

－ 表面分析実用化セミナー '14 －

日常的な分析業務における JIS並びにISO規格の利用

日時：2014年12月11日(木) 9:30 - 17:00

2014年12月12日(金) 9:30 - 17:00

場所：ゆうぽうと 5F 研修室「はまゆう」

主催：一般社団法人 表面分析研究会



日常的な分析業務におけるJIS及びISO規格の利用

－ 表面分析実用化セミナー '14 －

日時：2014年12月11日(木) 9:30-17:00, 12月12日(金) 9:30-17:00

場所：ゆうぽうと 5F 研修室 「はまゆう」

住所：〒141-0031 東京都品川区西五反田8-4-13

主催：一般社団法人 表面分析研究会

表面分析に関する国際規格は国際標準化機構（ISO）で議論され、国際的な合意のもと現在では58件のISO規格が成立し、これらISO規格のうち22件は日本の国家標準である日本工業規格（JIS）として翻訳されています。JIS規格やISO規格で取り扱われている事項は、表面分析装置のメンテナンスや試料の取り扱い、各種材料の分析法、計測データの処理、測定結果の報告など多岐にわたっています。

ところで日常の分析業務においてこれらの規格はどの程度利用されているのでしょうか？装置のメンテナンス時に行われるもの、測定ソフトや解析ソフトに組み込まれているものも多く、ユーザーにとっては直接目に見えないところで利用されている規格も数多くあります。またJISやISO規格ではなく、各部署に伝わる技術やノウハウ、社内標準に基づいた業務が行われる場合も多く見られます。しかしながら、産業のグローバル化に伴って分析評価の重要性が世界的に再認識され、国際標準に従った分析評価（測定・解析・報告）が不可欠となっています。

そこで表面分析研究会（SASJ）では、JIS及びISO規格に関する実用的なセミナーを企画いたしました。本年度のセミナーでは、分析の実務担当者の意見をもとに選定した、日常の分析業務において高い信頼性と再現性で高精度な分析を行うために不可欠である規格やユーザー自身がおくべき規格を中心に解説します。講師には、現在分析の実務に携わっておられる方を中心にお迎えし、実用的な「聞けば使えるセミナー」を目指します。

本セミナーでは、各規格を理解するために必要な基本事項の説明から実際の使い方まで実用的な観点から各規格に合わせた解説を行い、日頃の分析業務に直接生かせるような講演を行います。ぜひ企業、研究所等の現場で実際に表面分析に携わっておられる方々の多くに参加していただき、日常業務に役立てていただきたく存じます。

問い合わせ先：

表面分析研究会セミナー担当 大友晋哉（古河電気工業(株)）

E-mail: ootomo.shinya@furukawa.co.jp

〈12月11日(木)〉

9:30-10:30

1-1~1-23

SIMS–S-SIMS における相対強度軸目盛の繰り返し性と整合性 (ISO 23830: 2008)

–正しい強度の計測–

伊藤 博人 (ユニカミナルタ(株) 開発統括本部 分析・シミュレーションセンター 分析技術室)

10:30-11:30

2-1~2-16

SIMS–単一イオン計測TOF型質量分析器における2次イオン強度の線形性 (ISO 17862: 2013)

–正確な2次イオン強度計測–

飯田 真一 (アルバック・ファイ(株)分析室)

11:30-12:30

3-1~3-10

SIMS–TOF-SIMS における質量軸校正 (ISO 13084: 2011)

–正しい質量校正–

大友 晋哉 (古河電気工業(株) 研究開発本部 横浜研究所 解析技術センター)

(昼食: 12:30-13:30 各自でお取りください。)

13:30-14:30

4-1~4-15

XPS–装置性能を示す主要な項目の記載方法 (JIS K 0162: 2010, ISO 15470: 2004)

–異なるXPS 装置の結果と比較–

AES–装置性能を示す主要な項目の記載方法 (JIS K 0161: 2010, ISO 15471: 2004)

–異なるAES 装置の結果と比較–

吉川 英樹 (住友物産(株)物質・材料研究機構 極限計測ユニット 表面化学分析グループ)

14:30-15:30

5-1~5-20

AES & XPS–空間分解能の決定 (ISO 18516: 2006)

–空間分解能を知るために–

AES & XPS–空間分解能, 分析領域及び分析器から見える試料表面領域の決定 (ISO/TR 19319: 2013)

–分析領域を知るために–

齋藤 健 (サーモフィッシャーサイエンティフィック(株) モレキュラー第二営業部)

15:30-16:30

6-1~6-20

AES & XPS –均質物質定量分析のための実験的に求められた相対感度係数の使用指針 (JIS K 0167: 2011, ISO 18118: 2004)

–均質物質の正しい定量分析–

永富 隆清 (旭化成(株) 基盤技術研究所 技術グループ)

16:30-17:00

総合討論

〈12月12日(金)〉

9:30-10:30

7-1~7-25

各手法共通 –分析試料の前処理と取り付けに関するガイドライン (ISO 18116: 2005)

–正しい結果を得るための試料前処理と取り付け–

各手法共通 –分析前の試料の取り扱い (ISO 18117: 2009)

–正しい結果を得るための各種試料の扱い方–

柳内 克昭 (TDK(株) ヘッドビジネスグループ)

10:30-11:30

8-1~8-35

中エネルギー分解能AES –元素分析のためのエネルギー軸目盛の校正 (JIS K 0165: 2011, ISO 17973: 2002)

–正しいAES分析–

高エネルギー分解能AES –元素と化学状態分析のためのエネルギー軸目盛の校正 (JIS K 0166: 2011, ISO 17974: 2002)

–正しいAES分析–

XPS –エネルギー軸目盛の校正 (JIS K 0145: 2002, ISO 15472: 2010)

–正しいXPS分析–

堤 建一 (日本電子(株) SA事業ユニット SAアプリ部)

11:30-12:30

9-1~9-21

スパッタ深さ方向分析 –スパッタ深さ測定法 (ISO/TR 15969: 2001)

–様々なスパッタ深さ測定法–

スパッタ深さ方向分析 –スパッタ速度の測定法: メッシューレプリカ法 (ISO/TR 22335: 2007)

–正しいスパッタ速度の測定–

スパッタ深さ方向分析－層構造系標準物質を用いた最適化法 (JIS K 0146: 2002, ISO 14606: 2000)
－高精度スパッタ深さ分析のための装置パラメータの最適化－

石津 範子 (沖縄科学技術大学院大学 物理研究支援セクション)

(昼食：12:30-13:30 各自でお取りください。)

13:30-14:30

10-1~10-18

XPS－帯電制御と帯電補正に用いた手法の報告方法 (ISO 19318: 2004)

－絶縁物の正しいXPS 分析－

高野 みどり (パナソニック(株) エレクトロニクス&インダストリアルシステムズ社
デバイス分析グループ 電子部品分析チーム)

14:30-15:30

11-1~11-23

AES－帯電制御と帯電補正に用いた手法の報告方法 (ISO 29081: 2010)

－絶縁物の正しいAES 分析－

荒木 祥和 ((株)日産アーク マテリアル解析部)

15:30-16:30

12-1~12-20


XPS－分析のガイドライン (ISO 10810: 2010)


－正しいXPS 分析を効率よく行うために－

園林 豊 (京都大学 大学院工学研究科 材料工学専攻 教育研究支援室)

16:30-17:00

総合討論

 ー表面分析実用化セミナー'14ー
日常的な分析業務におけるJIS並びにISO規格の利用
2014.12.11 東京



1. SIMSー S-SIMSにおける 相対強度軸目盛の 繰り返し性と整合性 (ISO 23830)

コニカミノルタ株式会社
開発統括本部 分析技術室
伊藤 博人

The essentials of imaging

1

二次イオン質量分析法(SIMS)に関連するISO規格

- ISO 17560:2002
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Method for depth profiling of boron in silicon
- ISO 18114:2003
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Determination of relative sensitivity factors from ion-implanted reference materials
- ISO 20341:2003
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Method for estimating depth resolution parameters with multiple delta-layer reference materials
- ISO 23812:2009
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Method for depth calibration of silicon using multiple delta-layer reference materials
- ISO 14237:2010
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Determination of boron atomic concentration in silicon using uniformly doped materials
- ISO 12406:2010
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Method for depth profiling of arsenic in silicon

2

静的二次イオン質量分析法(Static-SIMS)に関連するISO規格

ISO 22048:2004
Surface chemical analysis -- Information format for static secondary-ion mass spectrometry

ISO 23830:2005
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Repeatability and constancy of the relative-intensity scale in static secondary-ion mass spectrometry
SIMS①ー正しい強度の計測ー

ISO 13084:2011
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Calibration of the mass scale for a time-of-flight secondary-ion mass spectrometer
SIMS③ー正しい質量校正ー

ISO 13084:2013
Surface chemical analysis -- Secondary-ion mass spectrometry -- Calibration of the mass scale for a time-of-flight secondary-ion mass spectrometer
SIMS②ー正確な二次イオン強度計測ー

3

強度軸の校正に関するISO規格(XPS、AES)

ISO 21270:2004
Surface chemical analysis -- X-ray photoelectron and Auger electron spectrometers -- Linearity of intensity scale

ISO 24236:2005
Surface chemical analysis - Auger electron spectroscopy - Repeatability and constancy of intensity scale

ISO 24237:2005
Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Repeatability and constancy of intensity scale

4

Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry 飛行時間型二次イオン質量分析 TOF-SIMS

質量分析またはマススペクトロメトリー:
質量分析計 (mass spectrometer) と **質量分析器 (mass spectrograph)**、
 およびそれらの装置を用いて得られる **結果に関するすべてを扱う科学の一分野**。

質量分析計: **気相イオン**の m/z と存在量を測定する装置

飛行時間型質量分析計: ある一定のエネルギーで加速したイオンを真空のフィールドフリー領域で飛行させ、**検出器まで到達する時間の違いによってイオンを m/z 値に応じて分離**する方式の質量分析計

二次イオン質量分析: **イオンビーム(一次イオン)を試料に照射したときに放出される試料のイオン(二次イオン)を質量分析**するもので、固体試料の表面分析などに用いられる

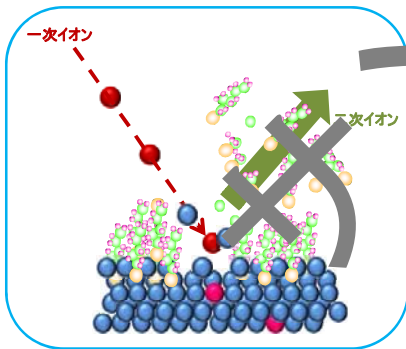
飛行時間型質量分析計
二次イオン質量分析
質量分析

マススペクトロメトリー関係用語集
http://www.mssj.jp/publications/books/glossary_01.html

二次イオン質量分析

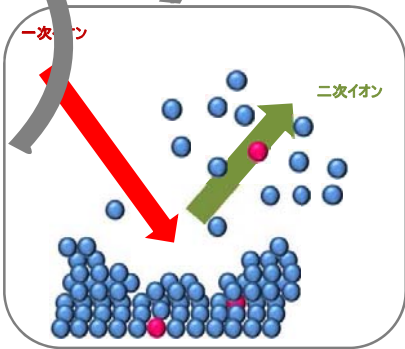
二次イオン質量分析: **イオンビーム(一次イオン)を試料に照射したときに放出される試料のイオン(二次イオン)を質量分析**するもので、固体試料の表面分析などに用いられる。

Static



表面、化学構造
深さ方向、元素

Dynamic



深さ方向、元素
微量元素

FURUKAWA ELECTRIC

FURUKAWA ELECTRIC GROUP

表面分析実用化セミナー'14
2014年12月11日(木)
ゆうほうと

SIMS
ToF-SIMS における質量軸校正
(ISO 13084: 2011)
—正しい質量校正—

古河電気工業(株)
大友 晋哉

ISO13084の内容

FURUKAWA ELECTRIC


**Surface chemical analysis —Secondary ion mass spectrometry—
Calibration of the mass scale for a time of flight secondary ion
mass spectrometer**
(表面化学分析/二次イオン質量分析/ToF-SIMSにおける質量軸校正)

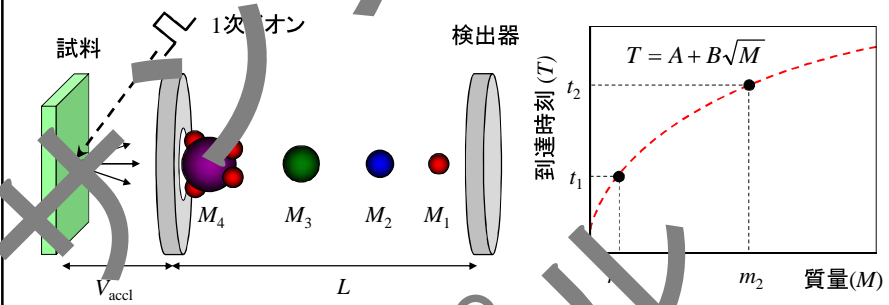
Foreword (序文)
Introduction (序論)
1 Scope (適用範囲)
2 Symbols and abbreviated terms (記号および短縮語)
3 Outline of method (方法の概要)
4 Method for improving mass accuracy (質量確度を改善する手法)
4.1 Obtaining the reference sample for optimisation (最適化用参照試料)
4.2 Preparation of polycarbonate sample (PCサンプルの準備)
4.3 Obtaining the SIMS spectral data (SIMSスペクトルデータの取得)
4.4 Calculating mass accuracy (質量確度の計算)
4.5 Optimising instrumental parameters (装置パラメーターの最適化)
4.6 Calibration procedure (質量軸校正の手順)
Annex A (informative) Calibration Uncertainty (不確かさの計算)
Bibliography (参考文献一覧)

All Rights Reserved, Copyright© FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD. 2014

2

TOF-SIMSにおける質量軸較正法






1次イオンが照射され、試料に到達するまでの時間と発生した質量Mの二次イオンが検出器に到達するまでの時間の和が計測される時刻 T となる。

$$T = A + B\sqrt{M} \quad (A, B: \text{定数})$$

既知質量の二次イオン(少なくとも2つ)の到達時刻を計測し、最小二乗法で回帰曲線を得る。→質量軸校正 (mass scale calibration)

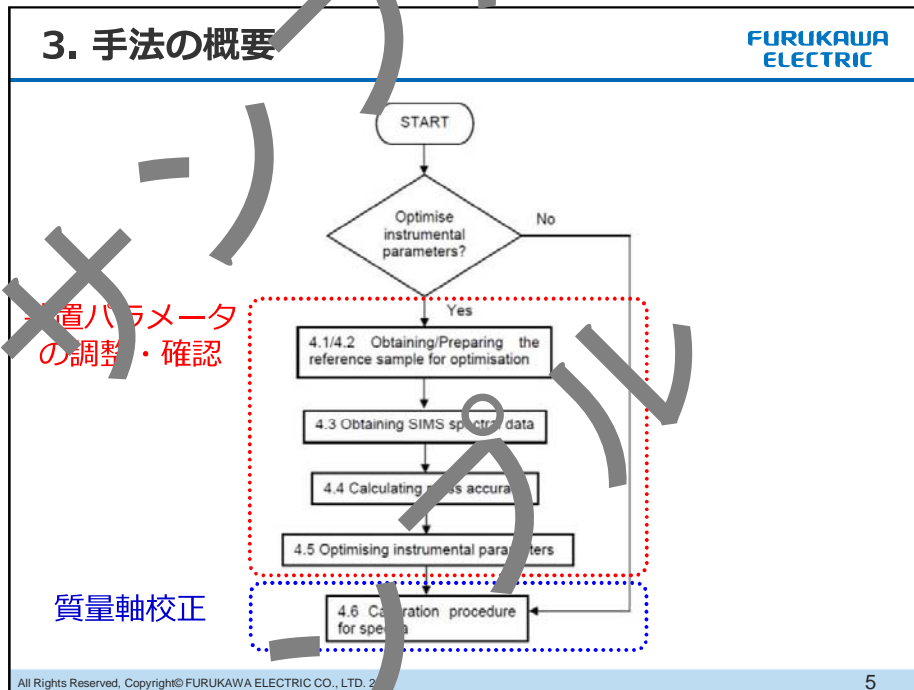
All Rights Reserved. Copyright© FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD. 2014 3

2. 記号および短縮語




C	carbon
H	hydrogen
m	mass of interest
m_1	calibration mass 1
m_2	calibration mass 2
ΔM	mass accuracy (u)
M_p	measured peak mass (u)
M_T	true mass (u)
PC	polycarbonate
ppm	parts-per-million
rpm	revolutions-per-minute
SIMS	secondary ion mass spectrometry
THF	Tetrahydrofuran
ToF	time of flight
$U(m)$	mass uncertainty for a mass m , arising from calibration
U_1	uncertainty in the accurate mass measurement of m_1
U_2	uncertainty in the accurate mass measurement of m_2
U_0	average uncertainty in an accurate mass measurement
V_R	reflector or acceptance voltage (V)
W	relative mass accuracy
x	number of carbon atoms
y	number of hydrogen atoms
$\sigma(\Delta M)$	standard deviation of the mass accuracy for a number of peaks
σ_M	average of the standard deviations of ΔM for each of the four $C_xH_y^+$ cascades with 4, 6, 7 and 8 carbon atoms

All Rights Reserved. Copyright© FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD. 2014 4



4. 質量確度を改善する手法



4.1 装置パラメータ最適化用参照試料の作製
 平坦な導電性基板 (e.g. Si wafer) 上にポリカーボネート (PC) 薄膜 (10-100 nm) を作製する。

4.2 ポリカーボネート試料の準備

4.2.1
 清浄な作業環境と清浄な道具 (ガラス製品, ピンセット, 手袋)が必要。
 ①1 mlのガラスピペット, ②100 mlのフラスコ, ③スピンドーターを準備。
 ・スピンドーターが使用できない場合は, PC溶液の滴下でもよいが, スペクトルの再現性が悪くなる。

4.2.2
 (i) Poly(Bisphenol A Carbonate) (以下, PCと略す) 清浄なアルミホイル上に100 mg取り, 100 mlのフラスコに入れる。
 (ii) テトラヒドロフラン (Tetrahydrofuran, THF) を100 mlになるまで加える。
 (iii) フラスコを振り, 完全に溶解させる。
 → これによって, 1 mg/mlのTHF中のPC溶液ができる。

All Rights Reserved. Copyright© FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD. 2014

ThermoFisher
SCIENTIFIC

● AES & XPS - 空間分解能の決定 (ISO 18516)
● AES & XPS - 空間分解能, 分析領域及び分析器
から見える試料表面領域の決定 (ISO/TR 19319)

サーモフィsherサイエンティフィック株式会社
齋藤 健

● The world leader in serving science

はじめに

AES装置や微小部分分析機能を持つXPS装置は

- 特定の領域からスペクトルを得ることができる
- イメージングやラインスキャンにより元素や化学状態の分布を測定できる

しかし, 空間分解能の測定方法や定義がばらばらだと,

- 異なる装置で測定した結果を比較することができない
- 分析領域を正確に把握できない

空間分解能の測定方法や定義を共通化する必要がある

Scope

ISO 18516

この国際規格は、AES、XPS装置の空間分解能の測定方法を示す。測定方法は大きく分けて3種類、対象とする装置の空間分解能に応じて測定方法を選択する。

ISO/TR 19319

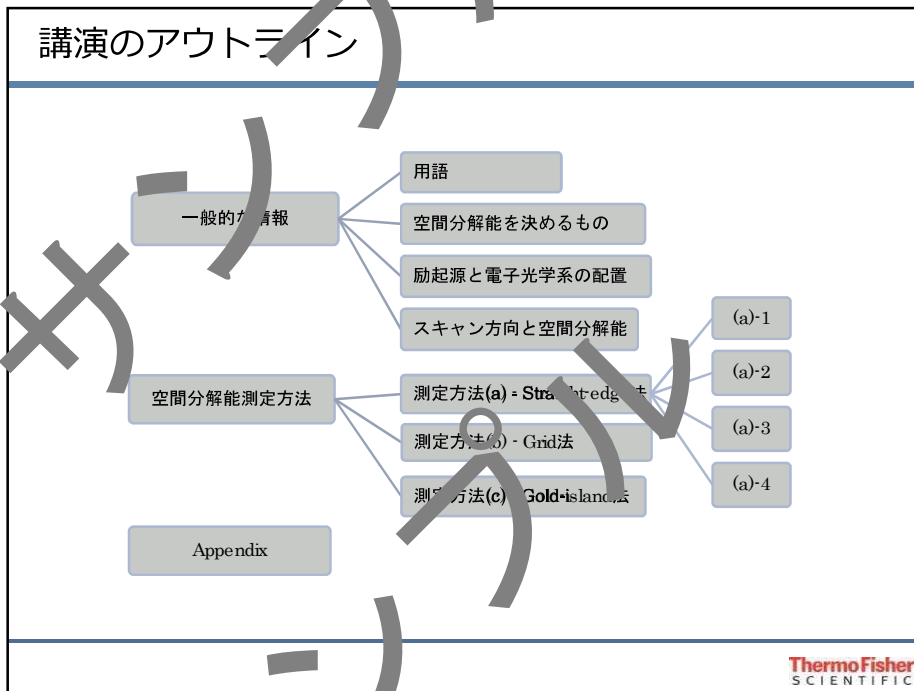
このテクニカルレポートは、AES、XPS装置の
(1) 空間分解能
(2) 分析領域
(3) アナライザーから見える試料領域
の測定に関する情報を提供する。

ThermoFisher
SCIENTIFIC

講演のアウトライン

- 一般的な情報
 - 用語
 - 空間分解能を決めるもの
 - 励起源と電子光学系の配置
 - スキャン方向と空間分解能
- 空間分解能測定方法
 - 測定方法(a) - Single-edge法
 - (a)-1
 - (a)-2
 - (a)-3
 - (a)-4
 - 測定方法(b) - Grid法
 - 測定方法(c) - Gold-island法
- Appendix

ThermoFisher
SCIENTIFIC



用語

lateral resolution (ISO18115:2001)
= **横方向分解能**
「試料表面上の面内又は結像光学系の軸に垂直な面内において測定された距離。」(JIS K0147)

→ 一般的には「空間分解能 (spatial resolution)」も良く使われる。

ThermoFisher SCIENTIFIC



実用表面分析セミナー '14

— 日常的な分析業務におけるJIS並びにISO規格の利用 —

主催：一般社団法人 表面分析研究会

TDK株式会社 ヘッドビジネスグループ

柳内 克昭

1. 各手法共通—分析試料の前処理と取り付けに関する
ガイドライン (ISO 18116)
—正しい結果を得るための試料前処理と取り付け—
2. 各手法共通—分析前の試料の取り扱い
(ISO 18117)
—正しい結果を得るための各種試料の扱い方—



ISO/TC 201 Surface chemical analysis

Subcommittees/Working Groups:

Subcommittee/Working Group	Title
ISO/TC 201/SG 1	Nano-materials characterization <i>The convener can be reached through the secretariat</i>
ISO/TC 201/WG 3	X-ray reflectivity <i>The convener can be reached through the secretariat</i>
ISO/TC 201/WG 4	Surface Characterization of Biomaterials <i>The convener can be reached through the secretariat</i>
ISO/TC 201/WG 5	Optical interface analysis <i>The convener can be reached through the secretariat</i>
ISO/TC 201/SC 1	Terminology
ISO/TC 201/SC 2	General procedures
ISO/TC 201/SC 3	Data management and treatment
ISO/TC 201/SC 4	Depth profiling
ISO/TC 201/SC 6	Secondary ion mass spectrometry
ISO/TC 201/SC 7	Electron spectroscopies
ISO/TC 201/SC 8	Glow discharge spectroscopy
ISO/TC 201/SC 9	Scanning probe microscopy

SASJ 2014年までに成立したISO規格の分類(57件)

materials 14187 16268	TXRF-XRR 14706 16413 17331	GD-OES(MS) 11505 16962 14707 15338 25138	SPM 11039 11952 13095 27911 28600
------------------------------------	--	--	---

General AES XPS SIMS depth profiling

10810 12406 13084 14237 14606 14701	15969 15472 16129 17560 17862 16531	17973 17974 18114 18516 19318 19319	20341 21270 23812 24236 24237
--	--	--	---

18118 18392 18394 20903 22335 23081	13424 16243 14975 22048 14976 15470 15471 16242
--	--

8116
8117
13830

18115-1, 18115-2

用語は無料閲覧可能 SASJホームページにリンク <http://www.sasj.jp/> [Related Links]から

SASJ ISO/TC 201発行済ISO規格とJIS規格一覧 (1/3)

2011年12月までに成立した規格

Ref. No.	Title (SCA Surface chemical analysis)	SC	Ref. No.	日本語タイトル
ISO 14706	SCA - Determination of surface elemental contamination on silicon wafers by total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) spectroscopy	SC	JIS K 0148	表面化学分析—全反射蛍光X線分析法(TXRF)によるシリコ ンウェハ表面汚染元素の定量方法
ISO 17331	SCA - Chemical methods for the collection of elements from the surface of silicon wafer working reference materials and their determination by total-reflection X-ray fluorescence (TXRF) spectroscopy -- Amendment 1	SC1	JIS K 0160	表面化学分析—シリコウェハ表面からの元素の化学的回収 方法及び全反射蛍光X線(TXRF)分析法による定量方法
ISO 16413	SCA - Evaluation of thickness, density and interdiffusion of thin films by X-Ray reflectometry - Instrumental requirements, alignment and positioning, data collection, analysis and reporting			
ISO 18115-1	SCA - Vocabulary -- Part 1: Part 1: General terms and terms used in spectroscopy	SC1	JIS K 0147	表面化学分析-用語
ISO 18115-2	SCA - Vocabulary -- Part 2: Terms for scanned probe microscopy			
ISO 16242	SCA - Recording and reporting data in X-ray electron spectroscopy (AES)			
ISO 16243	SCA - Recording and reporting data in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)			
TR 16268	SCA - Ion-implanted surface analytical reference materials procedure for standardizing the secondary electron dose of a working reference material	SC2		
ISO 18116	SCA - Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis			
ISO 18117	Surface chemical analysis -- Handling of specimens prior to analysis			
ISO 18516	SCA - AES and XPS - Determination of lateral resolution			
ISO 14975	SCA - Information formats		JIS K 0142	表面化学分析—情報フォーマット
ISO 14976	SCA - Data transfer format		JIS K 0141	表面化学分析—データ転送フォーマット—標準物質を用いた標準化方法
ISO 22048	SCA - Information format for static secondary-ion mass spectrometry	SC3	JIS K 0168	表面化学分析—スタティック二次イオン質量分析法の情報 フォーマット
ISO 28600	SCA - Standard data transfer format for scanning probe microscopy			
ISO 14606	SCA - Sputter depth profiling - Optimization using layered systems as reference materials		JIS K 0146	表面化学分析—スパッター深さ方向分析— 標準物質を用いた標準化方法
TR 15969	SCA - Depth profiling - Measurement of sputtered depth		JIS K 0012	表面化学分析—深さ方向分析—スパッター深さ測定方法
ISO 16531	SCA - Depth profiling - Methods for ion beam alignment and the associated measurement of current or current density for depth profiling in AES and XPS	SC4		
TR 22335	SCA - Depth profiling -- Measurement of sputtering rate: mesh replica method using a mechanical stylus profilometer			

SASJ ISO/TC 201発行済ISO規格とJIS規格一覧 (2/3)

Ref. No.	Title (SCA: Surface chemical analysis)	SC	Ref. No.	日本語タイトル
TR	SCA - Characterization of nanostructured materials			
ISO 20903	SCA - Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy - Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results			
ISO 18118	SCA - AES and XPS - Guide to the use of experimentally determined relative sensitivity factors for the quantitative analysis of homogeneous materials		JIS K 0167	表面化学分析—オージェ電子分光法及びX線光電子分光法—均質物質定量分析のための実験的に求められた相対感度係数の使用指針
TR 18392	SCA - XPS - Procedures for determining backgrounds		TR K 0014	表面化学分析—X線光電子分光法—バックグラウンド決定の手順
TR 18394	SCA - AES - Derivation of Chemical Information			
ISO 19318	SCA - XPS - Reporting of methods used for charge control and charge correction			
ISO 19319	SCA - AES and XPS - Determination of lateral resolution, analysis area and sample area viewed by the analyzer			
ISO 20903	SCA - Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy - Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results			
ISO 29081	SCA - Auger electron spectroscopy - Reporting of methods used for charge control and charge correction			
ISO 17560	SCA - SIMS - Method for depth profiling of boron in silicon		JIS K 0168	表面化学分析—二次イオン質量分析法—シリコン内のボロン濃度方向分布測定方法
ISO 18114	SCA - SIMS - Determination of relative sensitivity factors using implanted reference materials		JIS K 0163	表面化学分析—二次イオン質量分析法—イオン注入標準物質を用いた相対感度係数の決定方法
ISO 20341	SCA - SIMS - Method for estimating depth resolution with multiple delta-layer reference materials		JIS K 0169	表面化学分析—二次イオン質量分析法—マルチ層標準物質を用いた深さ分解能/ラゲージ評価方法
ISO 23812	SCA - SIMS - Method for depth calibration for boron using multiple delta-layer reference materials			
ISO 14237	SCA - Secondary-ion mass spectrometry - Determination of boron atomic concentration in silicon using uniformly doped materials			
ISO 23830	SCA - SIMS - Repeatability and constancy of the relative intensity scale in static secondary-ion mass spectrometry		JIS K 0143	表面化学分析—二次イオン質量分析法—シリコン中に均一に添加されたボロンの原子濃度の定量方法
ISO 12406	SCA - SIMS - Method for depth profiling of arsenic in silicon			
ISO 17862	SCA - SIMS - Linearity of intensity scale for single ion counting time-of-flight mass analyses			
ISO 13084	SCA - SIMS - Calibration of the mass scale for a time-of-flight secondary-ion mass spectrometer			

SASJ ISO/TC 201発行済ISO規格とJIS規格一覧 (3/3)

Ref. No.	Title (SCA: Surface chemical analysis)	SC	Ref. No.	日本語タイトル
ISO 14701	Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Measurement of silicon oxide thickness			
ISO 15470	SCA - XPS - Description of selected instrumental performance parameters		JIS K 0162	表面化学分析—X線光電子分光法—装置性能を示す主要な項目の記載方法
ISO 15471	SCA - AES - Description of selected instrumental performance parameters		JIS K 0161	表面化学分析—オージェ電子分光法—装置性能を示す主要な項目の記載方法
ISO 10810	Surface chemical analysis - X-ray photoelectron spectroscopy - Guidelines for analysis			
ISO 15472	SCA - X-ray photoelectron spectrometers - Calibration of energy scales		JIS K 0145	表面化学分析—X線光電子分光装置—エネルギー軸自動の校正
ISO 17973	SCA - Medium resolution Auger electron spectrometers - Calibration of energy scales for elemental analysis		JIS K 0165	表面化学分析—汎用オージェ電子分光法による元素分析のためのエネルギー軸の校正方法
ISO 17974	SCA - High resolution Auger electron spectrometers - Calibration of energy scales for elemental analysis		JIS K 0166	表面化学分析—高エネルギー分解能をもつオージェ電子分光法による元素分析及び化学組成分析のためのエネルギー軸の校正方法
ISO 21270	SCA - XPS and AES - Linearity of intensity scale			
ISO 24236	SCA - AES - Repeatability and constancy of intensity scale			
ISO 24237	SCA - XPS - Repeatability and constancy of intensity scale			
ISO 13424	SCA - XPS - Reporting of results of thin-film analysis			
ISO 16129	SCA - XPS - Procedure for assessing the day-to-day performance of an XPS			
ISO 14707	SCA - Glow discharge optical emission spectrometry (GDOES) - Introduction to use		JIS K 0144	表面化学分析—グロー放電発光分光分析手法通則
TS 15338	SCA - Glow discharge mass spectrometry (GDMS) - Introduction to use			
ISO 16962	SCA - Analysis of zinc- and/or aluminium-based metallic coatings by glow discharge optical emission spectrometry		JIS K 0150	表面化学分析—亜鉛及び/又はアルミニウム基金属膜のグロー放電発光分光分析手法
TS 25138	SCA - Analysis of metal oxide films by glow discharge optical emission spectrometry			
ISO 11505	SCA - General procedures for quantitative compositional depth profiling by glow discharge optical emission spectrometry (GDOES)			
ISO 27911	Surface chemical analysis - Scanning Probe Microscopy - Definition and calibration of lateral resolution of a Near-field optical microscope			
ISO 11039	Standards on the definition and measurement methods of drift rates of SPMs			

1. 標準仕様書(TS: Technical Specification)
2. 標準報告書(TR: Technical Report)

表面分析実用化セミナー '14

表面化学分析 – 深さ方向分布測定
スパッタ深さ測定方法
Surface chemical analysis – Depth profiling-
Measurement of sputtered depth
(ISO/TR 15969、 TS K0012)

品川・ゆうほうと / 2014.12.12

沖繩科学技術大学院大学
物理研究支援セクション
石津 範子

資料作成協力
富士通クオリティ・ラボ(株)
マテリアル事業部
佐藤 美和子



ISO/Technical Reportと日本規格協会のTS

2001年 ISO技術報告書 ISO/TR 15969
Surface chemical analysis – Depth profiling
-Measurement of sputtered depth

↓ 翻訳 + 解説

2008年 日本規格協会標準仕様書 TS K 0012

特定の手順を示したものではなく、スパッタ深さ方向分布測定に
おけるスパッタ深さを測定するための指針。

どのような手法があるかを概観したもの。

用語および定義

スパッタ深さ

スパッタ深さ方向分析のために計測可能な量の物質を減削 (removal) した後の分析試料表面と元来の表面との間の、表面に対して垂直にとった距離 z (m) は、次式によって求める。

$$z = \frac{m}{A\rho} \quad (1)$$

ここに、 m : 減削した試料の質量 (kg)
 A : スパッタリング面積 (m^2)
 ρ : 試料の密度 (kg/m^3)

$$z = \frac{m}{A\rho}$$

質量/密度 \Rightarrow 体積
 体積/面積 \Rightarrow 高さ \Rightarrow 深さ

クレータ深さ

元来の表面と測定信号が発生するクレータ底部の領域との間の垂直な平均距離。

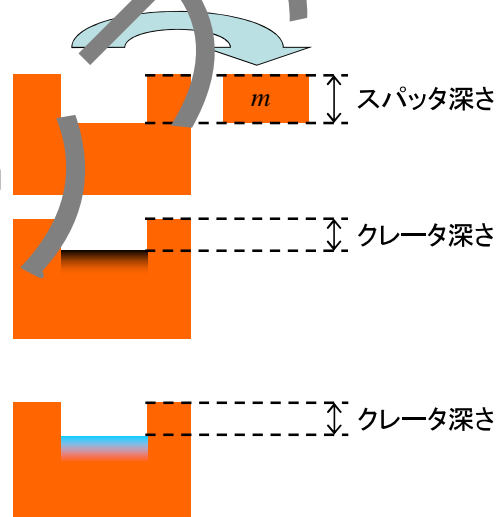


用語および定義

注記

入射イオンの注入等が試料の膨潤を引き起こすことがある。

クレータ深さを測定する時までに表面での反応 (例えば酸化) がクレータ底部の膨張を引き起こすことがある。



一般的に [クレータ深さ] \leq [スパッタ深さ]



スパッタ深さの決定方法

1. スパッタ深さ方向分布測定後のクレータ深さの測定法

(1-1) 触針式表面粗さ測定機

(1-2) 光学的手法

2. 深さ標識となる界面をもった試料の深さ方向分布測定結果とクレータ深さ測定結果との比較

(2-1) 標準物質(界面深さ位置が認証されている物質)

(2-2) 界面深さ位置の決定法(各種分析方法)

(2-2-1) 斜め研磨, クレータエッジ, ボールクレータ, 顕微鏡観察

(2-2-2) TEMまたはSEM等による断面観察

(2-2-3) RBS

(2-2-6) 斜入射X線反射率測定

(2-2-4) EPMAまたはEDS

(2-2-7) エリプソメトリ

(2-2-5) XRF

(2-2-8) 化学分析



(1-1) 触針式表面粗さ測定機

D-SIMSのクレータ例

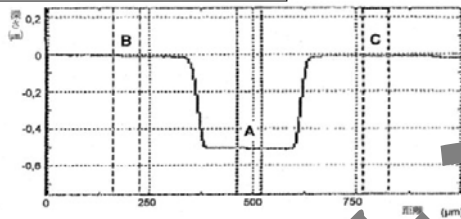
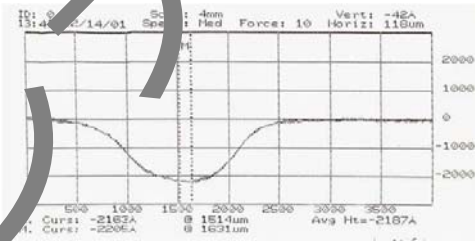


図1-シリコンに形成した深さ0.5 μmのクレータに対する触針式表面粗さ測定による測定結果の例

クレータ中央の領域 A とその両側の参照表面の領域 B 及び C の間の平均高低差 ⇒ クレータ深さ

AESCクレータの場合の測定例




イオンビームスキャン幅 : 1 mm
クレータ深さ : 約220 nm

利点 測定が迅速
試料の前処理が不要
クレータ底面の大きさ, 形状, 平坦性を明らかにできる

欠点 膨張または酸化が無視できない場合
クレータ深さ ≠ スパッタ深さ
層状構造の場合
各界面毎に別々のクレータが必要




NISSAN ARC
Nissan Analysis and Research Center

2014.12.12
日常的な分析業務におけるJIS並びにISO規格の利用
— 表面分析実用化セミナー '14 —

AES—帯電制御と帯電補正に用いた手法の
報告方法 (ISO 29081)
— 絶縁物の正しいAES分析 —

株式会社日産アーケ
マテリアル解析部
荒木 祥和 (あらかき さわ)
araki@nissan-arc.co.jp

日産アーケ
Partner

対象となるISO

ISO 29081 :2010 (E) (ISO TC 201/SC 5)
Surface chemical analysis –
Auger electron spectroscopy –
Reporting of methods used for charge control
and charge correction

このISOの目的

帯電制御や帯電補正に用いた方法をAESの分析結果に
きちんと報告することで、そのデータの信頼性・妥当性
を保証する。

2 

関連するISO

用語や定義などの参照

ISO 18115 : Vocabulary

装置エネルギー軸の校正

ISO 17973 : Medium resolution Auger electron spectrometers – Calibration of energy scales for elemental analysis

ISO 17974 : High resolution Auger electron spectrometers – Calibration of energy scales for elemental analysis

本ISOのXPSバージョン

ISO 19318 : XPS – Reporting of methods used for charge control and charge correction

3

NISSAN ARC
Nissan Analysis and Research Center

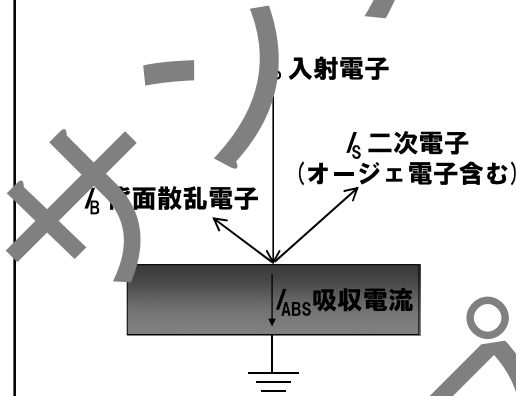
本日のアウトライン

1. 帯電現象の考察に基づいた
効果的な帯電除去方法
2. 帯電制御および帯電補正に
用いた手法の報告方法

4

NISSAN ARC
Nissan Analysis and Research Center

電子線を照射したときの蓄積電荷/



一次電子線を試料に照射したときに試料に蓄積される電荷/は、

$$I = I_p - (I_B + I_s + I_{ABS})$$

導電性試料の場合、 I_{ABS} はアースに流れ、 $I = 0$

絶縁性試料の場合、 I_{ABS} が流れず試料に蓄積される ($I > 0$)

試料中でのチャージバランス
田沼繁夫他, ユーザーのための実用オージェ電子分光法, 志水隆一・吉原一編, 第4章, pp. 93. 共立出版 (1989).

5

NISSAN ARC
Nissan Analysis and Research Center

電子線を照射したときの蓄積電荷/

蓄積電荷/によって引き起こされる様々な問題

- 負電荷でオージェ電子が加速され、運動エネルギー値が高エネルギー側にシフト
- 放電によりゴーストピーク発生
- 一次電子線のドリフト
- 熱による化学的変質、物理的なダメージ

蓄積電荷/をゼロに近づけるには？

6

NISSAN ARC
Nissan Analysis and Research Center