

標準化

XPS エネルギー軸目盛りの校正法に関する ISO 規格 “表面化学状態分析 - X線光電子分光装置 - エネルギー軸目盛りの校正 (ISO15472)”

橋本哲、田沼繁夫*

鋼管計測 (株) 〒210-0855 川崎市川崎区南渡田町 1-1

*物質・材料研究機構、材料研究所 〒305-00475 つくば市千現 1-2-1

e-mail : sahasimo@kks.keihin.nkk.co.jp

(2001 年 5 月 14 日受付)

単色化 Al を X 線源とし XPS 測定を行う場合を例にして、X 線光電子分光装置のエネルギー軸目盛りを校正する方法に関する ISO 規格(ISO15472)について紹介した。本規格では Au、Ag、Cu 標準試料を用いた、結合エネルギー軸目盛りの再現性と直線性を用いた確からしさの評価法および結合エネルギーの補正法が示されている。さらに、この規格では結合エネルギー目盛りの校正をいつ行うべきかという日程を決めるための方法についても定められている。

ISO standard on Calibration of energy scale for XPS “Surface Chemical Analysis - X-ray Photoelectron Spectrometers - Calibration of energy scale (ISO15472)”

Satoshi Hashimoto and Shigeo Tanuma*

Kokan Keisoku K.K., 1-1 Minamiwatarida, Kawasaki 210-0855, Japan

* National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen, Tsukuba, 305-0047, Japan

e-mail : sahasimo@kks.keihin.nkk.co.jp

(Received: May 15, 2001)

ISO standard (ISO 15472) on calibration of binding energy scale for X-ray photoelectron spectrometer was reviewed as an example for the case of monochromatized Al K α irradiation. This standard specifies methods for calibration to estimate uncertainty using repeatability and the linearity of binding energy scale and to correct the binding energy scales from measurement Au, Cu and Ag standard samples. The standard also specifies the method to establish the calibration schedule.

1. 緒言

ISO(国際標準規格)における SC201(表面化学分析) / SC7(XPS)委員会において、X 線光電子分光装置のエネルギー軸目盛りの校正法が提案され、2000 年に ISO 化(ISO15472) [1]された。

XPS および AES スペクトルの化学シフトを用いて、化学状態を同定するには 0.1 eV 程度の測定精度が要求されるため、XPS 装置の結合エネルギー軸を 0.2 eV 以下の誤差で校正しなければならない。本規格では、単色化した Al や非単色化 Al および Mg を励起 X 線源とする X 線光電子分光装置の結合エネルギー軸目盛りを、Au、Ag、Cu 標準試料を用いて校正する方法を定めている。さらに、結合エネルギー軸目盛りの校正をいつ行うべきかという日程を決めるための方法について定めている。

ただし、この規格は次の場合には適用できない。

(1) エネルギー軸目盛りが明らかに直線性を失って

いる場合、(2) エネルギー阻止比が 10 未満の定エネルギー阻止比条件で測定する場合、(3) 分光器のエネルギー分解能が 1.5 eV よりも悪い場合、(4) 許容誤差範囲として 0.03 eV 以下の値を要求する場合

ここでは、単色化 Al を X 線源とする場合の校正法を中心として、本規格を説明する。

2. 本規格で用いられる重要なパラメータの説明

n	ピークの番号 (1 : Au 4f _{7/2} , 2 : Ag 3d _{5/2} , 3 : Cu L ₃ VV, 4 : Cu 2p _{3/2})。
E_{mcas}	測定された結合エネルギー値。
$E_{mcas n}$	ピーク n について繰り返し測定された一つの結合エネルギー値。
$E_{mcas n}$	ピーク n について測定された結合エネルギーの平均値。
$E_{ref n}$	ピーク n について結合エネルギーの参照値。
E_{corr}	ある与えられた E_{mcas} 値に対応する結合エ

- エネルギー値の補正結果。
- E_{elem} 一つの機関で多く測定する元素の結合エネルギー値。校正後にはここに結合エネルギーの目盛りを合わせる。
- Δ_n オフセットエネルギー：結合エネルギーの平均値から参照エネルギー値を引いた値。
- ΔE_{corr} 校正時に E に加える補正值。
- δ 信頼度 95% でのエネルギー校正の信頼限界値（分析者が設定する値）。
- ϵ_n ピーク n のピーク位置で観察されるエネルギーの直線性誤差。
- σ_R 全体の繰り返し再現性の標準偏差。
- σ_{Rn} ピーク n の結合エネルギー値を 7 回測定して得た繰り返し再現性の標準偏差。
- U_{95} 信頼度 95% で校正されたエネルギー目盛りの総合確からしさ(誤差範囲)。
- U_{95}^1 信頼度 95% の ϵ_n (または ϵ_d) の確からしさ(誤差範囲)。
- U_{95}^d 直線性の誤差がないときの信頼度 95% での校正の確からしさ(誤差範囲)。

3. 規格の実際

本規格を実行する手順を Fig. 1 に示す。以下にそ

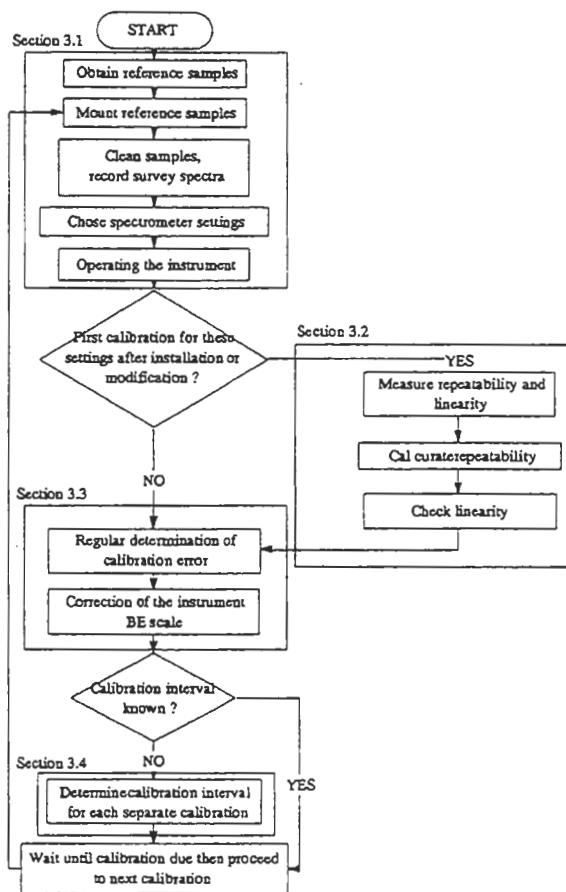


Fig. 1 Flowchart of the sequence of operations of the method.

Table 1 Contributions to an error budget for binding energy scale calibration. The uncertainties are a confidence level of 95 %. The example illustrate the effect on your choices on the uncertainty and the interval between recalibrations.

Item	Symbol	Example				Remark
		If you require a high accuracy		If you require a lower accuracy		
tolerance limits (eV)	$\pm\delta$	± 0.1		± 0.2		Your choice is dictated by the accuracy you require and the number of spectra you have time to acquire in regular calibrations.
Repeatability standard deviation (eV)	σ_R	0.02		0.02		Characteristic of your spectrometer measure at first calibration.
Number of times each pair of spectra is acquired	m	1	2	1	2	m=1, 2
Uncertainty of calibration measurement (eV)	U_{95}^d	0.074	0.052	0.074	0.052	
Measure of scale non-linearity (eV)	ϵ_2	0.02	0.02	0.02	0.02	Characteristic of your spectrometer measured at first calibration.
Uncertainty of energy scale after calibration (eV)	U_{95}	0.078	0.057	0.078	0.057	
Maximum allowable drift between calibrations (eV)	$\pm(\delta-U_{95})$	± 0.022	± 0.043	± 0.122	± 0.143	Define the drift allowable before you are in danger of exceeding you chosen limits $\pm\delta \epsilon_{av}$
Maximum calibration interval (for steady drift rate of 0.025 eV per month) (month)	-	0.9	1.7	4.9	5.7	Choose a convenient interval below this maximum, and less than 4 month, with safety margin for any erratic behavior.
Your choice of calibration interval (month)	-		1	3	4	maximum : 4 month

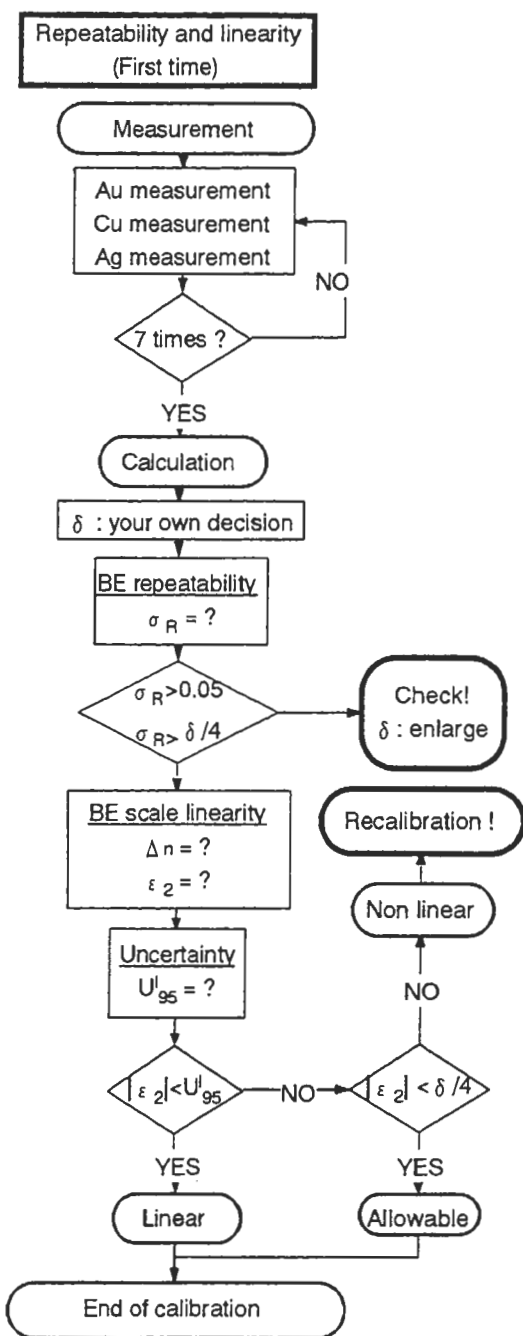


Fig. 2 Flowchart of the first calibration for the binding energy standard deviation and scale linearity.

の詳細を示す。装置を導入した時、装置を改造した時、あるいは装置の補修を行った時、まず最初に、Au、Ag、Cu 標準試料を用いて、結合エネルギー値の再現性と軸目盛りの直線性を評価した上で（3.2 節に示すように、結合エネルギーの平均測定値、エネルギーの直線性誤差、確からしさなどのパラメータの決定）、結合エネルギー軸目盛りの補正を行う。

2回目以後は、Au と Cu 標準試料を用いて、結合

Table 2 The reference values for the peak positions on the binding-energy scale [4, 5]. The Ag data in parentheses are not normally used for calibrations.

Peak Number	Assignment	E _{ref} (eV)		
		Monochro Al Kα	Al Kα	Mg Kα
1	Au 4f _{7/2}	83.96	83.95	83.95
2	Ag 3d _{5/2}	368.21	(368.22)	(368.22)
3	Cu L ₃ VV	-	567.93	567.90
4	Cu 2p _{3/2}	932.62	932.63	932.62

エネルギー軸目盛りの較正を行う（3.3 節に示したように、結合エネルギーの測定値、確からしさなどのパラメータを決定）だけで良い。

なお、以下で実行して得られたパラメータは、Table 1 の例のようにすべて記録に残す。

3. 1 規格を実行する上での実験条件の注意

結合エネルギー軸目盛りを較正するためには、Au、Ag、Cu 標準試料（純度：99.8 %以上）を用いて測定する。非単色化 Al あるいは Mg X 線源の場合には、Au と Cu を用いる。なお、通常の較正（繰り返し再現性と直線性に関するパラメータが既知の時）には、Au と Cu を用いる。

超高真空中でイオンスパッタリングして、これら試料の表面を清浄化する。サーベイスペクトルを測定して、O 1s および C 1s の強度が最高強度のピークの 2 %以下であれば、清浄であるとする。

装置の操作（特に、X 線出力、検出率、分光器のスキャン）は、メーカー指定のマニュアルにしたがって行う [2, 3]。

以下に示す較正は、1 日で行い、分析条件（X 線源、パスエネルギー、減速率、スリット、レンズ調整）毎に行う。十分な安定性を得るため、電気回路を最小限の暖気運転をしておく。測定の際、周囲の温度を記録して、測定値と相関がないことをチェックしておく。

3. 2 結合エネルギー値の繰り返し再現性と軸の直線性の評価

結合エネルギー軸目盛りの繰り返し再現性と直線性の評価を実行する手順を、Fig. 2 に示す。Au 4f_{7/2}、Cu 2p_{3/2} および Ag 3d_{5/2}（非単色化 X 線源場合、Cu L₃VV でよい）の測定をこの順に 7 回繰り返し、3

つのピークについて、それぞれ7つの独立した測定値を求める。それぞれの結合エネルギーの参照値を Table 2 [4, 5] に示した。

3. 2. 1 測定手順

(1) Au 試料の測定

結合エネルギーの参照値は検出角度に依存するため、試料面の法線から $0-56^\circ$ の範囲で、電子を検出できるような分析位置に、試料をセットする [6]。Au $4f_{7/2}$ ピークの結合エネルギーを記録する。強度がピーク位置で 40,000 counts/channel になるように、X 線の出力とチャンネルあたりの計測時間を調整する。エネルギーのステップサイズは、0.05 から 0.1 eV 程度とする。(この大きさは、測定に必要な正確さの程度に依存する。) 測定範囲は、少なくともピーク位置から ± 1 eV 程度とする。また、ピークをサーベイスキャンで同定しておく。

(2) Cu 試料の測定

Au 試料を分析位置から取り除き、同じ検出角度となるように、Cu 試料と置き換える。Au 試料で用いたものと同じ分光器設定の条件で、Cu $2p_{3/2}$ ピーク強度を測定する。

(3) Ag 試料の測定

Cu 試料を分析位置から取り除き、同じ検出角度となるように、Ag 試料と置き換え、Ag $3d_{5/2}$ を測定する。(非単色化 Al または Mg X 線源を使うときは Cu L_{3VV} ピークを測定する。)

3. 2. 2 結合エネルギー軸目盛りの繰返し再現性と直線性を計算する手順

(1) 結合エネルギー値の読み取り

結合エネルギー値は、(a) 中点法、(b) ピーク付近の放物線近似によるカーブフィッティング、(c) 対称的な関数を用いた最小二乗近似によるカーブフィッティングのいずれかによって求める。ここでは、第3の方法の対称的な関数を用いる例を示す。

システムに用意されているカーブフィッティングのソフトウェアを使用して、ピークトップ周辺だけのデータでカーブフィッティングする。バックグラウンド強度を差し引いた後、ピーク強度の 87 から 95 % の間にカーブフィットの始点と終点が入らなければならない。

バックグラウンド処理としては一定強度を差し引き、傾きを持った直線法や Shirley 法や Tougaard 法のような非対称的なバックグラウンド処理法を用い

てはならない。また、フィッティング手順の一部として、バックグラウンド処理を行ってはいけない。フィッティングには、単一ピークの対称的な関数 (Gauss 関数、Lorentz 関数、Voigt 関数、またはこれら関数の和など) を用いる。

(2) 結合エネルギー軸目盛りの繰返し再現性を計算する手順

Au, Ag, Cu ののピーク (1i: Au $4f_{7/2}$, 2i: Ag $3d_{5/2}$, 4i: Cu $2p_{3/2}$) について7つの測定した結合エネルギー $E_{meas\ i}$ の組から平均の結合エネルギー $E_{meas\ 0}$ を計算する。次に、7つの Au $4f_{7/2}$ ピークエネルギーの測定値 $E_{meas\ i}$ の繰返しの標準偏差 σ_{R1} を(1)式を用いて計算する。

$$\sigma_{R1}^2 = \sum_{i=1}^7 \frac{(E_{meas\ i} - E_{meas\ 0})^2}{6} \quad (1)$$

Ag $3d_{5/2}$ と Cu $2p_{3/2}$ の繰返し再現性の標準偏差 σ_{R2} および σ_{R4} も同様に計算する。 σ_{R1} から σ_{R4} の内、最も大きいものを、全体の繰返し再現性標準偏差 σ_R とする。

ここで、Cu $2p_{3/2}$, Au $4f_{7/2}$ のピークエネルギーの系統的变化 (時間と測定の順番などとの相関) についてよく調べる。このような系統的变化は、装置の予熱が不十分であるか、または他のドリフトの原因を示唆するものかもしれない。もし、系統的变化が生じていたら、適当な処置をしたのち、最測定を行う。

繰返し再現性の標準偏差は、0.05 eV 以下であるべきである。もし、この値を越えるときは、装置の電圧の安定性やアースの妥当性、試料の分析位置への調整などをチェックする。もし、 $\sigma_R > \delta/4$ であれば、 δ の値を大きくするか、 σ_R を減少させる方法を見つける必要がある。

なお、ラウンドロビン試験の結果 [12]、測定するごとに Cu 試料の位置調整を行った時、87 % の機関では $\sigma_{R4} \leq 0.030$ eV であった。試料を動かさないで測定すれば σ_{R4} は減少し、 $\sigma_{R4} \leq 0.021$ eV となった [13]。0.001 eV 位小さな σ_{R4} の値も測定されている [13]。

(3) エネルギー軸の直線性を計算する手順

結合エネルギーの平均測定値 $E_{meas\ 0}$ から、Table. 1 で与えられる参照エネルギー $E_{ref\ 0}$ を引いたオフセットエネルギー Δ_n を求める。

$$\Delta_n = E_{\text{mean},n} - E_{\text{ref},n} \quad (2)$$

(3)式で表される直線性の誤差 (Ag 3d_{5/2} のピークにおけるε₂) を用いて、結合エネルギー軸の目盛りが直線的であるかどうかを判定する。

この誤差は、装置のオフセットエネルギーの測定値であるΔ₂と、目盛りが線形であると仮定したときの Cu 2p_{3/2} および Au 4f_{7/2} の結合エネルギーから導出される数値との差である。なお、非単色化 Al または Mg X 線の時には、Cu L₃VV のピークにおけるε₃ を用いる。

$$\epsilon_2 = \Delta_2 - \left[\frac{\Delta_1(E_{\text{ref},4} - E_{\text{ref},2}) + \Delta_4(E_{\text{ref},2} - E_{\text{ref},1})}{E_{\text{ref},4} - E_{\text{ref},1}} \right] \quad (3)$$

数値を代入して、(4)式が得られる。

$$\epsilon_2 = \Delta_2 - 0.665 \Delta_1 - 0.335 \Delta_4 \quad (4)$$

eV 単位で示された信頼性 95% でのε₂の確からしさは、(5)式で与えられる U₉₅ より小さい。

$$U_{95}^1 = \left[(1.2\sigma_R)^2 + (0.026)^2 \right]^{1/2} \quad (5)$$

|ε₂| が U₉₅ より小さい時、結合エネルギー軸の目盛りは直線的と見なされる。|ε₂| が U₉₅ より大きい場合、結合エネルギー軸の目盛りは直線的ではない。しかし、|ε₂| が δ/4 より小さいならば、この程度の非直線性は許容できる。ここでδは分析者が設定した信頼限界値である。もし|ε₃| が δ/4 より大きければ、装置を再校正する必要がある。

Table 1 で示した例のように、σ_R が 0.020 eV ならば、確からしさ U₉₅ は 0.035 eV となる。非単色化 X 線源を用いたラウンドロビン試験の結果[14]、12 台の装置のうち 10 台は 0.05 eV より小さい |ε₃| を示し、δ=0.2 eV の直線性があったと考えられている。12 台のうち 7 台は、0.025 eV より小さい |ε₃| を有し、δ=0.1 eV の直線性があったと考えられている。

3.3 結合エネルギー軸目盛りの校正：通常の校正

結合エネルギーの平均測定値、エネルギーの直線性誤差、確からしさなどのパラメータがわかった後に実行する校正手順を、Fig. 3 に示す。

3.3.1 校正の誤差を計算する手順

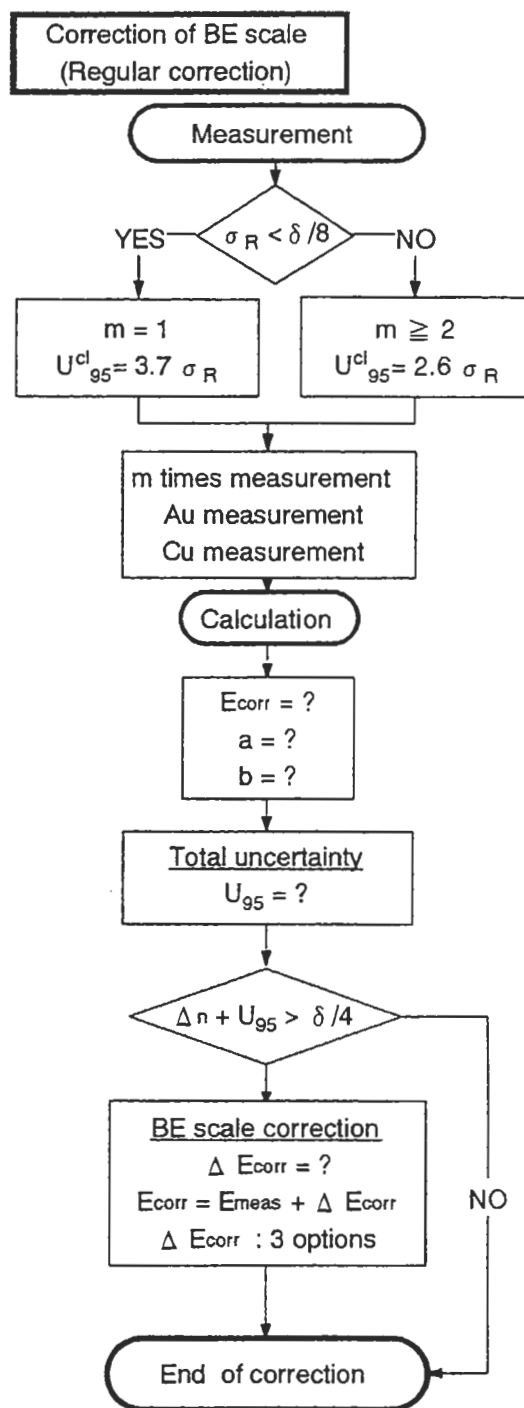


Fig. 3 Flowchart of the second or later calibration for the correction of the binding energy scale.

Au と Cu 標準試料を用いる。以前に行った校正が σ_R < δ/8 の時は、Au 4f_{7/2} と Cu 2p_{3/2} の順で 1 回 (m=1) 測定する。σ_R > δ/8 の時は、2 回あるいはそれ以上 (m ≥ 2) 測定を繰り返す。

結合エネルギーの補正值 E_{corr} と結合エネルギーの測定値 E_{meas} との間に線形関係があるとする、(6) が得られる。

$$E_{corr} = (1 + a) E_{meas} + b \quad (6)$$

ここで、 a と b は次式によって与えられる。

$$a = \frac{\Delta_1 - \Delta_4}{E_{ref4} - E_{ref1}} \quad (7)$$

$$b = \frac{\Delta_4 E_{ref1} - \Delta_1 E_{ref4}}{E_{ref4} - E_{ref1}} \quad (8)$$

信頼性が 95% である場合、この校正における確からしさ U_{95} は次式で与えられる。

$$(U_{95})^2 = (U_{95}^{cl})^2 + (1.2|\varepsilon_2 \text{ or } \varepsilon_3|)^2 \quad (9)$$

結合エネルギーの範囲が 0 から 1040 eV の場合、 U_{95}^d は次式によって与えられる。

$$\begin{aligned} U_{95}^d &= 3.7 \sigma_R \quad (\text{m が 1 回測定の時}) \\ U_{95}^d &= 2.6 \sigma_R \quad (\text{m が 2 回測定の時}) \end{aligned} \quad (10)$$

3. 3. 2 結合エネルギー軸目盛りを補正する手順

分光器を校正するかどうかは、装置、ソフトウェア、オフセットエネルギーの大きさを表す Δ_0 、結合エネルギー軸目盛り再現性の標準偏差 σ_R 、および信頼限界値 $\pm \delta$ によって決まる。

ピーク 1 と 4 に対する $(|\Delta_0| + U_{95})$ の値が $\delta/4$ より小さい時、装置を再校正する必要は無い。

校正するには、装置メーカーから利用者に示されている方法に従わなければならない。多くの XPS 装置においては、利用者は分光器の仕事関数 (ϕ) を変更することだけが許されていることが多い。

結合エネルギーの補正值 E_{corr} は次の式で与えられる。

$$E_{corr} = E_{meas} + \Delta E_{corr} \quad (11)$$

ここでの ΔE_{corr} は、以下に示した提案毎に決まっている補正分の値である。装置の機能毎で異なる 3 つの方法が提案されている。

提案 1: 装置定数を変更しないで、測定値に補正値 ΔE_{corr} を加える。

$$\Delta E_{corr} = a E_{meas} + b \quad (12)$$

提案 2: 補正分を、分光器の仕事関数の増分 ($\Delta\phi$)

として加える。

$$\Delta\phi = 1/2(\Delta_1 + \Delta_4) \quad (13)$$

この場合、測定された結合エネルギーに対する補正分は、次の式で表される。

$$\Delta E_{corr} = a \left(E_{meas} - \frac{E_{ref1} + E_{ref4}}{2} \right) \quad (14)$$

この提案は、0 から 1040 eV の範囲の結合エネルギー範囲に適用できるもので、508.3 eV の結合エネルギーの所で ΔE_{corr} がゼロになる。

提案 3: 特定の結合エネルギー (機関毎でよく測定される元素の結合エネルギー) の所で、補正分をゼロにするように、次式で与えられる補正分 $\Delta\phi$ を分光器の仕事関数に加える。

$$\Delta\phi = a E_{elem} + b \quad (15)$$

ここで、 E_{elem} は、よく測定される元素の結合エネルギーである。実際に測定された結合エネルギーへの測定後の補正は次式で与えられる。

$$\Delta E_{corr} = a (E_{meas} - E_{elem}) \quad (16)$$

測定した範囲において、 $|\Delta E_{corr}| + |U_{95}|$ が、 δ より小さくなるなら、補正分 ΔE_{corr} は無視できる。

Fig. 4 のようなエネルギー軸の経時変化を示すコントロールチャートを事前に準備しておく。ここには、許容限界 $\pm \delta$ 、および再校正が必要となる時期を示す ± 0.78 の警戒限界を明示しておく。このチャートに、オフセットエネルギー (ピークエネルギーの平均測定値から参照エネルギー値を差し引いた値) Δ_1 と Δ_4 をプロットする。また、エラーバーとして確からしさ U_{95} を示す。

3. 4 校正間隔に関する手順

3. 4. 1 校正時期のガイドライン

校正の確からしさ U_{95} と補正した結合エネルギーの補正分との和 ($|\Delta E_{corr}| + |U_{95}|$) が $\pm \delta$ を越える前に、次の校正を行うべきである。

3. 4. 2 校正を実施する間隔の決定

Δ_1 と Δ_4 との内、大きな方を U_{95} に加えた値が、 ± 0.78 以下となるような間隔で、校正を行う。実際のデータが得られるまでは、4 ヶ月を校正間隔とする。実際には、1 月または 2 月の校正間隔が適当である。また、 Δ_1 と Δ_4 との内、大きな方を U_{95} に加えた値が、

±0.7δ以下であっても、校正間隔は4ヶ月を越えない様にする。

Fig. 4 に示したコントロールチャートの例では、1月に測定を始めて以降、5月に警戒値の上限を越え、7月に初めて校正許容限界を越えた。したがって、5月に、4ヶ月の期限を越えていたので、その時点で再校正するべきであった。

4. 結論

単色化 Al を X 線源とし XPS 測定を行う場合を例にとって、X 線光電子分光装置のエネルギー軸目盛りの校正法に関する ISO 規格(ISO15472)について述べた。本規格には Au、Ag、Cu 標準試料を測定し、結合エネルギーの繰り返し再現性と直線性から求められる結合エネルギーの軸目盛りの確からしさの評価法および結合エネルギーの軸目盛りの補正法が定められている。さらに、いつ校正を行う間隔を決める方法について定められている。

なお、本解説では、詳細には説明しなかったが、非単色化 Al や Mg を X 線源とした XPS 測定の場合も、単色化 Al を X 線源の場合と同様な方法で校正することが示されている。その他、最小二乗法を用いた結合エネルギーの決定法、結合エネルギーの確からしさの導出法や単色化 Al を X 線源とした場合の修正したオージェパラメータ測定法などについても触れられている。

文献

- [1] ISO 15472 (2000).
- [2] M. P. Seah and M. Tosa, *Surf. Interface Anal.*, **18**, 240 (1992).
- [3] M. P. Seah, I. S. Gilmore and G. Beamson, *Surf. Interface Anal.*, **26**, 642 (1998).
- [4] M. P. Seah and I. S. Gilmore, *J. Electron Spectrosc.*, **83**, 197 (1997).
- [5] M. P. Seah, *Surf. Interface Anal.*, **14**, 488 (1989).
- [6] M. P. Seah, I. S. Gilmore and S. J. Spencer, *Surf. Interface Anal.*, **26**, 617 (1998).
- [7] M. P. Seah, M. P. Jones and M. T. Anthony, *Surf. Interface Anal.*, **6**, 242 (1984).
- [8] in *Practical Surface Analysis vol 1*, ed. by D. Briggs and M. P. Seah, John Wiley & Sons, Chichester (1990).
- [9] in *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, ed. by C. D. Wagner, W. M. Riggs, L. E. Davis, J. F.

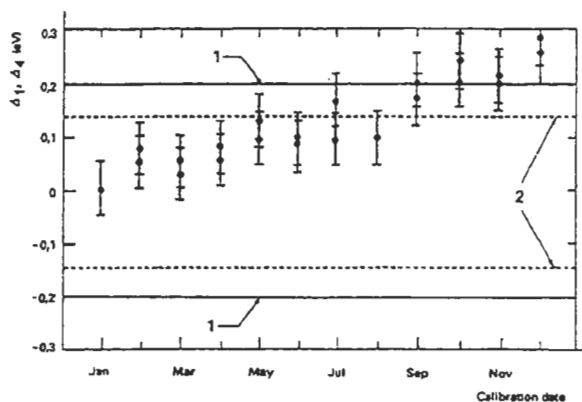


Fig. 4 Control chart to monitor the calibration status of an instrument [15, 16]. 1 and 2 represent tolerance limit ($\pm \delta$) and warning limit ($\pm 0.7\delta$). The plotted points (Δ_1, Δ_4) which, here, are shown to illustrate that has not been recalibrated since the start in January and in which no post acquisition correction to the binding-energy scale is applied. This illustrates the example in Table 1 with $m = 2$ and $\delta = 0.2$ eV.

Moulder and G. E. Mulenburg, Perkin-Elmer Corp., Eden Prairie, (1979).

- [10] in *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, ed. by N. Ikeo, Y. Iijima, N. Nimura, M. Shigematsu, T. Tazawa, S. Matsumoto, K. Kojima and Y. Nagasawa, JEOL, Tokyo (1991).
- [11] in *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, ed. by J. F. Moulder, W. F. Stickle, P. E. Sobol and G. K. E. Bomben, Perkin-Elmer Corp., Eden Prairie, (1992).
- [12] M. T. Anthony and M. P. Seah, *Surf. Interface Anal.*, **6**, 107 (1984).
- [13] C. J. Powell, *Surf. Interface Anal.*, **23**, 121 (1995).
- [14] M. P. Seah, *J. of Vac. Sci. Technol. A*, **3**, 1330 (1985).
- [15] ISO 7870 (1993).
- [16] ISO 7873 (1993).