

大気圧光電子分光装置を用いたガス雰囲気下試料の物性・構造解析 Ambient pressure hard X-ray photoelectron spectroscopic study under real ambient pressure conditions

高輝度光科学研究センター 高木 康多

JASRI, Yasumasa Takagi

E-mail: ytakagi@spring8.or.jp

従来の光電子分光(XPS)は真空下の測定が必須であったが、近年の差動排気型の光電子アナライザーの開発と高輝度の放射光の利用により 3000 Pa 程度のガス雰囲気下での光電子分光測定が可能となり、固体表面上でのガス反応や電池の電極反応など XPS 測定の適用範囲は大きく広がった[1,2]。しかしながら実用的な化学反応は大気圧下で起こるものも多いため、より高い測定圧力での XPS 測定に対する要望は大きかった。その中で SPring-8 の「先端触媒構造反応リアルタイム計測ビームライン」(BL36XU)において、雰囲気制御型硬 X 線光電子分光装置(NAP-HAXPES)の上限をさらに高め、大気圧下での XPS 測定に成功した[3]。

NAP-HAXPES において測定圧力の上限を引き上げるためには、試料からの光電子を分光器に取り込むためのアパーチャーの径を小さくして測定槽から光電子アナライザー内に流入するガス量をできる限り減らした上で、さらに試料とアパーチャー間の距離(作動距離:WD)を短くして試料から放出された光電子の雰囲気ガスによる散乱に起因する信号の減衰を抑える必要がある。我々は集束イオンビーム加工により直径 30 μm のアパーチャーを作製し NAP-HAXPES 装置に取り付けた。また 1 μm 以下の位置分解能を持つ xyz ステージおよび 0.1 度以下の角度分解能をもつ θ ステージを用いて試料位置を精密に制御し、WD をアパーチャーの直径の二倍の 60 μm に設定できるようにした。この装置を用いて 7.94 keV の硬 X 線を励起光として Au(111)/Mica の NAP-HAXPES 測定を行った。測定槽内のガス圧を 1 Pa から大気圧まで上昇させて、Au 4f および Au 3d_{5/2} のスペクトルを測定することにより、完全大気圧下においても正確な XPS 測定ができていることを確認した。

大気圧下での XPS 測定が可能になったことにより、様々な環境下の試料のオペランド計測ができるようになった。例えば燃料電池電極においては、燃料として大気中の分圧と等しい酸素ガス(20kPa)を導入することによってはじめて実際の燃料電池動作時の電極反応を計測できることになる。また大気圧付近で動作する水素吸蔵金属などの電子状態変化も直接観察できるようになる[4]。講演ではこれらガス雰囲気下での XPS 測定の応用例なども紹介し議論する予定である。

[1] Y. Takagi et al., Phys. Chem. Chem. Phys., **19**, 6013-6021 (2017).

[2] L. Yu, Y. Takagi et al, J. Phys. Chem. C, **123**, 603-611 (2019).

[3] Y. Takagi et al., Appl. Phys. Exp., **10**, 076603 (2017).

[4] Y. Takagi et al., Acc. Chem. Res., **51**, 719-727 (2018).