

千代田第一工業(株) 御中

ESCAによるダイクロンの表面分析の件

分析担当者: 武蔵工業大学 浜村尚樹

ESCA: SSI社製 SSX-100

試料: ダイクロン20 μ m / FPC

表面の不純物除去のため、分析前に3keVのArイオンスパッタを行なった。

化学結合状態の推定については、添付資料の防食センターニュース、SSI社のデータおよび参照試料のスペクトルに基づき各スペクトルの波形分離処理を行なった。

分析結果に対する検討

組成分析の結果より、スパッタに用いたArも検出されたが、ダイクロンは主にクロム、炭素、酸素であることが明らかである。

クロムの化学結合状態を示すスペクトルは添付資料に示したように、575eV付近のCr2p_{3/2}スペクトルと585eV付近のCr2p_{1/2}のピークで構成される。クロムの化学結合状態の推定にはCr2p_{3/2}スペクトルを用いることから、以降このスペクトルをCr2pスペクトルと省略する。

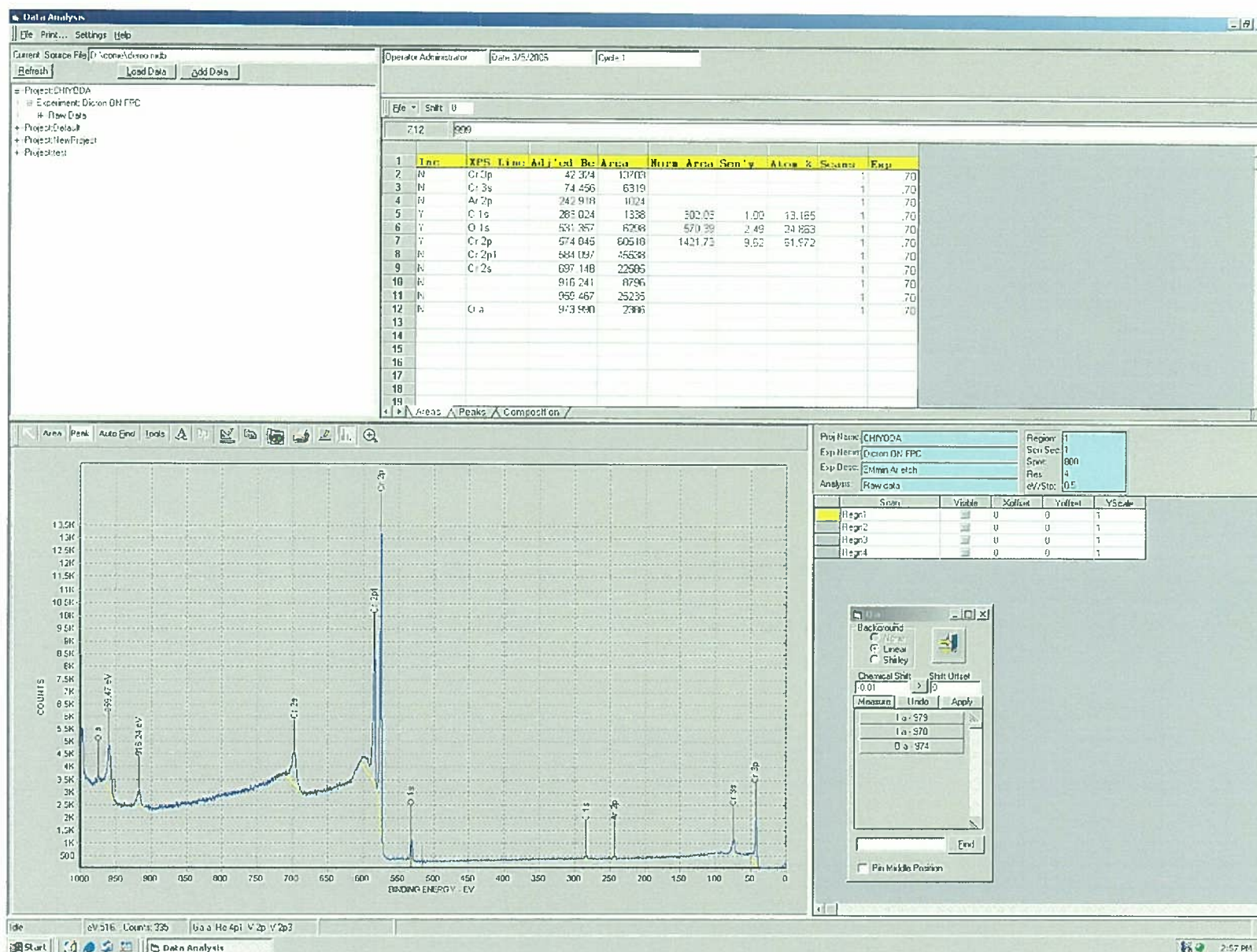
6価クロムに相当するCrO₃は578eV付近にピークを生じる。参考資料として添付したCrO₃、Cr₂O₃および、クロメート処理ご1回水洗浄した試料のCr2pスペクトルは、いずれも6価クロムに相当するピークが検出されていることが明らかである。一方ダイクロンの場合、2種類の波形分離処理を行なったが、いずれも6価クロムのピークの検出は困難であり、主に574eVの金属クロムに相当するピークと576eV付近の3価クロムに相当するCr₂O₃のピークで構成される。3価のクロムが主であることは酸素の化学結合状態を示すO1sスペクトルにおいて、531eV付近のピークが主であることから明らかである。

炭素の結合状態に相当するC1sスペクトルでは、285eVのCHまたはC-Cのピークと282eV付近の炭化クロムのC-Crに相当すると考えられるピークが検出された。

したがって、ダイクロン中の6価クロムは存在したとしてもESCAでは検出できない程度の0.1%に満たない程度の量であると考えられる。

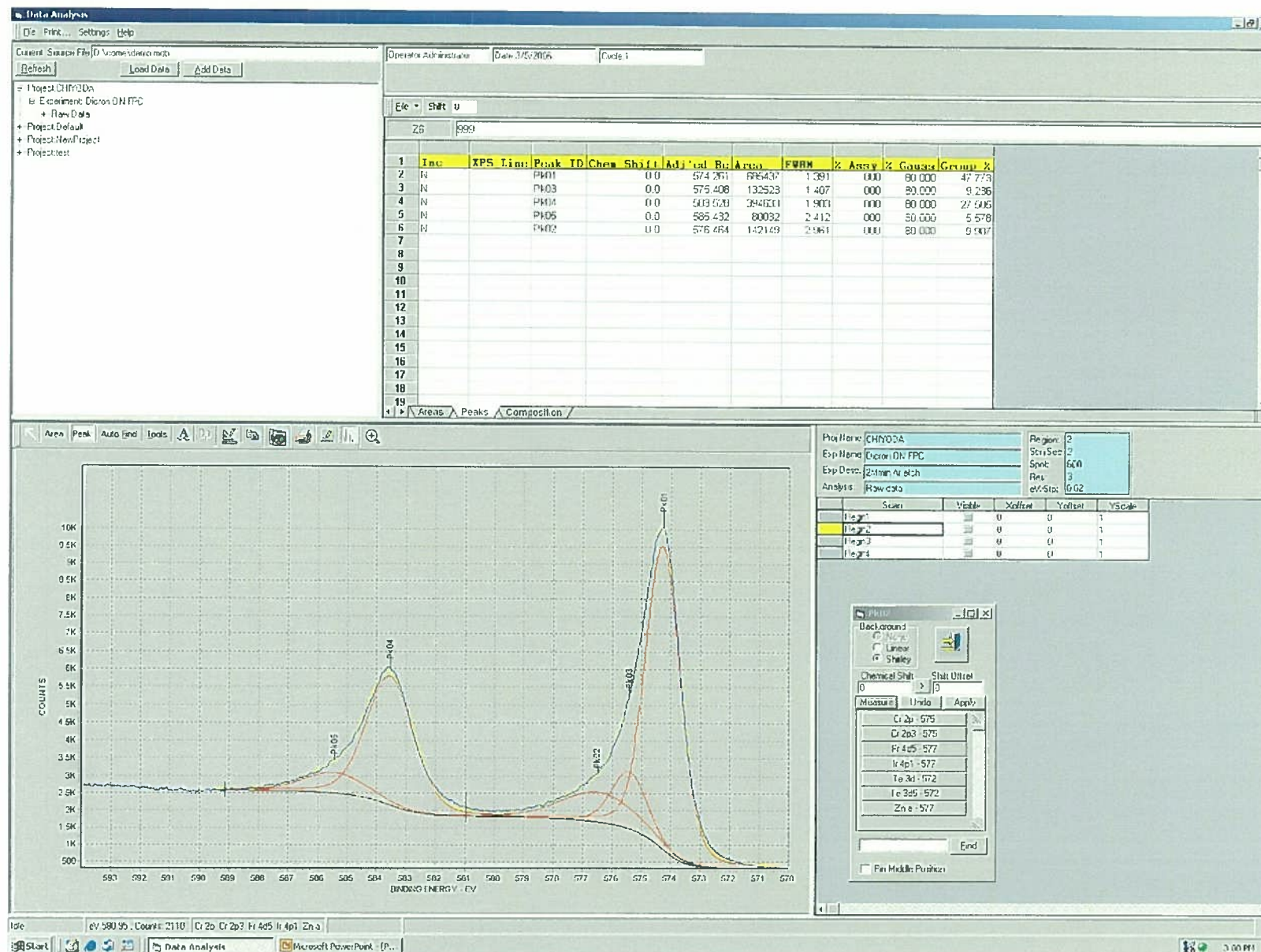
組成分析

ダイクロン全体



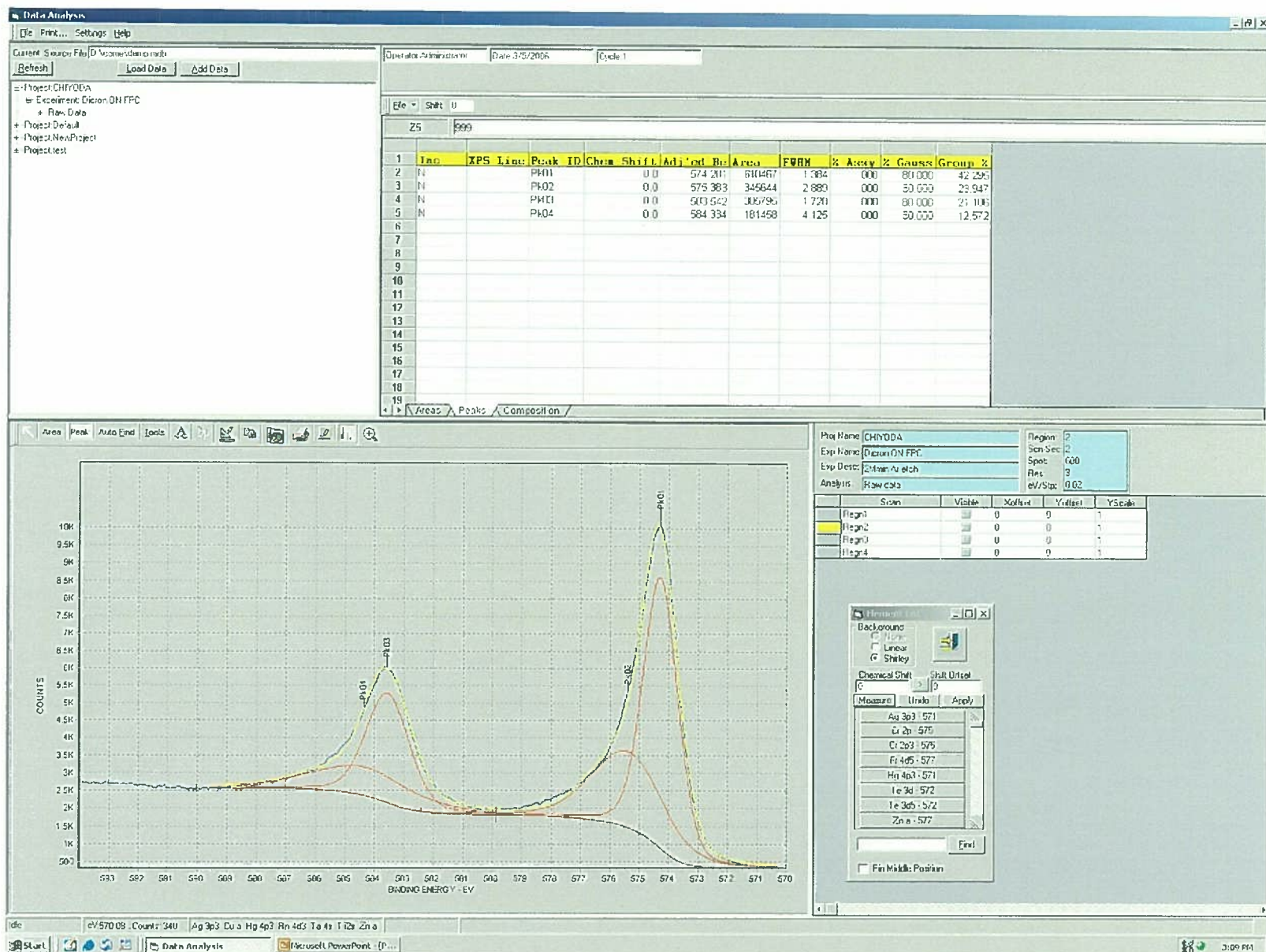
Cr2p

クロム周辺 (1)



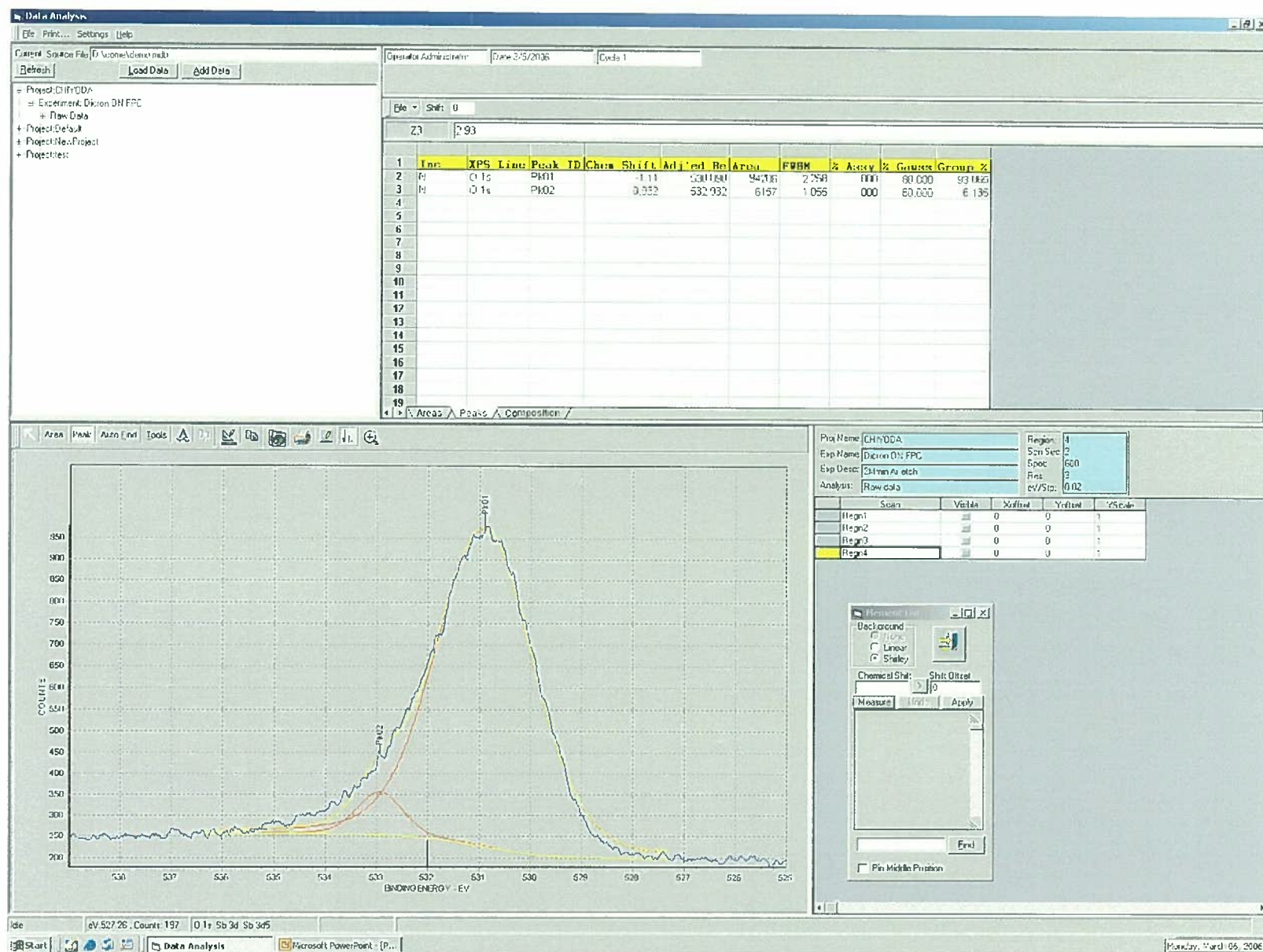
Cr2p(2)

クロム周辺(2)

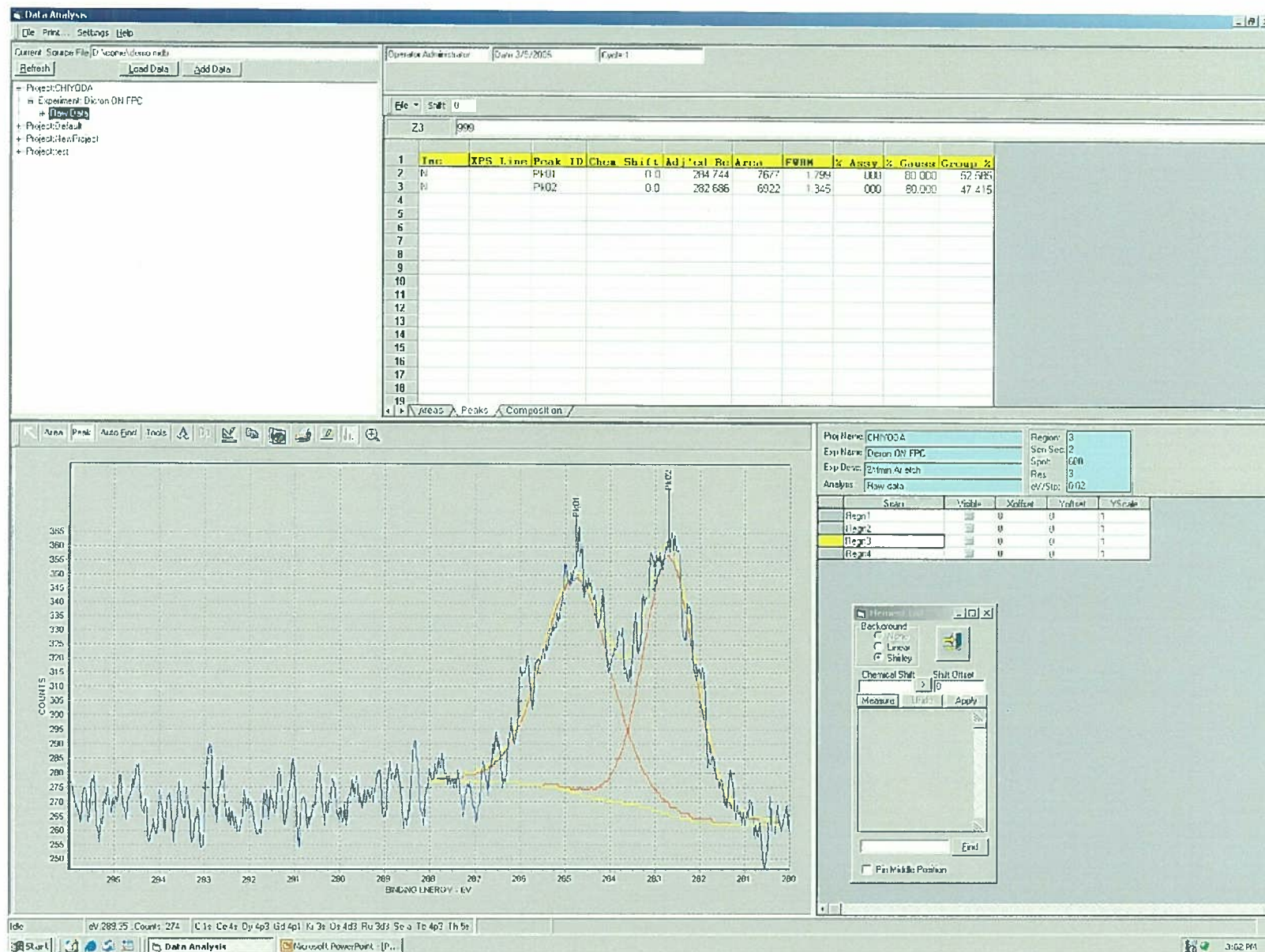


O1s

酸素周辺



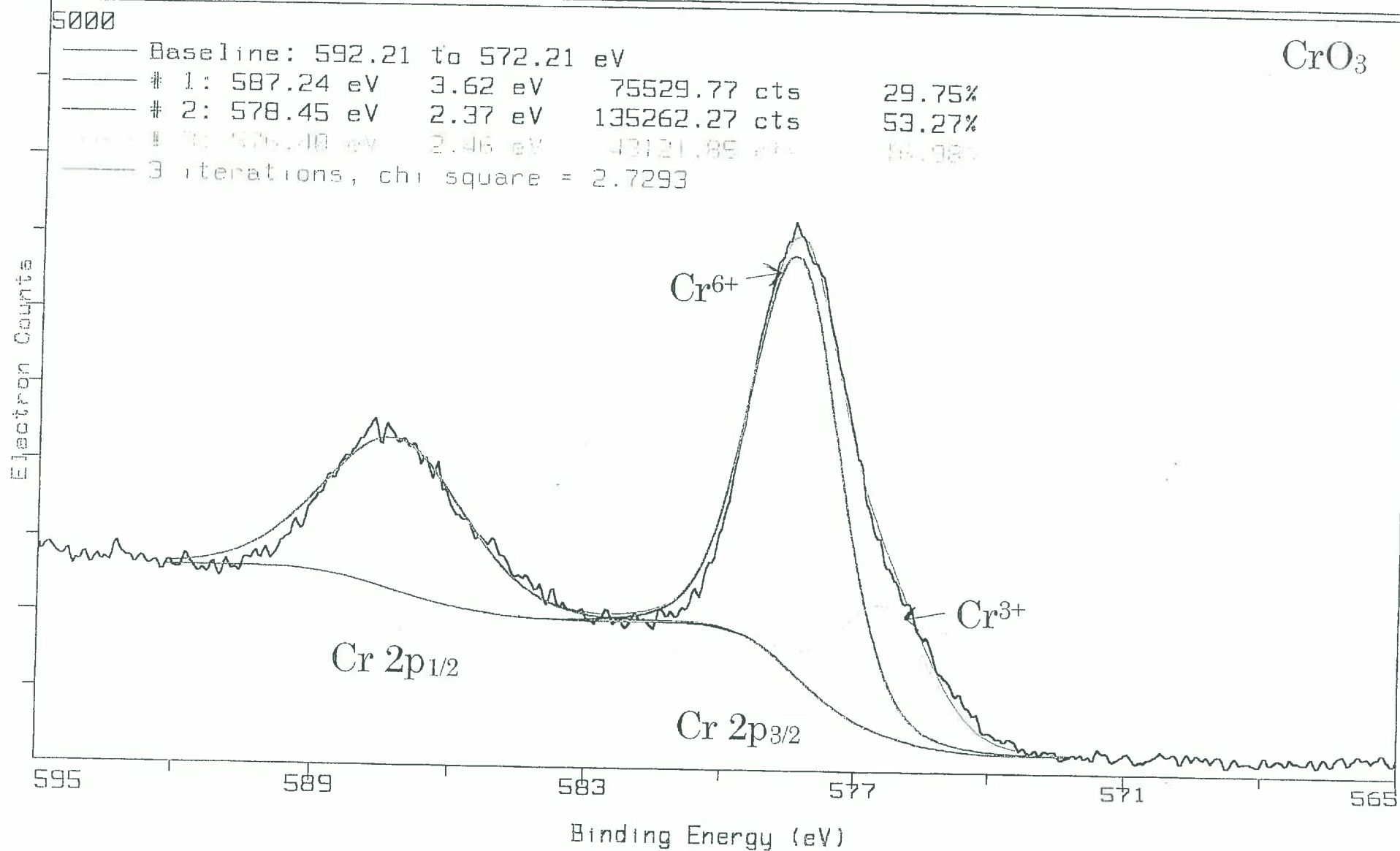
炭素周辺



六価クロム標準サンプル

File:CR6_S2	Spot:200x750	Flood Gun:6.0	Data Points:757	Date:Oct 02 2002
Region:1	Resolution:2	Scans,Time:10	Time/Point:100	Operator::(:^)^o(^;
Description: Cr6+ Standard sample				

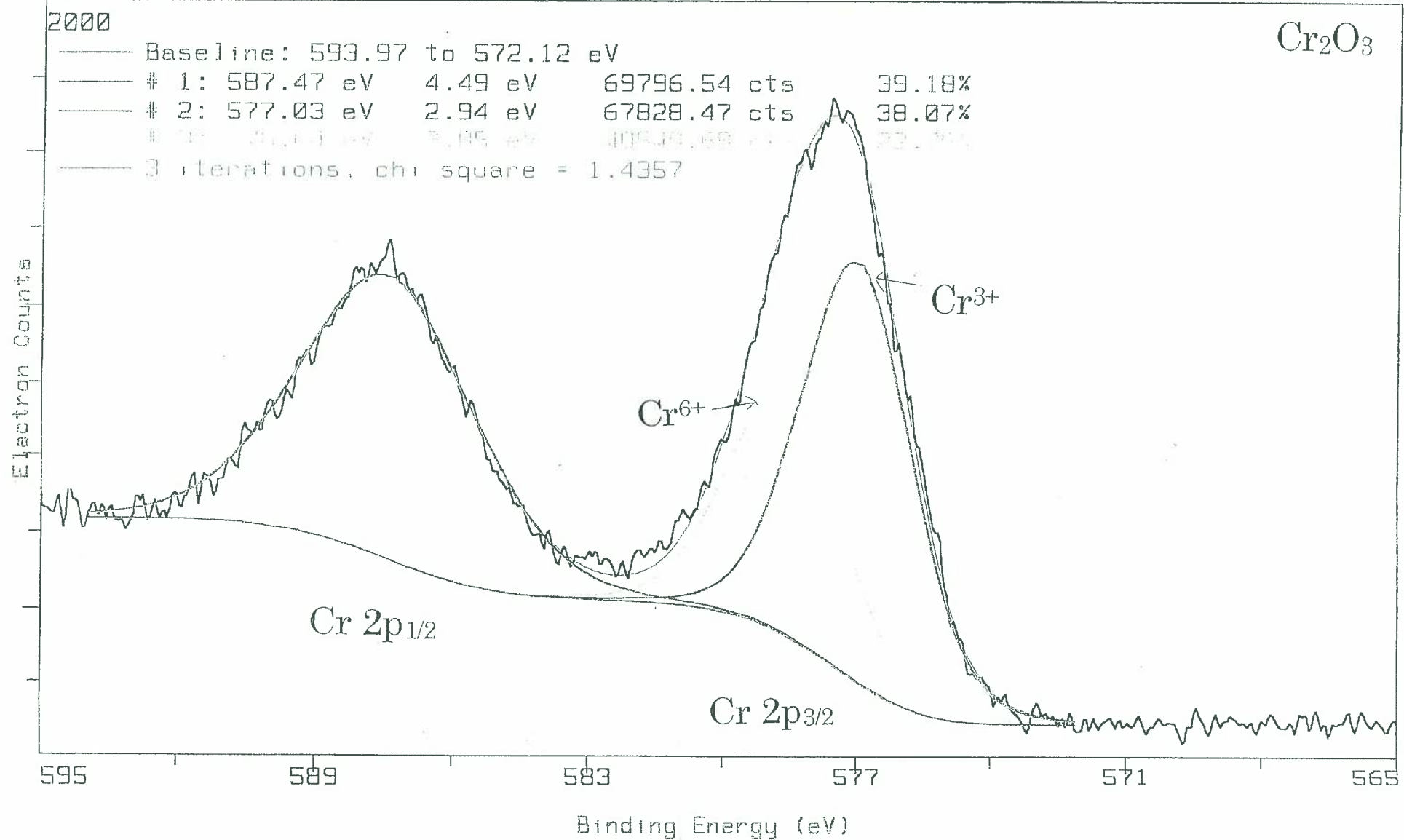
結果 5



三価クロム標準サンプル

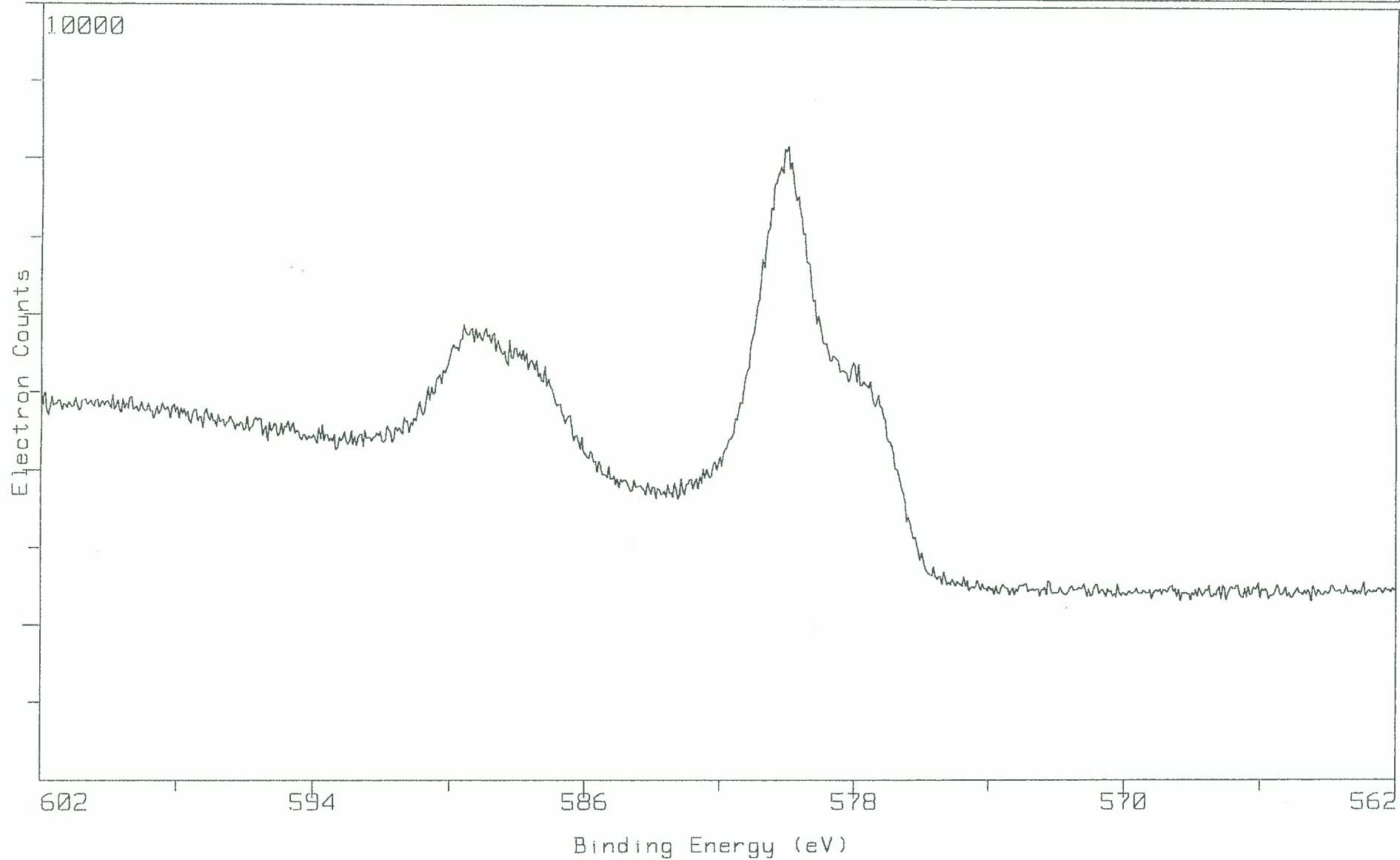
File:CR3_S2	Spot:200x750	Flood Gun:14.0	Data Points:757	Date:Oct 02 2002
Region:1	Resolution:2	Scans,Time:10	Time/Point:100	Operator::(:^)o(^);
Description: Cr3+ Standard Sample				

結果 4



クロマト後水洗浄一回

File:CR6_AKI1	Spot:200x750	Flood Gun:Off	Data Points:801	Date:Mar 07 2005
Region:3	Resolution:2	Scans,Time:20	Time/Point:100	Operator:Ishikawa
Description: Cr6-cromateing washing 1time				



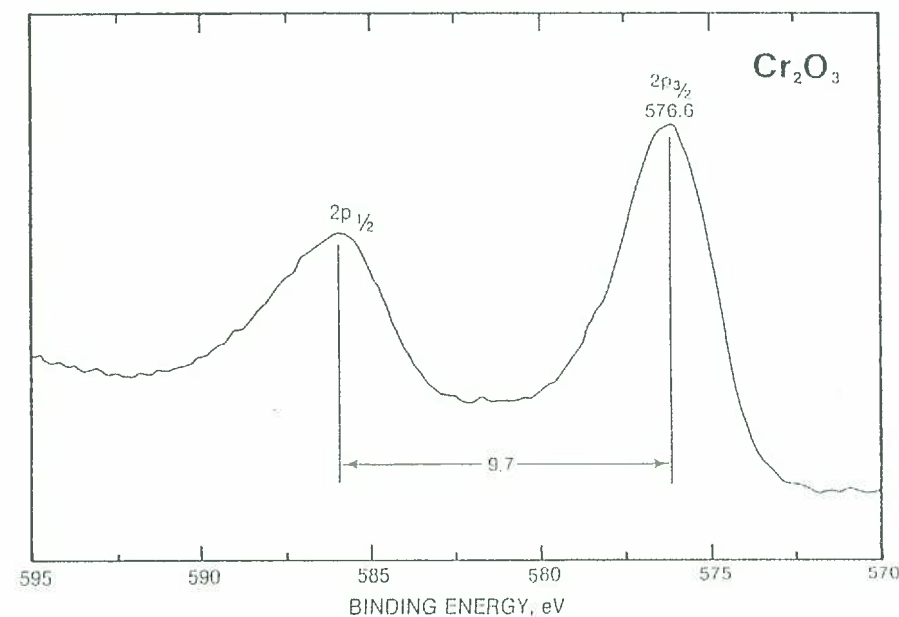
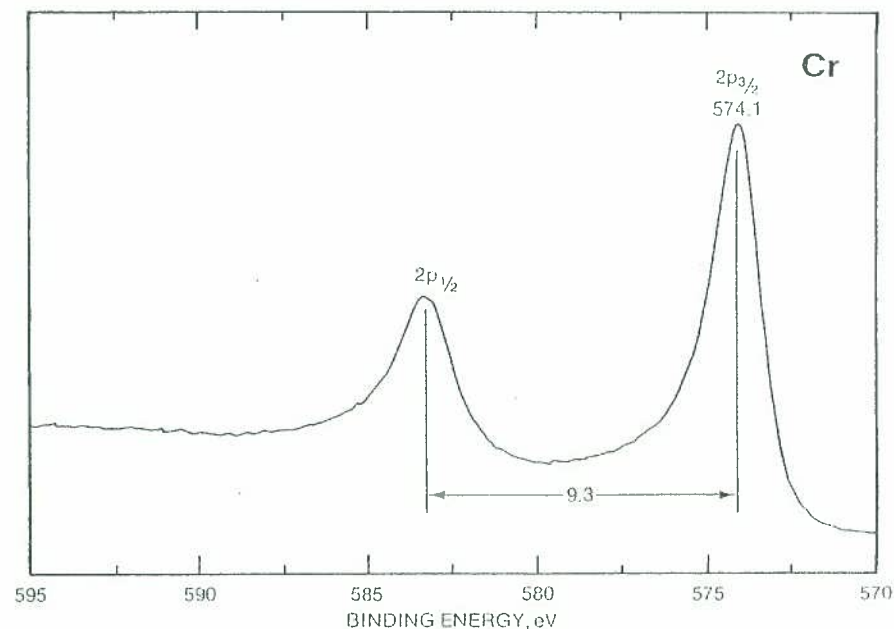
Chromium, Cr

Atomic Number 24

HANDBOOK OF X-RAY PHOTOELECTRON SPECTROSCOPY

COMPOUND	2p _{3/2} BINDING ENERGY, eV	REF.
Cr	574.1	Φ
CrB ₂		MEC
Cr ₂ S ₃		CSC
Cr(C ₆ H ₆) ₂		CDH
Cr(C ₇ H ₇)(C ₅ H ₅)		CDH
Cr(C ₅ H ₅) ₂		CDH
CrN		RR
CrN		STA
Cr(CO) ₆ NH ₃		BC3
Cr(CO) ₅ C ₆ H ₆		PFD
Cr(CO) ₆		PFD
Cr(C ₅ H ₅) ₂ Cl ₂		GSM
Cr acac ₃		ZH
K ₃ Cr(CN) ₆		ZH
K ₃ Cr(CN) ₆		CSC
CrOOH		IIK
CrO ₂		IIK
Cr ₂ O ₃		IIK
Cr ₂ O ₃		AT1
CuCrO ₂		AT1
LiCrO ₂		AT1
NaCrO ₂		AT1
CrI ₃		CSC
CrBr ₃		CSC
CrCl ₃		CSC
CrCl ₃		AT1
Cr(NH ₃) ₆ Cl ₃		AT1
K ₃ Cr(C ₂ O ₄) ₂		AT1
Cr(urea) ₆ Cl ₃		AT1
CrO ₃		AC1
BaCrO ₄		AC1
K ₂ CrO ₄		AC1
K ₂ Cr ₂ O ₇		AC1
Cr(CF ₃ COCF ₃) ₃		AT1
CrF ₃		CSC

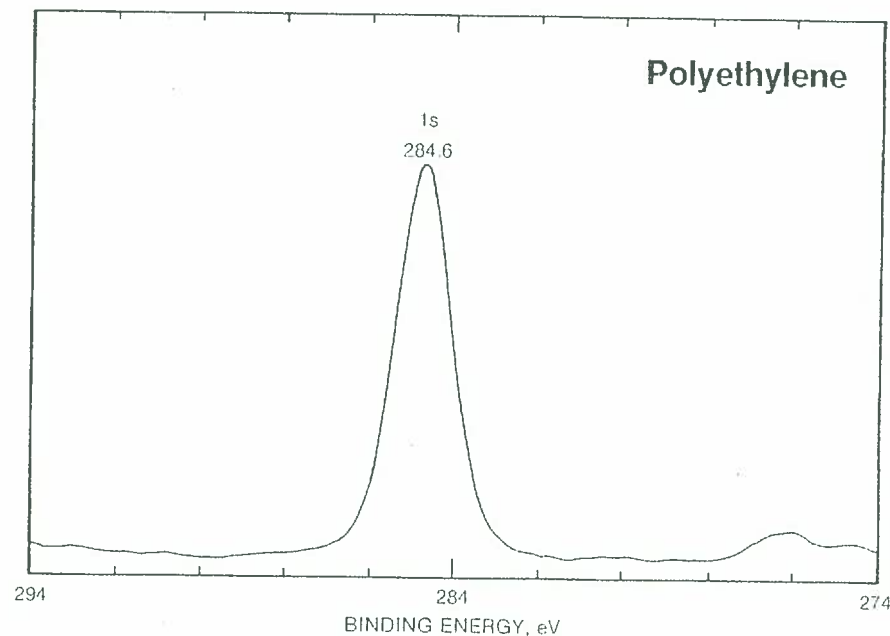
Φ



Carbon, C

Atomic Number 6

COMPOUND	1s BINDING ENERGY, eV	REF.
HfC	280	RH1
TiC	280	RH1
WC	280	RH1
C (graphite)	284.6	HJG
(CH ₂) _n	284.6	Φ
Mn(C ₅ H ₅) ₂	284.6	BCD
SnPh ₄	284.6	BAL
MeCH ₂ NH ₂	284.6	GHH
Cr(C ₆ H ₆) ₂	284.6	PFD
MeCH ₂ Cl	284.6	GHH
MeCH ₂ OH	284.6	GHH
MeCH ₂ OEt	284.6	GHH
MeCH ₂ OOCMe	284.6	GHH
CS ₂	284.6	GHH
Fe(CO) ₅	284.6	BC1
Me ₂ CO	284.6	GHH
(NH ₂) ₂ CO	284.6	GHH
C ₆ F ₆	284.6	GHH
MeCOONa	284.6	GHH
MeCOOEt	284.6	GHH
MeCOOH	284.6	GHH
Na ₂ CO ₃	284.6	GHH
NaHCO ₃	284.6	GHH
CO	284.6	BC1
CO ₂	284.6	GHH
(CHFCH ₂) _n	284.6	CFK
(CHFCHF) _n	284.6	CFK
(CHFCH ₂) _n	284.6	CFK
(CF ₂ CH ₂) _n	284.6	CFK
(CF ₂ CHF) _n	284.6	CFK
(CF ₂) _n	284.6	CFK
CF ₃ COONa	284.6	GHH
CCl ₄	284.6	GHH
CF ₃ COMe	284.6	GHH
CF ₃ COOEt	284.6	GHH



Oxygen, O

Atomic Number 8

HANDBOOK OF X-RAY PHOTOELECTRON SPECTROSCOPY

COMPOUND	1s BINDING ENERGY, eV										REF.
	525				530					535	
RuO ₂											KBA
NiO											KBA
Fe ₂ O ₃											KI1
RuO ₃											KBA
WO ₃											CR
Cr ₂ O ₃											AC1
Cu ₂ O											RBO
Ni ₂ O ₃											KBA
Ni(OH) ₂											KBA
KOH											KI1
Al ₂ O ₃											Φ
Na zeolite											MWJ
SiO ₂ gel											MWJ
Al(OH) ₃											FWF
CaCO ₃											S4
Na ₂ S ₂ O ₃											LHJ
Na ₂ SO ₃											LHJ
Na ₂ SO ₄											LHJ
CsClO ₄											MVS
Li ₂ CrO ₄											AC1
CuCrO ₂											AC1
Na ₂ Cr ₂ O ₇											AC1
CoMoO ₄											PCL
CoAl ₂ O ₄											PCL
Al ₂ (MoO ₄) ₃											PCL
Al ₂ (WO ₄) ₃											NH2
Cr(CO) ₆											PFD
R ₂ SO											ML
R ₂ SO ₂											ML
H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H											HS
H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₂ NH ₂											LHJ
RSO ₃ Na											LHJ
poly (methyl methacrylate)											CT
Et ₂ O											CT
PhOCOOPh											CT

