

# 講義

## COMPRO Version6 使用方法 (I)

吉原一紘

金属材料技術研究所

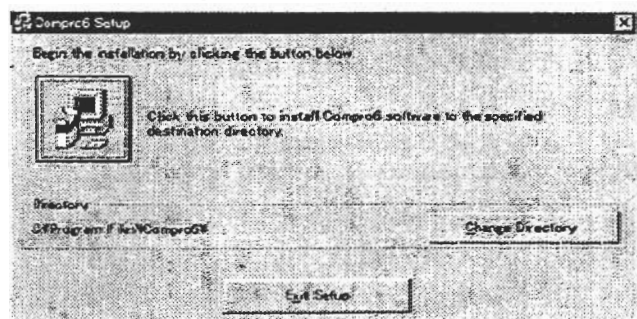
〒305-0047 つくば市千現 1-2-1

Common Data Processing System Version6 (COMPRO6) が完成したので、表面分析研究会ホームページにアップロードした。Version6 は Version5 に比較してかなり多くの機能が付加されたため、2回に分けて使用方法を解説することにした。今回は「その1」として、COMPRO6 を用いた基本的なデータ処理法の方法を解説する。

### 1 インストール

#### 1.1 COMPRO6 のインストール

Common Data Processing System Version6 (COMPRO6) をインストールするためには、本書に付属の CD-R を Windows 95, 98, NT4 が稼動するコンピューターの CD ドライブに挿入して下さい。自動的にインストールプログラムが立ち上がります。なお、コンピューターによってはインストールプログラムの自動立ち上げができない場合がありますが、そのときには Explorer を起動して、CD-R 上にある setup.exe をダブルクリックして下さい。



インストールプログラムは COMPRO6 のインストール先を聞いてきます。デフォルトのディレクトリは [c:\Program Files\Compro6] ですので、通常はそのままにして、セットアップのボタンを押して下さい。次に Program group を決めるよう要求されます。デフォルトは [Compro6] ですが、通常はそのままにして下さい。インストールが終了すると、Windows のスター

トメニューのプログラムに [Compro6] が追加されます。スタートメニューの“握手”アイコンが付いた [Compro6] をクリックすれば COMPRO6 を起動することができます。

注：

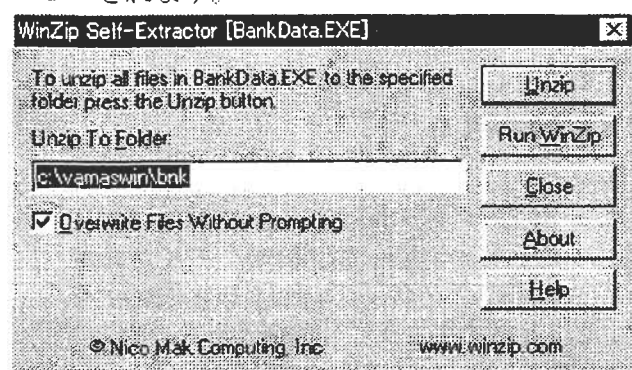
COMPRO6 は表面分析研究会のホームページ (sekimori.nrim.go.jp) からダウンロードできます。最新のバージョンはホームページに掲載されますので、バージョンアップはホームページからのダウンロードにより行うことをお勧めします。(本書は Version 6.21 を対象としています。)

#### 1.2 スペクトルデータベースのインストール

付属の CD-R ディスクには表面分析研究会が構築しているデータベースが添付されています。データベースをインストールするためには Explorer を起動して CD-R 上の BankData.Exe をダブルクリックして下さい。ダブルクリックするとインストール先のディレクトリを聞いてきます。デフォルトのディレクトリは [c:\vamaswin\bnk] ですので、通常はそのままにして下さい。BankData.Exe は自動解凍プログラムです。[Unzip] ボタンをクリックすると自動的に表面分析研究会の収集したスペクトルデータベースがインストールされます。なお、既に表面分析研究会のデータベースをお持ちの方は上書きして下さい。データベースは更新されます。

### 1.3 サンプルデータのコピー

本書に添付の CD-R には本書で用いる練習用のスペクトルデータが添付されています。SampleData.EXE というファイルを CD-R 上で Explorer を用いて確認し、ダブルクリックして下さい。SampleData.EXE は自動解凍プログラムです。サンプルデータは自動的に [c:\Program Files\Compro6\Data] というディレクトリーにコピーされます。

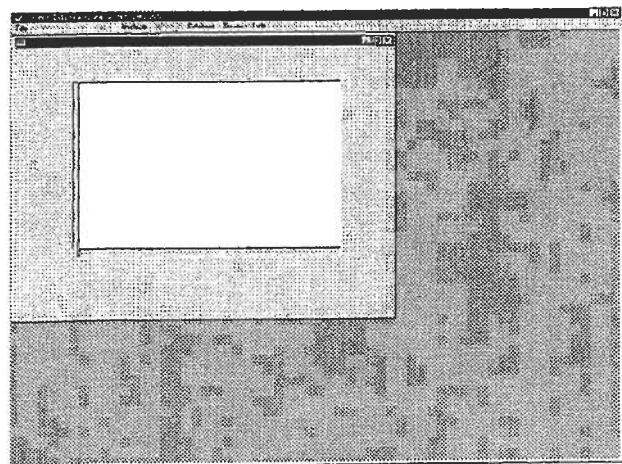


## 2 スペクトルの表示

### 2.1 ファイルの選択

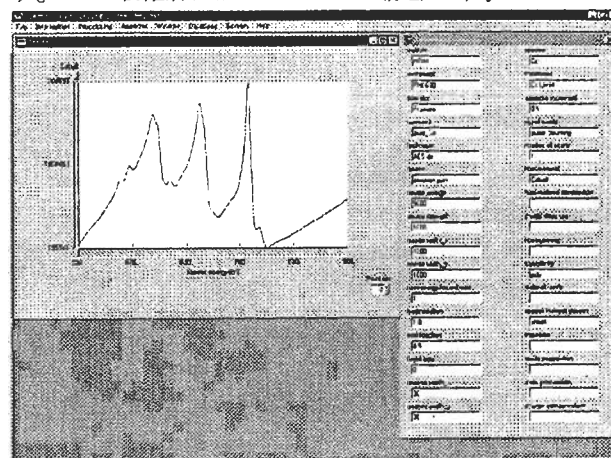
COMPRO6 を起動すると以下のような画面が現れます。画面上部のメニューの {File} をクリックし、現れた選択メニューの中から {Open} をクリックして下さい。

画面上にファイルの選択画面が現れます。COMPRO6 には装置校正用の標準スペクトルが添付されておりそのリストが表示されます。これらの標準スペクトルは Compro6 がインストー



ルされたのと同じディレクトリーにあります。COMPRO6 では ISO14975,14976 規格で記述されたスペクトルを読むことができ、それには [npl] という拡張子が付けられています。ただし、ISO14975,14976 で記述されたスペクトルならば、[npl] の拡張子でなくても表示されます。その時にはファイルのタイプを [All files (\*.\*)] にして、ファイルを選択して下さい。

ファイルの選択場所をサンプルデータのあるディレクトリーである [Program Files\Data] に変更して下さい。サンプルデータのリストが現れますので、ファイルのリストから "Acs\_co.npl" を選択して下さい。画面の左側にはスペクトルが、右側にはスペクトルの情報が示されます。ただしこの情報量は画面の大きさによって異なります。この画面は 1024 x 768 の場合です。



スペクトル表示画面の右下の [Point size] は [0] になっています。矢印をクリックして数字を [1] に変えて、マウスをスペクトル表示領域 (白い部分) に移動させ、右ボタンをクリックして下さい。スペクトルが点線で表示されます。数字を大きくすれば点の大きさが大きくなります。[Point size] の右下の矢印をクリックして [0] に戻し、マウスをスペクトル表示領域 (白い部分) に移動させ、右ボタンをクリックして下さい。スペクトル表示は元に戻ります。

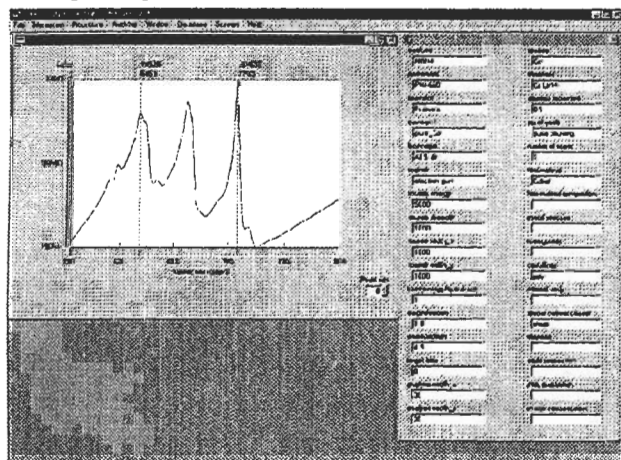
### 2.2 ピーク位置と強度の読みとり

550 から 900 と書かれた数値の上部に溝があります。その溝の 620 と 690 の間の箇所にマウスを移動させクリックして下さい。赤い垂直線が現れます。スペクトル表示領域上部に 2 つの数値が現れます。上部はカウント数、下部はエネルギー値です。溝の部分にある赤い線をマウスで

ドラッグすると赤い線が動き、カウント数、エネルギー値も変化します。スペクトルのピーク位置やピークカウント数を知りたいときに使用します。

次に 760 と 830 の間にマウスを移動させクリックして下さい。赤い垂直線が 2 本になります。赤い垂直線は 11 本まで増やすことができます。

最初に表示した赤い垂直線の溝の部分のマウスで右クリックして下さい。赤い垂直線が消えます。残った赤い垂直線をマウスでドラッグして溝の外側まで移動させて下さい。赤い垂直線が消えます。不要な線はこのようにして消すことができます。

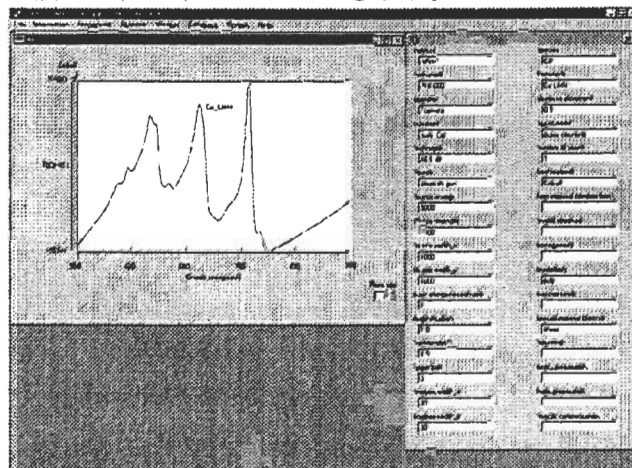


スペクトル表示領域の左側に溝があります。溝の中央部分にマウスを移動させ、クリックして下さい。赤い水平線が出現します。スペクトル表示領域の右側にカウント数が表示されます。マウスで赤い水平線の溝の部分ドラッグして下さい。赤い水平線が上下に移動し、それに伴いカウント数が変化します。赤い水平線は 6 本まで表示することができます。表示された赤い水平線の溝の部分マウスで右クリックして下さい。赤い水平線が消えます。マウスで赤い水平線を溝の外側までドラッグしても消すことができます。

スペクトル表示領域の左側の溝上部に小さなボタンがあります。このボタンをクリックして下さい。強度の表示に 10% のマージンが入ります。カウント数の最大値の読みとり便利です。再びボタンをクリックして下さい。マージンが解消されます。

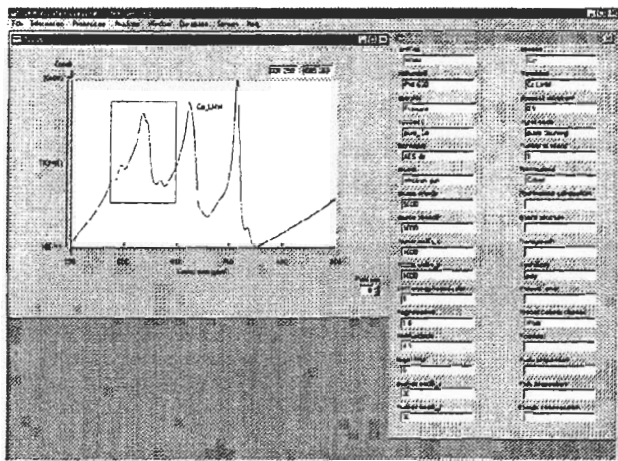
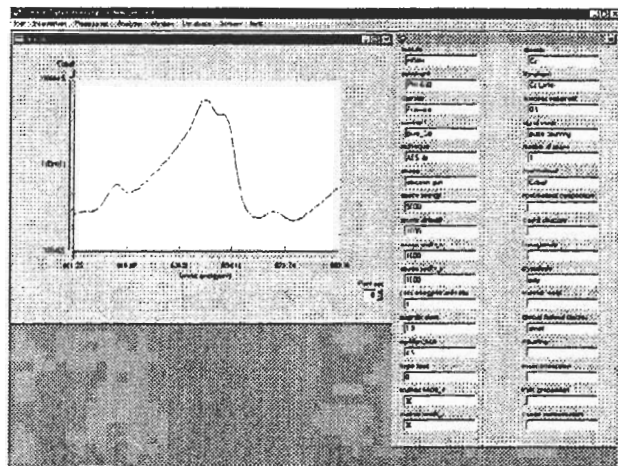
## 2.3 ラベルの記入

スペクトル表示領域内で、690 と 760 の間にあるピークの横の部分ダブルクリックして下さい。テキストボックスが現れます。Co\_LMM と記入してリターンキーを押して下さい。この操作により、スペクトル表示領域の任意の箇所文字を記入することができます。Co\_LMM と書かれている箇所マウスでドラッグして右方向に移動させて下さい。マウスのドラッグを中止するとその箇所に Co\_LMM が移動します。760 と 830 の間をダブルクリックしてテキストボックスを表示させ、そこに Ni\_LMM と記入してリターンキーを押して下さい。Ni\_LMM は不必要な文字です。そこで Ni\_LMM と書かれている箇所マウスでドラッグしてスペクトル表示領域より外に出し、ドラッグを中止して下さい。不必要な文字はこのようにして消去できます。文字は 10 カ所まで記入することができます。



## 2.4 スペクトルの拡大

スペクトルの一部分を拡大する方法は二つあります。ここではそのうちの一つを練習します。646eV 付近のピークを拡大します。まずマウスを拡大したい領域の左上端に移動して下さい。そこで、左ボタンをクリックしすると、マウスポインターがクロスに変わります。次に拡大したい領域をドラッグして下さい。四角形が表示されます。スペクトル表示領域の上部に拡大されるエネルギー領域が示されます。マウスのドラッグを終了して下さい。四角形の領域が拡大されて表示されます。スペクトル表示領域内でマウスを右クリックして下さい。拡大が解除されて元のスペクトルが表示されます。作業の解除は原則として右クリックです。



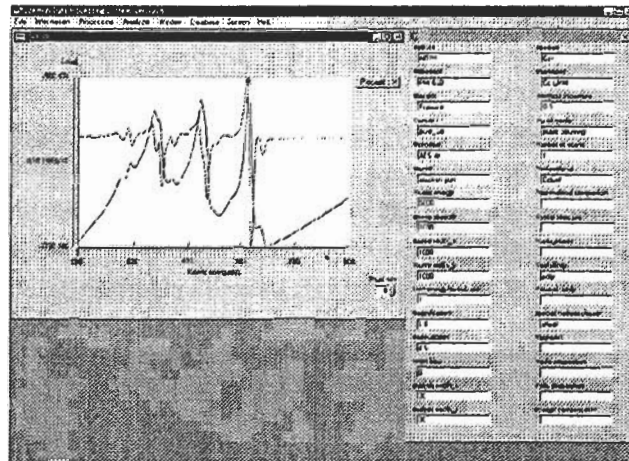
### 2.5 スペクトルの微分

スペクトル表示領域の左側に T(E)N(E)と書かれています。ここで T(E)は分光器の透過関数を表しています。ここをクリックしてください。T(E)N(E),  $d(T(E)N(E))/dE$ ,  $\log(T(E)N(E))$ という3種類の選択肢が表示されます。d(T(E)N(E))/dE を選択して下さい。表示されたスペクトルが Savitzky-Golay 法の7点微分法により微分され、結果は赤い線で表示されます。[Proceed], [x]のボタンがスペクトル表示領域の右側に現れます。[x]ボタンはキャンセルです。

ここでは[Proceed]ボタンを押して下さい。微分結果を保存するためのファイル名を聞いてきます。デフォルトは[Compro01]です。そのまま[Ok]ボタンを押して下さい。微分されたスペクトルのみが表示されます。なお、ファイル名を記入するときにキャンセルボタンを押すと、微分処理は取り消され、スペクトルは元の形に戻ります。

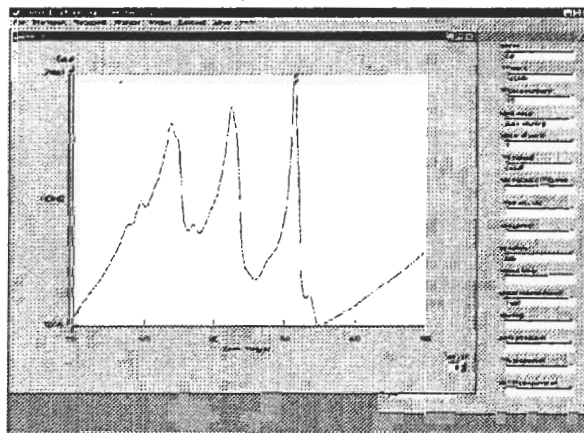
上部のメニューの中で{Window}をクリックして

下さい。{Aes\_co}と{Compro01}の二つの選択肢が現れます。{Aes\_co}を選択して下さい。再び元のスペクトルが表示されます。COMPRO6 では表示されたスペクトルは全て{Window}メニューに登録されます。



### 2.6 スペクトル表示フォームの拡大縮小

スペクトルが表示されているフォームの右下をマウスで右斜め下方向にドラッグして下さい。表示フォームが拡大されます。上部のメニューの中で{Screen}をクリックしてください。現れたメニューから{Standard}を選んで下さい。拡大された表示領域は元に戻ります。{Screen}メニューの中から{Maximized}を選んで下さい。スペクトル表示用フォームが最大化されます。なお、スペクトル表示フォームの最大化ボタンを押しても最大化できます。



再び{Screen}-{Standard}を選択して、フォームの大きさを元に戻して下さい。

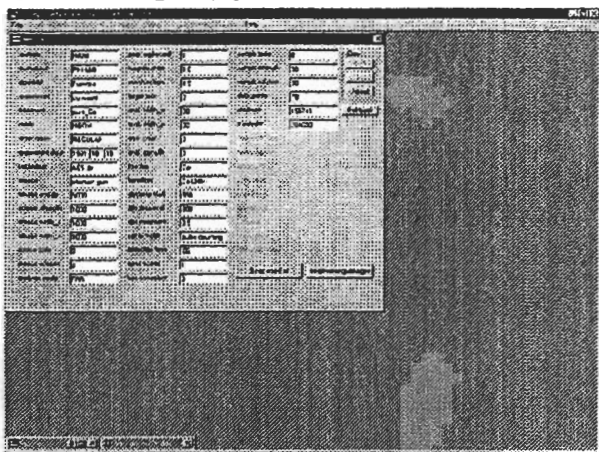
### 3 スペクトルの情報



### 3.1 ISO14976 の表示

スペクトルの情報はスペクトル表示フォームの右側に表示されています。この情報は基本的なもので、より詳しい情報を得たいときや情報を修正するときには別な方法が必要です。

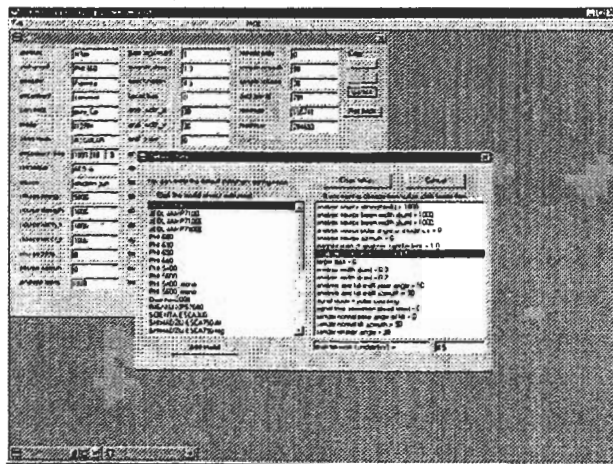
メニューの{Information}をクリックして下さい。スペクトル表示フォームは最小化され、ISO14976で要求される項目を表す情報フォームが出現します。情報フォームには黒で書かれた項目と青で書かれた項目があります。青で書かれた項目は装置によってほぼ決まった値を持っているため、COMPRO6ではデフォルトの値を入れることができます。



[institute]の横にある[NRIM]と書かれたテキストボックスをクリックして下さい。[NRIM]を消して、"SASJ"と記入して下さい。項目によってはテキストボックスをクリックすると選択肢が出るものがあります。例えば [source]の横にある [electron gun]と書かれたテキストボックスをクリックして下さい。通常用いられる線源の種類が現れます。[Al K\_alpha, mono]をクリックして下さい。AESの場合にX線源を選択すると警告メッセージが現れますので、[No]を選択して下さい。なお、入力が間違ったときには[Roll back]ボタンを押すと直前の値に戻すことができます。

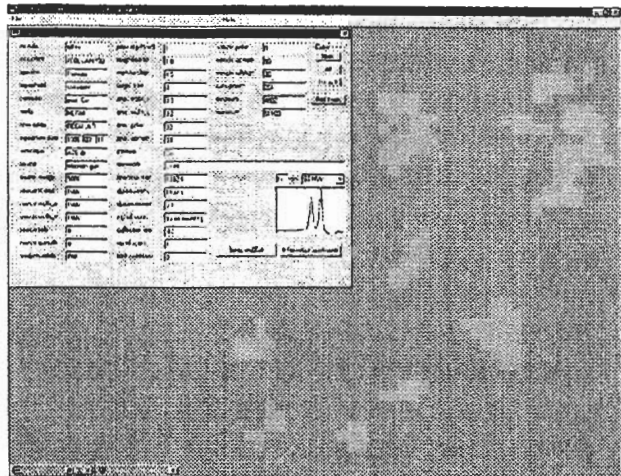
青で書かれた項目について変更します。ここで情報フォームを確認して下さい。例えば [instrument]は[PHI-660]となっていますし、[work function]は[4.5]、[anal.width\_x]は[30]となっています。情報フォームの右側に[Copy]フレームがあります。その[Default]ボタンを押して下さい。COMPRO6に登録された装置の一覧表が現れま

す。該当する装置がないときには[Add model]と書かれたボタンを押して下さい。自分で装置に関する情報をデータベース化できます。一番上の[JEOL-JAMP30]をクリックして下さい。右側にJEOL-JAMP30の基本的な装置定数が現れます。これはデフォルトの値ですが、変えることもできます。Work functionの値を変えてみましょう。[analyser work function(eV)=4.5]のラインをクリックして下さい。下に[4.5]と書かれたテキストボックスが現れます。[4.5]を消して"4.2"と記入して、リターンキーを押して下さい。[analyser work function(eV)=4.2]となりました。このようにして、デフォルトの値を変えることができます。[Enter values]をクリックして下さい。[instrument]は[JEOL-JAMP30]、[work function]は[4.2]、[anal.width\_x]は[0.3]に変わりました。[Roll back]ボタンを押して下さい。再び[PHI-660]の値に戻ります。次に、[work function]という文字をクリックして下さい。文字が薄い青に変化します。[Default]を押して、[JEOL-JAMP30]を選択し[Enter values]を押して下さい。この場合には[work function]は[4.5]のままで[4.2]には変わりません。このようにコピーしたくない項目はあらかじめクリックして文字の色を変えておくことによりコピーを回避できます。[Roll back]を押して元に戻して下さい。



[transition]の横の[Co LMM-]と書かれた箇所をクリックして下さい。スペクトルが描かれた小さなウィンドウと[Li]と[transition]と書かれたボックスが現れます。[Li]を消去して"Ni"と記入して下さい。[transition]のリストにNiの遷移リストが出現します。矢印をクリックして[772-LMM]を選択して下さい。[transition]の箇所が[Co LMM-Ni LMM-]となり、[species]の箇所が[Co-Ni-]となります。COMPRO6では[species]と[transition]では、

スペクトルデータの検索の都合上、[-]で元素名や遷移を区切ります。



[Save and Exit]ボタンを押して下さい。情報が変わっていますので、ファイルを保存するかどうかを聞いてきます。保存を選択して下さい。保存するファイル名を聞いてきますので、[Aes\_co\_test]として保存して下さい。元のスペクトル表示フォームが現れます。

再度{Information}メニューをクリックし、情報フォームを出現させて下さい。[species]のボックスで[Co-Ni-]と書かれた箇所の[Ni-]を消して[Co-]にして下さい。[transition]のボックスで[Co LMM-Ni LMM]から[Ni-LMM]を削除して下さい。右上に[Copy]と書かれた箇所に[Item]と[All]と書かれたボタンがあります。今回はこれが使用できませんでしたが、今回は使用可能となっています。これは、前回表示された情報をそのままコピーしたいときに用います。[Co-]と書かれた箇所をクリックして下さい。引き続き[Item]をクリックして下さい。[Will you copy 'species' ?]と聞いてきますので[Ok]を選択して下さい。表示が[Co-Ni-]に変わります。[All]を押すと、前回表示された情報全てをコピーします。コピーしたくない項目があるときには、項目名をクリックしておき、字の色を変えて置いて下さい。[Co-Ni-]から[Ni-]を削除して下さい。

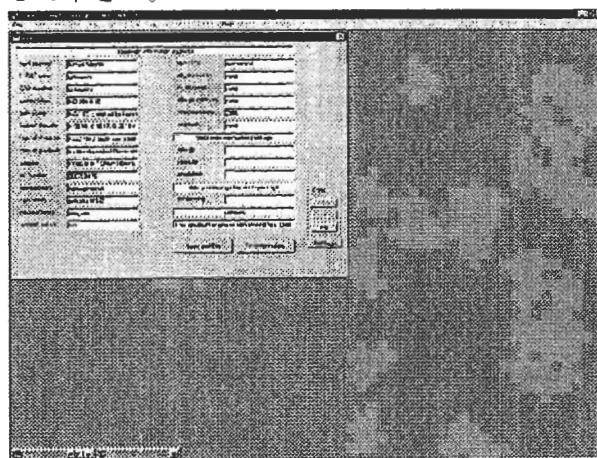
### 3.2 ISO14975 の表示

[Information packages]を押して下さい。情報が変わっていますので、ファイルを保存するかどうかを聞いてきます。保存を選択して下さい。保存するファイル名を聞いてきますが、そのまま[AES\_co\_test]として保存して下さい。上書きして

も良いかどうかを聞いてきますので、[Yes]を選択して下さい。ISO14975 で要求される情報項目の入力画面が現れます。

#### 3.2.1 Specimen information package

ISO14975 では、試料の情報、分光器の校正に関する情報、データ処理に関する情報を入力することを要求しています。この画面ではその操作が簡単にできます。[structure]のボックスをクリックして下さい。矢印が現れますので、それをクリックすると[(write in the text box)], [unknown], [N/A]が現れます。ここで、[N/A]は「not applicable; 適用不可」の意味です。ここでは[write in the text box]を選択して下さい。ボックスに"fcc"と記入して下さい。

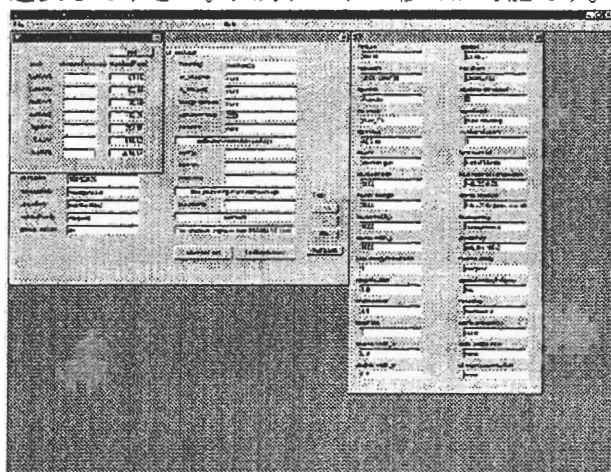


[Copy]というフレームの中に[File]という項目があります。試料情報をあらかじめファイルの形式にしておいて、それを読むことにより入力が可能です。ここではサンプルデータとして添付されている SampleData.txt を使ってみます。[File]をクリックして下さい。ファイルの読み出し画面が出現します。SampleData.txt を選択して下さい。試料情報の箇所が全て変わります。[Roll back]ボタンを押して下さい。元に戻ります。[File]をマウスで右クリックして下さい。画面に試料情報ファイルの構造の説明が現れます。同じ試料から多数のスペクトルを取得して、それぞれのスペクトルに試料情報を入力するときにはあらかじめこのファイルを作っておくと便利です。[Item]と[All]のボタンの役割は 3.1 で説明した通りです。また、コピーしたくない項目に関してはラベルをクリックして文字の色を変えておけばコピー操作から除外されます。

#### 3.2.2 Calibration information package

[energy]の横のテキストボックスをクリックして

下さい。[(write procedure)], [(attach reference peak data)], [uncalibrated]が現れます。このボックスはエネルギー補正法を記述するところです。ここでは[(attach reference peak data)]を選択して下さい。{Energy scale calibration}と書かれた小さなフォームが出現します。ここには、Cu, Au, Agの標準ピーク位置が記入されています。自分の分光器で測定したピーク値を記入します。ここでは、AgNMMに"354.2"、CuLVVに"914.1"、AuMNNに"2011.1"と記入して[Finish]を押して下さい。ピーク位置期入用の小さなフォームが消えます。[energy]の箇所に[AgMNN=354.2eV]と記述されていることを確認して下さい。矢印をクリックすると他の入力データを見ることが出来ます。なお、入力したデータを修正したいときにはボックスをクリックして、リストの中から[(revise)]を選択して下さい。入力データの修正が可能です。



[intensity]の横のボックスをクリックして下さい。[(write procedure)], [(attach reference spectrum)], [uncalibrated]が現れます。このボックスは強度補正法を記述するところです。ここでは[(attach reference spectrum)]を選択して下さい。COMPRO6では強度補正のために、自分の分光器で取得したCuまたはAuを添付することを薦めています。CuまたはAuのワイドレンジスペクトルを選択するようというメッセージが出ますので[Ok]を選択して下さい。ファイルの選択画面が現れますので、自分の分光器で取得したCuまたはAuのワイドレンジのスペクトルを選択します。練習では、添付のデータの中から[Aes\_cu\_c.npl]を選択して下さい。ボックスに[attach: Aes\_cu\_c]と書かれます。これで、スペクトルに自分の分光器で取得したCuのスペクトルが添付されました。

[Save and Exit]ボタンを押して下さい。情報が

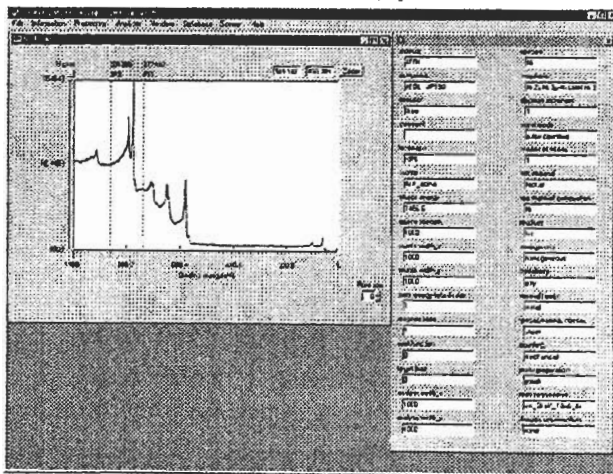
変わっていますので、ファイルを保存するかどうかを聞いてきます。保存を選択して下さい。保存するファイル名を聞いてきますが、そのまま[Aes\_co\_test]として保存して下さい。上書きしても良いかどうかを聞いてきますので、[Yes]を選択して下さい。元の画面に戻ります。

## 4 スペクトルの処理

ここではスペクトルの処理法について説明します。COMPRO6では主にデータの処理法は{Processing}というメニューから選択します。

### 4.1 スペクトルの拡大

{File} - {Open}メニューで、"Xps\_ni\_Al.npl"を選択して下さい。Al<sub>Kα</sub>線で励起したNiのXPSワイドスペクトルです。Niの2pスペクトル部分を拡大します。{Processing} - {Zoom}を選択して下さい。スペクトル表示部分の上部に2個のテキストボックスが現れます。左のボックスに[950]と記入し、リターンキーを押して下さい。赤い垂直線が現れます。赤い垂直線をマウスで少し動かして下さい。ボックスに記入した文字が連動して変わります。2pピークの右のエネルギー値(810eV付近)の溝の部分をクリックしてください。赤い垂直線が現れ、それに対応した数値が右のボックスに記入され、[Zoom]ボタンが使えるようになります。[Zoom]ボタンを押して下さい。赤い垂直線で挟まれた部分が拡大されます。テキストボックスの値と赤い垂直線の値は連動していますので、最初に赤い垂直線を出現させるか、あるいはテキストボックスに数値を記入するかはあなたの自由です。

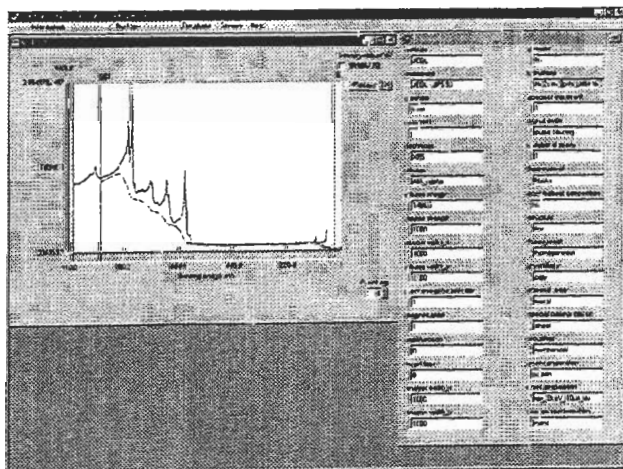
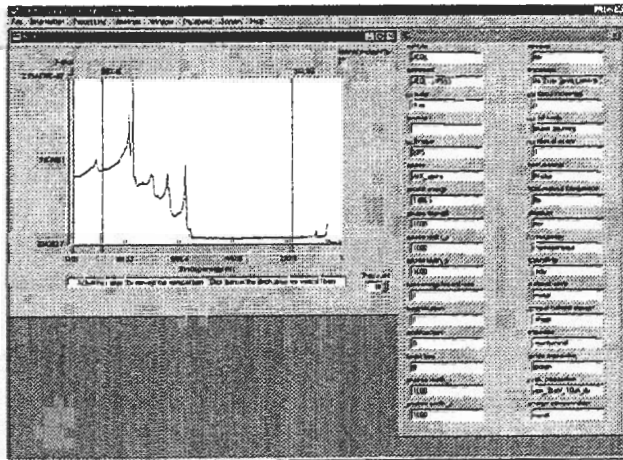


スペクトル表示領域上で右クリックして下さい。

拡大は解除され、元の画面が表示されます。

## 4.2 バックグラウンドの差し引き

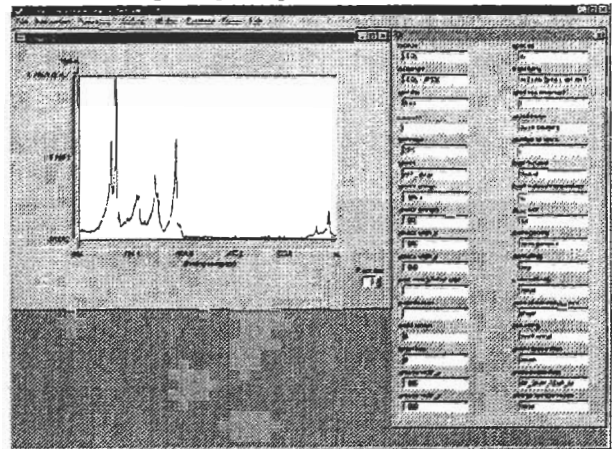
{Processing} - {Background}を選択して下さい。  
{Linear}, {Shirley}, {Tougaard}, {Sickafus}のバックグラウンド差し引き法が選択できます。ここでは{Tougaard}を選択します。Tougaardのバックグラウンド差し引きは、透過関数を補正したスペクトルに対してなされなければなりません。透過関数は $T(E) = E^n$ で表されると仮定したダイアログボックスが現れます。デフォルトの値は[-0.5]になっています。今回はデフォルトを選択することにして[Ok]を押して下さい。スペクトルの形状が変わり青い垂直線が2本現れます。



青い垂直線をマウスでドラッグして移動させて下さい。左側の垂直線を約985eV、右側の垂直線を約35eVに移動させて下さい。二本の青い垂直線を移動させると、TougaardパラメータのBの値の入力画面が現れます。デフォルトは2886

ですが、そのまま入力して下さい。バックグラウンドのラインが赤い線で示されます。

上部には、バックグラウンド差し引き後の強度が示されています。このチェックボックスをクリックするとこの値が保存され、濃度計算に使用できます。[Proceed]ボタンを押すとバックグラウンドが差し引かれたスペクトルが表示されます。[X]ボタンを押すと、全ての操作がキャンセルされ、元のスペクトルが表示されます。ここでは[Proceed]を押して下さい。File名の入力はデフォルトの[Compro02]をそのまま用いて下さい。



バックグラウンドを差し引いたスペクトルが表示されます。

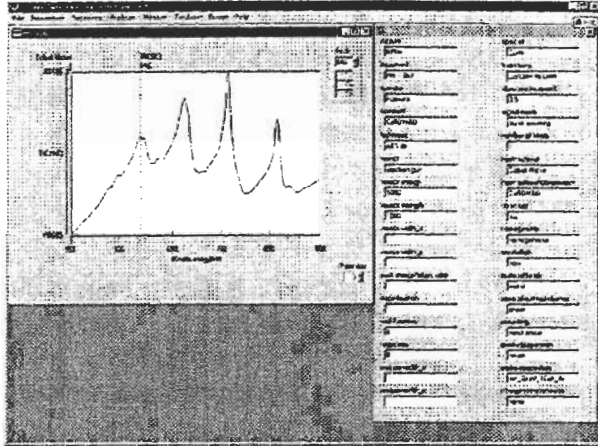
## 4.3 定性分析

{File} - {Open}メニューから[Aes\_coni.npl]を選択して下さい。Co50%-Ni50%合金のオージェスペクトルです。{Processing} - {Qualify}を選択すると{Element}と{Peak}の二種類の選択肢が現れます。{Element}を選択すると、スペクトル領域の右上に、[Element]と書かれたフレームが現れ、[Li]の名前が表示されます。矢印をクリックして元素名を変えて下さい。元素名に対応したピーク位置が示されます。なお、赤文字で示されたピークは強いピークです。なお、XPSの場合の青い文字で書かれたピーク値はオージェピークです。

次に{Peak}を選んで下さい。725eVに赤い垂直線が現れます。また、スペクトル表示領域の右上にPeakと書かれた箇所に[725]と表示されています。赤い垂直線をドラッグして、[646]まで移動させて下さい。ピーク位置に対応した元素名が現れます。



[646]では[F], [Fe], [Co]が表示されます。ここで赤字は強いピークを表します。次に赤い垂直線を高エネルギー側に移動させて下さい。843eV近傍でNiが表示されます。このように、ピーク位置から元素名を同定することができます。なお、ピークエネルギーのテキストボックスに値を入力すると、それに対応した箇所に赤い垂直線は移動します。また、テキストボックスの横の矢印をクリックしてもエネルギーの表示値と赤い垂直線の表示位置を変更することができます。

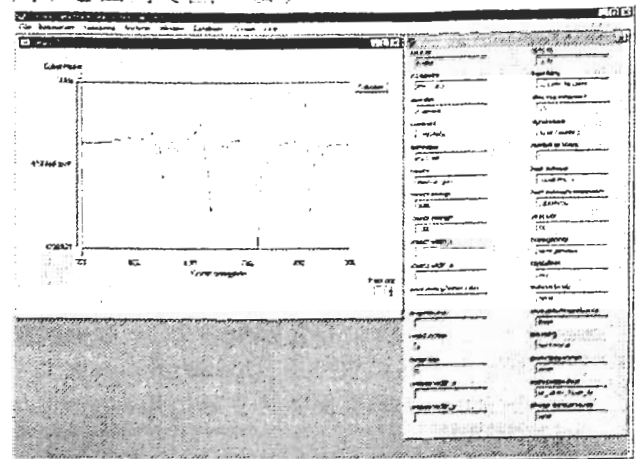


#### 4.4 定量分析

メニューから{Processing} - {Differentiate} - {SV-7}を選択して下さい。表示されたスペクトルをSavitzky - Golayの7点微分法により微分します。2.3節に述べた方法と全く同様に微分することができます。微分されたスペクトルは[Proceed]ボタンを押して[Compro03]という名前前で保存して下さい。次に、{Processing} - {Qualify}を選択して下さい。{Qualify}は{Measure}, {Quick}, {Calculate}に別れます。{Measure}は表示されたスペクトルのピーク強度を測る時に選択します。{Measure}はさらに{Height}と{Area}に別れます。{Height}はピークの強度を高さで測るときに使います。{Area}はバックグラウンドを差し引いたあとの強度を面積で表します。{Area}はバックグラウンドの差し引き方により{Linear}, {Shirley}, {Tougaard}に別れます。{Calculate}メニューは強度計算が終了したあとに使用可能となります。

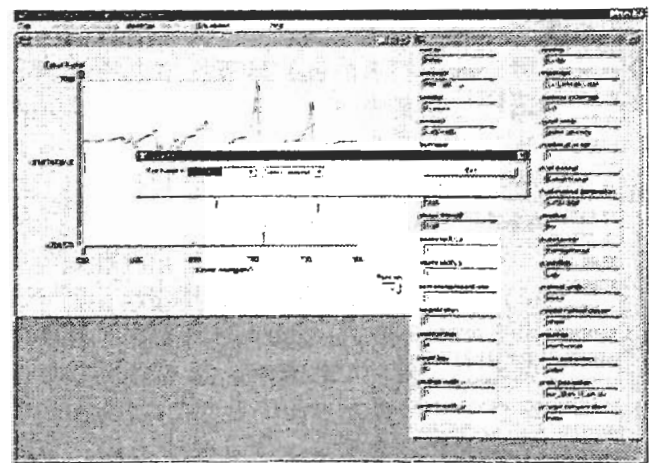
ここでは{Quick}を選択して下さい。{Quick}は簡単にピーク強度を測定する方法です。{Quick}を選択するとマウスポインターの形状がクロスになります。強度測定をしたいピークの周りをマウスでドラッグして下さい。ここでは645eV近

傍のCoのピークと850eV近傍のNiのピークの周りを四角で囲みます



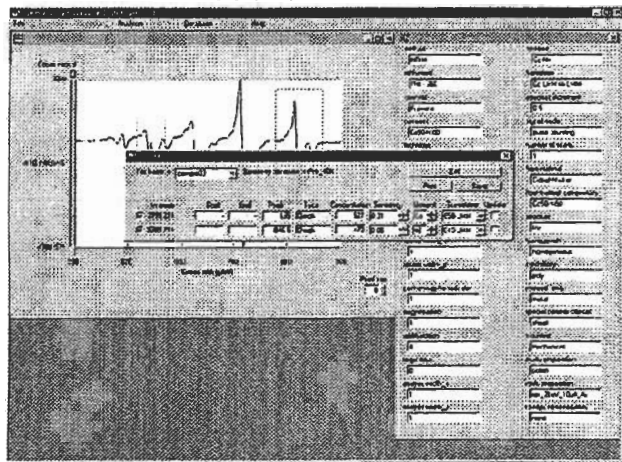
表示されているスペクトルはオージェの微分スペクトルですので、自動的に囲まれた箇所のピーク高さ(最大値と最小値の差)とピーク位置を計測して記録します。なお、微分スペクトル以外は、指定された領域のバックグラウンドを[linear]法で差し引いて得られる強度と、指定された領域の最高値をピーク位置とします。

スペクトル表示部分の右側にある[Calculate]ボタンを押して下さい。定量計算用フォームが現れます。



File Nameには強度が測定されたスペクトルのリストが現れます。今回は一つですので、選択する必要はありません。次に感度係数のデータベースを選択します。COMPRO6にはJEOLおよびPHIの10keV励起オージェ電子微分法のデータベースが備えてあります。ここでは、[Select database]と書かれたコンボボックスをクリックして[PHI-10K]というデータベースを選択して下さい。強度測定結果が表示されます。

COMPRO6にはXPSおよびAES (dir) に対してはデフォルトのスペクトルデータベースとして{sensbase}という名前の感度係数データベースを備えています。しかし、感度係数は装置によって大きく異なりますので、各自で自分の装置の感度係数データベースを作成することを薦めます。感度係数データベースを作成するためには、メニューから{Database} - {Sensitivity} - {Create}を選択します。元素名と遷移名、ピーク位置が表示されますので、対応する感度係数を入力すれば作成できます。なお、{Database} - {Sensitivity}を選択したときに現れる{Update}メニューは、既に存在している感度係数の更新に用います。



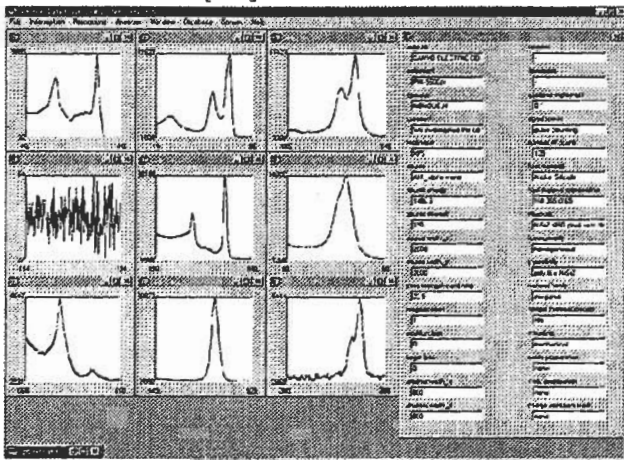
強度、ピーク開始位置、ピーク終了位置、ピーク位置、強度の求め方、濃度、相対感度、元素名、遷移、感度係数更新チェックボックスの順に項目が並びます。強度の横にあるチェックボックスを2つともチェックして下さい。上段の[Element]の項に"Co"と記入して下さい。文字で記入しても矢印で変更してもかまいません。自動的に対応する Transition が表示され、データベースから感度が[0.31]と記入されます。感度は矢印で変更する事ができます。また変更した値をデータベースの値としたいときには[Update]のチェックボックスをチェックして下さい。下段の[Element]に[Ni]と記入して下さい。自動的に対応する Transition が表示され、データベースから感度が[0.85]と記入されます。これらの感度係数に基づいて、濃度が Co=0.527, Ni=0.473 と計算されます。これらの値を保存しますので[Save]ボタンを押して下さい。ダイアログボックスが現れて保存するファイル名が入力できます。デフォルトの名前は[calc\_result.txt]です。デフォルトの名前で保存して下さい。[Print]ボタンを押すと、計算結果がプリンターに出力されます。

[Exit]ボタンを押して下さい。元のスペクトル表示画面に戻ります。

なお、[Update]がチェックされている場合には、[Exit]ボタンを押すと感度係数データベースの値を更新するかどうかを聞いてきます。再確認の上、更新の場合には[Yes]を選択して下さい。

#### 4.5 ピークフィッティング

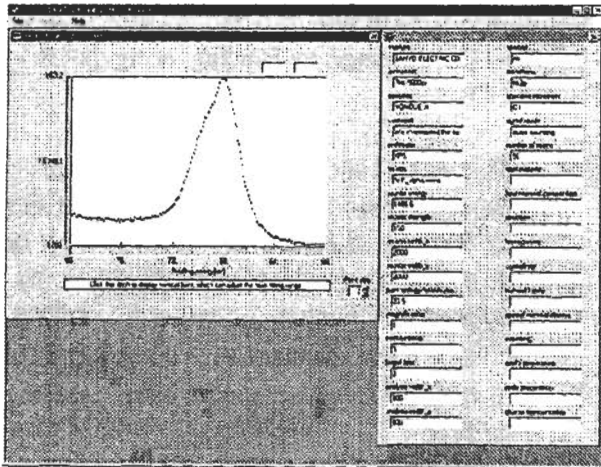
{File} - {Open}メニューから[Xps\_nisi.npl]を選択して下さい。このスペクトルは9個のリジョンを持つマルチリジョンのスペクトルですので、スペクトル表示領域上部にリジョンを選択できるコンボボックスが現れます。コンボボックスの矢印をクリックすると、このファイルに含まれているリジョンの情報が表示されます。そのうちの一つをクリックすると、そのリジョンだけを表示させることができます。コンボボックスの横に[All]ボタンがあります。このボタンを押すと、このスペクトルに含まれている全てのリジョンのスペクトルを表示させることができます。ここでは[All]ボタンを押して下さい。



コンピュータのディスプレイ領域の大きさによって異なりますが、この場合(1024 x 768)には9個のリジョンが全て「子フォーム」の形で表示されます。なお、全てが表示されない場合には、メニューから{Window} - {Tile} - {More}を選択すると表示できます。子フォームには、例えば、[Xps\_nisi\_a+1]というように名前が付けられます。ここで[a]は[All]ボタンを押して選択した場合に自動的に付けられます。[+1]はリジョン番号です。情報フォームには[Xps\_nisi\_a+1]のリジョンの情報が記述されています。

子フォームの[Xps\_nisi\_a+6]のスペクトル表示領域をクリックすると、「親フォーム（画面の左隅に最小化されている）」の名前が[Xps\_nisi\_a+6]に変わり、情報フォームは[Xps\_nisi\_a+6]の情報を示します。これは Ni3p スペクトルです。画面の左隅に最小化されている親フォームの標準サイズに戻すボタンを押して、標準サイズに戻して下さい。なお、子フォームはマウスのドラッグにより大きさを変えることができます。なお、最大化ボタンを押すことにより子フォームを最大化することができます。ただし、データ処理は親フォーム上でのみ実行可能です。

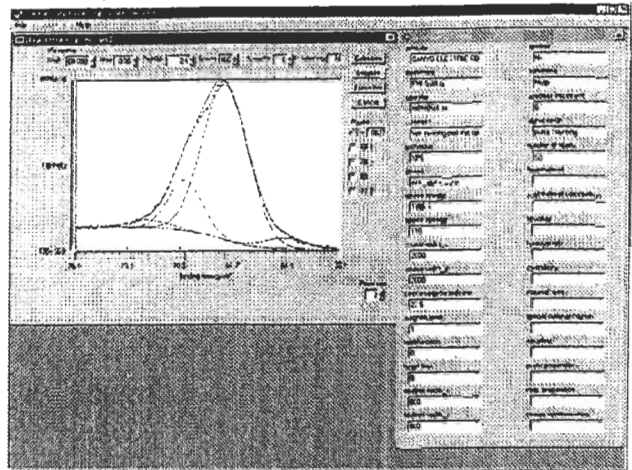
{Processing} - {Peak fit}を選択して下さい。スペクトルは点線で表示されます。



スペクトル表示領域の下部にある溝の 76eV 近傍と 62eV 近傍の 2 箇所をクリックして青い垂直線を 2 本出現させてください。ピークフィッティングを行う領域は 76eV と 62eV の間です。メニューから {Processing} を選択すると {Zoom} と {Background} が現れます。{Background} を選択すると Shirley 法によりバックグラウンドを差し引きます。{Zoom} を選択すると {Linear} 法によりバックグラウンドを差し引いた後、ピークフィッティング領域を拡大します。ここでは、{Background} を選択して下さい。バックグラウンドが Shirley 法により差し引かれます。{Processing}-{Zoom} を選択して下さい。ピークフィッティング領域が拡大され、自動的にピークフィッティングされます。ここで、{Processing} - {Peak fit} を選択すると拡大せずにピークフィッティングします。

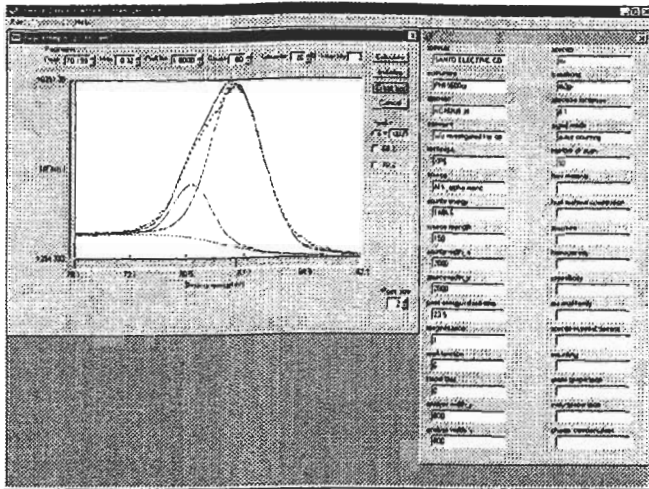
COMPRO6 ではピークを Gauss 分布と仮定して、最小二乗法によりフィッティングを行っています。しかし、この自動フィッティングのプログ

ラムのアルゴリズムは完成していませんので、正しい情報が得られることは保証できません。



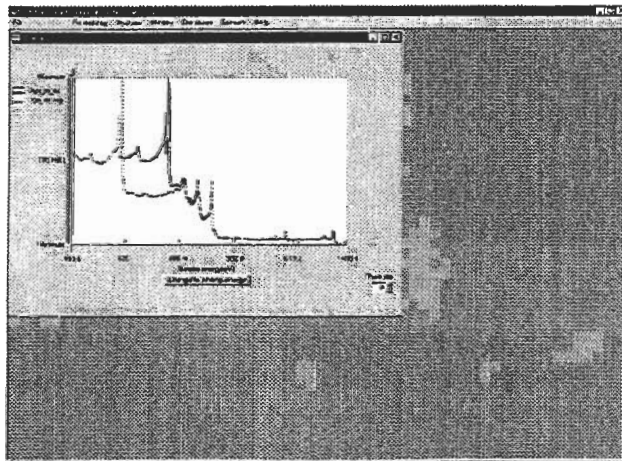
スペクトル表示画面の右側の [Peaks] フレームにはフィッティングで得られたピーク位置が記されています。ここでは、最大ピークである 68.1eV（フィッティングの範囲により、ピーク位置は若干異なります）のピークにチェックして下さい。赤い垂直線と緑の水平線が現れます。水平線は FWHM で示したピーク幅です。ピーク表示領域の上に、チェックしたピークのパラメータが表示されています。表示されている項目はピーク位置、最大値（1 に規格化してあります）、半値幅、ピークのガウス量、ピークのローレンツ量、ピークの強度です。ここではローレンツ量を [20%] にして下さい。次に大きなピークである 70.2eV にチェックして下さい。ローレンツ量を [20%] にして下さい。最大値を [0.31] にして下さい。次に小さな二つのピークである 65eV と 72.2eV をそれぞれ溝の部分の赤い線を右クリックして下さい。二つの線が消去されます。[Calculate] ボタンを押して下さい。設定に基づいた計算が行われ、結果が表示されます。[Peaks] フレームの中に計算のフィッティングの良さを示すパラメータがあります。フィッティングの結果が良くなると青い色が現れ、悪くなると赤い色が現れます。[Initialize] を押すと、COMPRO6 の自動フィッティング結果を示します。[Erase bar] はスペクトル表示領域に存在する赤い垂直線や緑の水平線を消去するために用います。なお、{File} - {Save fitted data} を選択すると、フィッティング結果が保存されます。

{File} - {Exit from Peak fitting} を選択して下さい。



## 5 スペクトルの重ね書き

{File} - {Open}メニューから[Xps\_ni\_Mg.npl]を選択して下さい。{Window} - {Overlay}メニューを選択して下さい。メニューのすぐ下に今までで取り扱ったファイルのリストが現れます。[Xps\_ni\_Al.npl]と[Xps\_ni\_Mg.npl]を選択して[Overlay selected files]ボタンを押して下さい。2つのスペクトルが重ね書きされます。強度軸は規格化されて表示されます。

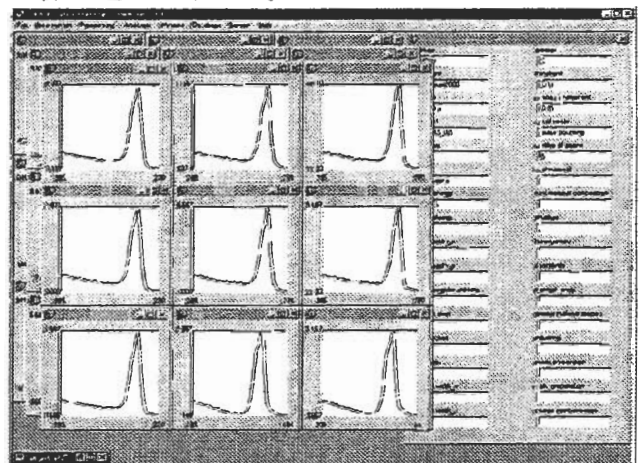


異なった励起源で取得した Ni のスペクトルですので、横軸は運動エネルギーで表されています。これは、分光器は電子の運動エネルギーを測定するものであり、スペクトルを共通で評価するためには運動エネルギーで比較しなければならないという考え方からです。したがって、オージェピークは一致しています。ただし、重ね書きするスペクトルが全て XPS スペクトルの場合は実用的な観点から、束縛エネルギー表示も可能です。[Change to Binding energy]というボタンを押して下さい。横軸が束縛エネルギー表示に

なり、オージェピーク位置がずれて、光電子ピークが一致します。強度軸の[Maximum]と書かれた箇所をクリックして下さい。コンボボックスから[Absolute]を選択して下さい。強度軸が絶対値に変わります。なお、[Minimum]の箇所をクリックしても同様のコンボボックスが現れます。こちらで選択しても同じです。

オージェスペクトルとの重ね書きも可能です。{File} - {Open}メニューから[Aes\_ni.npl]を選択して下さい。Ni のオージェスペクトルが表示されます。{Window} - {Overlay}メニューを選択し、[Xps\_ni\_Mg.npl]と[Aes\_ni.npl]を選択し、[Overlay selected files]ボタンを押して下さい。Ni のオージェと XPS のスペクトルが重ね書きされます。この場合には束縛エネルギーは意味がなくなりますので、[Change to Binding energy]ボタンは表示されません。

時間とともに変化するスペクトルを表示します。{File} - {Open}メニューから[Xps\_pvc.npl]を選択して下さい。これは PVC フィルムの X 線照射による変質を C と Cl について観察した 50 リジョンのスペクトルです。[All]ボタンを押して下さい。全てのリジョンは子フォームで同時には表示されません。{Window} - {Tile} - {More}メニューを選択すると、残りのリジョンが表示されます。[Xps\_pvc\_a+26]が子フォームに表示されるまで繰り返して下さい。

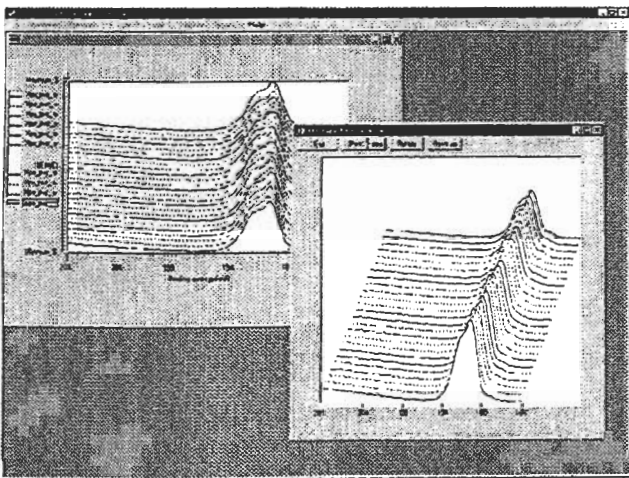
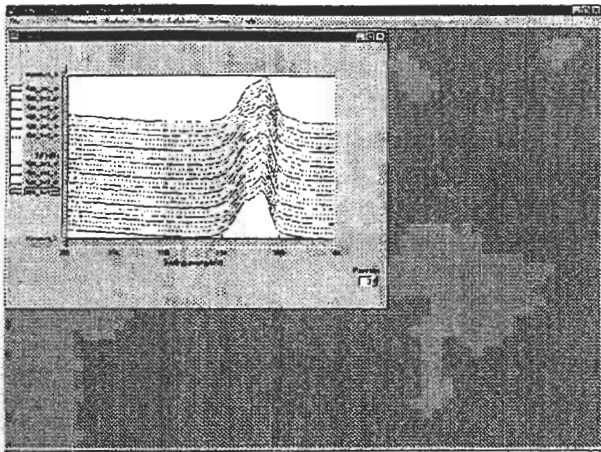


この表示から、25 番目までは C 1s のピーク、26 番目からは Cl 2p のピークであることが分かります。{Window} - {Overlay}メニューを選択して下さい。現れたファイルリストから[Xps\_pvc\_a+26]から[Xps\_pvc\_a+50]までを選択して下さい。シフトキーを押しながら選択すると便利です。選択



されたファイルは強調されます。ただし、一度選択をしたあとは、ファイル名をクリックしても選択を解除できません。お手数ですが最初から選択し直して下さい。なお、同じスペクトルを二度選択し時には警告文が出ます。選択後[Overlay selected files]ボタンを押して下さい。選択したスペクトルが重ね合わせて表示されます。

このように多数のスペクトルを同時に重ね書きするときには、スペクトルをずらして表示させるのが有効です。[Maximum]をクリックして下さい。出現したコンボボックスから[Montage(A)]を選択して下さい。この方法はスペクトルを上下にずらして表示させることができます。スペクトルの高さは絶対値で表現されます。



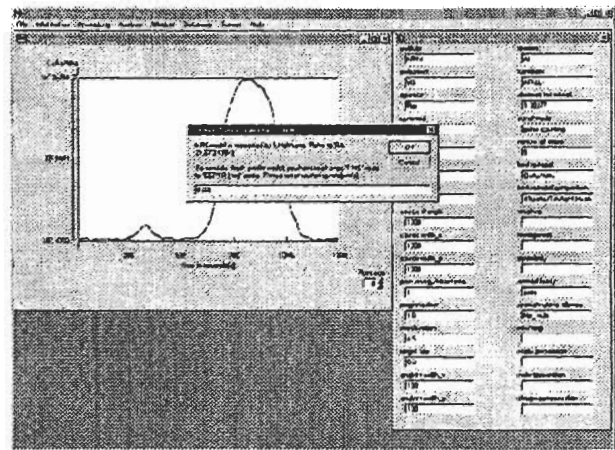
[Maximum]をクリックして[Montage(B)]を選択して下さい。[Montage(A)]の横に鳥瞰図が表示されます。フォームをドラッグして中央部分に移動させて下さい。また、少し拡大して下さい。鳥瞰図の斜線をマウスでドラッグして下さい。鳥瞰図の角度を変えることができます。スペクトル表示領域の上部にある[Rotate]ボタンを押して下さい。鳥瞰図の角度が逆になります。再度

[Rotate]ボタンを押して下さい。元に戻ります。[Reverse]ボタンを押して下さい。スペクトルの表示順序が逆になります。再度[Reverse]ボタンを押して下さい。元に戻ります。このように、さまざまな角度からスペクトル群を観測すること出来ます。なお、[Print]ボタンを押すと鳥瞰図が印刷されます。[Size]ボタンは印刷のサイズを調整するためです。

[Exit]ボタンを押して下さい。鳥瞰図は消去されます。

## 6 深さ方向解析

COMPRO6ではデプスプロファイルデータをMRIモデルと Logistic function により解析することが出来ます。



### 6.1 MRI モデルによる深さ方向解析

{File} - {Open} メニューから[Aes\_algaas\_Depth.npl]を選択して下さい。GaAs/AlAsの多層膜をスパッタリングして得られたAl-KLLの深さ方向スペクトルです。最初の小さな山がAlの単層の部分です。{Processing} - {Analyze depth profile} - {MRI model simulation}をメニューから選択して下さい。このプロファイルは横軸が時間ですので、横軸のスケールを実際の深さに変更しなければなりません。スパッタリング速度を聞いてきますので、ここでは"0.03"nm/sと入力して下さい。

MRIモデルを詳しく知りたい方はS.Hofmann, Surface and Interface Analysis 21, 673(1994)を参照して下さい。MRIモデルの各パラメータの意味は以下の通りです。それぞれのパラメータ

一を変数として入力できます。ここでは、記号の意味までは説明しませんので、原著をあたって下さい。

ミキシングの効果 (M)

$$g(w) = \exp[-(z - z_0 + w)/w]$$

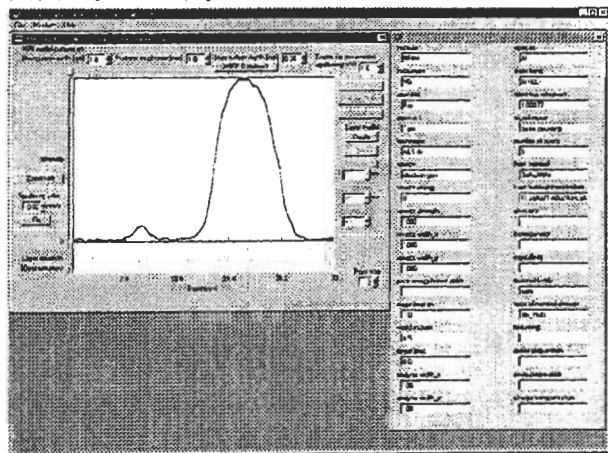
表面荒さの効果 (R)

$$g(\sigma) = \frac{1}{(2\pi\sigma)^{1/2}} \cdot \exp\left[-\frac{(z - z_0)^2}{2\sigma^2}\right]$$

情報深さの効果 (I)

$$g(\lambda) = \exp[-(z - z_0)/\lambda]$$

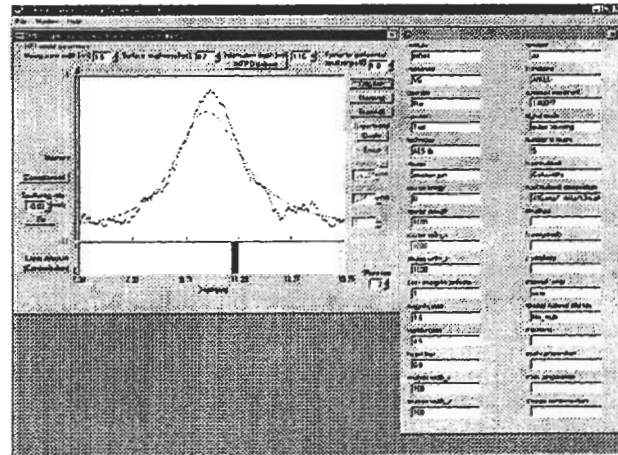
MRI モデルによるシミュレーションとは、これらのパラメータを変更して、観測されたスペクトルから真の分布を推定する方法です。スパッタリング速度を入力すると、横軸が深さの絶対値に変わり、MRI モデルシミュレーション用の画面が現れます。



10nm 前後にある小さなピークに着目します。スペクトル表示領域の左側にある[Zoom(set)]ボタンを押して下さい。青い垂直線が二本現れます。青い垂直線をドラッグして、小さなピークを挟んで下さい (5nm と 15nm 前後)。[Zoom(fix)]ボタンを押して下さい。強度軸の最大値が[0.09]になりました。[0.09]という値は拡大しない前の全プロファイルの最大値 ([1]) に対する値です。[0.09]をクリックするとコンボボックスが現れ、縦軸の表示を変えることができますが、ここでは変更しません。最大値の横の小さなボタンを押して下さい。上下にマージンが入ります。溝をクリックして下さい。青い水平線が現れます。

これでベースの位置を決めることができます。ベース (強度 0) の位置を見いだして下さい。

これで MRI モデルの準備が完了しました。デブスプロファイル表示領域の上部にパラメーターのフレームがあります。[Information depth]を"1.16"として下さい。[Mixing zone width]は"1.5"として下さい。[Surface roughness]は"0.7"として下さい。次に[Layer model]と書かれたフレームの中の[Create]ボタンを押して下さい。黄色いボックスが[Layer structure]の中にあられます。これが層です、この層を適当な箇所に動かします。ドラッグしても動きますし、[Layer model]フレームの[Position], [Thickness], [Conc.]の値を変化させても動きます。ここでは、[Position]を"5.7"nm に、[Thickness]を"0.28"nm に、[Conc]を"1"に設定して下さい。[Layer model]フレームの中の[Fix]ボタンを押して下さい。ボックスの色が青に変わります。[Layer model]フレームの上部の[Calculate]ボタンを押して下さい。青い曲線が示されます。この曲線が、深さ 5.7nm のところにある幅 0.28nm

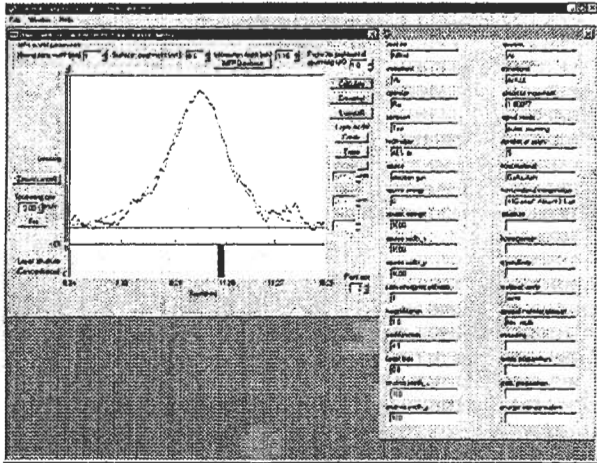


の Al の層をスパッタリングしたときに得られる曲線と言うことになります。

これではまだフィッティングが十分ではありません。[Mixing zone width]は"1.0"として下さい。[Surface roughness]は"0.6"として下さい。青いボックスをクリックして下さい。ボックスの色が黄色に変わります。これで、再び層構造の調整が出来ます。[Position]を"5.6"nm に、[Thickness]を"0.28"nm に設定して、[Caluculate]を押して下さい。

MRI モデルはこのようにシミュレーションを繰り返して、最適な層構造を見つける方法です。なお、今回の練習は層を一つしか作成しません

でしたが、[Create]ボタンを押せば何個でも作成できますし、それらをドラッグして接触させることにより、階段状の層構造も作成できます。また、不要の層はマウスの右クリックにより消去できます。{File} - {Save layer model file}を選択すると層構造を保存できますし、{File} - {Save simulation data file}を選択することにより、シミュレーション結果を保存することが出来ます。



{File} - {Exit from MRI}を選択して下さい。

### 6.2 Logistic 関数による解析

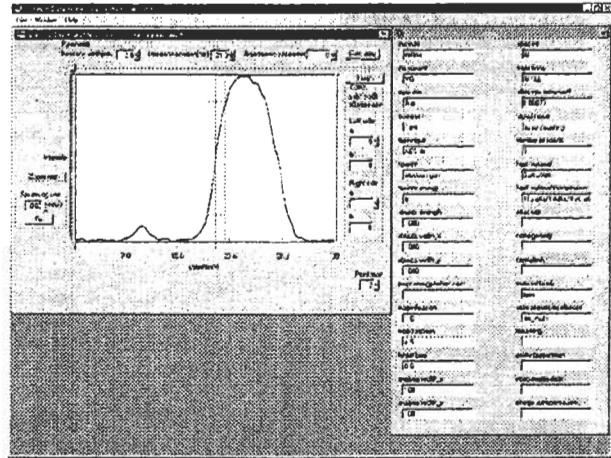
{File} - {Analyze depth profile} - {Logistic function}を選択し、スパッタリング速度は"0.03"nm/sを入力して下さい。Logistic 関数は以下のように表すことが出来ます。

$$\text{Logistic function} = \text{Conc}_A/(1+\exp(u)) + \text{Conc}_B/(1+\exp(-u))$$

ここで、 $u = (z-z_0)/D$ ,  $D = 2D_0/(1 + \exp(Q*(z-z_0)))$ ,  $\text{Conc}_A = a+a'(z-z_0)$ ,  $\text{Conc}_B = b+b'(z-z_0)$ ,  $z$ :深さ、 $z_0$ :界面の位置、 $Q$ :非対象性パラメータ、 $D_0$ :界面幅、 $\text{Conc}_A$ ,  $\text{Conc}_B$ :界面前後の濃度(この場合は線形で変化するとしています。)なお、84%-16%で定義される界面幅は  $3.32 \times D_0$  と等しくなります。

COMPRO6 は自動的に界面を検出し、Logistic 関数を緑の曲線で描きます。赤い垂直線は界面の位置です。この幅は[Parameter]フレームの[Interface position]と連動しています。緑の垂直線は 84%-16%で定義される界面幅です。この幅は[Parameter]フレームの[Interface width]と連動しています。緑の2本の水平線は、それぞれ強度 84%と 16%に対応しています。赤い水平線は界面前後の濃度です。この線は[Conc.]フレームの[Left

side], [Right side]のそれぞれの線形パラメーターで強度や傾きを変えることが出来ます。



界面領域を拡大します。[Zoom(set)]ボタンを押して下さい。青い垂直線が二本現れます。1本を15.6nm 前後、もう一本を 26nm に設定して下さい。[Zoom(fix)]ボタンを押して下さい。界面領域が拡大されます。[Interface width]に"2.5"nmを入力して[Calculate]ボタンを押して下さい。より実測値にあった Logistic 関数が表示されます。

濃度を示す赤い水平線の操作を練習します。スペクトル表示領域の右の溝の一番上部にある赤い線をクリックして、下方にドラッグして下さい。濃度を示す赤い水平線が下方に移動します。[Conc.]フレームの[Right side]の[a]の値が連動して変化します。[a]の値が[0.8]位になったら停止して下さい。新しく設定した濃度に対応した Logistic 関数が計算されます。次に、ピーク表示領域の赤い水平線の傾きを変えます。ピーク表示領域の赤い水平線(高さ 0.8)の右側をクリックして上下に動かして下さい。赤い水平線の傾きが変わり、[Conc.]フレームの[Right side]の[b]の値が連動して変化します。[b]の値が[-0.3]位になったら停止して下さい。新しく設定した濃度に対応した Logistic 関数が計算されます。

{File} - {Call back original file}を選択して下さい。もとのプロファイルが表示されます。[Zoom(set)]を選択して下さい。そのまま[Zoom(fix)]を押して下さい。界面領域が拡大されます。[Interface width]に"2.4"と入力し、[Calculate]ボタンを押して下さい。Logistic 関数が得られました。次に、{File} - {Get resolution function}を押して下さい。赤い曲線が表示されます。これは Logistic 関数を微分したもので、深さ方向の分解能関数です。Logistic 関数および分解能関数は{File} - {Save}メニュー

を選択することにより保存できます。

{File} - {Exit from Logistic}を選択して下さい。

