することが示された。一方、Fe 2p<sub>3/2</sub>ピークの結合エネルギー値は測定時間の初期において増加するが、約100分以降ほぼ一定の値を示している。この変極点は一定膜厚のFe酸化層の成長に関係していると思われる。

当日は、XPSスペクトル測定に及ぼすイオンスパッタリング併用の効果について調べた結果をあわせて報告する。

参考文献

- 1)名越正泰,金属材料分科会, J. Surf. Anal. 2(2).
- 2)奥出進也,金属材料分科会, J. Surf. Anal. 2(2).

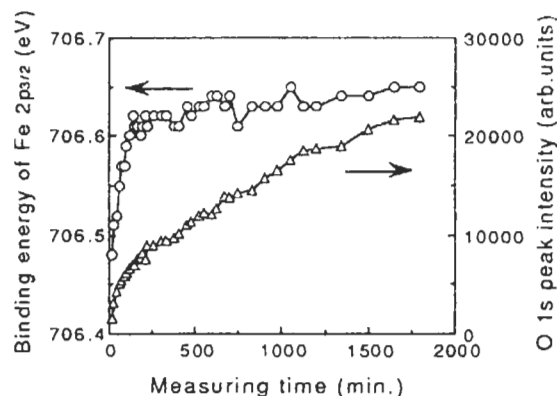


Fig. 1 Binding energy of Fe 2p<sub>3/2</sub> for metallic iron and O 1s peak intensity as a function of measuring time.