

談話室

ネットワーク討論

編集部では表面分析研究会のメールグループ (sasi@nirim.go.jp) で日頃から行なわれている質疑応答に注目しており、興味深いものについて随時内容のまとめを質問者をお願いしている。今回は富士ゼロックスの丸山さん、帝人の佐藤さんの問題提起による討論を掲載する。例によってレイアウト、体裁は編集部の責任である。

「X線冷却水管の目詰まりにラジエータ洗浄液は使えますか？」

富士ゼロックス(株)中央研究所 基礎研究室
丸山 達哉

【質問】

丸山 富士ゼロックス

XPSのX線冷却水管の目詰まりを解消する方法として自動車のラジエータ用洗浄剤を思いついたのですが、果たして使って良いものでしょうか？

【回答 1】

島田氏 物質研

XPSの冷却水は高圧(> 10kV)を落としているので、超純水が必要になっているはずですが。

何か異物を入れるのは、後で除くにしても、かなり大胆なような気がします。循環ラインにはフィルターが入っているはずなので、本来目詰まりは起こりにくいと思いますが。

【回答2】

佐藤氏 富士通分析ラボ(株)

私の使っているSSIの装置(モノクロX線源の冷却用には純水以外入れたことはない)には、オプションでVGのノンモノX線源を付けている(冷却水には純水を使用)のですが、去年、一年ぶりに使おうとした時に目詰まりをおこしていました。VGでは10%希硝酸を入れるということで、恐る恐る実行したところ、目詰まりは解消し、その後は今のところ、特に問題は起きていません。

【回答 3】

坂本氏 大日本印刷(回答当時。現VGシステム

ズジャパン)

念のため、VGシステムズジャパンのエンジニアの方にも確認しましたが、VGでは「5%の希硝酸」で洗浄しています。ただし、この方法はメーカーから公式に推奨されているものではなく、英国や日本のエンジニアの方たちが長年慣習として行ってきたやり方ようです。エンジニア氏によると「過去この方法による洗浄でトラブルが生じたことはない」そうですが、御自身で行われる場合にはあくまでも自己責任でということになるかと思しますので、実行される場合には念のため洗浄の詳細に関してVGシステムズジャパンにご確認されてからの方がよろしいかと存じます。

以上、お役に立てれば幸いです。

【コメント】

丸山

いずれにしても「自己責任」で試してみるのが良さそうです。もちろん、メンテナンスを怠らず、目詰まりを起こさせないことが一番ですね。

「金属窒化物の定量分析について」

帝人(株)構造解析研究所

佐藤 和彦

昨年の秋になりますが、SASJ-MLに以下のような質問をのせたところ、たくさんの方々から御意見、アドバイスをいただきました。

【質問】

佐藤 帝人

反応性スパッタで作製した窒化物薄膜の組成の定量分析について。

試料としては、2 元系合金の窒化物薄膜、膜厚約 100nm、基板は結晶 Si のものです。

i) AES では、Ar イオンクリーニングにおける選択スパッタが激しく組成が決まりません。

ii) EPMA では、薄膜定量ソフトを適用しても納得できる結果になりません。

おおよその所では、窒素が数十 at.% で酸素も数 ~ 10at.% 程度という見当なのですが、もう少し精度の高い結果を要求されて頭をかかえています。

【回答1】

西川氏 新電元工業

RBS はいかがでしょうか？

深さ方向の濃度分布も分かりますし、原子番号の近い元素同士は分離が困難であるとか、膜が厚いとピークが重なったりする事があるので調整が必要ですが、比較的使いやすい分析方法であると思います。

【回答2】

中尾氏 理研

確かに、RBS では、濃度分布もわかりますが、私の経験から言うと定量性の面で、佐藤さんが要求しているレベルに少々物足りないかもしれません。しかし、傾向を見るのには、適しています。装置さえあれば(ここがミソ)、非常に簡単な手法ですの。。。

【回答3】

笹川氏 コベルコ科研

RBS での評価をお勧めします。

【回答4】

田中氏 アルバックファイ

Nitride の場合、形成される相手によってエッチングを施したときの解離の具合は違っていたと記憶しています。TiN や AlN でしたら、選択スパッタは少なかったと思いますが、厳密を期したいときには、

適当な参照試料を使う必要があると思います。極度の選択スパッタがない試料であれば、これで何とかなのではないでしょうか？

RBS は、総量を知る上では、使いやすかろうと思います。化学状態が絡んでの評価が要求されると、適当な参照試料を使いながらの XPS 当たりに落ち着きそうな気がします。

【回答5】

島田氏 物質研

XPS と XAS を使って窒化物の研究をしていたので多少コメントします。

TiN、CrN 等いずれも表面は酸化物になっているので表面 sensitive な分析だと酸素が認められるのでその影響を考慮する必要があると思います。われわれが分析した試料では TiN では多少の nonstoichiometry がありましたが、ケミカルシフト、定量値から見ると概ね両論的であったことが確認できたと思います。窒素の形態は酸化過程で分子状の窒素が窒化物膜内に生成します。XPS では、nitride からははっきりしたケミカルシフトを示しますが、extra-atomic relaxation が一定ではないので注意を要します。

【回答6】

田沼氏 ジャパンエナジー

当方では 酸化物、窒化物薄膜共にかかなりの精度で(EPMA 定量)できています。

【まとめ】

佐藤

最終的には、社外分析機関に「RBS」を測定依頼して組成を決定できました。ただし、基板はグラファイトにして、膜厚もピークがなるべく重ならないように最適化したサンプルを作製しています。また、田沼氏には EPMA のデータを見直してもらい、「EPMA の測定条件検討が必要では」とのコメントをいただきました。材料組成を明示できないためちゃんとした結論になりませんが、PSA-99 直前のお忙しい最中に回答いただいた皆様に紙面を借りてお礼申し上げます。