

2014/09/16更新

# X線光電子分光装置(XPS) 簡易マニュアル 測定編

光電子分光分析研究室

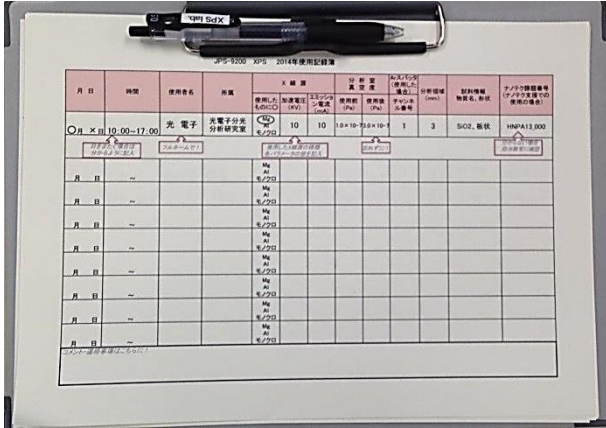
連絡先 坂入正敏 内線7111  
鈴木啓太 内線6882

# 装置使用前に

以下のルールを守って下さい

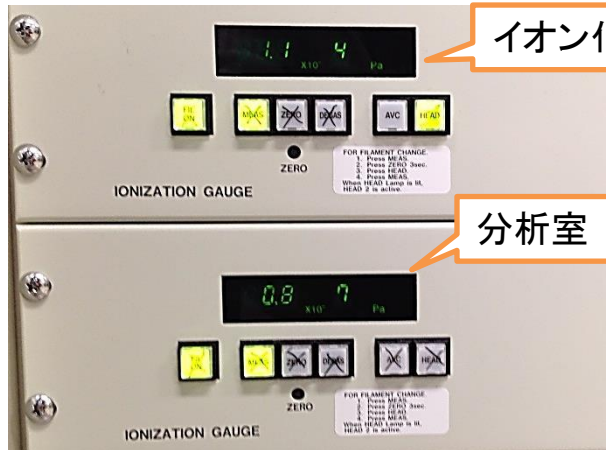
- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁です。ゴミはきちんと片づける
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐにスタッフに連絡
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物を勝手に持ち出したり、無くしたりしない
- 貴重品の管理は各自でお願いします。長時間部屋から抜ける場合などは、研究室の施錠も各自で行う事
- ステージの移動操作時、各装置のステージ位置稼働制限を守りましょう。動かし過ぎると試料が検出器にぶつかり、故障します
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータなどを変更した場合、装置使用後に必ず設定を元に戻す
- 分析装置PCに直接自分のUSBなど記録メディアを差し込まない。当研究室専用のUSBを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す事
- 分析室内に導入するものは全て素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する事
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。予約時間からずれ込む場合は予約を事前に変更して下さい
- 深夜早朝祝休日に使用する場合、使用中のトラブルは全て貴研究室の責任で対応。また、装置利用について自分の指導教官に知らせておく事。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 初めて使う方は事前にスタッフに連絡を取って、講習を受けて下さい
- ガスの出やすい試料、大きすぎる試料、壊れやすい試料など、分析室真空度を劣化させる試料を勝手に入れない。心配な試料は事前にスタッフにご連絡下さい

# 装置使用の前に



使用記録簿に名前や時間等を記入。**使用前の分析室真空度をチェックして値を記入する**

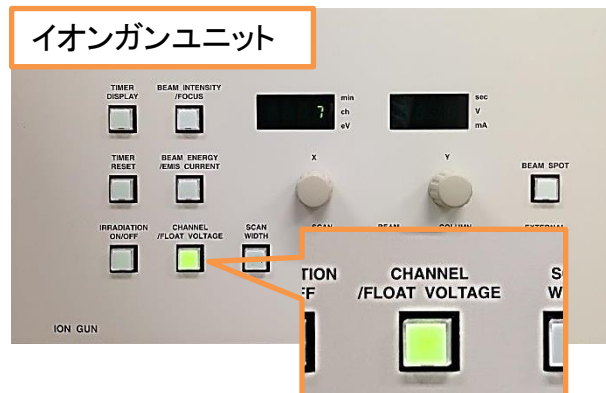
使用後の分析室真空度のチェックと終了時間の記入を忘れないで下さい。予約時間とずれ込む場合は必ず先に予約を変更して下さい



Ar+イオンガンのイオン化室真空度と分析室真空度をチェックして下さい。通常は

- ✓ イオン化室  $\sim 10^{-4} Pa$
- ✓ 分析室  $\sim 10^{-7} Pa$

著しく真空度が劣化している場合はスタッフに連絡



イオンガンユニットで **Channel/float voltage** ボタンを押して点灯させ、ディスプレイに表示された番号が「7」であることを確認して下さい

イオンガンの電流電圧条件が各Channelに入力されており、Channel番号を呼び出す事でイオンガンが各条件に設定されます。Channel「7」はイオンガンが使えない設定になっています

# 試料の準備



ノーマルホルダー(予備)

ノーマルホルダー



帯電試料用ホルダー



帯電試料用ホルダーの蓋



大型ホルダー



留め金&ネジ



ホルダー固定台



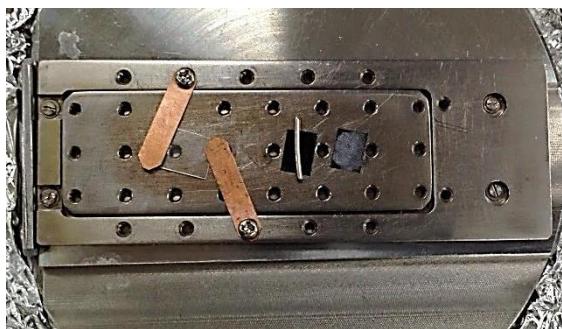
少し高さがある試料は底部を外して固定します

装置の立ち上げの前に試料をホルダーにセットします。ホルダー類は真空デシケーターの中に保管されています。通常の試料であればノーマルホルダーを利用

大型試料(100mmφ以下)も専用ホルダーがあります。利用についてスタッフにご相談下さい。またガスが出やすい試料や高さがある試料などについてもご相談下さい

留め金やカーボンテープなどを使い、試料をホルダーに固定。試料が完全に固定されているのを確認して下さい

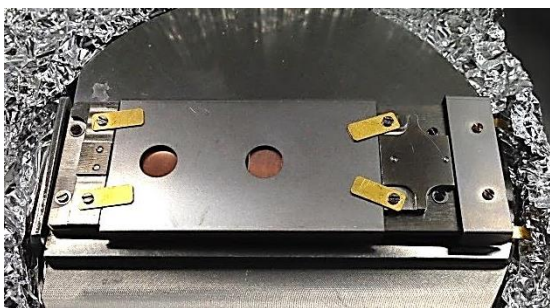
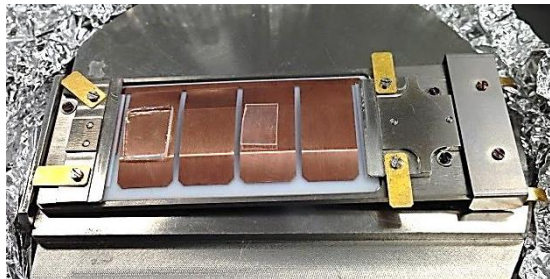
粉末試料はペレット状に加工するか、カーボンテープや金属薄膜に付着させてブローアで十分に粉を飛ばすなどの処理を行って下さい。少しでも試料が分析室内に残ると他のユーザーの分析に半永久的に影響します



出来れば留め金固定は両脇に。固定後はホルダーを振るなどして固定を確認して下さい。X線源と留め金&試料の位置関係に注意して下さい



# 試料の準備



## ・帯電試料用ホルダーについて

中和電子銃を使った帯電補正を、試料にバイアス電圧をかける事でより効果的にします

試料に+100V印加してGNDの蓋部と電位差をつけます。不均一な電位を持っている試料表面の帯電状況を均します

左絵のように試料を搭載し蓋をして固定します。試料の厚みは**1.3mm**が限度です。蓋部とホルダーの金属部が接着しないようにセットします。試料表面が蓋部より出ないようにします

固定後にホルダーの蓋部と端子部の間で導通が取れていない事を確認します

導通があると蓋部に電圧をかけられないので効果がありません



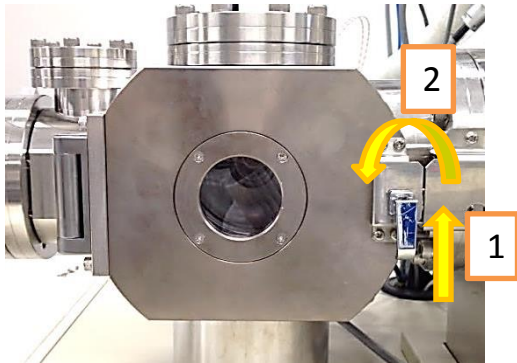
## ・試料の表面汚染について

空気中での表面汚染を出来るだけ防ぎたい場合、ドライプロセスで作成した試料については作成後すぐにアルミホイルで包んだり、真空装置に保管して大気に晒さないで下さい。ウェットプロセスで作成した試料についてはアセトン洗浄した後に純粋洗浄、すぐにエアードスターなどで十分ブローし、アルミホイルなどで包んでください

## ・試料のリファレンスピークについて

試料のチャージシフトの補正やケミカルシフトの確認の為にリファレンスとなるピークを試料に用意しておく、解析の際良いと思います。特に炭素試料はチャージシフトの補正にC1sピークを利用出来ない場合があるのでなおさら。Au薄膜やAuメッシュを一緒に乗っけて測定したり、試料にAuをコートしておいて一緒に測定するとか、粉末体ならば他の化学状態が分かっている粉末を混ぜ込んだりして一緒に測定すると良いでしょう

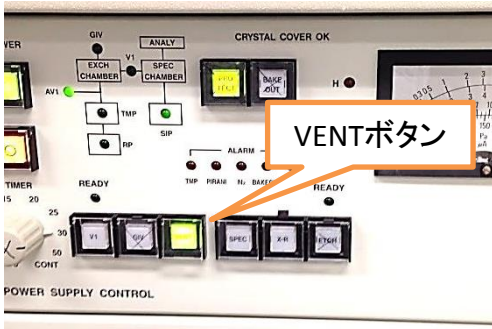
# 試料準備室への導入



ホルダーを試料準備室に導入して真空を引きます。始めに準備室のロックを外し、**VENT**ボタンを押して準備室を大気に戻します

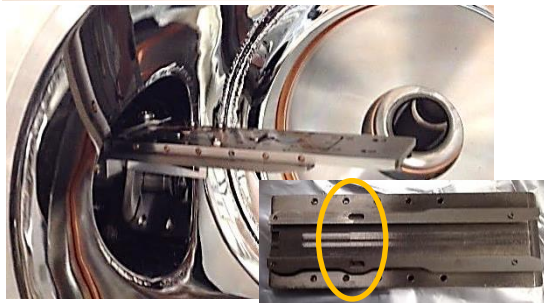
準備室中のレールに平行にホルダーを載せ、奥側と接着。ホルダー裏の穴が開いてある方が奥側です

試料導入棒の黒いリングを回して「**OPEN**」から「**CLOSE**」に変えます。リングを回すとレールの下のフックが上下動します。**ホルダー下側から覗き込んでホルダーの穴にフックがはまっているのを確認する事**

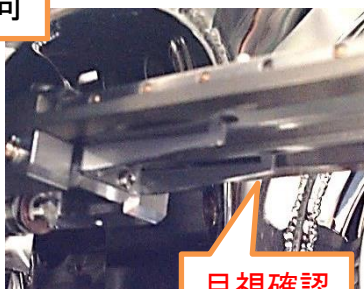
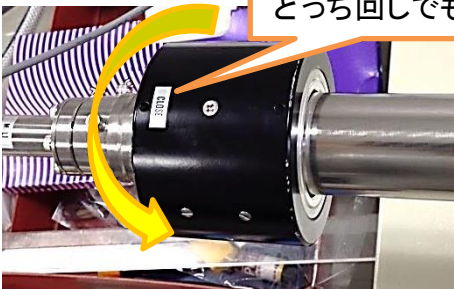


ホルダーがセット出来たら扉を閉めてロックをかけ、**VENT**ボタンをもう一度押して真空に引き直す

ここで失敗すると分析室に導入出来ません。必ずホルダーがちゃんとセット出来てるか確認して下さい



どっち回しても可



分析室への導入は準備室で真空を十分に引いてから行います。真空を引く間に装置の立ち上げを行います

金属板1枚なら20分くらい。粉末だと1試料約1時間はかかります



まだまだ引きます



# 装置の立ち上げ



始めに**冷却器**の電源を入れます。温度表示が出れば問題ありません。次に**SPEC**ボタンと**X-R**ボタンを押して、点灯させます

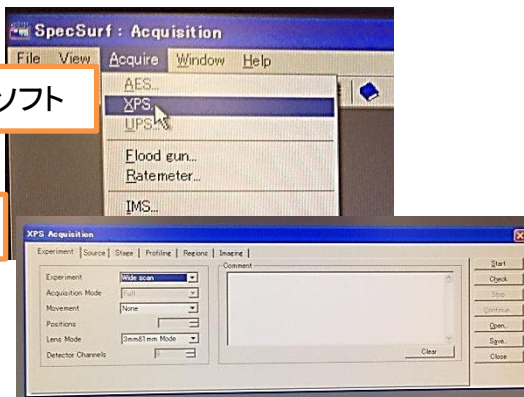
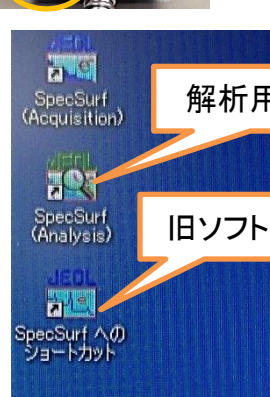
冷却器の電源が必ず先です。消す時は必ず後です  
X-Rボタンを押すともう一つの奥の冷却器が起動します(音が聞こえます)。二つの冷却器でX線源を冷やしていますのでこれらはX線放射中は稼働してなければなりません



ステージランプ、カメラ電源、カメラモニター、測定用PC、PCモニターの電源を入れます。PC立ち上げ後、デスクトップの「SpecSurf(Acquisition)」をクリックしてXPSソフトウェアを立ち上げます



カメラ本体は↑です  
触れないで下さい



AcquireメニューからXPSを選択して左下のウィンドウが出れば問題ありません(出なければ再起動)

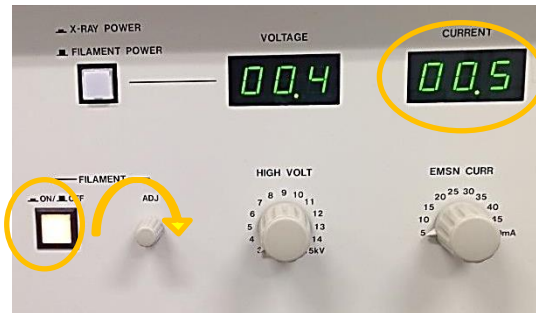
# 装置の立ち上げ



X線の立ち上げを行います。始めにX線源の種類を決めます

- Mg-K $\alpha$ 線
- Al-K $\alpha$ 線
- モノクロX線(Al)

Mgの場合はAl/Mgボタンを点灯、Alの場合は消灯させます。モノクロX線の場合はAlを選び、MONO/STDボタンを押して点灯させます



線源選択後、FILAMENTの電源をON、ADJつまみをゆっくり回してCURRENT表示で3Aまで電流を上げます。上げてから5分待ちます

分析室真空度を確認して真空度が急激に劣化しないように回して下さい。急ぐとガスが大量に出て放電します



次にディスプレイの表示をX-RAY POWERに切り替えて、X-RAYの電源をONにします。3kV,5mAが印加されます。電圧・電流のつまみを3分ごとに1刻みずつ回し、10kV,10mAまで上げていきます

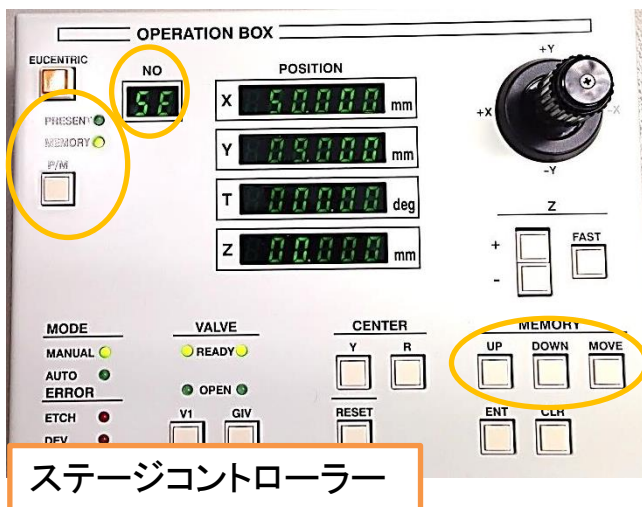
モノクロX線の場合は12kV,25mAまで



最後にAnalyzerの電源をONにします  
よく忘れるので注意



# 分析室への導入



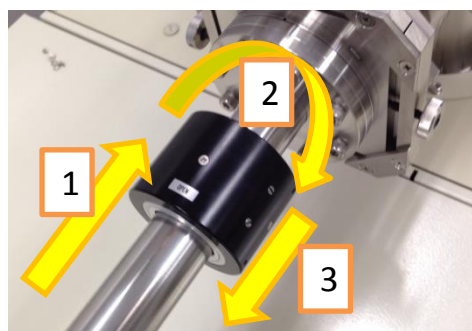
ステージの位置を試料交換位置に移動させます。ステージコントローラーのP/Mボタンを押して表示をMEMORYに切り替え、メモリーNo.をUP,DOWNボタンで操作し、No. SEを呼び出します。MOVEボタンを押すと表示された位置にステージが移動します

基本すでに試料交換位置にいるので動きませんが必ず確認して下さい

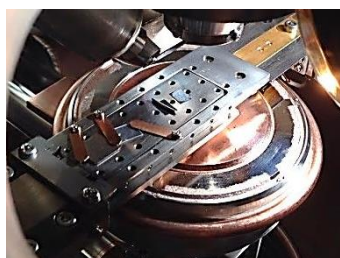


準備室の真空を十分に引いた状態でV1ボタンを押してバルブ解放。導入棒の黒いリングを手前に押して試料を分析室に導入します。のぞき窓からホルダーとステージを確認しながら入れて下さい。奥まで入れたらリングを回して「OPEN」にし、黒いリングを後ろまで一番引き抜き、もう一度V1を押してバルブを閉めます

少しでも違和感があったら無理に入れず、スタッフを呼んで下さい



ホルダーの溝にステージがはまります

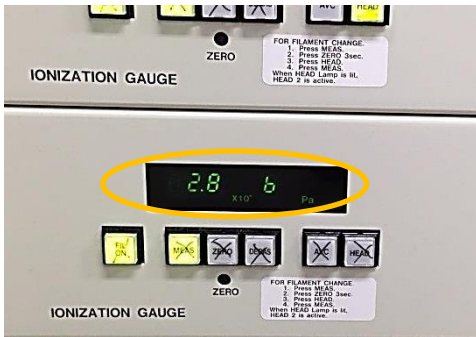


一番奥で止まります



リングを回してすっと引き抜いて下さい

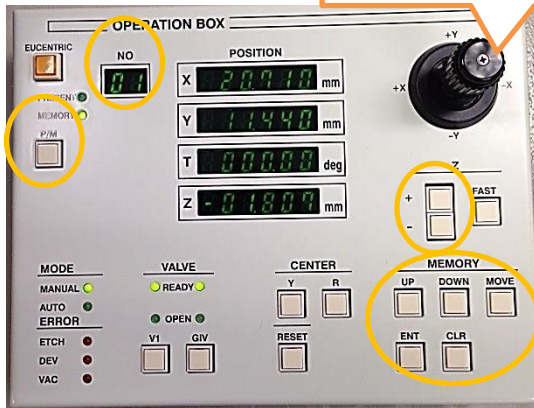
# 分析室への導入



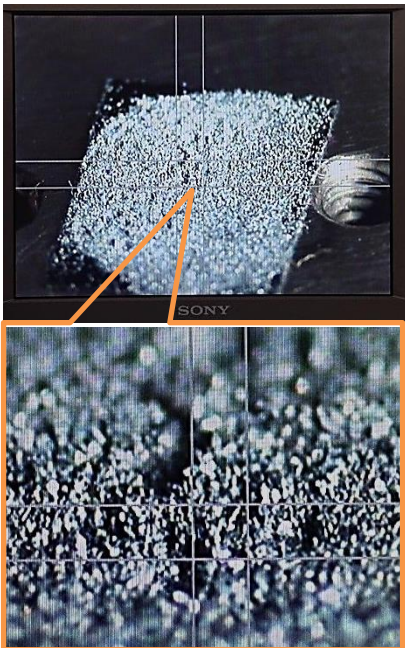
V1バルブが閉まったら分析室真空度を  
確認します。真空度が $5.0 \times 10^{-6}$ Pa  
より劣化してる場合、試料を直ちに試料  
準備室に回収し、準備室で真空引きを  
続けて下さい。再度導入し、 $5.0 \times$   
 $10^{-6}$ Paより良ければ、分析室で真空度  
が落ち着くまでしばらく待ちます

$10.0 \times 10^{-7}$ Pa以下ぐらいまで真空度を下げましょう

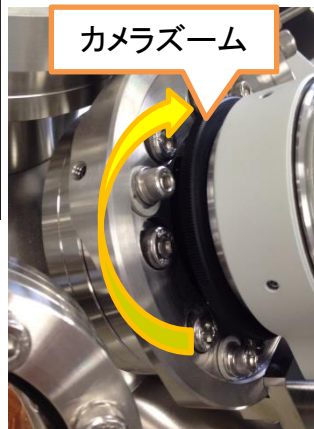
ジョイスティック



測定位置へジョイスティックを使い、  
ホルダーを移動させます。測定中心点  
はカメラモニターに表示される十字で  
す。試料が複数ある場合、位置をメモ  
リーする機能を使うと連続測定が出来  
て便利です。P/MボタンでMEMORYに  
切り替え、UP,DOWNボタンでメモリー  
したいNo.を呼び出し、ENTボタンを押  
すと現在位置がメモリーされます



カメラズーム



測定位置を合わせる時は  
必ずZ軸も合わせてください。  
カメラをズームさせて十字  
の位置でカメラフォーカス  
が合うようなZ値を探します

ずれてると分析位置が合いませ  
ん。強度も出ません。エッチング  
の位置もずれます

モノクロX線測定の場合は「モノ  
クロX線の設定」のところでZ位置  
合わせを行います

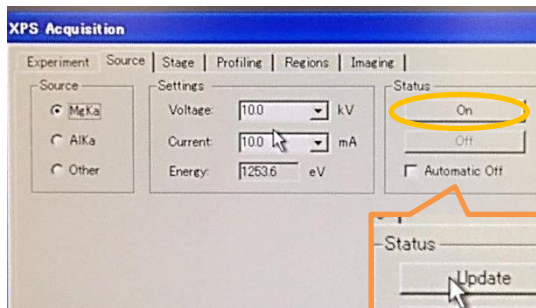
カメラ本体に触れない



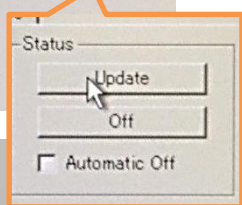
# 装置の立ち上げ(続き)



X線源の電圧電流を上げ終わったら、SpecSurfのXPS AcquisitionからSourceタブを選択し、X線源の種類、電圧電流値を入力後、Statusで「On」をクリック

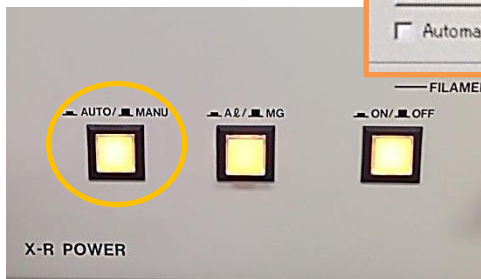


Automatic Offにチェックをつけて設定すると測定終了時やDepth profileのエッチング中などにX線を自動でOffに出来ます



StatusがUpdateに替わったら、X線源ユニットのAUTO/MANUボタンを押してAUTOに切り替えます

以降、X線源の設定を変更したい場合はAUTOからMANUに戻して下さい



測定範囲の設定は左画の2つの絞りで切り替えます。ロックネジを緩めて、測定範囲を狭める場合はCLOSE方向、広げる場合はOPEN方向に絞りを回して左表の数値に合わせます。36はOPEN方向に一周分回して0に合わせます



回し過ぎに注意して下さい。間違った方向に回さないで下さい

Depth profileなど、エッチング前後の様子を見比べる場合は1mmφにした方が良いでしょう(3×3mmの範囲が削れますが、まともに削れている範囲は1mmφ程です)

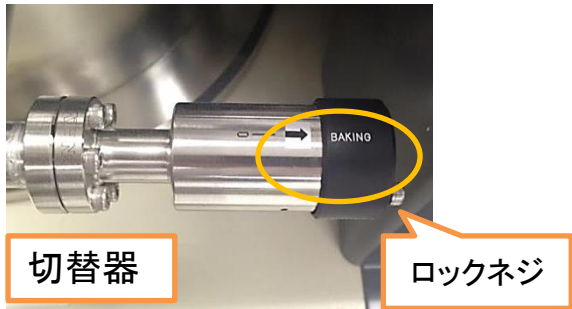
マイクロ測定(0.2mm、0.03mm)を行う場合はカメラの十字が正しい分析位置を指定出来ているか検証出来るものを用意し、検証した方がいいです

測定範囲	角度絞り	視野絞り
3.0mmφ	36	36
1.0mmφ	32	12
0.2mmφ	12	9
0.03mmφ	7	0



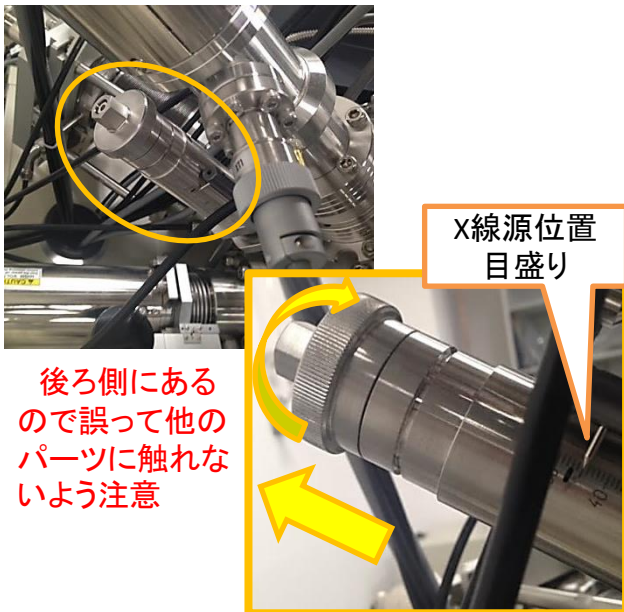
# モノクロX線の設定(利用時)

モノクロX線を利用する場合、「装置の立ち上げ」でモノクロX線を立ち上げ終わった後、他に行う事が3つあります



- 分光結晶の窓を開ける  
本体中央にある左画の切替器で、**bakingからmonochrome**を矢印に合わせる

ロックネジを緩めてから回して下さい



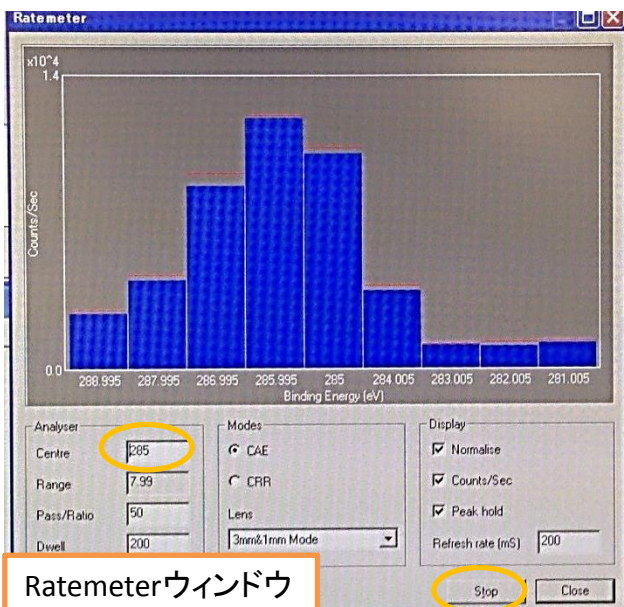
- X線源の位置を引かせる  
本体後ろにある左画のつまみを時計回りに回して、**X線源を適当なところまで後退させる**

測定後、必ず元の位置に戻して下さい

- RatemeterでZ軸の調整  
ステージTiltを $-10^\circ$ まで傾かせ、目的試料を分析位置に移動。  
**Acquire**→RatemeterでRatemeterウィンドウを立ち上げ、Centreに測定元素のメインピーク値を入力し、**Start**。ピークの強度がMaxになるステージZ軸の値を見つけ、その位置で測定作業orステージのメモリーに記憶させる

RatemeterのPass、Dwell、Refresh timeなどの値はZ移動によるピーク強度の増減が見やすいよう適宜変更して下さい

**XPS acquisition**ウィンドウを閉じないとRatemeterウィンドウは出てきません

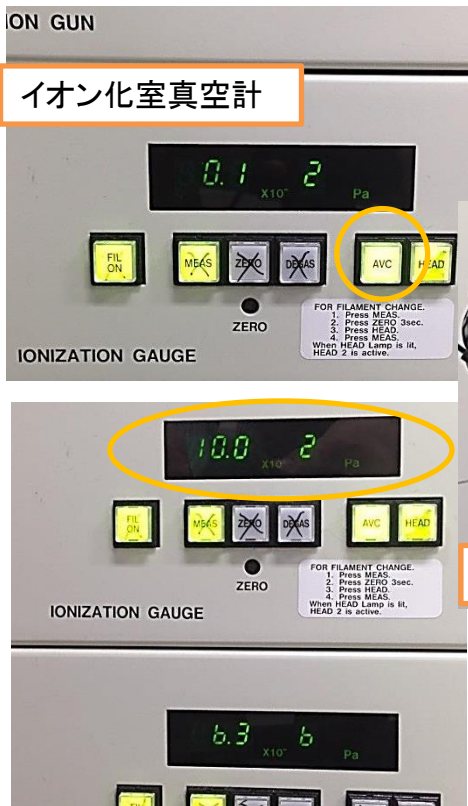


# Ar+エッチングの設定(利用時)

試料表面のコンタミネーションを削りたい場合、または深さ方向のプロファイルを取る場合にAr+イオンガンの設定をします

モニターの十字を中心に3×3mmの範囲でエッチング出来ます

Ar+イオンガンエッチングは表面の化学状態に影響を与える場合があります、エッチングを行いながら化学状態分析をする場合、エッチングによる影響について検証した方が良いでしょう



イオン化室真空計

試料導入後、分析室真空度が

$10.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下になるまで待ちます

真空度が悪い状態で以下の工程を行わないで下さい。放電して装置が落ちます

奥のバルブを回す



Arガスバルブ

イオン化室の真空計でAVCボタンを押します。左画のArガスバルブをゆっくり開きます。6時を指すマーカから反時計回りにおよそ一回転させます。イオン化室ガス圧が上がります

Arガスバルブを微調整し、 $10.0 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ぐらいで落ち着くようにします

$12.5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ を超えるとエラーになります。開け過ぎないように

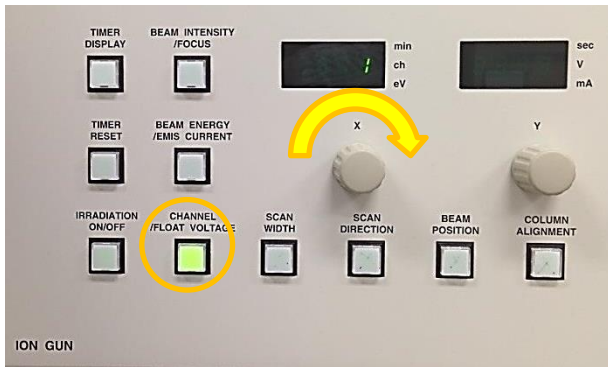
分析室の真空度も下がります。 $2.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ より劣化した場合はエッチングを中止してバルブを閉めてください



オートバルブコントローラー

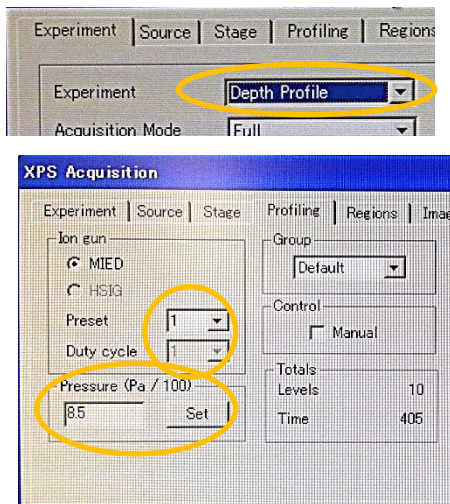
オートバルブコントローラーの電源をONにします。バルブが閉められ始め、イオン化室真空計の値が一旦下がります

# Ar+エッチングの設定(利用時)

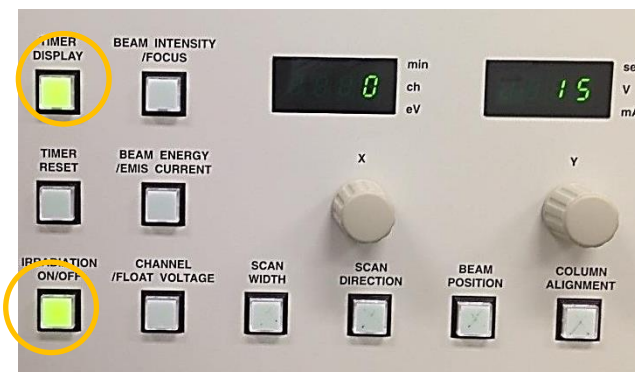


Channelボタンを押してXつまみを回し、エッチングの条件を選びます。条件は下表の通りです。Etching rateはSiO<sub>2</sub>で測定したものです。Ch4はモノクロX線測定の際にCh1と同じ条件でエッチング出来る仕様です

channel	Ch1	Ch2	Ch3	Ch4
Beam energy	3000eV	2000eV	1000eV	3000eV
Emis current	20mA	20mA	20mA	20mA
Etching rate	14.3nm/min	10.0nm/min	2.0nm/min	14.3nm/min



XPS AcquisitionのExperimentタブからExperimentを「Depth Profile」に切り替え、Profilingタブを選択します。Presetに使用するchannel番号、Pressureに「8.5」と入力し、Setをクリック。次第にガスバルブが緩み、ガス圧が $8.5 \times 10^{-2}$  Pa付近で落ち着けばAr+エッチングの準備は終了 (Depth profileの場合はここまでやる)

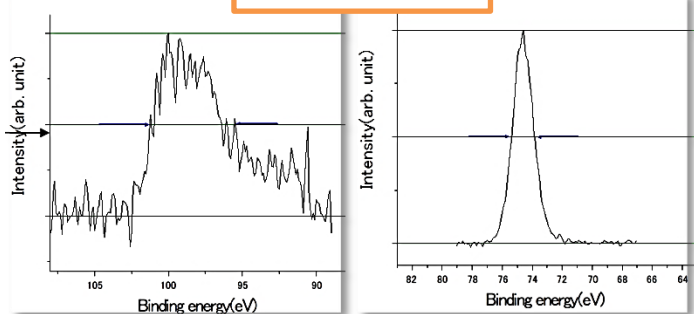


Irradiation ON/OFFボタンでエッチングを開始出来ます。Timer DisplayをONにするとエッチング経過時間がディスプレイに表示されます (Timer Resetを押すと時間がリセットされます)



# 中和電子銃の設定(利用時)

ガラスサンプル



中和銃未使用

中和銃使用

導電性のない試料の場合、光電子の放出によって試料表面に不均一な帯電が発生してしまうことがあります。結果としてエネルギー値や半値幅に影響を与えます

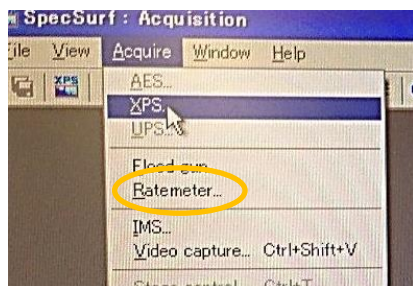
中和電子銃により、試料表面に電子を供給する事で帯電現象を緩和出来ます



## ・中和電子銃利用方法

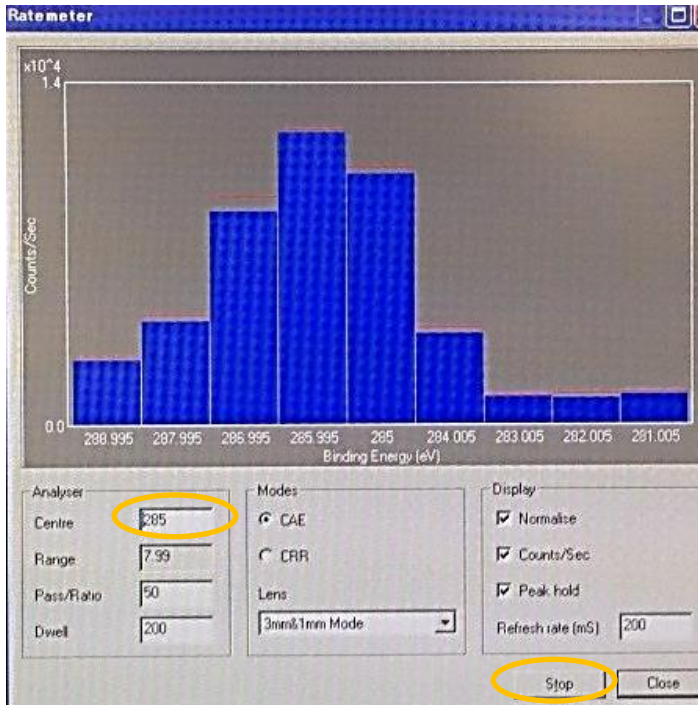
1. 中和電子銃ユニットの電源をON
2. SELボタンを押してADJUSTの項目をFIL.に切り替え、ADJつまみを回し、適当な電流値まで上げる
3. メニューのAcquireからRatometerを起動させる

次ページに続きます



XPS Acquisitionを開いてる場合は先に閉じる

# 中和電子銃の設定(利用時)



ピークCount数だけでなく、ピーク位置、ピーク半幅も正常な値になるような電圧値を見つける  
試料ごとに適当な電圧値を見つける

4. Centreに強度の高いピークのエネルギー値を入力。Pass、Dwell、Refresh timeはピーク形状が見やすくなるように適当な値に適宜変更
5. Startボタンを押し、各検出器のCount数を確認
6. Acc.VをON。SELボタンでADJUSTをAcc.Vに変更後、ADJつまみを回して電圧値を変化させながら、RatemeterでピークCount数が一番大きくなる電圧値を探す
7. 電圧値が見つかったらその値で固定、Ratemeterを閉じて通常通りの測定を行う



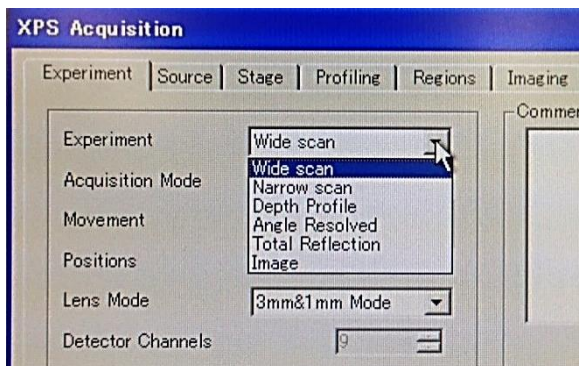
直流電源装置

## ・帯電試料用ホルダーを使っている場合

上記の電子銃設定を行う前に左図の電源を起動させてホルダーに電圧を印加させます

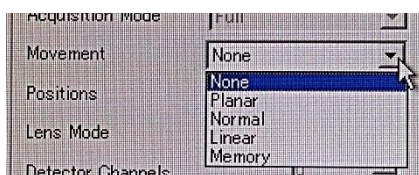
1. POWER ON
2. OUTPUT ON
3. CURRENTを微量流す
4. VOLTAGEを100.0Vに設定

# Wide scan



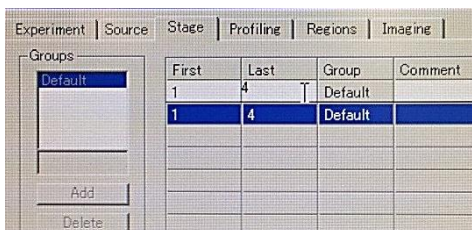
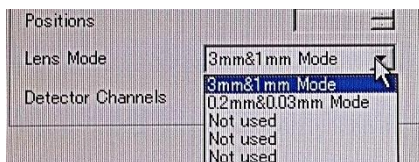
測定法は全部で6種類あります。  
どの測定を行う場合でもまずは  
**Wide scan**で測定しておくといいで  
しょう

**Experiment**で**Wide scan**を選択



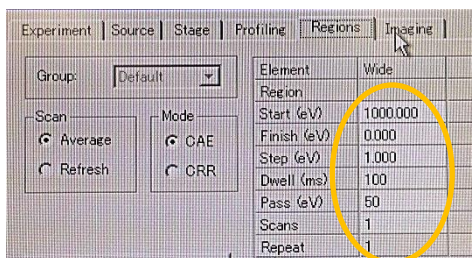
現在のステージ位置で測定する場合は  
**Movement**で**None**を選択、ステージコン  
トローラーのメモリー機能を使う場合は  
**Memory**を選択

**Lens Mode**に設定した測定範囲を選択

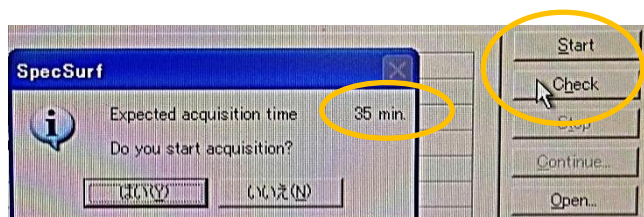


**Stage**タブで連続測定するメモリー番号の  
始めの番号(First)と終わりの番号(Last)を入  
力(Memory選択時)

**Regions**タブで**Wide scan**の各条件を設定



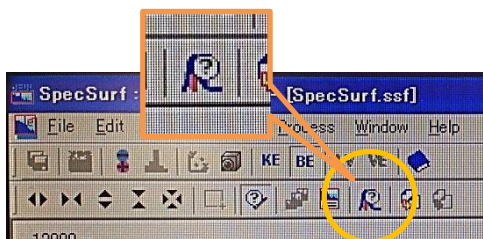
Pass(eV)はエネルギー分解能と強度に関わります。値を  
小さくすれば分解能が上がり、強度が下がります。大体  
5eV程が限界です。Step(eV)間隔はPass(eV)の1/100程に  
設定すると良いです。Scansは測定してみて調整します。  
ピークに対し、定性ならばバックグラウンドノイズの3倍、  
定量ならば10倍は強度が取れるように設定します。Scan  
回数のルートでバックグラウンドノイズは減少します(主に  
Narrow scan時に設定)



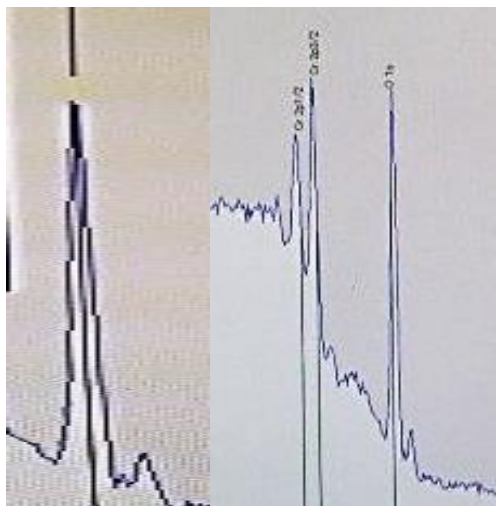
Startボタンで測定開始し  
ます。Checkボタンを押す  
と測定予測時間が表示さ  
れます



# Markerの付け方

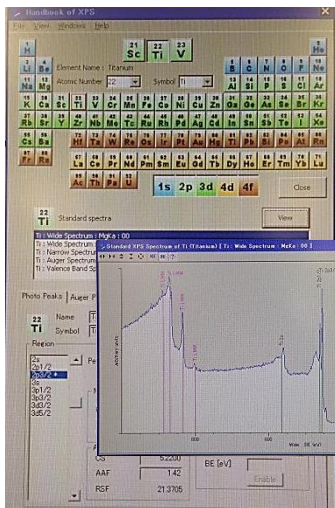
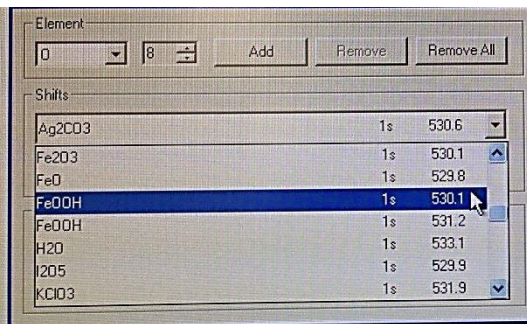
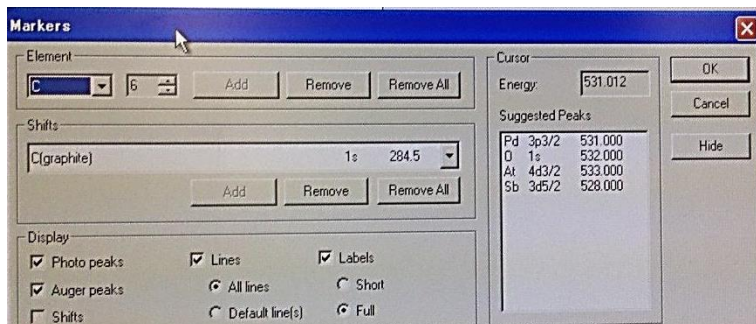


Wide scanを取ったらマーカーをつけてピークの同定をします。左画のアイコンをクリック



スペクトル上にラインが現れます。ピークにドラッグして当てるとSuggested Peaksに想定される元素一覧が表示されます。Elementから元素を選択してAddを押すと元素名がスタンプされます。元素によってはChemical Shiftの一覧も載っており、これもスタンプ出来ます。最後にOKをクリックするとスタンプが残ります

Displayのチェックボックスで表示を各種変更出来ます



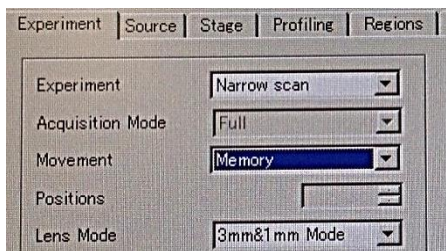
XPSハンドブックアイコンで標準試料のスペクトルを見る事が出来るので参考にして下さい

スペクトルにはピークではないものが良く映り込みます。間違って同定してしまわないように気をつけて下さい。サテライトピーク、オージェピーク、スピン軌道相互作用による分裂など

Mg-Kαだと730eV高いとこにO-Kα由来のスペクトルが、230eV低いとこにAl-Kα由来のスペクトル(ゴーストピーク)が重なる事があります

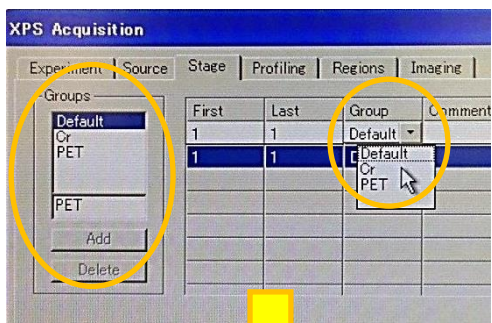
近くに置いた別試料のピークが映る事もあります

# Narrow scan



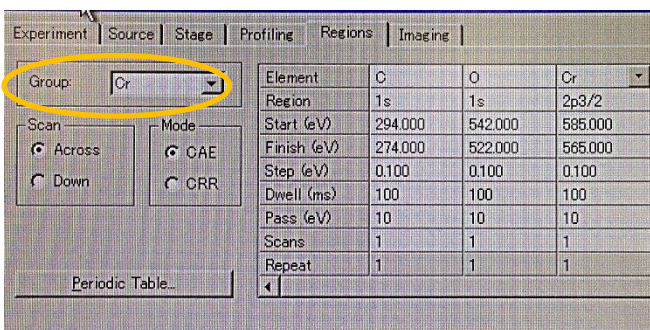
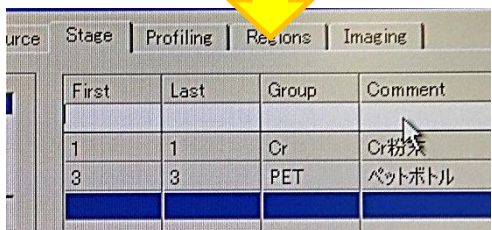
**Wide scan**後、定量や化学状態分析の為、分解能の高いモードで各元素のメインピーク付近のスペクトルを取得します。**Experiment**で**Narrow scan**を選択します

Movement, Lens Modeは「Wide scan」を参照  
Sourceタブは変更がなければそのまま



**Stage**タブでメモリー番号をセットします(Memory使用時、「Wide scan」参照)。試料によって測定内容が違う場合はここで試料のグループ化を行えます。**Groups**にグループ名を入力後**Add**をクリック。**First, Last**に1組の番号を入力し、**Group**から名前を選択します

Comment欄に情報を入れとくと便利です。  
左画はメモリーNo.1がCrグループ、No.3がPETグループと登録され、1と3だけスキャンを行います



**Regions**タブで**Group**を選択し、測定する元素を選択します

**Wide scan**スペクトルを開き、左画のアイコンをクリックすると、スペクトル上にStartライン(緑)とFinishライン(赤)が表示されます。ピークに合わせてライン位置を調整すると、測定範囲の条件に反映されます

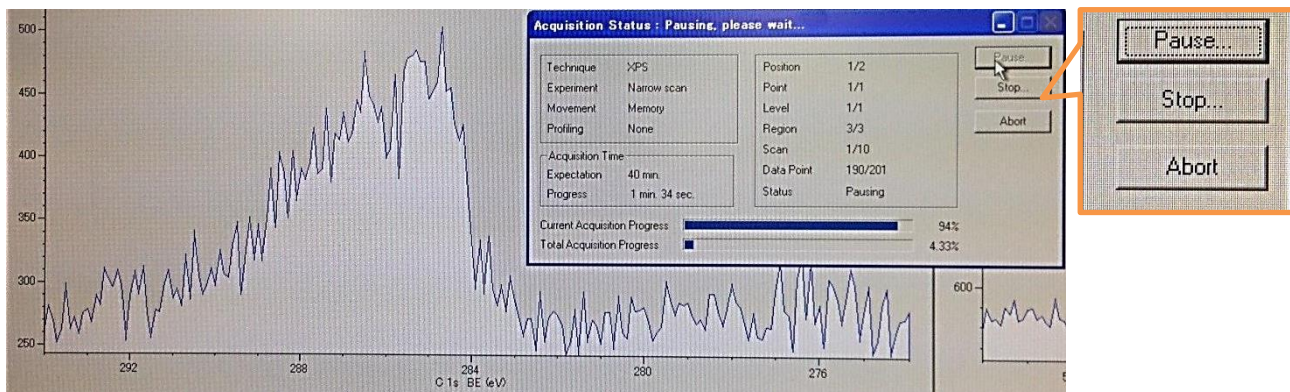
全てのWide scanで確認しましょう



残りの項目も適当に設定します(特にScan回数、「Wide scan参照」)



# Narrow scan



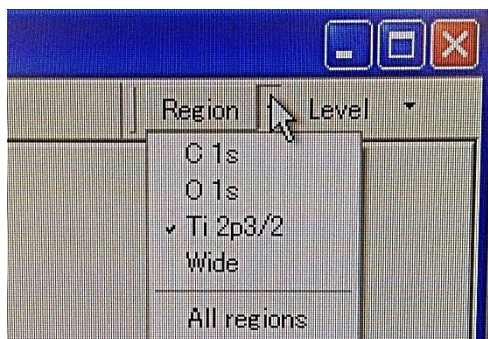
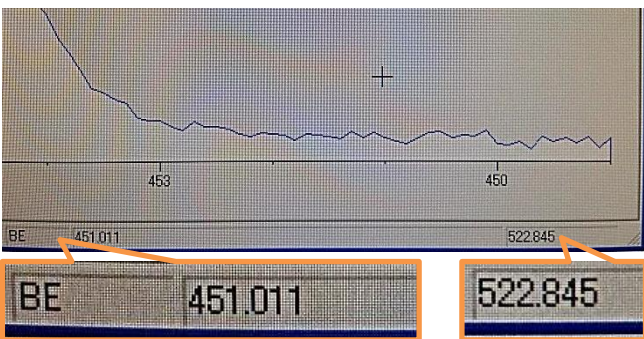
Element	C	O	Cr
Region	1s	1s	2p3/2
Start (eV)	294.000	542.000	585.000
Finish (eV)	274.000	522.000	565.000
Step (eV)	0.100	0.100	0.100
Dwell (ms)	100	100	100
Pass (s)	10	10	10
Scans	10	10	10
Repeat	1	1	1

測定中、経過をAcquisition Statusで確認出来ます。Pauseを押すとscan1巡後に測定が中断され、左画のようにScans回数だけ変更出来るようになります。変更後Continueをクリックすると測定が再開されます

Stopを押すとscan1巡後で測定終了になります  
Abortは強制終了

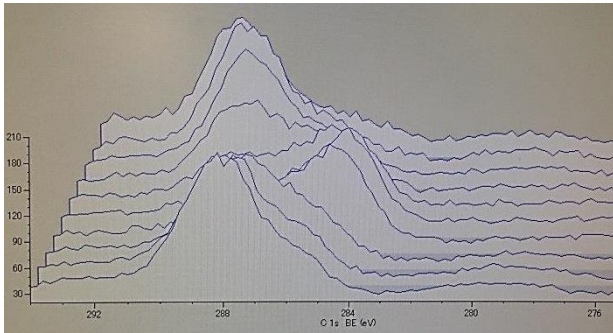
・スペクトルウィンドウについて  
カーソルをスペクトル上にやるとウィンドウ右下にエネルギー位置と強度が表示されます  
一度の測定で得たスペクトルは一つのウィンドウに格納されています。各sample、各Region、各Levelはウィンドウ右上のメニューから表示を変更出来ます  
データのSave, Openなどもウィンドウ単位になります

Memory番号、出力したデータの表記番号が1番からに対し、sample番号が020番から付けられます





# Depth Profile

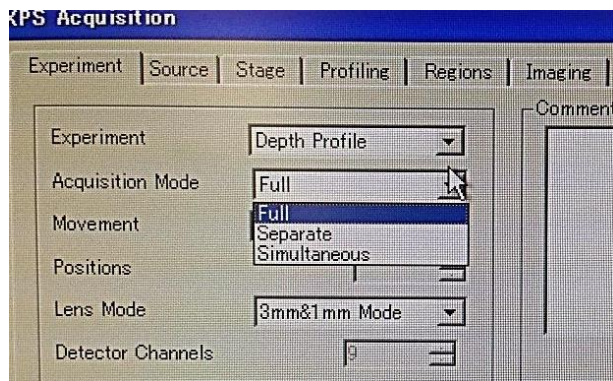


Depth ProfileではAr+エッチングと測定を交互に繰り返す事によって、試料の深さ方向のプロファイルを取得出来ます

ExperimentでDepth Profileを選択し、イオンガンのガス圧調整を行う(「Ar+エッチングの調整」を参照)

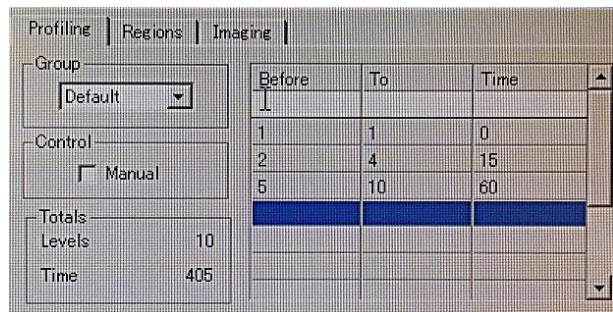
Acquisition ModeでFullを選択

Separate(PB別法)とSimultaneous(PB同時法)を選択するとPeakとBackgroundのエネルギー位置を指定してその差分強度だけを取得します。スペクトルを取得しない分高速で測定が出来ます。元素のピーク強度プロファイルだけ取れば良い場合に使えます(「Image & Linescan」参照)



Profilingタブでエッチング時間の設定を行います

左画では1回目(levelという単位)の測定前に0秒、2回目~4回目の測定前に各15秒、5回目~10回目の測定前に各60秒ずつエッチングを行うようになっています



あとの設定は「Narrow scan」と同様です。補足として、

- ・ガス圧の設定を行ってからガス圧が上がるのを待って測定を始める
- ・SourceタブではStatusでAutomatic OFFを推奨
- ・アトミックミキシング、選択スパッタリング等を考慮した解析が必要な場合があります

# Angle Resolved



Angle ResolvedではステージのTiltをアナライザー軸に対して徐々に傾けながらスペクトルを取得して、非破壊で試料の深さ方向のプロファイルを取得出来ます

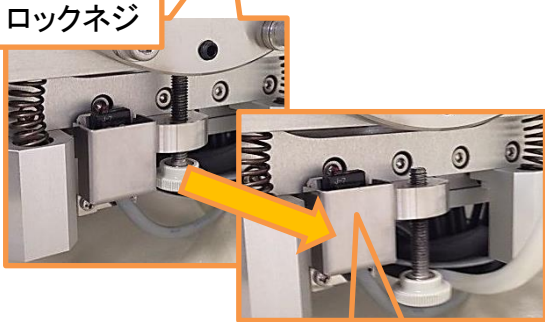
最大80°まで傾けられるので平均分析深さ6nmから1nmぐらいまでのプロファイルを取得出来ます

ステージを大きく動かす分析なので十分に気を付けて下さい。事前にスタッフにご相談下さい  
分析後は必ずハード・ソフト共に設定を元に戻して下さい

磁場レンズステージ



ロックネジ



スイッチ



## ・XPS本体での設定

試料を分析室に導入。傾けるので必ずホルダーに試料を固定する事

磁場レンズステージのロックネジをある程度緩め、 $Z=18.45$ から $Z=7.25$ 付近までステージを下げる。下部にあるスイッチが押されるのを確認する(小さくカチッと音がします。そのままステージを下げ続けるとスイッチが壊れるので注意)

下げたロックネジを締める方に回してステージを固定



# Angle Resolved

## Spec Surfでの設定

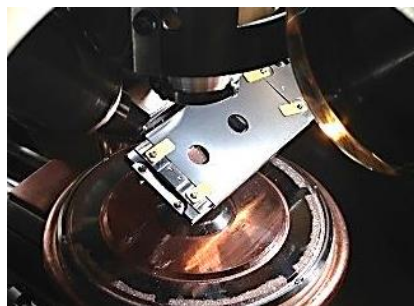
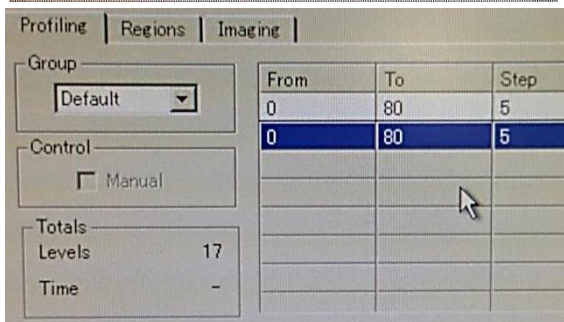
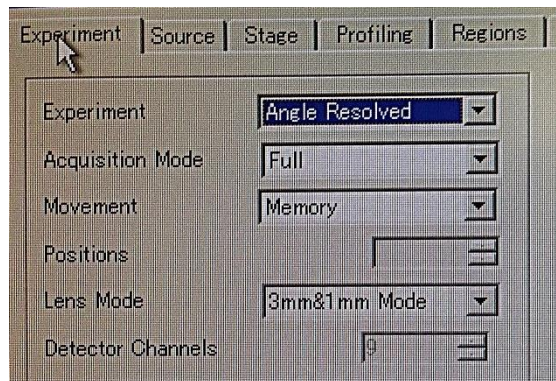
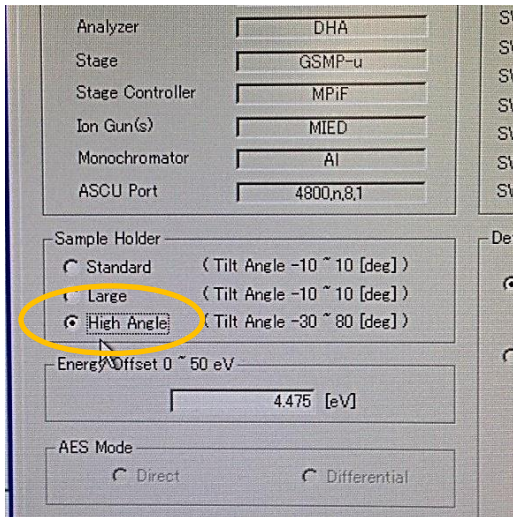
View→ConfigurationからSystem Configurationダイアログを立ち上げて、Sample HolderでHigh Angleを選択します

Tiltを $-30^{\circ}$  から $80^{\circ}$  まで動かせるようになります。以降、十分に注意してステージ操作して下さい

ExperimentタブでAngle Resolvedを選択し、Profilingタブでステージの傾ける角度の設定を行います。左画の設定だと $0^{\circ}$  から $80^{\circ}$  まで $5^{\circ}$  ずつ傾けながら各レベルのスペクトルを取得します。マイナス側へは $10^{\circ}$  以上傾けるのは禁止

残りの設定は「Wide Scan」、「Narrow Scan」を参照

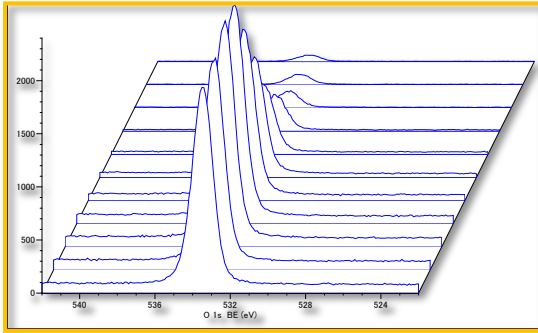
ホルダーがX線源にぶつかりそうな場合はX線源の位置を引く  
(「モノクロX線の設定」参照)



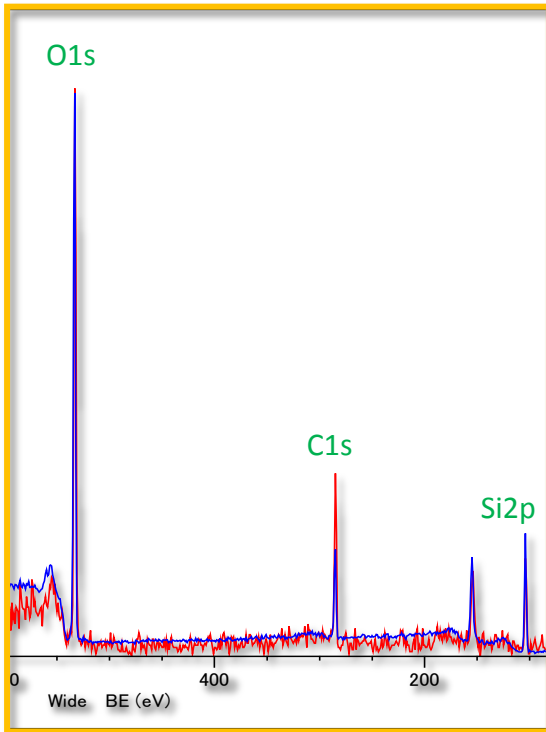
←マイナス方向に傾けるとX線源にぶつかる恐れがあるので、基本禁止です。スタッフにご相談下さい



# Total Reflection



工程3を飛ばしてもそんなに問題ありません



青:通常測定 赤:全反射X線測定  
BackgroundでGainを合わせると、コンタミネーションのCのピーク強度が2倍ほど大きくなっているのが分かる

Total ReflectionではモノクロX線を使用し、X線の全反射が起こるようステージの位置関係を調整する事で通常の測定深さから約2/3浅く、またS/N比良くスペクトルを取得出来ます。主に試料表面の汚染物質の評価に利用出来ます

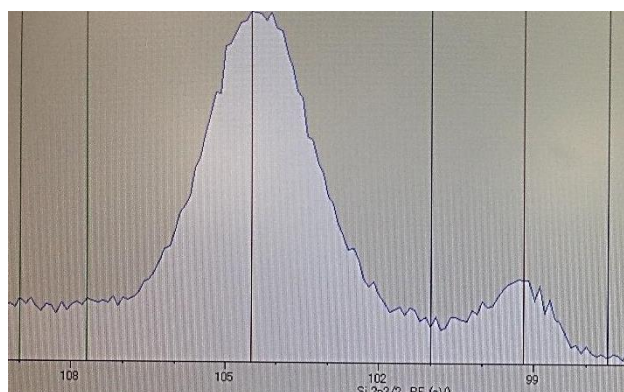
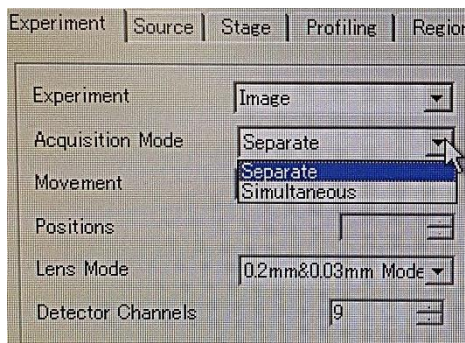
平滑な表面を持つ試料(Siウエハーなど)でなければ測定出来ません

## ・Total Reflection測定方法

1. 試料表面がステージと平行になるようホルダーに設置、試料導入
2. モノクロX線を立ち上げ、Ratemeterで試料の光電子スペクトルを確認しながらZ位置を調整します(「モノクロX線の設定」参照)
3. ExperimentでTotal Reflectionを選び、Tiltを $-10^{\circ}$  から $-5^{\circ}$  まで $0.2^{\circ}$  ずつ傾けて適当にスペクトルを取得、S/N比の傾向を確認
4.  $-4^{\circ}$  から $-1^{\circ}$  まで $1^{\circ}$  ずつRatemeterでスペクトルを確認しながら、強度が出るよう再度Zの調整(追い込み)をします
5. Zの調整が終われば $-1^{\circ}$  でスペクトル測定を行います

試料やホルダーが少し傾いていると $-1^{\circ}$  で測定出来ません。S/N比が良い適当な傾きをRatemeterで見つけて測定を行って下さい

# Image & Linescan



Element	Si	Si
Region	2p3/2	2p3/2
Peak	104.500	99.200
Bk1	101.000	97.600
Bk2	107.700	109.000
Dwell (ms)	100	100
Pass (eV)	10	10
Scans	1	1
Repeat	1	1

Channel	Energy	Setting
1	106.498	Background
2	105.885	Peak
3	105.272	Peak
4	104.659	Peak
5	104.049	Peak
6	103.439	Peak
7	102.826	Peak
8	102.213	Peak
9	101.600	Background

Imageでは最大 $5.0 \times 1.8\text{cm}$ の元素マッピング像を取得出来ます。ケミカルシフトを利用して化学状態の違う元素のマッピングも可能

まず事前に取りたい元素のNarrow scanを取得しておきます

ExperimentでImageを選択し、Acquisition ModeでSeparate(PB別法、設定が楽)かSimultaneous(PB同時法、測定が速い)を選択します

## Separate(PB別法)

Regionsタブで取得したNarrow scanのスペクトルを元に、Peak、Bk1、Bk2の値を設定します

Bk1は低エネルギー側バックグラウンド、Bk2は高エネルギー側バックグラウンドに合わせます。ここではSiO<sub>2</sub>由来のSiピークとmetal-Si由来のSiピークに対してPeak, Bk1, Bk2を設定しています

## Simultaneous(PB同時法)

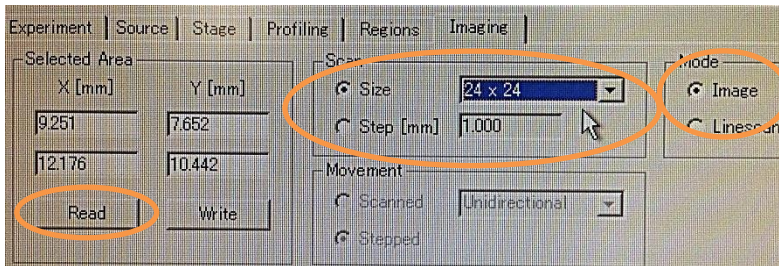
Channels欄をクリックし、各Channel(検出器)で取得する強度をBackgroundにするかPeakにするか選択します。Range値(全検出器で測定出来るエネルギー幅)が測定したい元素の高エネルギー側Background, Peak, 低エネルギー側Backgroundを抑え込めるようにPass値を適当に変更します



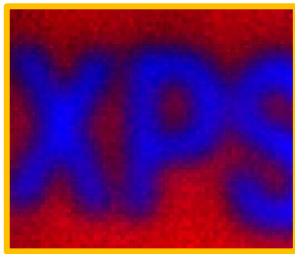
# Image & Linescan



ステージコントローラーでimage像を取得したい試料の範囲の、左上のステージ位置をmemoryNo.1に、右下のステージ位置をmemoryNo.2に記録させます



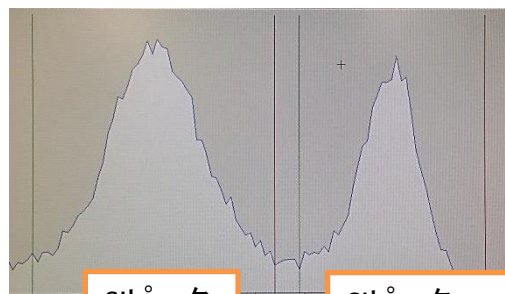
ImageタブでReadボタンをクリックし、メモリー位置を読み込みます。ScanではSizeかStepか選択し、像の解像度を決定します。ModeではImageを選択します



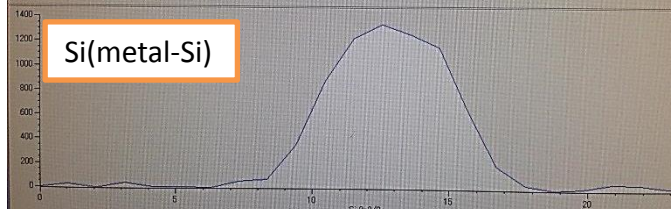
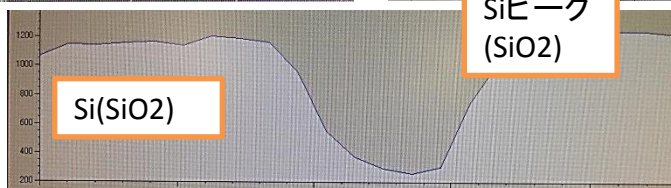
←マッピング結果の各元素の画像を色分けして重ねる事も出来ます

左図は赤:Si 青:Auの広域マッピング結果です

Element	Si	Si
Region	2p3/2	2p3/2
Centre	104.049	99.200
Range	4.898	3.803
Channels...	Default ...	Default ...
Dwell (ms)	200	200
Pass (eV)	30.65	23.8
Scans	1	1
Repeat	1	1



ModeでLinescanを選ぶとNo.1からNo.2の位置までの線分析を行います



←Simultaneous(PB同時法)でのLinescan結果

Siウェハールの真ん中をAr+エッチングしたもの



# データの基本的な処理

測定したスペクトルデータは全て自動で日付・測定法・線源で名前が記されてAuto Storageフォルダに保存されます

File→OpenからAuto Storageフォルダを選択し、データを選択するとウィンドウ下部にデータの詳細が表示されます

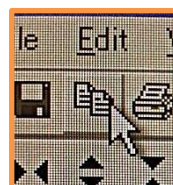
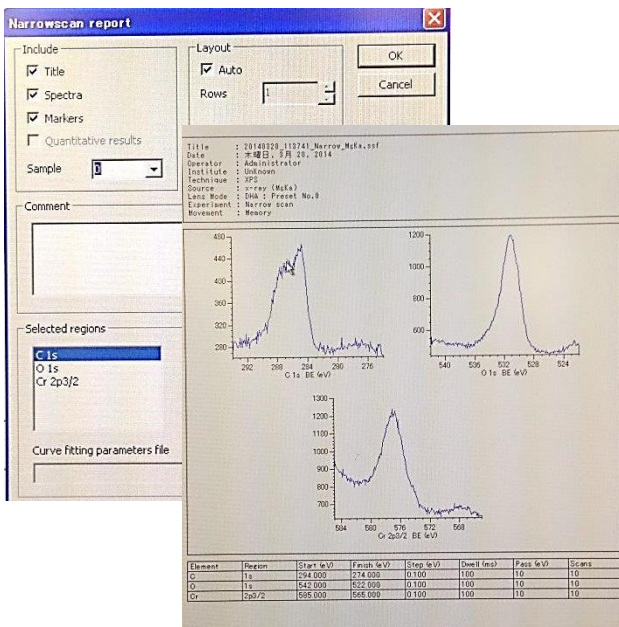
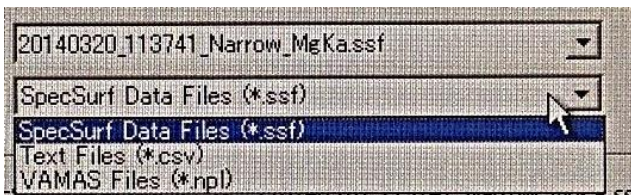
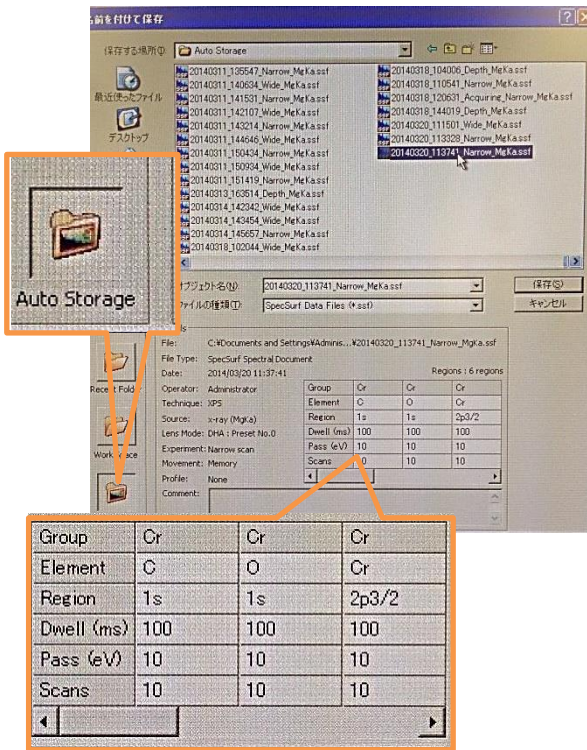
スペクトルを別の形式で保存する場合はFile→Save asでファイルの種類を選択して下さい

テキストファイルとVAMASファイルで出力出来ます

File→Reportでスペクトルをレポート形式で画像として出力出来ます。スペクトルウィンドウ上でコピーをクリックして画像として貼り付ける事も出来ます

データをXPS-PC上で個別に管理しておきたい場合はデスクトップにある「Spec surf測定データ」フォルダ下に研究室単位でまとめて保存するようにして下さい

基本的にデータの管理は各自で行って下さい。データ保存については保障しません



# 終了の手続き

まず初めに、下記ケースに応じて終了手順を進めて下さい  
順番を必ず守って下さい

## ・帯電試料用ホルダーを使用した場合

電圧・電流値を0にする

OUTPUT OFF

POWER OFF

## ・中和電子銃を使用した場合

電圧・電流値を0にする

Acc.V OFF

電源 OFF

## ・Ar+イオンガンを使用した場合

オートバルブコントローラー OFF

3分待つ

Arガスバルブを時計回りに一回転分閉める

イオン化室真空計のAVC OFF

## ・Angle Resolved測定を行った場合

ステージを試料交換位置に移動

X線源の位置を元に戻す(ずらした場合)

磁場レンズのZ軸をZ=18.45に戻し、ロックネジを締める

Configurationダイアログのholder設定をStandardに戻す

## ・モノクロX線を使用した(Total Reflection測定を行った)場合

ステージを試料交換位置に移動

X線源の位置を元に戻す

分光結晶の窓を閉め(Bakingに合わせる)、ロックネジを締める

次ページの「X線源を落とす」作業後、15分経過したらMONO/STDボタンを押してSTDに戻す

# 終了の手続き

全ての測定で共通の手続きです。**順番を必ず守って下さい**

## ・X線源を落とす

Auto/ManuボタンでManualに変更  
X-RAYの電流を最小値に、電圧を最小値にする  
X-RAY電源をOFF  
Displayの表示をFILAMENT POWERに変更  
FILAMENTのADJつまみを回して電流を0にする  
FILAMENT電源をOFF

## ・試料の取り出し

ステージコントローラーのP/MボタンでMEMORY表示に変更  
UP,DOWNボタンでNo.SEを表示させる  
MOVEボタンを押し、試料交換位置へ移動  
V1ボタンを押し、V1バルブを開ける  
試料交換棒の黒いリングをOPENの状態にして前方に押し出す  
黒いリングを回してCLOSEにする  
黒いリングを一番後方まで引き、試料を試料交換室に回収  
V1ボタンを再度押し、V1バルブを閉める  
試料交換室のロックを開ける  
VENTボタンを押し、交換室を大気に開放  
黒いリングを回してOPENにして、ホルダーを回収  
試料交換室のロックして、VENTボタンを押し、真空に引く

## ・XPS装置本体の終了

アナライザー電源 HTをOFF  
X線源を落としてから15分経過後、(モノクロX線利用時、MONO/STDをSTDに切り替えてから)X-R、SPECボタンをOFF  
冷却器の電源をOFF  
カメラ、カメラモニタ、ステージランプをOFF

## ・その他の作業

研究室USBメモリで測定データを解析用PCに移動  
Spec Surfを終了後、PCシャットダウン、ディスプレイOFF  
ホルダーから試料を回収、ホルダーは洗浄後、真空デシケーターに入れて真空を引く。作業台を片付ける  
分析室真空度をチェック、終了時間と共に使用記録簿に記入  
他の装置使用者などがいない場合は研究室の照明を落とし、施錠を行う