

XPSにおける酸化チタンの価数評価

岩瀬 仁那

岩手大学 理工学系技術部

1. はじめに

岩手大学には、研究支援・産学連携センター 研究基盤管理・機器分析ユニットが設置されており、様々な全学共同利用機器を所有している。その中で、筆者は、X線光電子分光分析装置（X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS）を担当し、測定・保守管理・運用を行っている。XPSは、化学結合状態を解析することが可能なため、試料の酸化状態を評価することに有効である。

本発表では、成分が明らかになっているチタンを主成分とする酸化物試料をXPSにて測定し、酸化チタンの価数を評価した内容を報告する。

2. 実験方法

2.1 試料概要

全チタン量に占める Ti^{3+} の存在比が異なる粉体試料 A~D を測定した。化学分析による各試料中の全チタン量に対する Ti^{3+} の割合は、それぞれ $w_A(Ti^{3+}) = 0$, $w_B(Ti^{3+}) = 0$, $w_C(Ti^{3+}) = 0.223$, $w_D(Ti^{3+}) = 0.153$ である。いずれの試料も、磨砕し、試料は直径 10 mm、厚さ 1 mm のペレットに成形して測定に供した。

2.2 XPS 装置概要と測定方法

装置は、ULVAC-PHI 製の PHI 5000 VersaProbe を用いた。X線源は単色 Al K α 線で、ビーム径は直径約 100 μm である。表面および内部でのチタンの価数を比較するため、Ar イオンスパッタした。

3. 結果および考察

XPSによる各試料の $Ti2p_{3/2}$ スペクトルを図 1 に示す。NIST のデータベース^[1] を参考にし、各試料の比較を行った。最表面は、全試料の XPS スペクトルはほぼ同様であり、 $Ti^{3+}(Ti_2O_3)$ のに帰属するピークが検出されず、 $Ti^{4+}(TiO_2)$ のに帰属するピークが検出された。Ar イオンスパッタエッチング後では、試料 C, D のスペクトル形状が変化し、鉱石 A, B に比べ、 $Ti^{3+}(Ti_2O_3)$ の成分が多く検出された。このように、XPS によって粉体試料内部の酸化状態と表面の酸化状態を区別して解析できた。一方で、Ar イオンスパッタにより還元されて、状態が変化している可能性があるため、検証が必要である。

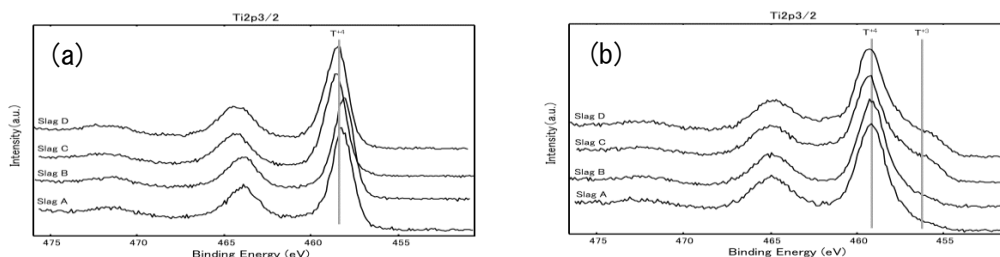


図 1 (a) 最表面および (b) Ar イオンスパッタ後の XPS $Ti2p_{3/2}$ スペクトル

謝辞

本報告にあたり、岩手大学助教の関本英弘先生より、試料の提供とご指導を受けました。また、岩手大学学生の玉田なのは氏と小向拓海氏に、試料作製にご助力いただきました。心より感謝申し上げます。

参考文献

[1] National Institute of Standards and Technology, NIST X-ray Photoelectron Spectroscopy Database (SRD 20), Version 5.0