

Ambient Pressure – XPS 装置の製作

紋谷祐爾・慶應義塾大学

[序] 超高真空下での XPS は超高真空下で固体表面を調べる代表的な手法の一つである。しかし超高真空は我々が日常生活している環境とは大きく異なり、そこでの触媒の働きもまた、実作動環境下での働きとは異なる場合があると考えられる。したがって、より実際的な大気圧との隔たりの少ない環境での触媒表面反応の研究に XPS を適用していく必要があると考えた。Ambient Pressure – XPS (AP – XPS)はこのような大気圧に近い圧力下で XPS 測定を可能にする手法であり、これは触媒反応機構を調べるうえで強力な手法になりうる。本研究では、AP-XPS 装置を新たに製作し、100 Pa 程度の圧力下で進行する表面過程の研究に応用することを目的とした。

[装置製作] 差動排気系を備えた光電子エネルギー分析器と真空槽に、差動排気初段アパーチャー、試料マニピュレーター、試料加熱・冷却機構、試料移送機構を設計・製作して組み込み、装置立ち上げを行った。

[性能評価と実験] 性能評価と実験は PF の BL-7A で行った。試料として Pt(111)基板を用い、導入ガスには酸素を用いた。性能評価は、酸素導入時にアナライザー内部が XPS 測定可能な圧力を保持可能かテストを行うとともに、高真空および酸素導入時に測定したスペクトルの比較により、圧力の影響、入射 X 線エネルギーの影響などを調べた。実験は Pt 4f、O 1s、C 1s スペクトルの測定により、酸素を 50 Pa まで導入した時と酸素排気後、および昇温時の表面状態の変化を調べた。

[結果と考察] 性能評価の圧力の影響については、酸素を導入していくと、1.0 Pa まではゆるやかに強度が減少していくが、10 Pa で高真空でのスペクトルの 8 割程度、50 Pa で 3 割程度まで減少し、100 Pa では、ピーク強度は 1 割程度になる。強度の減少は大きいですが、現段階では、100 Pa までは測定が可能であることが分かった。また、本装置を用いた実験として、Pt(111)面に対する酸素の導入効果について調べた。これは以前、アモルファスカーボンに担持した Pt 微粒子に対して酸素を導入して AP-XPS を測定した際に、CO に由来すると見られるピークが 532.8 eV に観測されたことを踏まえ、単結晶面を用いた場合を調べる目的で行った。532.5 eV 付近に吸着種による酸素のピークが現れ、このピークは酸素排気後も残るが、650 K に加熱すると脱離して消えた。同時に測定した C 1s スペクトルの結果と併せて考えると、CO の酸素原子のピークである可能性が高い。Pt 微粒子で見られた酸素導入下での CO 吸着は、カーボン担持 Pt 微粒子特有の現象ではなく、Pt 単結晶面でも起こる現象であることが分かった。これは、高圧酸素導入による器壁からの CO の押し出しや Pt 内部からの炭素の湧き出しが原因ではないかと考えられる。