

解説

ISO TC201 表面化学分析の現状と動向

— オージェ電子分光法, X線光電子分光法 —

田沼繁夫

物質・材料研究機構, 〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1

(TANUMA.shigeo@nims.go.jp)

(2002年2月28日 受理)

表面分析における標準化は急速に発展しつつある。その中で中心的な役割をになっているのは ISO (国際標準化機構) である。ここでは、この ISO TC201 SC5 (オージェ電子分光), SC7 (X線光電子分光) で扱われている電子分光法の標準化の動向について解説する。

The Present Status and Trend of ISO TC201 on Surface Chemical Analysis - Auger electrons spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy -

Shigeo Tanuma

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

(Received: Feb 28, 2002)

The standardization of surface analysis is rapidly developed. This article describes the activities of ISO TC201 SC5 (Auger electron spectroscopy) and SC7 (X-ray Photoelectron spectroscopy).

1. はじめに

表面電子分光法における標準化は始まったばかりであるが、急速に発展してきている。その中心は ISO (国際標準化機構) であるが、その先駆けである VAMAS (Versailles Project on Advanced Materials and Standards; 1982 年発足) の寄与は無視することはできない。日本における表面分析の標準化はこの VAMAS 活動に対応して発足した VAMAS-SCA-JAPAN (1985 年) から生まれた。さらに、現在の表面分析研究会 SASJ はよく知られているように 1995 年 3 月に、VAMAS-SCA-JAPAN を基に設立されたものである。したがって、活動の基本に国際標準化への寄与をうたっている。現在では、その活動は国内外に広く知られてきており、ISO, JIS, VAMAS にその寄与するところは非常に大きい。また、その会誌である Journal of surface Analysis は CAS に登録されており、インパクトの高い雑誌となり、表面分析の標準化の核となっている。

ここでは、ISO TC201 の分科会 SC5 および SC7 が扱っているオージェ電子分光法および電子

分光法における標準化規格作成の現状、および国内でそれに対応して活動を行っている電子分光 WG の活動について報告する。

2. 分科会の概要

分科会 SC5 はオージェ電子分光法, SC7 は X線光電子分光法と分かれているが、ご承知のように両者は共通するところが多いので、実際には区別することなく一緒に活動を行っている。したがって、国内的にも「電子分光 WG」として一緒に活動している。

2.1 国際組織

国際組織および作業部会 (WG) の概要は以下である。

1) 国際組織

SC-5 Auger Electron Spectroscopy

Chairman : Dr. C. J. Powell (USA)

Secretary : Dr. B. V. Crist (USA)

P-Member : Japan, Korea, Russia, UK, USA,

Hungary, France, China

O-Member : 14ヶ国

SC-7 X-ray Photoelectron Spectroscopy
 Chairman : Dr. John Watts (UK)
 Secretary : Dr. R.K Wild (UK)
 P-Member : Japan, Korea, Russia, UK, USA,
 Hungary, France, China
 O-Member : 13ヶ国

2) 作業部会

SC-5 : WG1 Procedures for Quantification
 (joint with SC-7)
 Convener : C. J. Powell (USA)
 参加国 : Japan, Korea, Russia, UK, USA,
 Hungary, China, France
 Expert(日本) : Y. Fukuda (静岡大学), A. Tanaka
 (アルバックファイ), S. Tanuma (NIMS),
 K. Goto (名工大)

SC-5: WG2 Instrument Specification and
 Operation (joint with SC-7: WG1)
 Convener : J.F. Watts (UK)
 参加国 : Japan, Korea, Russia, UK, USA,
 Hungary, China, France

Expert (日本) Y. Fukuda (静岡大学), A.
 Tanaka (アルバックファイ) K. Goto (名
 工大), S. Tanuma (NIMS)

SC-7: WG2 Energy Scale Calibration (joint
 with SC-5)
 Convener : M. P. Seah (UK)
 参加国 : Japan, Korea, Russia, UK, USA,
 Hungary, China, France
 Expert(日本) : Y. Fukuda (静岡大学), A. Tanaka
 (アルバックファイ) K. Goto (名工大), S.
 Tanuma (NIMS)

SC-7: WG3 Sample Degradation
 Convener : B. V. Crist (USA)
 参加国 : Japan, Korea, Russia, UK, USA,
 Hungary, China, France
 Expert(日本) : Y. Fukuda (静岡大学), A. Tanaka
 (アルバックファイ) S. Tanuma (NIMS)

Table 1. Work items for ISO/TC201 SC5&7

SC	Current stage	Reference number	Title
7	ISO	15472	- XPS - Calibration of energy scales
5	CD	18118	-AES & XPS - Guide to the use of experimental relative sensitivity factors for the quantitative analysis of homogeneous materials
5	CD	20903	-AES & XPS - Peak intensity determination
5	CD	19318	- XPS - Reporting of methods used for charge control and charge correction
5	WD	19319	- AES & XPS - Determination of lateral resolution, analysis area, and sample area viewed by the analyser
7	DIS	15470	- XPS - Description of selected instrumental performance parameters
7	DIS	15471	- AES - Description of selected instrumental performance parameters
7	FDIS	17973	- Medium resolution Auger electron spectrometers - Calibration of energy scales for elemental analysis
7	FDIS	17974	- High resolution Auger electron spectrometers - Calibration of energy scales for elemental and chemical state analysis
7	CD	21270	- AES & XPS - Linearity of intensity scale
5	NWI		- XPS - Procedures for determining backgrounds in X-ray photoelectron spectroscopy
5	NWI		- AES - Deriving chemical information in Auger electron spectroscopy

3. 制定された規格および審議中の案件

TC201 が活動を開始した後、1994年からこのSC5,7は活動を開始している。現在までに発行された規格はXPSのエネルギー軸校正に関するものが1件である。これを含めた審議中の案件をTable 1に示す。

4. ISO15472の概要

ここでは、Table 1に示した発行されたISO15472について解説する。この規格は同時にJISに今年度中に制定される予定である。これは今後発行される多くの表面分析の規格の良い例となると思われる。

ISO 15472 - XPS - Calibration of energy scales の概要

1) 規格の適応範囲

この規格は、X線光電子分光装置における結合エネルギー軸目盛を、95%の信頼性で校正する方法、および結合エネルギー軸目盛の校正を行う間隔を定める方法を適応範囲としている。この規格では単色化したAlや非単色化のAlおよびMgを励起X線源とする。許容誤差が0.03 eVを越える、またはエネルギー分解能が1.5 eV以下である、あるいはエネルギー阻止比が10以上である測定条件で分析するような、通常に用いられる商用のX線光電子分光装置で、試料表面清浄化のためのイオンスパッタ装置を備えた装置を用いて、X線によって励起される光電子スペクトルやオージェ電子スペクトルを測定することにより、各種材料の化学結合状態を分析することを考慮して決定された。

2) 標準試料

Au, Ag, Cu 標準試料 (純度: 99.8%以上) を用いる。特に、単色化Al X線源を備えた分光器の場合にはAu, Ag, Cuを用い、非単色化AlあるいはMg X線源を備えた分光器の場合には、AuとCuを用いる。標準試料は超高真空中でスパッタリングを行い、表面にOやCがほとんど存在しないことを確認した後に行う。

3) 規格を実行するときの分析条件

装置メーカー指定の方法に従って測定条件を設定し、条件毎にエネルギー軸目盛の校正を行う。一連の校正が1日で終了するようにす

る。特に、分析に必要な精度により、測定するエネルギーステップを0.05~0.1 eV程度とし、測定範囲はピーク位置から少なくとも ± 1 eVとする。ピーク強度が4000 cps/channel程度の十分な強度になるように調整しておく。

4) 結合エネルギー軸目盛の校正の概要

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、7回試料を移動させて測定した結合エネルギー値の標準偏差と測定者が定義する測定に必要な結合エネルギーの精度との比較から、結合エネルギー軸目盛の再現性を評価し、さらに3種の結合エネルギーの測定値と標準分光器によって測定された参照値との比較から軸目盛の直線性を評価する。もし、再現性や直線性が、測定に必要な精度を下回る場合には、装置の調整やエネルギーの校正を行う。一度結合エネルギー値の再現性と軸目盛の直線性が評価された後は、標準分光器で得られた参照エネルギー値と比べることにより、結合エネルギー軸目盛の校正を行う。求められた信頼性のパラメータを用いて、結合エネルギー軸目盛を校正する間隔を決定する。

ところで、結合エネルギー軸目盛の校正をするために必要な光電子ピークあるいはオージェ電子ピークのエネルギー値を、最小自乗により決定する方法を、付属書Aに示す。また、95%の信頼性でエネルギー軸の直線性の確からしさを評価する方法を、付属書Bに示す。

さらに、測定した結合エネルギーの確からしさに言及するとき、異なる試料の測定をするときと同じ試料の測定をするときなどのように、測定する状況によって、測定した結合エネルギーの確からしさが異なるので、3種の典型的な例を付属書Cに示す。

単色化Al X線源を備えた分光器を用いてオージェ電子を測定する時、単色化しない装置を用いた場合と比較すると、照射したX線のエネルギー値がモノクロメータの調整によっては、0.3eV高くなるのが、Dr. Powell (NIST) によって指摘された。そこで、修正したオージェパラメータを95%の信頼性で、0.1eV以下で決定する方法を、付属書Dに示す。

5. 電子分光 WG メンバー

AES および XPS に関する国際規格提案の原案作成および他国提案の技術的な審議を行っている電子分光 WG のメンバーを以下にあげる。

最後に規格の審議，提案，共同実験等を通してボランティアで積極的に協力をいただいている委員の方々に感謝申し上げます。

電子分光 WG メンバー

(主査) 田沼繁夫(NIMS)

(幹事) 福田安生(静岡大学)，鈴木峰晴(NTT-AT)，田中彰博(ファイ)

(委員) 井上雅彦(摂南大学)，後藤敬典(名工大)，高橋邦夫(東工大)，島田広道(産総研)，薄木智亮(住金テクノ)，境悠治(JEOL)，志智雄之(日産アーク)，堂井真(理学電機)，橋本哲(鋼管計測)，三浦薫(トクヤマ)

(事務局) 菊地諄一(ニューマテリアルセンター)