

－ 表面分析実用化セミナー '15 －

日常的な分析業務における JIS並びにISO規格の利用

日時：2015年12月10日(木) 9:30－17:00

2015年12月11日(金) 9:30－17:00

場所：大阪大学 中之島センター 講義室302

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並びにISO規格の利用

－ 表面分析実用化セミナー '15 －

主催：一般社団法人 表面分析研究会

協賛：日本表面科学会，日本真空学会，応用物理学会，日本分析化学会，日本金属学会，表面技術協会，日本顕微鏡学会，表面技術協会，日本分析機器工業会（順不同）

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。

ところで日常的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多数あります。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、社内標準に従って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、国際標準に基づいた分析評価（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2010年より開催しております。本年度も、分析の実務担当者の意見をもとに選定した、日常的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知って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、日頃的分析業務へ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多数の方々に参加していただき、日常業務に役立てていただきたいと思います。

日時：2015年12月10日(木)－12月11日(金) 9:45～17:00

場所：大阪大学 中之島センター 講義室301

住所：530-0005 大阪市北区中之島1-3-53

アクセスは下記webをご参照下さい。

<http://www.onc.osaka-u.ac.jp/ot/ers/map/index.php>

プログラム：

12月10日(木)

9:45-10:40

1-1~1-23

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 18116:2005)

－正しい結果を得るための試料前処理の取り付け－

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－

山内康生 (矢崎総業(株) 技術研究所解析技術センター)

10:40-11:35

2-1~2-21

2. **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))

(昼食：11:35-12:35 各自でお取組ください。)

12:35-13:30

3-1~3-26

3. **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 (ISO 17973)－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 (ISO 17974)

－正しいAES分析－

XPS－エネルギー軸目盛の校正 (JIS K 0145, ISO15472)－正しいXPS分析－

堤建一 (日本電子(株) SA事業ユニット SAアプリケーション部)

13:30-14:25

4-1~4-23

4. **スパッタ深さ方向分析**－スパッタ深さ測定法 (TS K 0012, ISO/TR 15969)

－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：メッシュレプリカ法 (ISO/TR 22335)

－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, ISO 15606)

－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－

佐藤美知子 (富士通エレクトロニクス(株) ラボ(株) マテリアル事業部)

(休憩：14:25-14:35)

14:35-15:30

5-1~5-13

5. **XPS**－薄膜分析結果の報告 (ISO 13424:2011)－正しい薄膜分析－

吉川英樹 ((独)物質・材料研究機構)

15:30-16:25

6-1~6-20

6. **AES & XPS**—均質物質定量分析のための実験的に決められた相対感度係数の使用指針
(ISO18118, JIS K 0167) —均質物質の正しい質量分析—

永富隆清 (旭化成(株) 基盤技術研究所)

16:25-16:55 全体討論

12月11日(金)

9:45-10:40

7-1~7-23

7. **SIMS**—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 (コニカミノルタ (株) 開発統括本部分析・シミュレーションセンター)

10:45-11:35

8-1~8-16

8. **SIMS**—単一イオン計数飛行時間型分析器の強度スケールの線形性 (ISO17862:2013)
—正確な2次イオン強度計測—

飯田真 (アルバック・ファイ(株) 分析室)

(昼食 : 11:35-12:35 各自でお取り扱いください。)

12:35-13:30

9-1~9-10

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

小林大介 (旭硝子(株) 中央研究所)

13:30-14:25

10-1~10-20

10. **XPS**—分析のガイドライン (ISO 10810) —正しいXPS分析を効率よく行うために—

藺林豊 (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)

(休憩 : 14:25-14:35)

14:35-15:30

11-1~11-18

11. **XPS**—帯電制御と帯電補正に用いた手法の報告方法 (ISO 19308) —絶縁物の正しいXPS分析—

高野みどり (パナソニック(株) オートモーティブ&インダストリアルシステムズ社)

15:30-16:25

12-1~12-22

12. **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—

坂本祥和 ((株)日産アーク マテリアル解析部)

16:25-16:55 全体討論

実用表面分析セミナー '15

- 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

矢崎総業株式会社 技術研究所
山内 康生

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 18116:2005)

- 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 18117:2009)

- 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 and total reflection X-ray fluorescence spectroscopy <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 spectroscopy
ISO/TC 201/SC 8	Glow discharge spectroscopy
ISO/TC 201/SC 9	Scanning probe microscopy

ISO181
181

SAS ISO/TC 201から発行された規格

本セミナー18件

General	AES	XPS	SIMS	DP
18116	1691	10810	1406	14606
18117	1971	14701	1084	15969
	17974	15472	14237	17109*
	18516	16129	17560	
	19319	19318	17862	
	21270	24237	18114	
	24237		20341	
			23812	

* : 2015 published
DP : Depth Profiling

General	XPS
14975	13424
14976	15470
	16243
	19830*

AES	XPS	DP
18118*	18392	22335
18394		
20903		
29081		

AES	SIMS
15471	
16242	22048

用語 18115-1, 18115-2

SPM	GD-OES (MS)	TXRF-XRR	Materials	CFM
11039	11505 15338	14706 16413	14187	18337*
11775*	14707* 25138	17331 18507*	15008	
11952	28600	16962		

3

SAS 用語へのリンク -SASJウェブサイト

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

Copyright notice: © ISO 2013. All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted, in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying, or posting on the internet or an intranet, without prior written permission from either ISO at the address below or ISO's member body in your country of the user.

Published in Switzerland.

4



ISO 18116の内容

Contents	
1	Scope 適用範囲
2	Normative references 引用規格
3	Terms and definitions 用語と定義
4	Symbols and abbreviated terms 記号及び略語
5	General requirements 概要
6	Visual inspection of the specimen 外観検査
7	Specimen considerations 試料について考慮すべき事柄
8	Sources of specimen contamination 汚染の発生源
9	Specimen storage and transfer 試料保管と搬送
10	Specimen mounting procedures 試料の取り付け方法
11	Methods for reducing specimen charging 帯電を低減するための方法
12	Specimen preparation techniques 試料前処理技術
13	Fracturing, cleaving and scribing 破断、分割、刻み
14	Special specimen-handling techniques 特別な取扱方法
	Bibliography 参考文献

5



ISO 18117の内容

Contents	
1	Scope 適用範囲
2	Normative references 引用規格
3	Terms and definitions 用語と定義
4	Symbols and abbreviated terms 記号および略語
5	Explanation of the structure of this International Standard 本規格の構成
6	General requirements and classes of specimen 一般要求と試料のクラス
7	Specimen influences 試料の影響
8	Sources of specimen contamination in handling 試料を取扱った際の試料汚染源
9	Specimen storage and transfer 試料の保管と搬送
10	Information on specimen history 試料履歴に関する情報
11	Education of specimen owner on appropriate specimen handling サンプル提供者への取り扱い手順教育
	Bibliography 参考文献

6

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, ISO 17973)
—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, ISO 17974)
—正しいAES分析—

XPS
エネルギー軸目盛の校正 (JIS K 0145, ISO 15472)
—正しいXPS分析—

日本電子株式会社 堀 隆一
tsutsumi@jeol.co.jp

エネルギー軸校正の重要性

オージェ電子分光法 (Auger Electron Spectroscopy; AES)
X線光電子分光法 (X-ray Photoelectron Spectroscopy; XPS)

固体表面から生じる電子の運動エネルギーを測定するための装置であり、
取得データの信頼性を維持するためにも、定期的な分光器の校正が必要

[分光器の軸調整を必要とする要因]

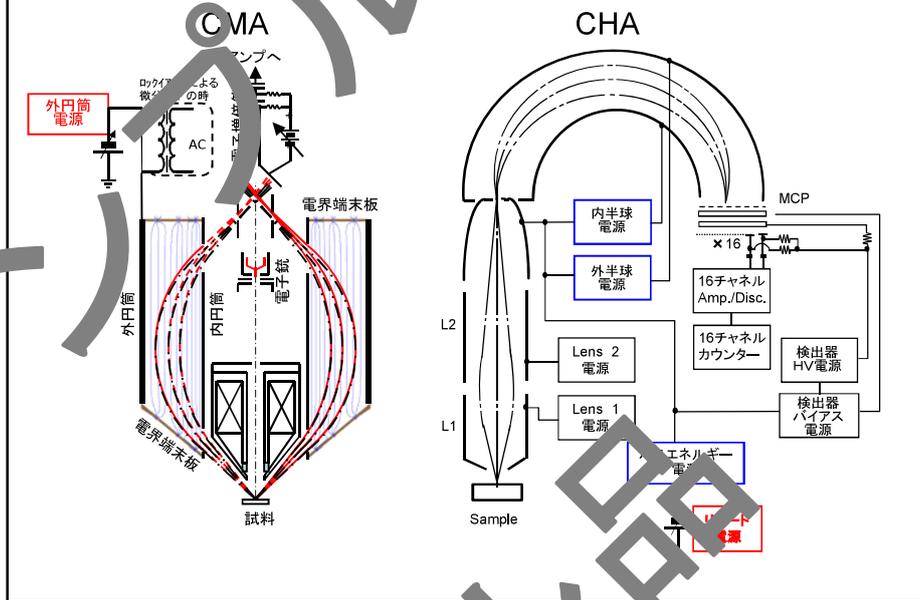
- 装置へのコンタミネーション(分光器およびレンズ系)
- 設置室環境の変化(温度, 湿度, 電場, 磁場など)
- 電気部品の経年劣化など....



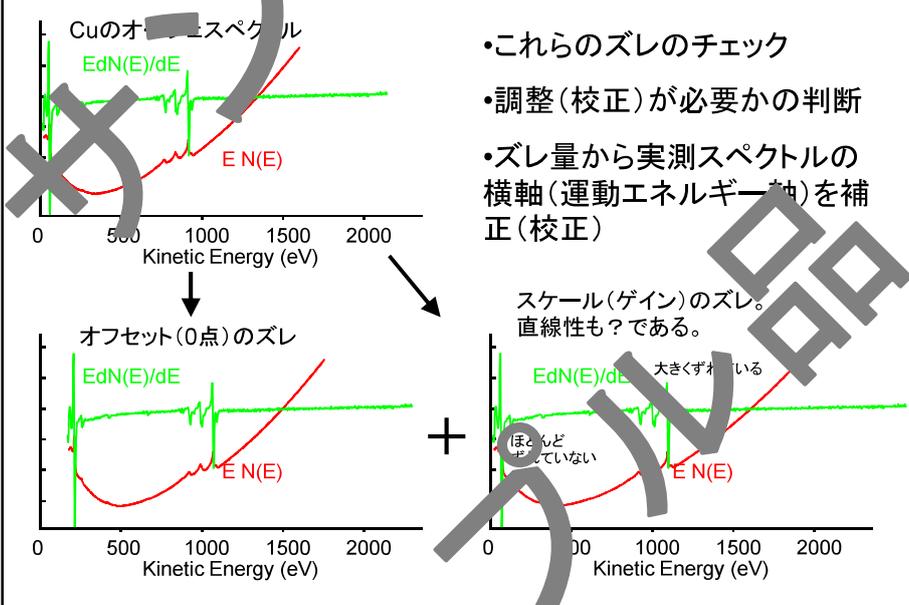
AESとXPSの分光器の軸を検査・校正する方法として
(ISO 17973, 17974, 15472)が確立された

参考: 強度軸の校正に関してはISO21270で規定

AES及びXPSに用いられる分光器と電源構成



何を測定する？ 校正の基準は？



- これらのズレのチェック
- 調整(校正)が必要かの判断
- ズレ量から実測スペクトルの横軸(運動エネルギー軸)を補正(校正)

エネルギー軸がずれていると....

[オフセット(eV)がずれている場合]

- ピーク全体がシフトする(帯電時と同じような現象)
- 文献等で記載されているピーク位置と合わない

測定結果には
大きく影響しない。
校正も可能

[スケール(ゲイン)がずれている場合]

- オージェパラメータなどの相対ピーク位置が合わない
- 化学状態分析で重要なケミカルシフト量が正しく得られない
(高運動エネルギー側もしくは低結合エネルギー側でずれが大きくなる)

メーカーによる装置の
メンテナンスが必要?



正確な測定を行うためだけでなく
装置の状態を的確に把握するためにも
このISOによる定期的なチェックが必要

実際の分析事例

— 絶縁粉末試料の場合 —

ISOセミナー

—XPS— 薄膜分析の結果報告 (ISO 13424:2013) —正しい薄膜分析—

吉川英樹
(国立研究開発法人 物質・材料研究機構)

ISO 13424規格の目的

X線光電子分光法を使って、ナノ薄膜の膜厚や組成ならびに化学状態の深さ分析を(主に非破壊で)求める方法とその結果報告の仕方を示す。

本日のセミナーで特にご理解頂きたい内容

XPSの薄膜分析で登場する重要な用語(平均自由行程IMFP, 有効減衰長さ effective attenuation length, 平均脱離深さ mean escape depthなど)の意味

ISO 13424 目次

1 Scope, 2 Normative references, 3 Terms and definitions, 4 Abbreviated terms

5 Overview of thin-film analysis by XPS.

5.1 Introduction

5.2 General XPS

5.3 Angle-resolved XPS

5.4 Peak-shape analysis

5.5 Variable photon energy XPS

5.6 XPS with sputter-depth profiling

Annex A (informative) General XPS

Annex B (informative) Angle-resolved XPS

Annex C (informative) Peak-shape analysis

Annex D (informative) XPS with sputter-depth profiling

6 Specimen handling

7 Instrument and operating conditions

7.1 Instrument calibration

7.2 Operating conditions

8 Reporting XPS method, experimental conditions, analysis parameters, and analytical results

8.1 XPS method for thin-film analysis

8.2 Experimental conditions

8.3 Analysis parameters

8.4 Examples of summary tables

8.5 Analytical Results

ISO 13424 5.3節の項目

Table 1 — XPS methods for the characterization of thin films on substrates and for samples with composition varying with depth

Clause	Method	Sample morphology	Film thickness less than three times MED?	Information obtained	Additional information
	General XPS	Single and multiple films on a flat substrate	5 nm程度	Layer order, film thickness, and film composition	Annex A
5.3	Angle-resolved XPS	Multiple films on a flat substrate Sample with composition varying with depth		Film thickness and film composition Composition as a function of depth	Annex B
5.4	Peak-shape analysis	Multiple films on a flat substrate Sample with composition varying with depth		Film thickness and film composition Composition as a function of depth	Annex C
5.5	Variable photon energy XPS	Multiple films on a flat substrate Sample with composition varying with depth	最大20~30 nm程度	Film thickness and film composition Composition as a function of depth	
5.6	XPS with sputter-depth profiling	Multiple films on a flat substrate Sample with composition varying with depth	最大1 μm程度	Film thickness and film composition Composition as a function of depth	Annex D

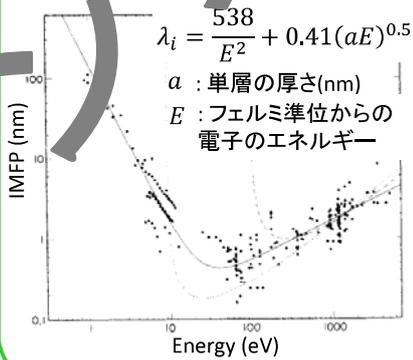
ISO 13424のイントロダクションの部分

X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) is widely used for the characterization of surfaces of materials, especially for overlayer thin films on a substrate. The chemical composition of the near-surface region of a thin film can be determined by XPS. If the film has a uniform thickness and the thickness is less than about three times the mean escape depth (MED), for the measured photoelectrons, the film thickness and the depth distribution of elements or chemical states of elements in the film can be determined by angle resolved XPS or peak-shape analysis. For thicker films, the depth distributions of elements in the film can be obtained by sputter-depth profiling. Possible lateral inhomogeneities in film thicknesses or depth profiles can be determined if the XPS system has sufficient lateral resolution. These XPS applications are particularly valuable for characterizing thin-film nanostructures since the MED is typically less than 5 nm for many materials and common XPS measurement conditions.

XPSの観察深さをどのように見積もるか？

値のオーダーを合わせれば良い場合

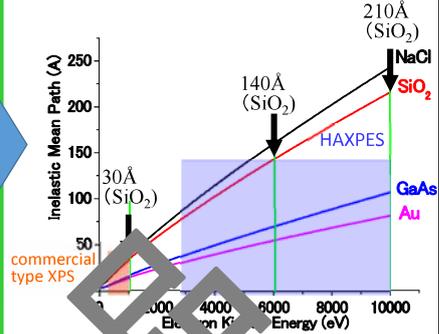
物質依存性を無視して、光電子の運動エネルギー依存性を考慮したユニバーサルカーブを使う



M.P. Seah and W.A. Dench, Surf. Interf. Anal. 1, 2 (1979)

30%程度のズレを許容する場合

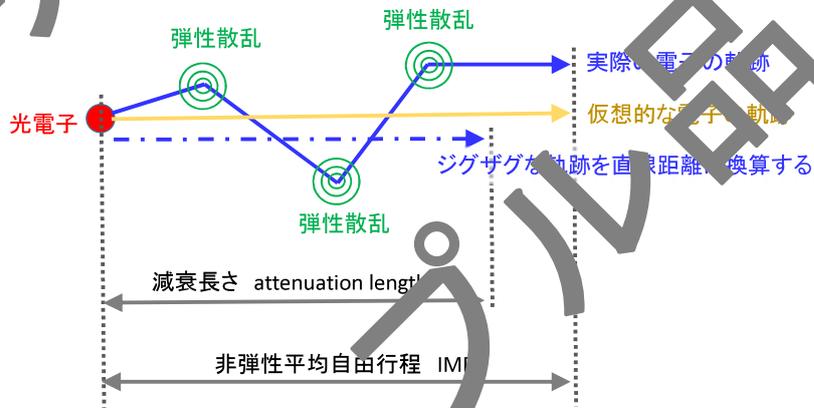
物質ごとに光電子の運動エネルギー依存性を考慮したIMFPの値を使う → TPP-2M式の利用



XPSの観察深さの見積のズレを約10%以下にするには？

光電子が(試料中の原子のポテンシャルによる)弾性散乱を受けて軌跡がジグザグになる(遠回りをする)効果を考慮する必要がある。

→ 遠回りによって電子が(直線距離に換算して)短い距離で減衰する





1. 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)

コニカミノルタ株式会社
開発総括本部 A&Sセンター
分析技術課 伊藤 博人

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 18114:2007

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 for 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

静的二次イオン質量分析法 (Static-SIMS) に関するISO規格

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

ISO 23830:2003
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2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

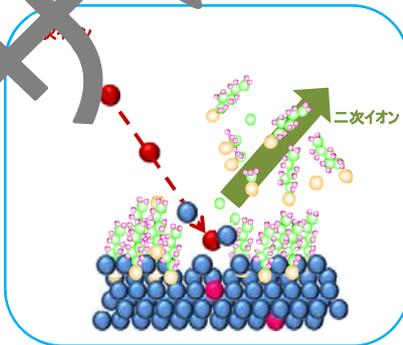
飛行時間型質量分析計 二次イオン質量分析 質量分析

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

二次イオン質量分析

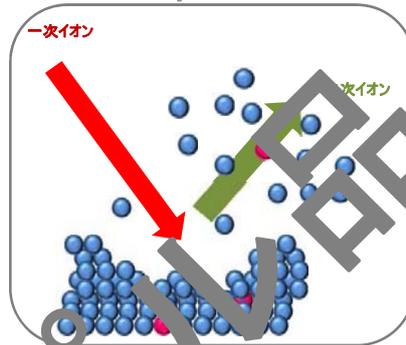
二次イオン質量分析: イオンビーム(一次イオン)を試料に照射したときに放出される試料のイオン(二次イオン)を質量分析するもので、固体試料の表面分析などに用いられる。

Static



表面、化学構造
深さ方向、元素

Dynamic



深さ方向、元素
微量元素



表面分析実用化セミナー'15
2015年12月11日(金)
大阪大学 中之島センター

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

旭硝子(株)
小林 大介

2012年初版:古河電気工業(株) 大友晋哉
2015年改訂:旭硝子(株) 小林大介

OUTLINE

- 1 ISO13084について (テキスト)
- 2 『装置パラメータの調整・確認』の実例
- 3 SASJ-TOF-SIMS-WGの活動紹介

ISO13084の内容

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 (序詞)

1 Scope (適用範囲)

2 Symbols and abbreviated terms (記号および短縮語)

3 Outline of method (手法の概要)

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)

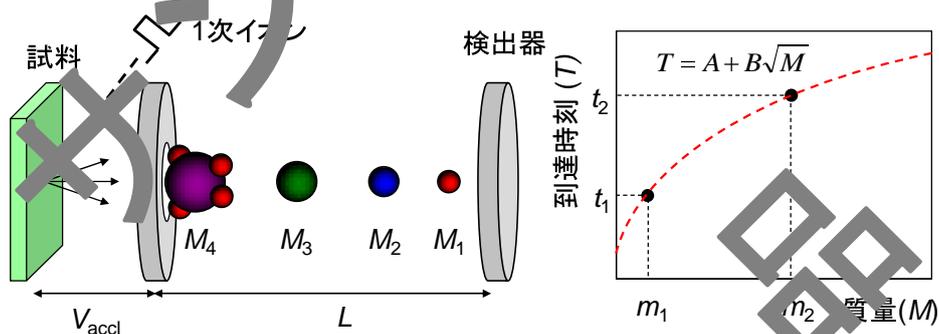
4.5 Optimising instrumental parameters (装置パラメーターの最適化)

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)

TOF-SIMSにおける質量軸校正法



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。

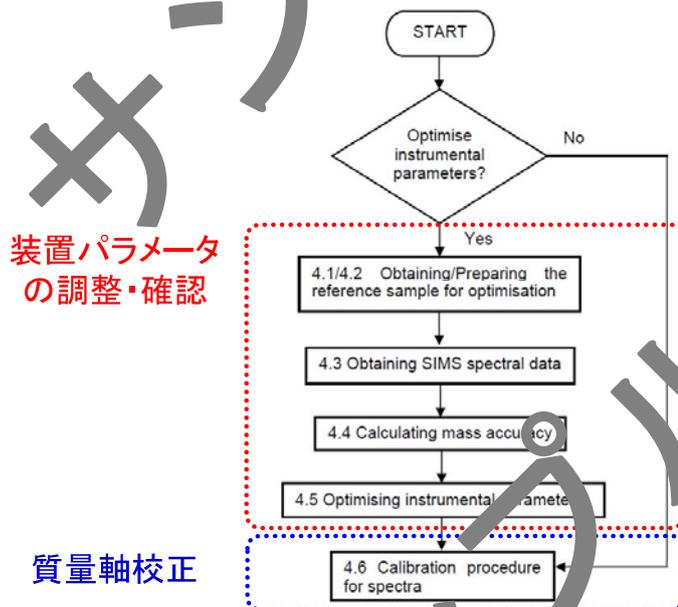
$$T = A + B\sqrt{M} \quad (A, B: \text{定数})$$

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)

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 ions C_xH_y cascades with 4, 6, 7 and 8 carbon atoms

3. 手法の概要



2015.12.10～11 実用表面分析セミナー 2015
— 日常的な分析業務におけるJIS
並びにISO規格の利用 —

XPS — 帯電制御と帯電補正に用いた手法の報告方法 (ISO 19318) —
— 絶縁物の正しいXPS分析 —

パナソニック(株) オートモーティブ/インダストリアルシステムズ社
事業基盤強化センター 品質環境部 電子部品分析課
高野 みどり
takamido@ipc.jp.panasonic.com

◆ISO 19318 :2004(E)
Surface chemical analysis — X-ray photoelectron spectroscopy —
Reporting of methods used for charge control and charge correction

- 1 Scope
- 2 Normative reference
- 3 Terms and definitions } ISO 18115, Surface chemical analysis — Vocabulary
- 4 Symbols and abbreviated terms
- 5 Apparatus →ISO 15472
- 6 Calibration of binding – energy scale
→ISO 15472, Calibration of energy scale
- 7 Reporting of information related to charge control
- 8 Reporting of method(s) used for charge correction and the value of that correction

Annex A Description of methods of charge control and charge correction
A.1 Introduction
A.2 Methods of charge control
A.3 Methods of charge correction
A.4 Bias referencing
A.5 Auger parameter measurements

1 適用範囲

XPS法で内殻電子の結合エネルギーを測定する際に用いられる帯電制御と帯電補正の方法を分析結果報告に記述するに際し、最小限必要な情報を規定する規格である。結合エネルギー測定において有効なかわかった帯電制御や帯電補正方法についても記述している。

関連規格

- ・ISO 18115, JIS K 0147 (表面化学分析に関わる用語の定義)
- ・ASTM E 1078 (*) ; Standard Guide for Specimen Preparation and Mounting in Surface Analysis
- ・ASTM E 1829 (*) ; Standard Guide for Handling Specimens Prior to Surface Analysis
(*) ASTM International(米国試験材料協会)が策定・発行する規格
- ・ISO 18116 (分析試料の前処理と取り付けに関するガイドライン)
- ・ISO 18117 (分析前の試料の取扱い)
- ・ISO 29081 (AES 帯電制御と帯電補正に用いた手法の報告方法)
- ・ISO 15472, JIS K0145 (XPS エネルギー軸目盛の校正)
- …この規格に従ってXPS装置のエネルギー軸目盛の校正がなされていること

XPS測定における帯電

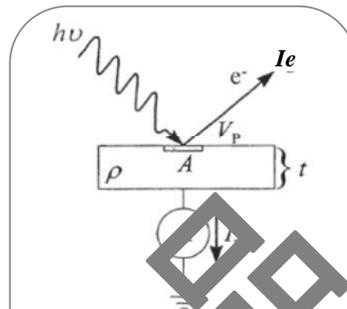
電荷をもたないプローブ(特性X線)を試料に照射
→表面から二次電子を放出することにより電子欠乏
→正の帯電

帯電試料 $E_B = h\nu - E_k - \Phi_S$
 絶縁物試料 $E_B = h\nu - E_k - \Phi_S + V_p$
 $V_p = \frac{\rho t I_e}{A}$

V_p が試料面内や深さ方向に対して一定の値である場合、測定されるスペクトルは V_p eV だけ高結合エネルギー側にシフトする。

(例) $\rho = 10^{11} \Omega\text{cm}$, $t = 0.1 \text{ cm}$, $I_e = 1 \text{ nA}$,
 $A = 0.1 \text{ cm}^2$ (~ $\phi 3.5\text{mm}$) のとき
 $V_p \approx 100 \text{ eV}$

V_p が試料面内や深さ方向に対して一定でない場合
 ⇒不均一帯電



- E_B : 光電子の結合エネルギー
- E_k : 光電子の運動エネルギー
- Φ_S : 装置の仕事関数
- $h\nu$: 照射X線のエネルギー
- I_e : 二次電子電流
- I_{abs} : 吸収電流
- V_p : 試料表面電位
- t : 試料厚さ
- A : X線実効照射面積
- ρ : 試料の体積抵抗率

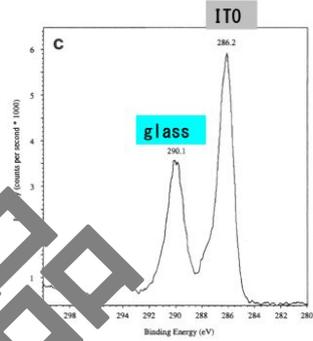
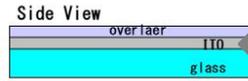
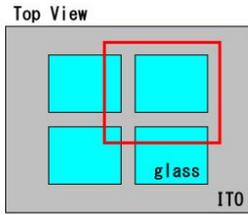
不均一帯電

発生原因

- ・試料表面の凹凸
励起X線や帯電中和のための電子、イオンの照射量(密度)に不均一が生じる。
- ・励起X線の測定面内の強度分布
測定領域に対しX線照射領域が十分大きくはない装置で起こり易い。
- ・試料組成の不均一さ
- ・表面で構造を持つ試料
- ・試料と試料ホルダーの接触抵抗
- ・帯電中和の電子線と試料の角度

表面で構造を持つ試料の不均一帯電事例

over layer: 絶縁膜皮膜
ITO: 導電性物質
glass: 絶縁性物質



B. J. Tielsch and J. E. Fulghum,
Surf. Interf. Anal. 25, 904
(1997)

X線源による試料帯電への影響

単色X線源では試料周りに電子発生源がない。
⇒何かの方法で試料表面に電子を供給する必要がある。

