



全学共同利用施設

光電子分光分析研究室

施設利用案内

施設運営

研究室スタッフ

責任者	工学研究院 材料科学部門 マテリアル設計分野 先進材料ハイブリッド工学研究室 准教授 坂入 正敏
技術職員	鈴木 啓太

研究室運営委員会

運営委員長	工学研究院	坂入 正敏
運営委員	工学研究院	荒井 正彦 石政 勉
	理学研究院	保田 諭
	医学研究科	佐邊 壽孝
	歯学研究科	赤坂 司
	農学研究院	森 春英
	獣医学研究科	佐藤 耕太
	電子科学研究所	上野 貴生
	遺伝子病制御研究所	和田 はるか
	触媒化学研究センター	高草木 達

研究設備

固体材料の表面観察・表面分析・化学状態分析 を主とした装置が稼働しています



XPS(JPS-9200)
X線光電子分光装置

試料最表面の元素分析
化学状態分析
絶縁物分析
深さ方向分析
モノクロX線



AES(JAMP-9500F)
オージェマイクロプローブ

SEM・BEI観察
試料最表面の元素分析
化学状態分析
マッピング分析
EBSD

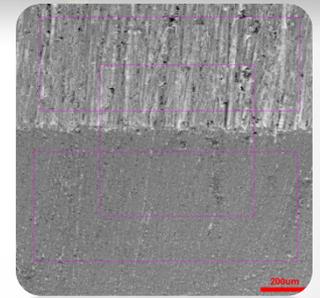
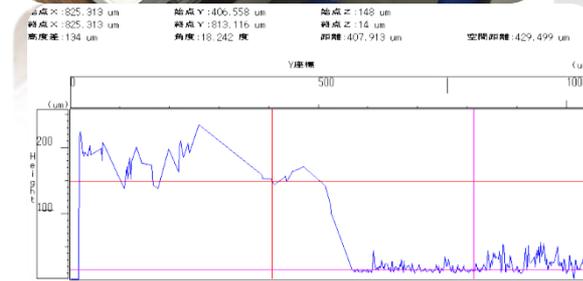
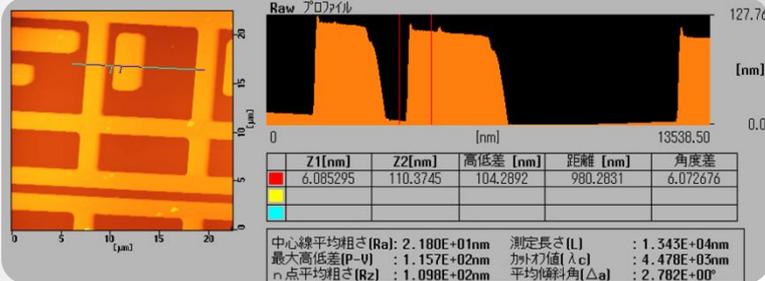
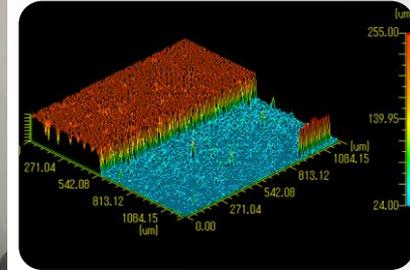
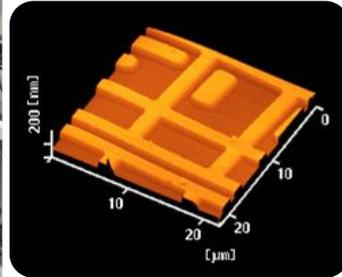


LV-SEM(JSM-6540LA)
走査型電子顕微鏡

SEM・BEI観察
低真空モード
EDS元素分析
簡易操作

研究設備

4月からAFM・LSCMの運用開始しました



AFM(SPA-400)

原子間力顕微鏡

ナノメートルオーダーで試料表面の凹凸形状を評価。AFM・DFMで測定可
断面プロファイル、3次元表示
表面粗さ解析、粒子解析
摩擦像・電流像の測定

LSCM(1LM21D)

共焦点レーザー走査顕微鏡

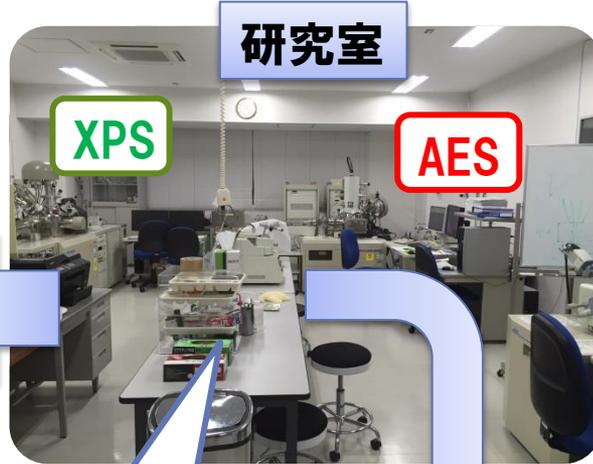
マイクロメートルオーダーで試料表面の凹凸形状を評価
倍率1000倍まで光顕観察可
FSM画像、2次元Z画像、3次元表示、
表面粗さ解析、粒子解析、ピッチ解析

研究設備

試料作製・前処理装置



解析用PCコーナー
(AES・EBSD・XPS・EDS)



試料準備台



真空加熱脱泡装置

デジタル温調器付き真空装置
樹脂埋めの際の脱泡処理に

実体顕微鏡

デジタルカメラ搭載
画像取込可

CP(SM-09010)

クロスセクションポリッシャ

Ar⁺イオンビームを照射し、様々なサンプルで良質な断面を作成可能。SEM断面観察やEPMA・EBSD・AES分析の前処理に

研究設備

試料作製・前処理装置



研究室
入口

談話スペース



研磨
切断機

ホットスターラー
& 電子天秤



グローブボックス

超純水
装置



AFM

LSCM



恒温乾燥器

油圧
プレス

ファインコータ

Au/Agコーティ
ング可能
試料の導電性処
理などに



ドラフト&
超音波洗浄器



ハンディラップ

平行平板研磨
TEM・SEM用
薄片試料作製
CPの予備研磨

自動研磨機

樹脂包埋試料
を4つまで同時
に自動研磨・
琢磨可能
冷間埋込樹脂
も用意あり



装置利用料

光電子分光分析研究室利用細則 及び 国立大学法人北海道大学ナノテクノロジープラットフォーム事業による設備利用規程

設備	型式	ナノテクプラットフォーム料金					一般料金
		装置利用料(1時間当り)			技術代行料(1時間当り)		装置利用料(1時間当り)
		学内利用者	学外利用者	学外利用者 初回講習料	学内利用者	学外利用者	学内利用者
X線光電子分光装置 (XPS)	JPS-9200	¥1,100	¥5,500(企業) ¥1,700(大学)	¥28,000/1回	¥4,600	¥9,000(企業) ¥5,200(大学)	¥1,500
オージェマイクロ プローブ(AES)	JAMP-9500F	¥1,400	¥8,100(企業) ¥2,300(大学)	¥28,000/1回	¥4,900	¥11,600(企業) ¥5,800(大学)	¥1,800
走査型電子顕微鏡 (LV-SEM)	JSM-6510LA	¥500					¥700
クロスセクション ポリッシャ(CP)	SM-09010	¥300					¥500
原子間力顕微鏡 (AFM)	SPA-400	¥100					¥100
共焦点レーザー走査 顕微鏡(LSCM)	1LM21D	¥100					¥100

- 上記利用料は時間単位で算定されます
- 測定時間ではなく、装置占有時間(装置予約時間)で算定されます
- 本年度、微細構造解析プラットフォーム申請書を提出し、当事業の支援を受けられる利用者についてはナノテクプラットフォーム料金が適用されます
- LV-SEM・CPのナノテクプラットフォーム料金は、申請書を提出し、かつ当研究室ナノテク支援装置であるXPS・AESを利用された方にのみ適用されます

施設の利用方法

初めて装置を利用される方へ



施設スタッフに分析相談

ユーザー登録&装置予約

装置初回講習

装置予約 ↔ 装置利用

装置使用料のお知らせ

研究業績ご連絡 ナノテク報告書

XPS_123456

当研究室専用のユーザー管理番号予約時に入力が必要
初回講習設定時にお知らせ
他人のユーザー番号は使用しない

HNPA16_999

ナノテクプラットフォーム事業の支援を受けた利用の場合、
ナノテク課題番号を入力
→ナノテクユーザー料金を適用

装置予約のルール

- ✓ 必ず使用する前に予約を取る
- ✓ 使用しなくなった場合、予約を事前にキャンセル。予約を押えたままだと使用料発生

研究室利用のルール

- ✓ データ管理は各自の責任で行う
- ✓ 飲食・土足厳禁、装置PCにUSB直刺し厳禁

装置使用のルール

- ✓ 使用記録簿を忘れず記入
- ✓ 汚したものは必ず洗浄
- ✓ 各装置のマニュアルに書かれた事項を順守

研究室からのお願い

論文投稿・学会発表等の成果について、
スタッフにご連絡下さい

場所・お問い合わせ先



Access:

フロンティア応用科学研究棟 1F
1-03 先端共通機器室内



Contact: 技術職員 鈴木啓太

Tel/Fax: 011-706-6882

E-mail: suzuki-k@eng.hokudai.ac.jp

Website address:

<http://labs.eng.hokudai.ac.jp/labo/HUXPSLab/>

XPS (JEOL JPS-9200)

XPSの特徴

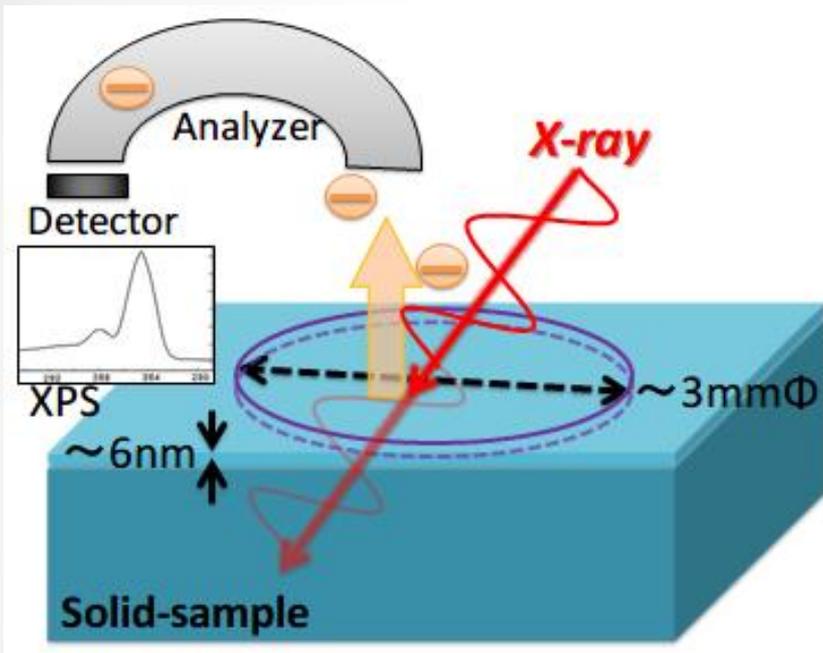
- 試料最表面(深さ~6nm)の元素分析、化学状態分析
- 有機物など絶縁物は中和電子を照射して分析可能
- He以降の全元素を検出、軽元素検出が得意
- Ar+イオンエッチングorステージ角度調整による深さ方向分析
- 最大20点まで測定位置をインプット。試料自動送りが可能
- ツインアノードX線源(Mg/Al)、モノクロX線源を装備



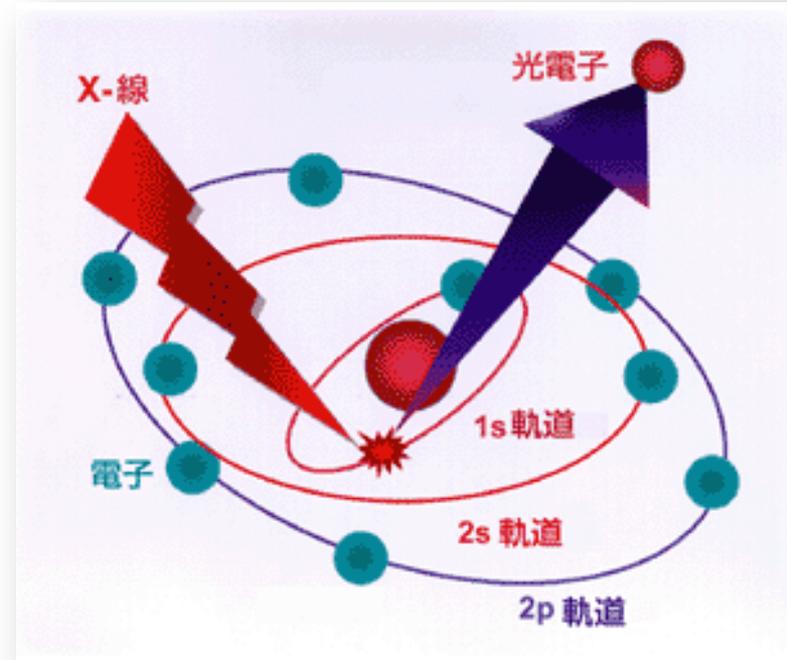
主なスペック

最大分解能	0.65eV(単色化X線源)
分析領域	3mmφ~30μmφ
エネルギー掃引	0~1480eV
最大試料搭載サイズ	90mmΦ、厚さ1.5mm
分析室真空到達度	7×10^{-8} Pa
エッチングレート	10.0nm/min(SiO ₂)

XPSの原理



試料表面にMg/Al線源のX線を照射
深さ数nmから放出された光電子を
半球型アナライザによって分光

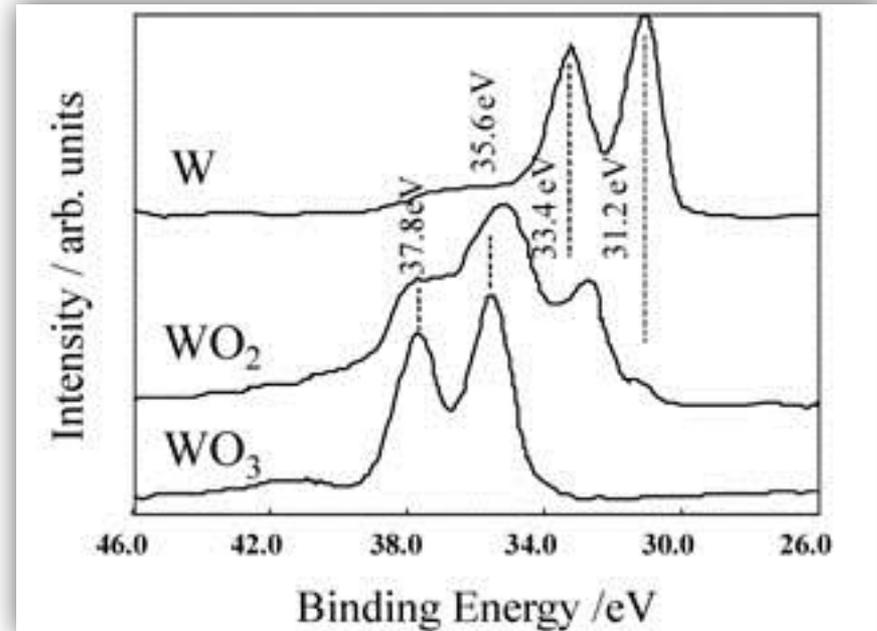
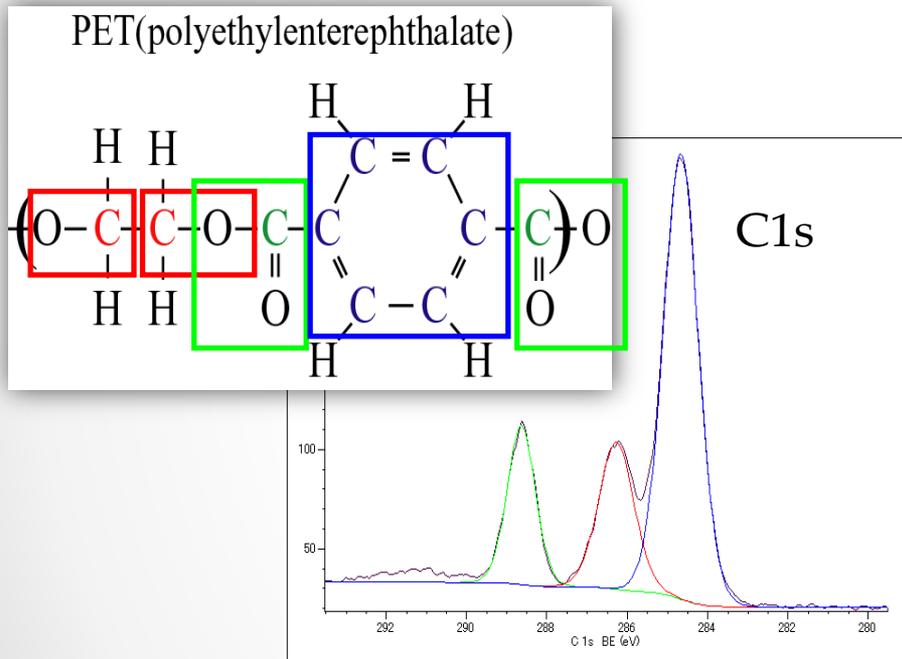


$$E_{kin} = h\nu - E_B - \Phi$$

飛び出した電子は各軌道の束縛エネルギーに応じた運動エネルギーを持つ

XPS分析事例

PET試料、W試料のナローズキャン



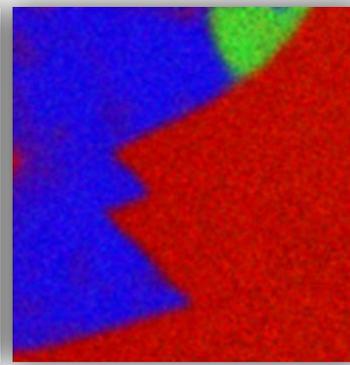
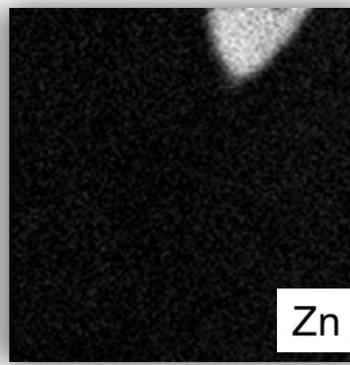
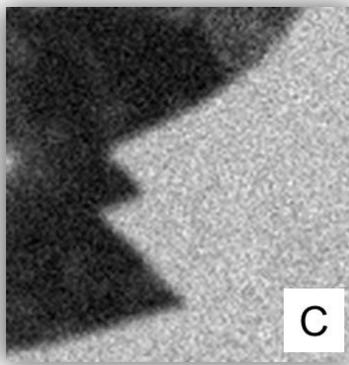
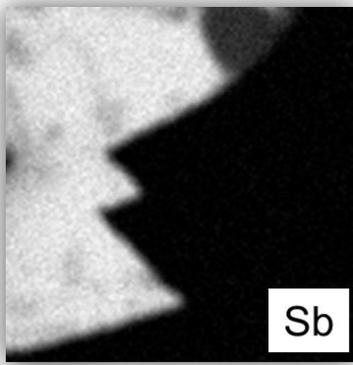
化学状態の違いがピーク位置の違いに現れます
波形分離を適切に行う事で化学状態別の定量評価も可能

XPS (JEOL JPS-9200)

XPS分析事例

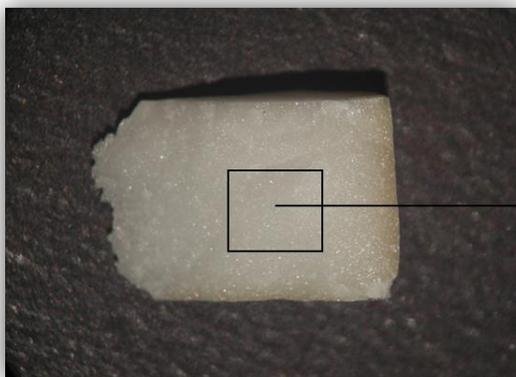
DVDの元素マッピング

mmオーダーの広域マッピングが可能

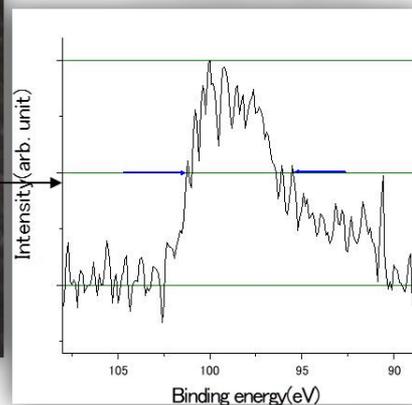


中和電子銃を使用した絶縁物測定

電子を打ち込む事で帯電現象を緩和、正常なスペクトルを得る

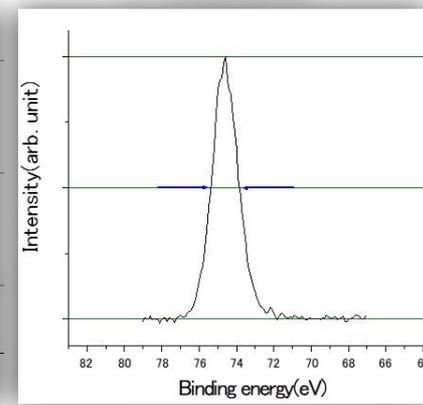


中和銃未使用



半値幅 5.3eV

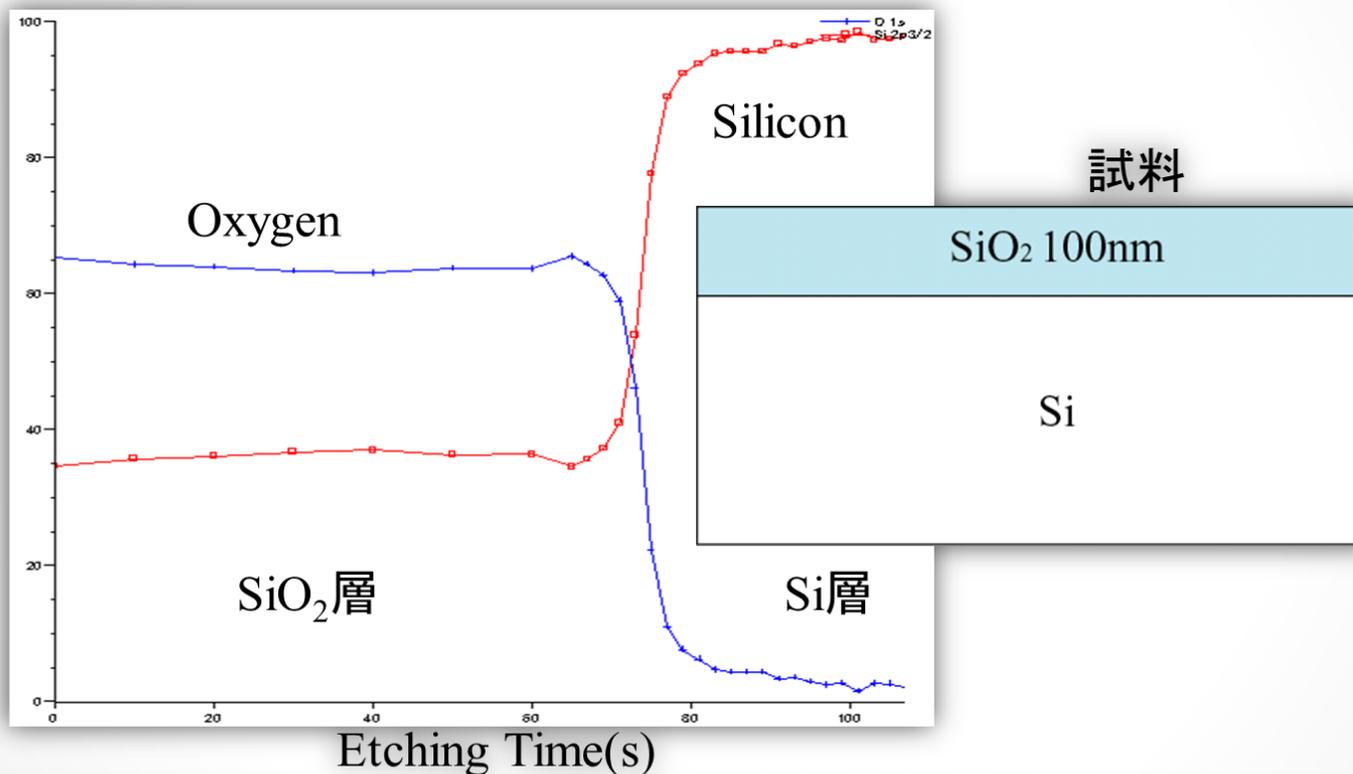
中和銃使用



半値幅 1.62eV

XPS分析事例

Ar+イオンガンを利用した深さ方向分析



相対感度因子を用いてスペクトル強度を原子濃度に置き換えプロファイルを描いたもの

3mm角の領域をAr+エッチング可能

AES (JEOL JAMP-9500F)

AESの特徴

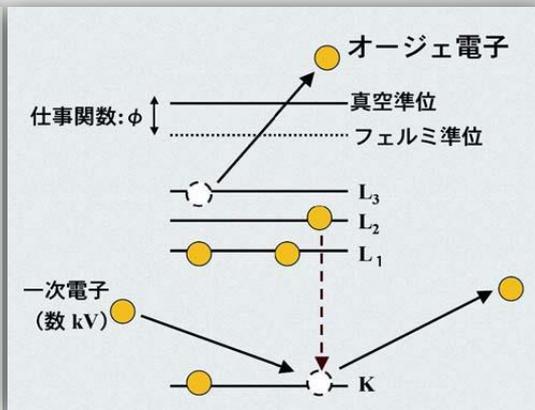
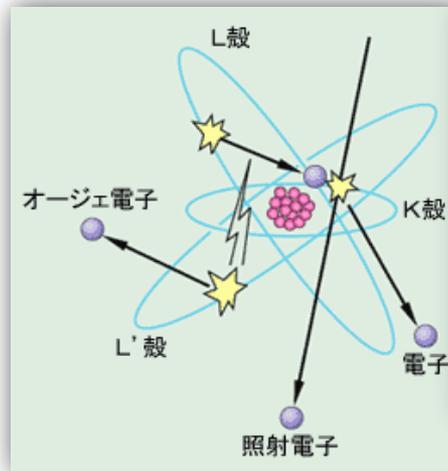
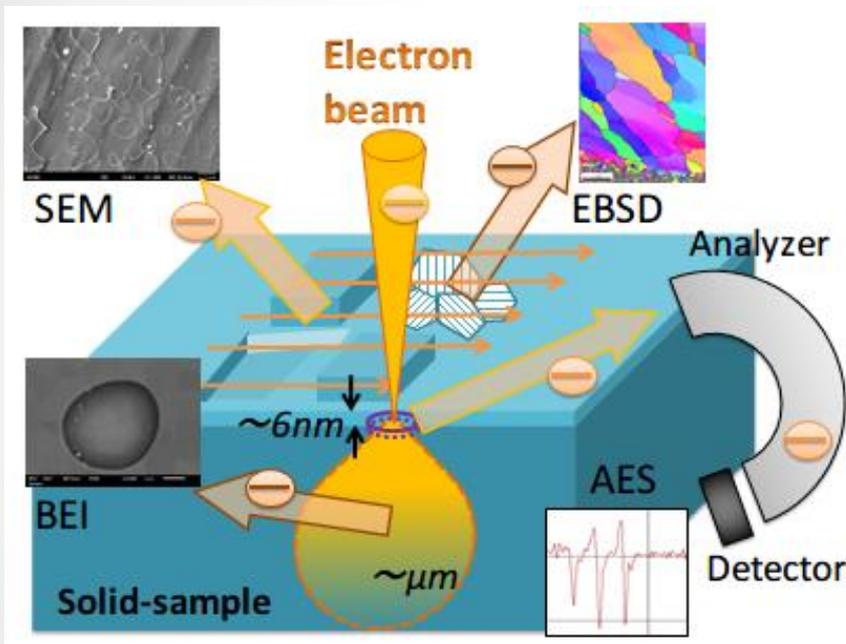
- 試料最表面(深さ~6nm)の微小領域(約10nm)元素分析、化学状態分析
- FE-SEMでのSEI・BEI試料観察
- 中和電子銃による帯電緩和
- He以降の全元素を検出、遷移金属の分析が得意
- Ar⁺イオンエッチングによる深さ方向分析
- EBSD測定及び結晶方位解析が可能



主なスペック

加速電圧	0.5~30kV
プローブ電流量	$10^{-11} \sim 2 \times 10^{-7} \text{ A}$
二次電子像分解能	3nm
オージェ分析 空間分解能	8nm
エネルギー分解能	0.05~0.5%
最大試料サイズ	20mmΦ×5mmH

AESの原理



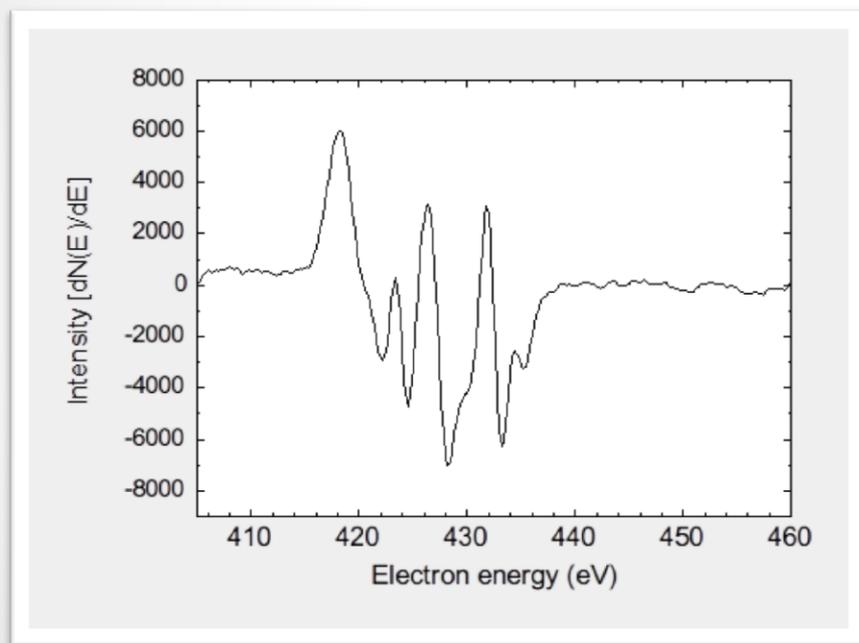
$$E_A = E_K - E_{L1} - E_{L2} - \Phi$$

試料に電子線照射
 深さ数nmから放出されたオージェ電子を半球型アナライザによって分光

照射電子による軌道の空孔、電子の遷移
 準位間のエネルギー差を他の電子が受け取り、
 原子外へ飛び出す→オージェ遷移

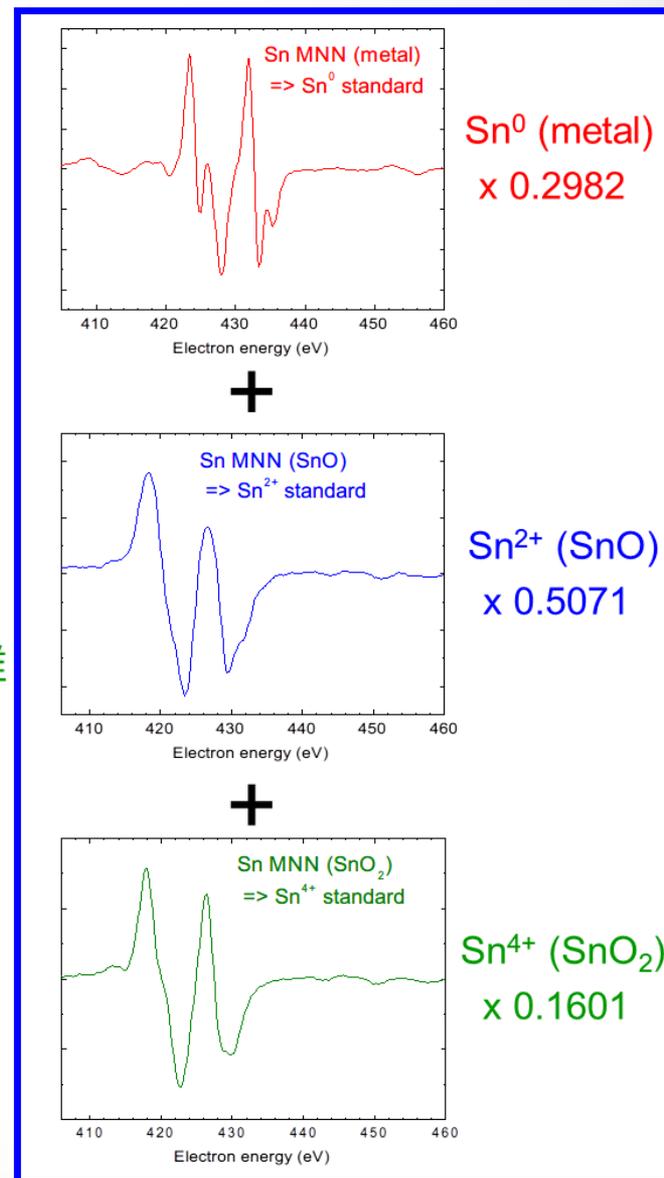
AESの分析事例

Sn試料のスペクトル測定
及び波形分離による状態分析



測定スペクトルを波形分離する事で
各化学状態の割合を出せる

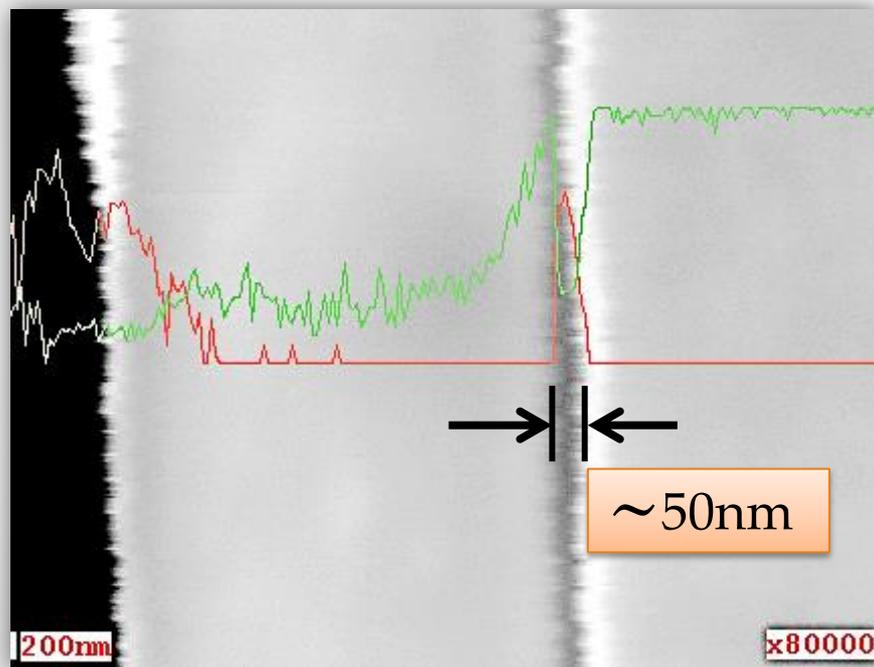
波形分離



AESの分析事例

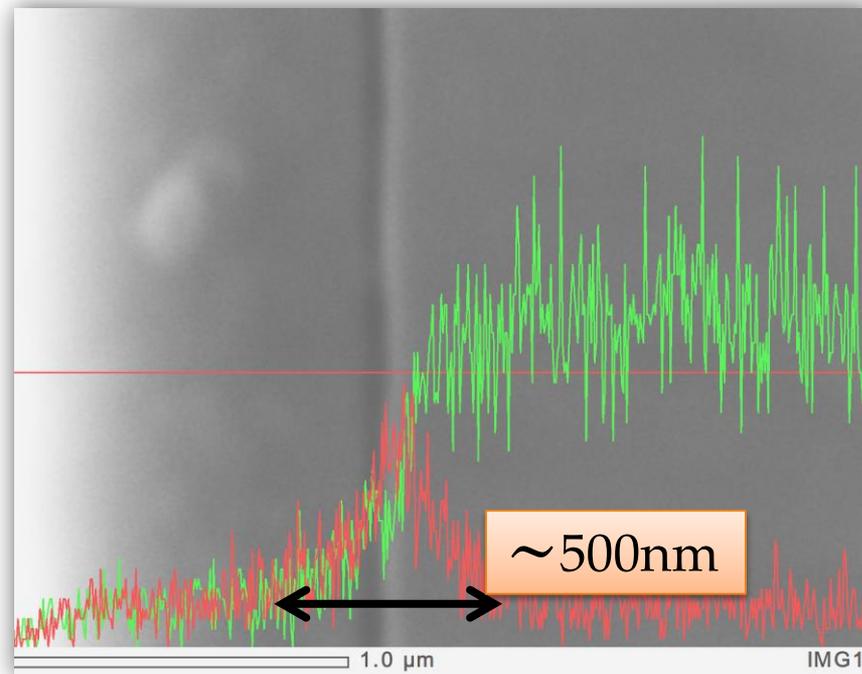
Au蒸着膜のラインプロファイル

AESラインプロファイル



オージェ電子の発生領域は
電子線のスポット径と同等

EDSラインプロファイル

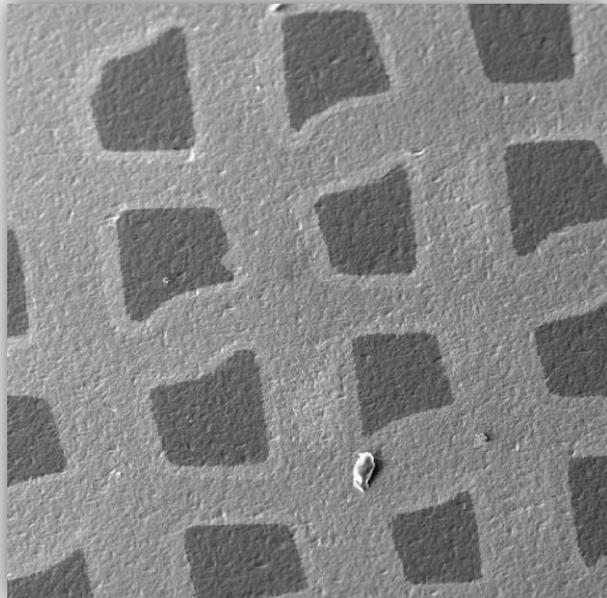


電子線の拡散によるX線発
生領域の広がりの影響

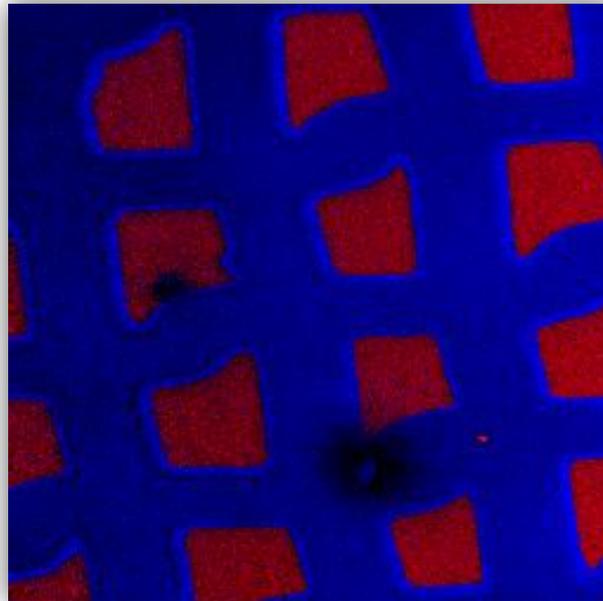
AESの分析事例

メッシュ構造SiO₂の化学状態マッピング

SEM像

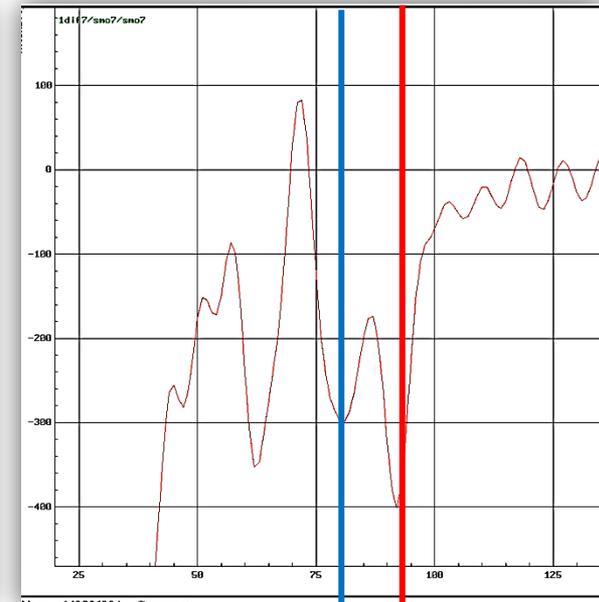


オージェマッピング像



Si SiO₂

オージェスペクトル

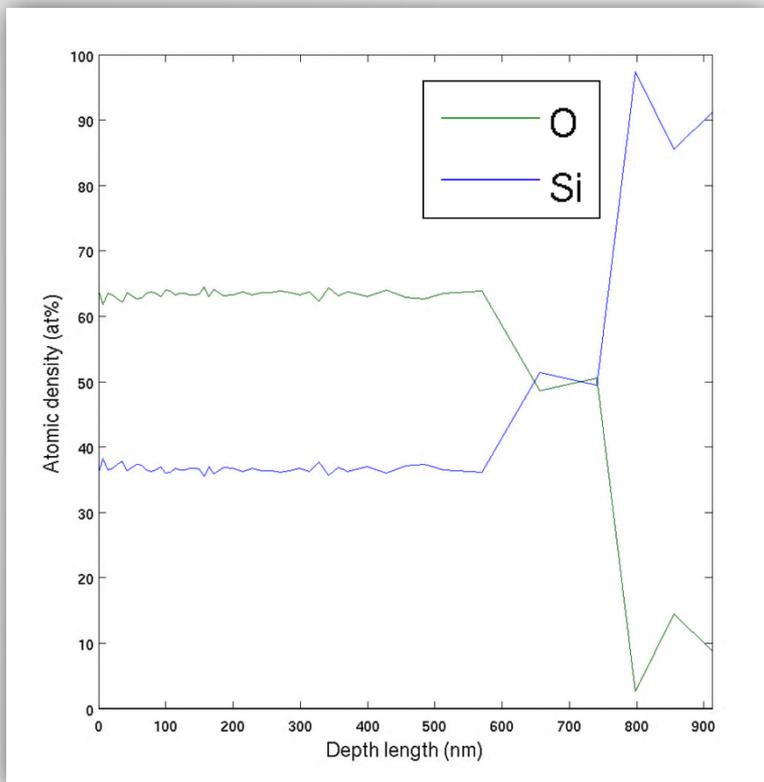


SiO₂ Si

オージェスペクトルのピーク位置の違いを利用し、
化学状態の違いをマッピングで描く

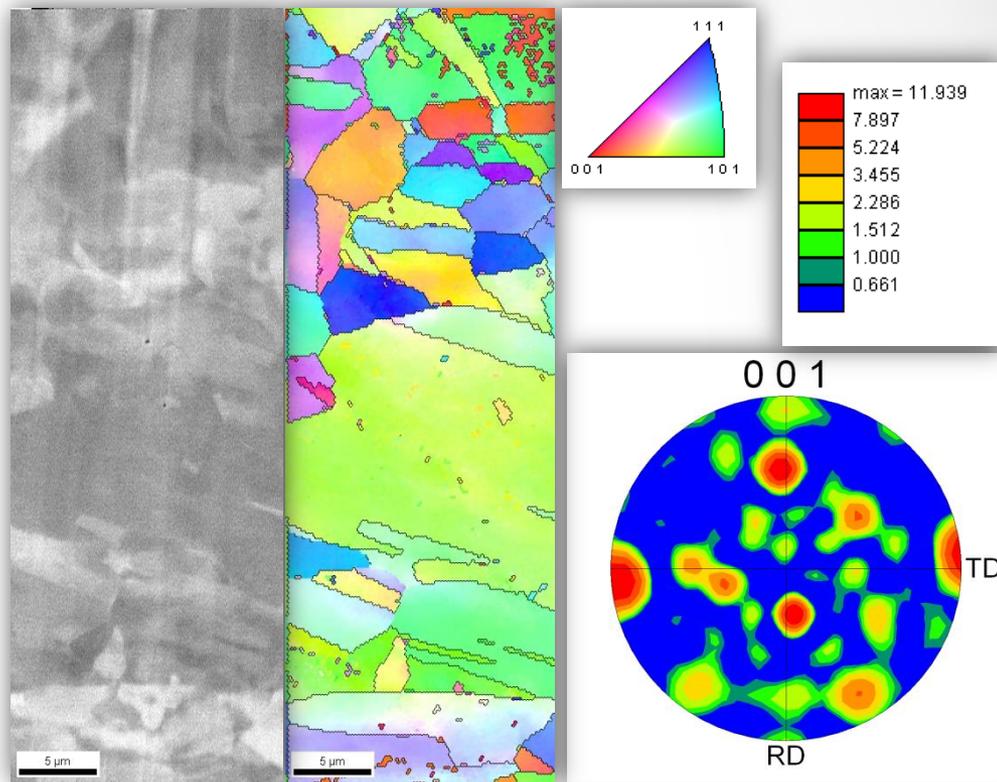
AESの分析事例

Ar+エッチングによる
SiO₂のデプスプロファイル



平均23nm/min(SiO₂)で表面
を削っていく事が可能

CuのCP作成断面後EBSD解析



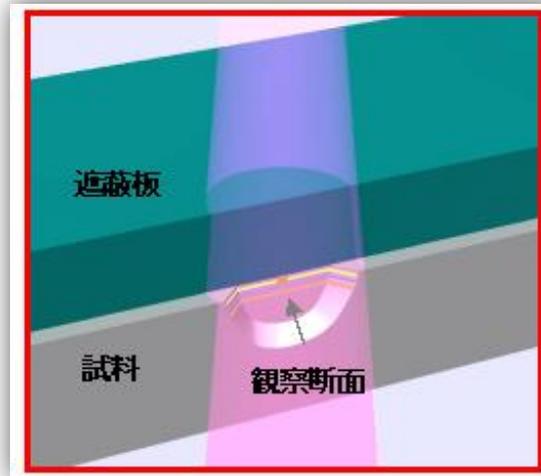
SEM像 逆極点図 極点図

CP、Ar+エッチングを併用する
事で清浄な表面の分析が可能

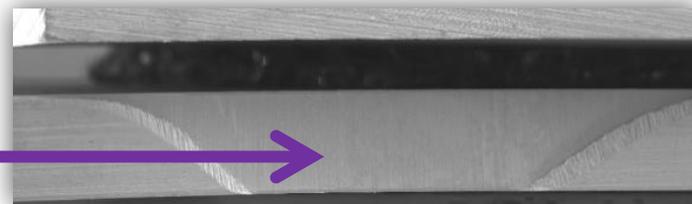
CP (JEOL SM-09010)

CPの特徴

- Ar⁺イオン照射による質の良い清浄な断面を簡便に作成
- 研磨ダレや不純物混入が起きず、分析に影響を与えない
- 主にSEM・AES・EBSDでの広域断面分析用
- 薄膜、粉末、線状の試料も断面作成可能
- 予備研磨を簡便に行えるハンディラップも用意



真鍮のCP断面



CPの使用事例

包装フィルムの CP断面EDS分析

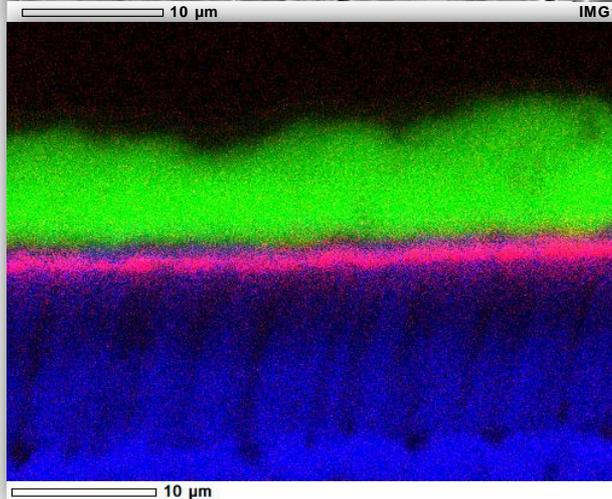
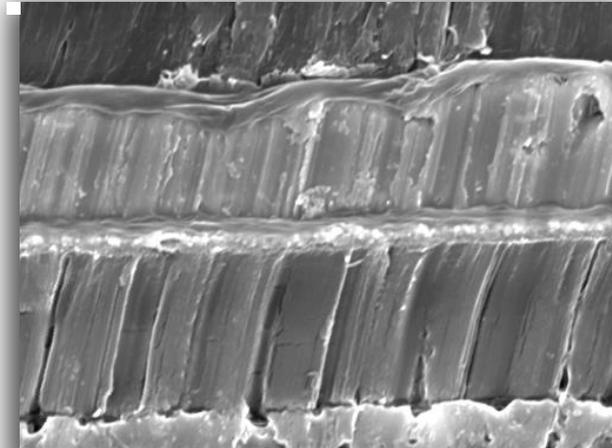
SEM像

観察・分析に断面
の出来が影響する

EDS分析

青:C
緑:Al
赤:Ti

研磨紙1500番による研磨



CPによる断面作成

