

談話室

## JASIS コンファレンス 2017『初心者のための 実用表面分析講座 分析現場ですぐに役立つ 表面分析のノウハウと知識』での質疑応答の紹介

永富 隆清<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup> 旭化成株式会社 基盤技術研究所

〒416-8501 静岡県富士市鮫島2-1

\* nagatomi.td@om.asahi-kasei.co.jp

(2017年9月26日受付)

2017年度も表面分析研究会(SASJ)主催の初心者向けセミナー、『初心者のための実用表面分析講座「分析現場ですぐに役立つ表面分析のノウハウと知識」-』を、JASIS コンファレンスとして2017年9月8日(金)に幕張メッセ国際会議場 103 会議室にて開催した。本年度は計 101 名の参加があった。昨年度同様、本年度も朝9時開始であったにも関わらず、開始時点から多くの方に聴講いただき座席もかなり埋まった状態であった。また、本年度は昨年度に比べて質疑応答での質問が多かった印象である。その理由として、参加者からの質問が多かったのは勿論であるが、本年度は講師の皆様に質疑応答の時間を確保していただけるよう講義時間を調整していただいたことも大きかった。むしろ、質疑応答の時間を確保していただいたにも関わらず質疑応答時間が不足気味と感じたセミナーであり、本年度も大変盛況であったと思う。本年度も昨年度に引き続き講演をお引き受けいただいた柳内克昭氏(TDK株式会社)、吉原一紘先生(シエンタオミクロン株式会社)、荒木祥和氏(株式会社日産アーク)、伊藤博人氏(コニカミノルタ株式会社)、荻原俊弥氏(国立研究開発法人 物質・材料研究機構)、島政英氏(日本電子株式会社)の各氏のご尽力に感謝したい。また、開催準備に携わっていただいた眞田則明氏(アルバック・ファイ株式会社)と松村純宏氏(HGST)にも、ここに謝意を表したい。

本年度も質疑応答では、表面分析初心者にとって有意義な内容も多く含まれたことから JSA 誌へ記事を掲載することとした。以下、内容を変えない範囲で簡潔に記載したが、会場内の聴講者からのコメ

ントが求められたり、質疑のやりとりが続いたケースも多々あるため、Q と A は必ずしも質問者と講演者の発言のみではない点をご了解いただきたい。

皆様の日々の業務の参考になれば幸いである。

### 「表面分析概論」柳内 克昭 (TDK 株式会社)

Q: ISO/TC 201 (表面化学分析) の「表面化学分析」という言葉について。かつての湿式分析から始まって分析機器が出てきた。機器分析に対して「化学分析」という言葉を使ってよいのか?

A: 厳密な経緯は存じ上げないが、定量だけでなく化学状態を知る方法としても化学分析と呼ばれていると考えている。

Q: 薄膜を評価するための X 線を使った XPS など紹介されたが、塗膜などの分析に用いることは可能か?

A: XPS などの表面分析では、対象にもよるが分析技術としては数 nm の深さまでを分析する。イオンによるスパッタなどを組み合わせることで数  $\mu\text{m}$  程度(実用的には 1~2  $\mu\text{m}$  程度)までの深さを測定することもできる。

Q: 水素原子の定量を行える方法を探している。

A: RBS で前方へ散乱されたイオンを検出する ERDA と呼ばれる分析モードがあり、この手法であれば水素を定量できる。DLC 中の水素の定量などがよく行われている。水素の含まれる量が少ない場合は SIMS で定量できる。

「AES/XPS/SIMS の基礎」 吉原 一紘 (シエンタオミクロン株式会社)

講演時間いっぱいであったため質疑応答なし。

「試料の取り扱いと試料前処理」 荒木 祥和 (株式会社日産アーク)

Q: 講演の最初に、試料の取り扱いや前処理に関して ISO に規格があると紹介されたが、今回の講演の内容はどの程度 ISO でカバーされているのか?

A: 試料の取り扱いと前処理に関する ISO 規格にも記載されているものもあれば記載されていないものもある。

Q: 真空保管した試料と、そうでない試料を AES 測定して比較したことがあり、真空保管した試料で炭素が多く検出されたことがある。真空保管を薦められていたが汚染されることもあるのか?

A: 周りの環境にも依存する。真空環境では保管庫内にある物質からカーボン系の汚染物質が揮発しやすくなることや、ロータリーポンプの油の影響などもあり、必ずしも清浄な状態を保てるわけではない。

Q: ヘキサン洗浄が有効なケースがあるとの説明があったが、特に汚れていない試料を大気中に保管し、分析前にエタノールなどの揮発性溶剤で洗浄することがある。洗浄によって分析結果に影響があることはあるのか?

A: ケースバイケースであるが、溶剤の炭素系汚染が残ることがあるので注意が必要である。いきなり洗浄して分析するのではなく、まずは洗浄せずに分析し、汚染がひどい場合は洗浄してみる、という流れが妥当だと考える。

「初心者のための TOF-SIMS 分析の勘どころ」 伊藤 博人 (コニカミノルタ株式会社)

Q: ToF-SIMS と XPS の使い分けについて、何かアドバイスはないか?

A: 測定対象が有機物が多い講演者の場合には、測定対象元素が C, N, O に決まっていることが多い。そのため分子構造まで知りたいときには ToF-SIMS を使うが、例えば表面処理後の表面の元素種だけの情報が欲しい場合などは XPS を使う。また、ToF-SIMS は定量性に欠けるため、定量が必要な時は XPS を用いる。

Q: ダイナミック SIMS と ToF-SIMS の使い分けは?

A: 微量なものを見るときはダイナミック SIMS。最表面の化学組成を調べたいときは ToF-SIMS を使うことが多い。

Q: 1 次イオンの種類によって何がかわるのか?

A: 1 次イオンが重いほど重い分子イオンが出てきやすくなるので、重いイオンを検出したいときは重い 1 次イオンを採用することが多い。

Q: ToF-SIMS で C, H, O の組成比を測定することは可能か?

A: 精密質量から化学式を知ることができる。

Q: Si 基板上のレジストについて、インプラ後の分子の状態を知りたい。このような場合に ToF-SIMS は有効か? できればフラグメントではなくもとの分子構造を知りたい。

A: 深さ方向に分布がある場合は、サイカスで斜め切削して断面を出して ToF-SIMS 測定すれば、フラグメントの違いなどから構造の変化を推定できる可能性がある。

「初心者のための AES 分析の勘どころ」 荻原 俊弥 (国立研究開発法人物質・材料研究機構)

Q: AES と XPS を選ぶときのポイント。特に AES が有効な系はどういう系か?

A: 電子線ダメージが入らない系であれば、微小部分析は AES が得意である。また、スパッタ深さ分析についても、測定で工夫をすれば、AESの方が深さ分解能や感度などの点で、よい結果が得られる傾向がある。

Q: 低角入射用ホルダーの有効性を紹介されていたが、販売されているのか?

A: JEOL の AES 装置については、85°ホルダーは特注品である。それ以外は市販品である。

「初心者のための XPS 分析の勘どころ」 島 政英 (日本電子株式会社)

Q: イオンエッチングについて。最表層にモノが存在する場合など、エッチングを行うと表面あれが起きることがあるのか?

A: 例えば最表層に削れにくいものがあり、その下層に削れやすいものがある場合であれば、エッチン

グが下層に到達する時間が場所によって異なり、下層に入ったところは早く削れるため表面凹凸が激しくなる。こういうケースは表面凹凸が大きくなる一例である。

Q：イオンエッチングでは、有機物の方が無機物より削れやすいとのことであったが、金属や酸化物など、物質によって削れやすさの傾向はあるのか？硬さに依存するのか？

A：系統的ではなく物質に依存する。100%完全に硬さに依存するわけでもない。

最後に、2016年度のJASISセミナーについてもJSA記事[1]に質疑応答が紹介されているので参考にいただければ幸いです。

#### 参考文献

[1] 永富隆清, *J. Surf. Anal.* **23**, 111 (2016).