

2025/5/20更新



施設のルール
動画

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

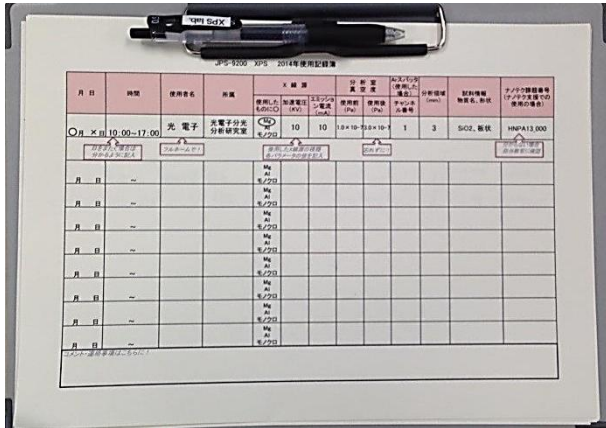
鈴木啓太 内線6882
吉田すずか 内線6882

装置使用前に

以下を必ず読んで、ルールを守って使用して下さい

- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐに施設職員に連絡。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物品を勝手に持ち出さない
- 貴重品の管理は各自です。休日や夜間利用の際、研究室の施錠は各自で行う
- ステージの移動操作時はチャンバー内を良く見ること。動かし過ぎると試料がX線源などにぶつかり、故障します
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータを変更した場合、装置使用後に初期設定に戻す
- 分析装置PCに直接自分のUSBメモリを差し込まない。当研究室専用のUSBメモリを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す
- 分析室内に導入するものは素手で触らない。備品を利用して汚した場合自分ですら洗う
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用する。変更の場合は前日までにキャンセル。当日の予約キャンセルは無効です。利用を延長したい場合は当日に予約を追加する
- 装置利用中の故障トラブルは全て貴研究室の責任です。装置利用について自分の指導教官に必ず知らせておくこと
- 初めて装置を使う時は事前に職員に連絡を取って講習を受ける
- ガスが出やすい試料、大きすぎる試料、壊れやすい試料、反応性の高い試料など、分析室真空度を劣化させる試料は勝手に入れず、事前にスタッフに相談する
- トランスファーベッセルを使用する場合、必ず施設職員に連絡し許可を取る

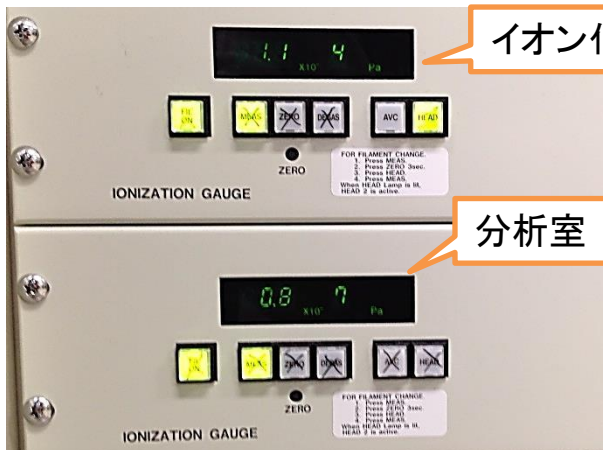
装置使用の前に



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

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。延長になる場合は予約状況を確認して予約を追加すること

利用時間とは装置を占有して他の人が使えない状況の時間です。≠分析時間



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 $\sim 10^{-4} \text{ Pa}$

✓ 分析室 $\sim 10^{-7} \text{ Pa}$

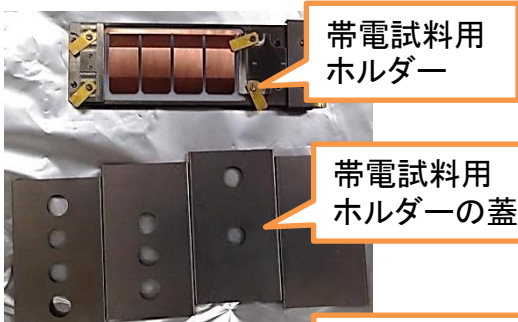
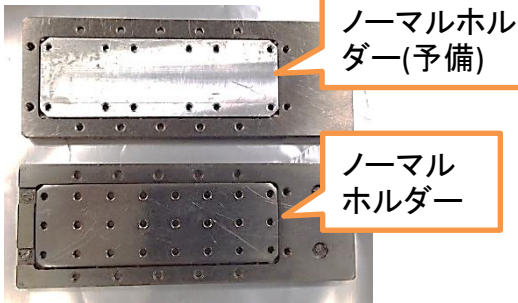
著しく真空度が劣化している場合はスタッフに連絡



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

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



装置の立ち上げ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)専用ホルダーもあります。ガスが出やすい試料や崩れやすい試料など不安な試料はご相談下さい

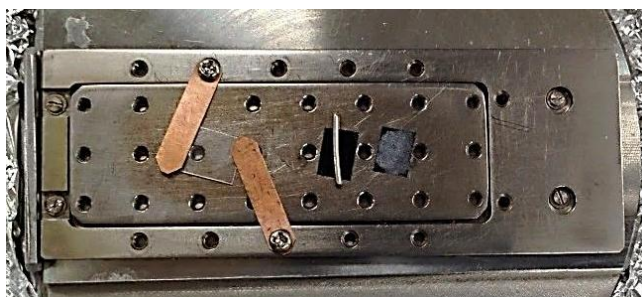
留め金やカーボンテープなどを使い、試料をホルダーに固定。**試料が完全に固定されているのを確認して下さい**

・粉末試料を扱う場合

カーボンテープを使用するか、金属薄膜(Al、In、Siなど)に付着(圧着)させます。ブローアーを**30回以上**は吹きかけて固定出来ていない粉末を完全に飛ばして下さい。またホルダーに衝撃や振動を与えて粉末をふり落とすして下さい。**少しでも粉末が装置内で飛び散ると故障の原因になります**



2mm以上厚みがある試料は底板を外して固定

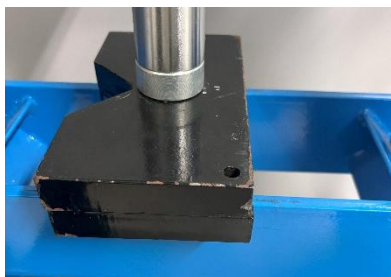
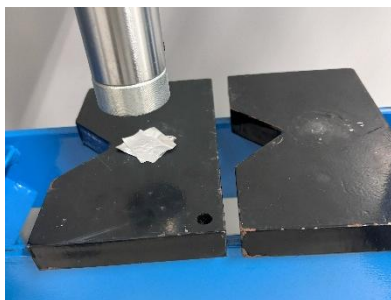


留め金固定は必ず両脇に。固定後はホルダーを逆さにしてしっかり固定しているか確認して下さい。X線源と留め金&試料の位置関係に注意

試料の準備(利用時)

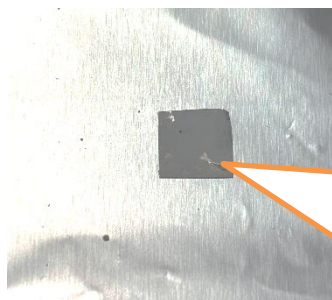


リリースバルブ
シリンダーが少し上
がったらすぐ締め直す



・インジウム(In)箔を使った粉体埋め込み

1. 3cm角ほどのアルミホイルを2枚、In箔を1cm角ほどのサイズで1枚切り出す
2. 3cm角のアルミホイルの上にIn箔を載せ、スパチュラ数杯程度の粉体試料をIn箔の上に平たく敷き詰める
3. もう一枚のアルミホイルをIn箔の上に載せて、指先で軽く押し込む
4. 試料やIn箔がずれ込まないようにサンドイッチしたアルミホイルを持って、プレス機の黒い台座に載せる。
5. もう一つの台座を試料の上に載せて、台座ごと油圧プレスで圧力かける。(可能な範囲で十分に)
6. プレス機の圧を緩め、試料を回収。上のアルミホイルを破れないよう丁寧に外す
7. 必要なサイズに試料をアルミホイル、In箔ごとカット(5~10mm角ぐらい)
8. 試料をピンセットで摘み、振動や衝撃を加えて圧着していない粉体を零す
9. ホルダーに試料を取り付け、ブロワーをかけて圧着していない粉体を飛ばす



In箔が露出しているところは分析しない。試料によっては上手く圧着されないものもあります。ボソボソの場合は作り直し or 固定法変更。作製後、ホルダーに留め金 or カーボンテープで固定。載せる量が多すぎると真空引きにかなり時間がかかります

試料の準備(利用時)



・帯電試料用ホルダーについて

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

試料下部に+100V印加し、GNDの蓋部と電位差をつける事で中和電子を効率的に試料表面に当てる事が出来ます。帯電緩和の他、Ar+イオンガンでのエッチング時に、エッチングによる表面電位のズレを抑制する効果があります

写真のように試料を搭載し蓋をして固定。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

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



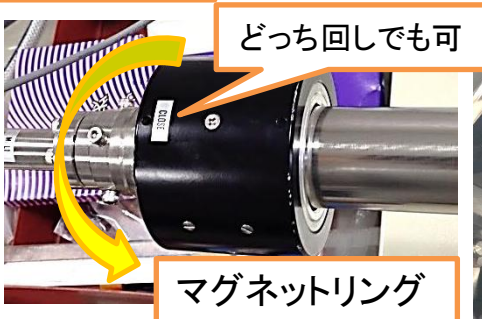
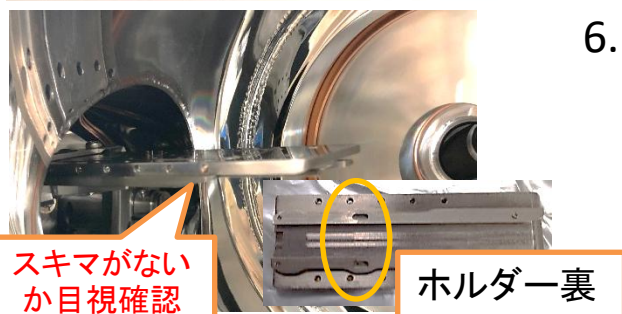
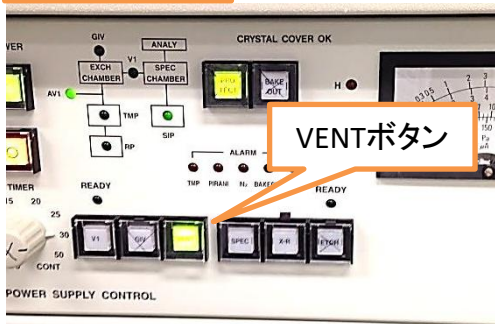
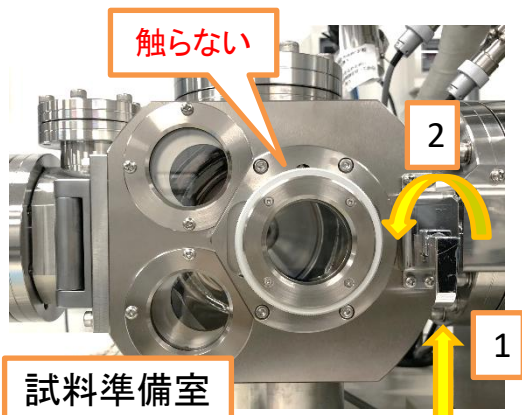
・試料の表面汚染について

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後に超純水洗浄、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を行うのに、リファレンスとなるピークを試料に用意しておくと、解析の際良いと思います(リファレンスとなるピークがないなら)。炭素を含む試料はコンタミ成分のC1sピークと試料由来の炭素のピークが重なってリファレンスに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せて測定したり、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す(ただしチャージシフトが共通しない場合があるのでスペクトルの解釈に注意)

試料準備室への導入



まだまだ引きます

ホルダーを試料準備室に導入して真空を引きます

1. 扉のロックを外し、**VENT**ボタンを押して準備室を大気に戻す
2. マグネットリングを少し前にずらして準備室内のレールを見やすい位置に置く
3. レールに**水平にぴったり**とホルダーを載せ、奥側にもぴったり接着
4. 試料導入棒のマグネットリングを回して「**OPEN**」から「**CLOSE**」に変える
5. 下から覗き込んでホルダーの穴にフックが入っているのを確認
6. マグネットリングを後退させ、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

ここで失敗してい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

真空引きには小さな金属板試料なら30分ほど、粉末試料では2時間以上かかります

真空を引く間、次頁の装置の立ち上げを行います

装置の立ち上げ



冷却器

始めに**冷却器**の電源を入れます。温度表示を確認。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)。奥の冷却器が稼働していない場合、もう一度X-Rを押し直して駆動音を確認して下さい



SPECボタン

X-Rボタン

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



ステージランプ



カメラ電源



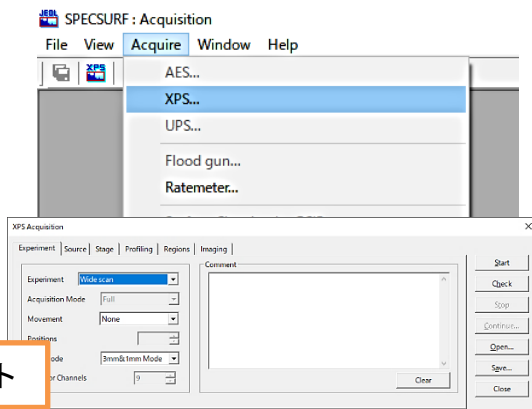
カメラモニター



カメラ本体は↑です
触れないで下さい



解析用ソフト



Acquireメニューから**XPS**を選択し、←のウィンドウを出す

装置の立ち上げ

X線の立ち上げを行います



1. 使用するX線源の種類を決める

・Mg-Kα線

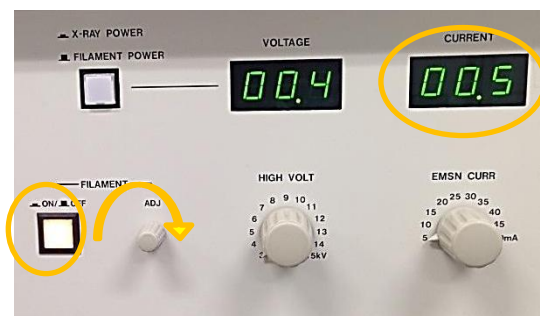
Al-Kα線より強度が4割ほど高く取れる。オージェピークの出現位置がAl-Kα線より230eVほど低い

・Al-Kα線

Mg-Kα線より高エネルギー(B.E.)側が測定できる。オージェピークの出現位置がMg-Kα線より230eVほど高くなる

・モノクロX線(Al)

Mg-Kα/Al-Kα線よりエネルギー分解能が高く測定できる。サテライトピークが出現せず、バックグラウンドも低い。強度はMg-Kαの1/10ぐらいまで落ちる。試料が平板状である必要がある



2. Mgの場合はAl/Mgボタンを点灯させ、Alの場合は消灯。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

3. 線源選択後、FILAMENTの電源をON

4. ADJつまみをゆっくり回してCURRENT表示で3.5Aまで電流を上げる。電流を上げたら、5分待つ

5. ディスプレイの表示をX-RAY POWERに切り替え、X-RAY電源をON。3kV,5mAの出力が印加される

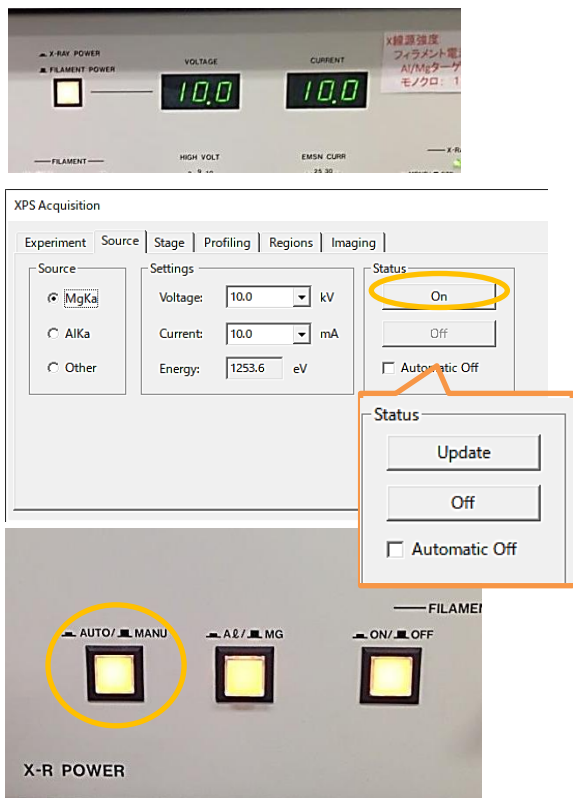
6. 電圧つまみを3分毎に1kVずつ上げて10kVにする(モノクロX線の場合は12kVにし、ここで30分待つ)

7. 電流つまみを3分毎に5mAずつ上げて10mAにする(モノクロX線の場合は25mA)

8. 最後にAnalyzerの電源をOnにする



装置の立ち上げ

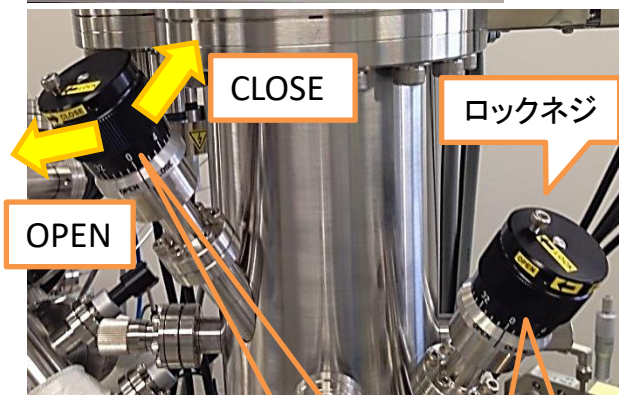


SPECSURFのXPS AcquisitionからSourceタブを選択。X線源の種類、電圧電流値を入力後、Statusで「On」をクリック

Automatic Offにチェックをつけて設定すると測定終了時にX線が自動でOffになります。測定後しばらく放置する方は☑。また出力する時はOnをクリック

StatusがUpdateに変わったら、X線源ユニットのAUTO/MANUボタンを押してAUTOに切り替える

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

測定範囲	角度絞り	視野絞り
3.0mmφ	36	36
1.0mmφ	24	12
0.7mmφ	12	10
0.2mmφ	12	8
0.03mmφ	4	1

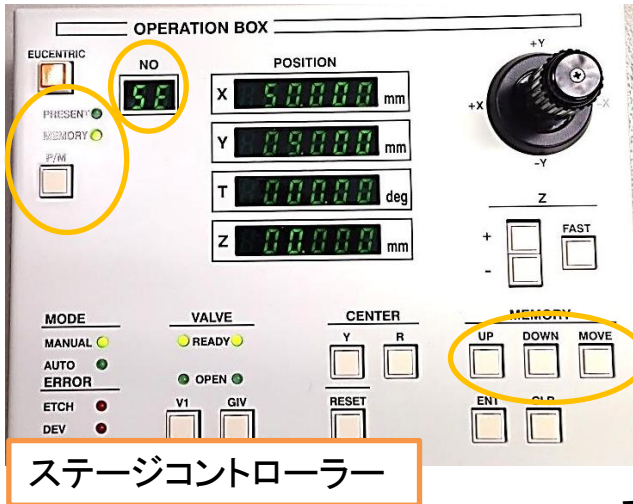
回し過ぎに注意して下さい。間違った方向に回さないで下さい

Depth profileなど、エッチング前後の様子を見比べる場合は1mmφまたは0.7mmφに設定する

0.7mmφを使用する時は3mm&1mm modeを選択してください

0.2mmφ, 0.03mmφはかなり感度が悪いです。微小成分は測定できません

分析室への導入



ステージを試料交換位置へ移動

1. ステージコントローラーのP/Mボタンを押してMEMORYモードに切替
2. メモリーNo.をUP,DOWNボタンで操作し、No.SEを呼び出す
3. MOVEボタンを押してステージを移動

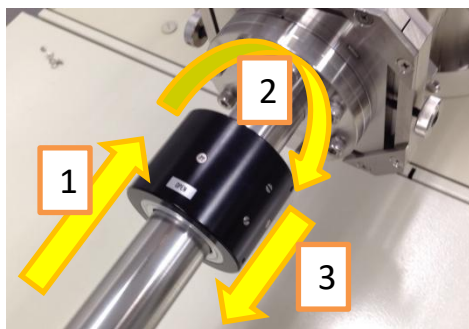
すでに試料交換位置にいるはずなので基本的には動きませんが必ず確認して下さい

ステージへ試料導入



1. 準備室の真空が十分に引けていることを確認して、V1ボタンを押して隔壁を開ける
2. 導入棒の黒いリングを手前に押し、のぞき窓からステージを確認しながらホルダーを分析室に導入
3. 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を押して隔壁を閉める

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バルブを閉めたら分析室真空度確認

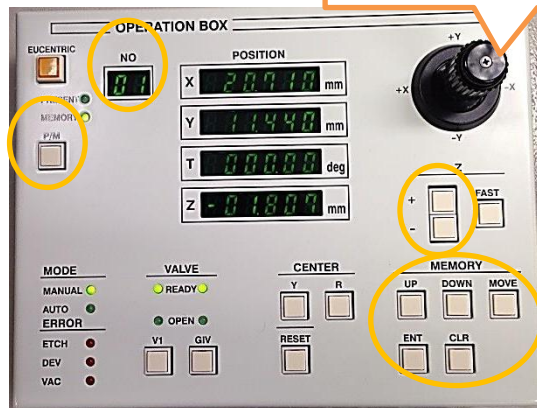
- 5.0×10^{-6} Paより高い(悪い)

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

- 5.0×10^{-6} Paより低い(良い)

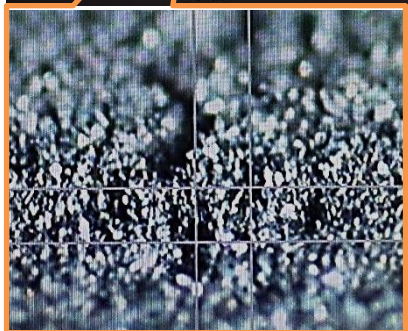
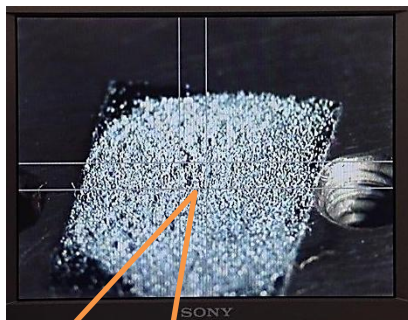
分析室の真空度が落ち着くまで少し様子見。落ち着いたら次の作業へ。もし真空度が悪くなって 5.0×10^{-6} Paを超えたら準備室へ戻して真空引き継続。 10.0×10^{-7} Pa以下の真空度が理想的です

ステージレバー



測定位置をメモリーに登録 (MgKα/AlKα利用時のみ)

1. 測定位置へステージレバーを使って移動。測定中心はカメラモニターの十字
2. カメラズームを使って、十字の位置でカメラのフォーカスが試料に合うようにZ軸の値を調整(試料の厚み分下げる)
3. ズームを戻し、XYの位置が問題ないか再確認
4. P/MボタンでMEMORYに切り替え、UP, DOWNボタンで登録したいメモリーNo.を呼び出し、ENTボタンを押して登録
5. ステージレバーで次の測定位置へ移動し、全ての分析位置を登録する



カメラ本体に触れない

モノクロX線の設定(利用時)

「装置の立ち上げ」でモノクロX線
立ち上げ後、以下3点を実施

- 分光結晶の窓を開ける

本体中央にある左画の切替器の
ロックネジを緩め、**baking**から
monochromeに矢印を合わせてネ
ジを締める

- Standard X線源の位置を後退

本体後ろにある左画のツマミを、
装置背面から見て反時計回りに回
して、**X線源の位置を40mmに合わ
せる**

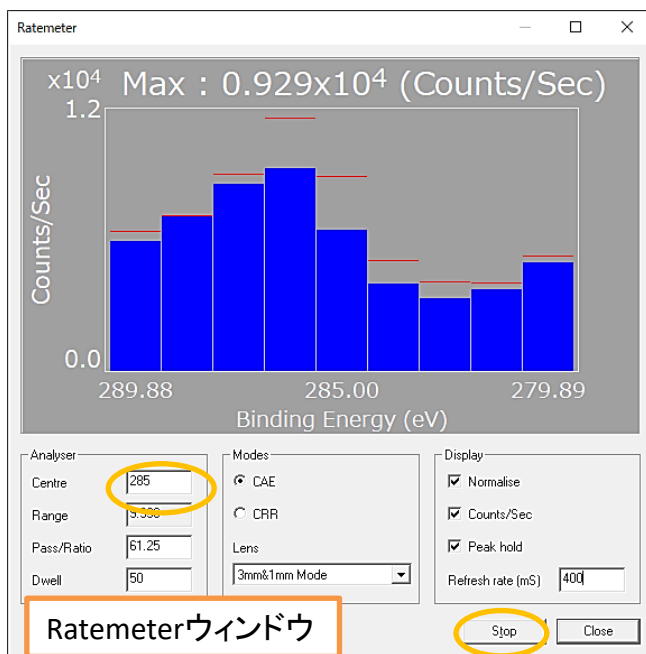
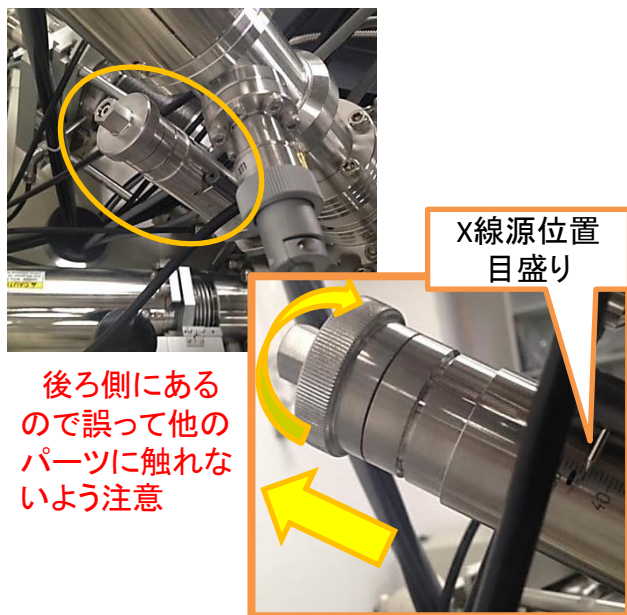
- RatemeterでステージZ軸の調整

ステージTiltを**-10°** まで傾かせ、
目的試料を分析位置に移動。XPS
acquisitionウィンドウを閉じ、

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。ピーク強度がMaxになるス
テージZ軸の値を見つけ、その位置
をステージのメモリーNo.に登録

Pass/Ratio: 50、Dwell: 400、Refresh time:
400がお勧め

強度が取れない場合、Tiltを-20° まで傾け
ると取りやすいです。「Angle Resolved」の高
傾斜測定を参照してTilt制限を解除

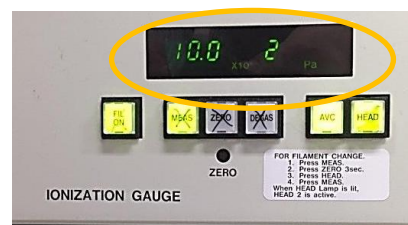


Ar⁺エッチングの設定(利用時)

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す



試料導入後、分析室真空度が 10.0×10^{-7} Pa以下になるまで待ちます

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反時計回りに開きます。6時を指すマーカから9時方向ぐらいまでは真空計の値がほとんど動きません

ここからさらにゆっくり7時方向ぐらいまでバルブを開けます

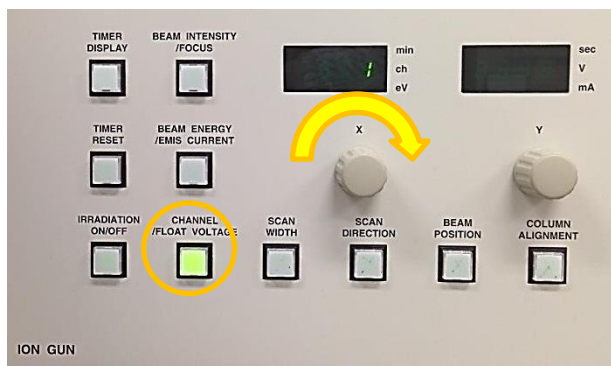
Arガスバルブをさらに微調整し、 10.0×10^{-2} Paで安定するようにします。開けていく際、真空計の下にあるSIPゲージの針を確認し、4を超えないように開けてください。針が4を超える場合はバルブを閉じ、またゆっくり開けながら 10.0×10^{-2} Paを目指してください。少し時間を置いて、値が上がるようなら締めて調整して下さい

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

分析中も度々SIPゲージを確認してください。SIPゲージが4を超えそうな場合は分析を中断し、Arガスバルブを9時方向まで閉めて、真空状態が良くなるのを待って再開してください。

オートバルブコントローラーの電源をONにします。バルブが締まり、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)

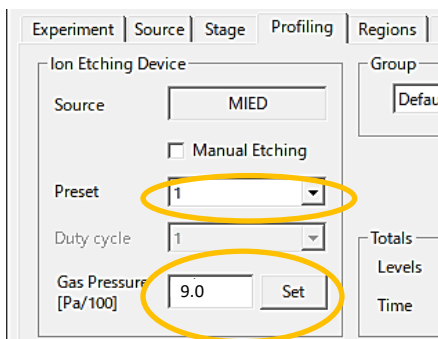
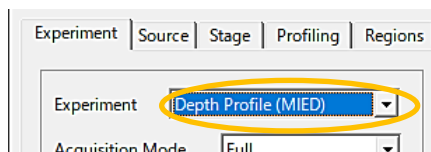


Channelボタンを押してXつまみを回し、エッチングの条件を選びます。条件は下表の通りです。

Etching rateはSiO₂で測定したものです。Ch5はモノクロX線測定の際にCh1と同じエリアでエッチング出来る仕様です

channel	Ch1	Ch2	Ch3	Ch4	Ch5
Beam energy(eV)	3000	2000	1000	500	3000
Emis current(mA)	19.6	19	20	20	19.6
Gas Pressure(x10 ⁻² Pa)	9.7	9.7	9.7	9.7	9.7
Etching rate(nm/min)	5.5	3.6	1.4	0.3	5.3
Etching rate(nm/min)	6.0	4.0	1.5	0.3	5.5

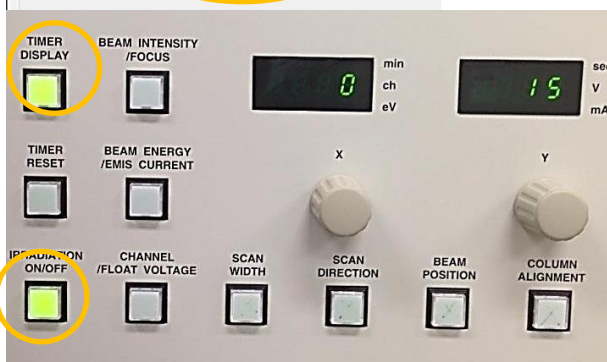
2024/7/26更新
最新のレート
以前のレート



XPS AcquisitionのExperimentタブからExperimentを「Depth Profile」に切り替え後、Profilingタブを選択します。Presetに使用するchannel番号、Pressureに上記の表の値を入力し、Setをクリック。次第にガスバルブが緩み、ガス圧が指定値付近で落ち着けばAr+エッチングの準備は終了
(Depth profileの場合はここまでやる)

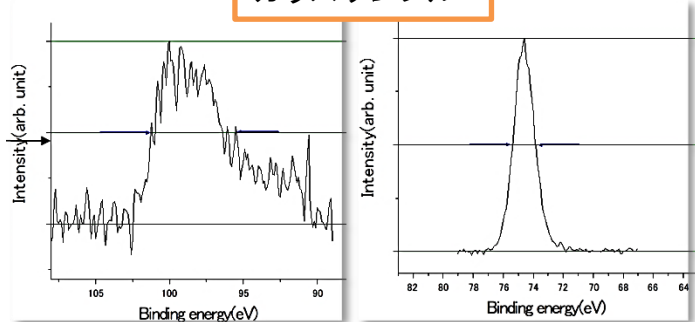
Irradiation ON/OFFボタンで

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

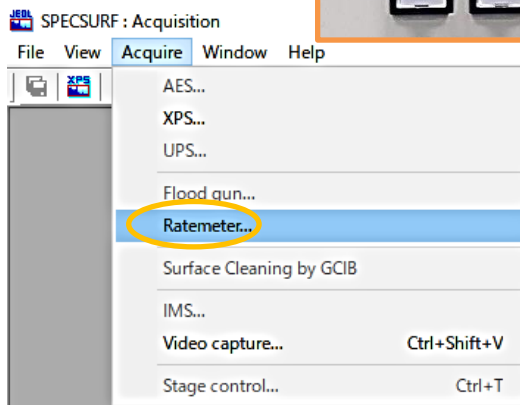
粉体試料、絶縁物と導電性試料が混ざっているという場合、利用を推奨します



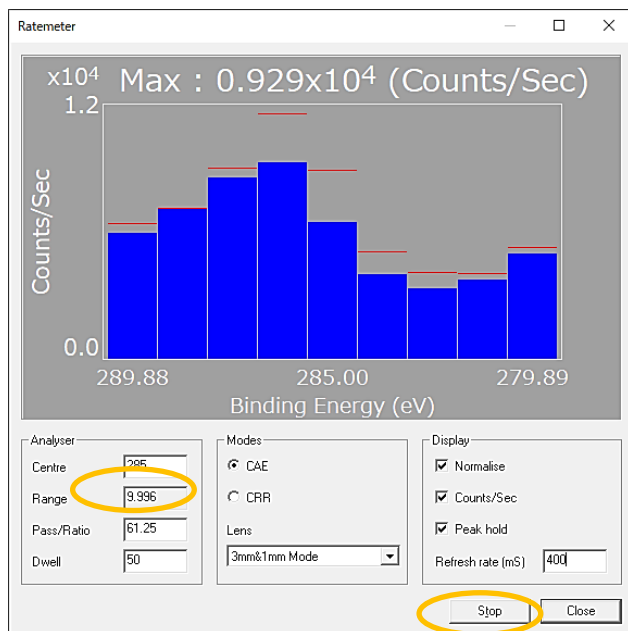
・中和電子銃利用方法

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、電流値を6.0Aまで上げる
3. XPS Acquisitionウィンドウを閉じ、メニューのAcquireからRatometerを起動させる

次ページに続きます



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、ピーク半値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

- Centreに強度の高いピークのエネルギー値を入力。Pass: 50、Dwell: 400、Refresh time: 400に設定
- Startボタンを押し、ピーク形状を確認(ピークが見えなければ先にワイドスキャンを取ってピーク位置確認)
- 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(画面端で大きくなる場合はCentre値調整してピークを真ん中にしてください)
- 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
- いくつかの電子銃条件(有無とか)で軽くナロースキャンを行い、変化を見比べて、最適な条件を決めてください



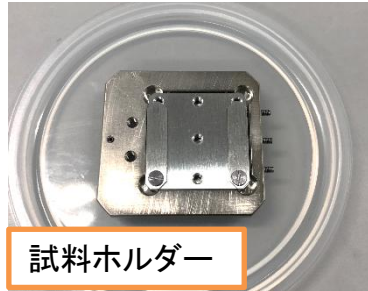
直流電源装置

・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

- POWER ON
- OUTPUT ON
- CURRENTを微量流す
- VOLTAGEを100.0Vに設定

トランスファーベッセル(利用時)



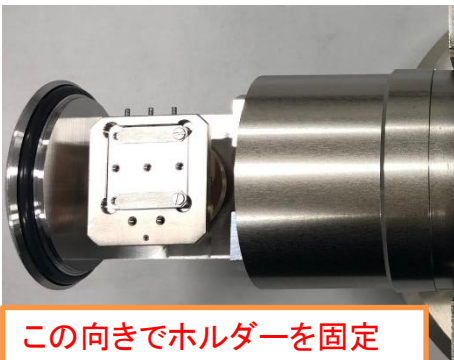
試料ホルダー

ここから左部分は素手で触らないこと！



トランスファーベッセル

開閉ノブ

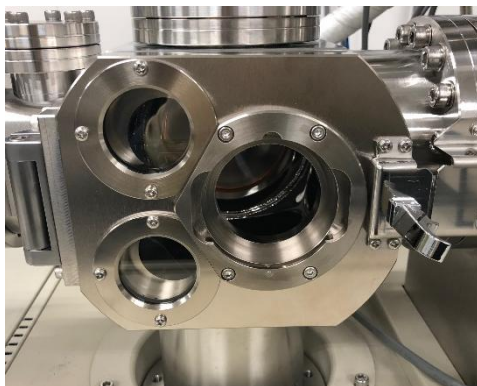


この向きでホルダーを固定

- ✓ トランスファーベッセルを使用する場合は必ず職員に連絡する
- ✓ 全ての作業を慎重に行う
- ✓ トランスファーベッセルに衝撃を与えない
- ✓ O-リングにゴミの付着などが無いことを確認する
- ✓ ホルダーの導入に十分注意する

グローブボックス内などでホルダーに試料固定後、トランスファーベッセルにホルダー封入。ホルダー設置の方向に注意(左図参照)。しっかりと開閉ノブを回して締めて下さい

試料準備室のロックを外してVENT後、扉のブランクフランジを外す



ブランクフランジ
素手で真空部分を
触らないこと！

トランスファーベッセル(利用時)



ピンの位置を合わせてトランスファーベッセルを扉に装着、固定リングを回して扉に固定。扉のロックをかけてVENTボタンを押して真空引き

試料準備室の真空計で針が緑の範囲に突入したら、**ゆっくりと慎重に**開閉ノブを回してベッセルを開けて下さい。**急に開けるとベッセル内の空気が一気に試料準備室のターボポンプに入り込みポンプが故障します。真空度も確認しつつ慎重に開けて下さい**



ベッセル内の真空が引けたら開閉ノブを全開にします。黒いリングを操作してホルダーを受け取り、ベッセルを閉めます(完全には閉めず、ちょっとだけ口を開けとく)。試料準備室の真空が十分に引けたらV1を開けて分析室にホルダーを導入。V1を閉める。



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良いでしょう

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

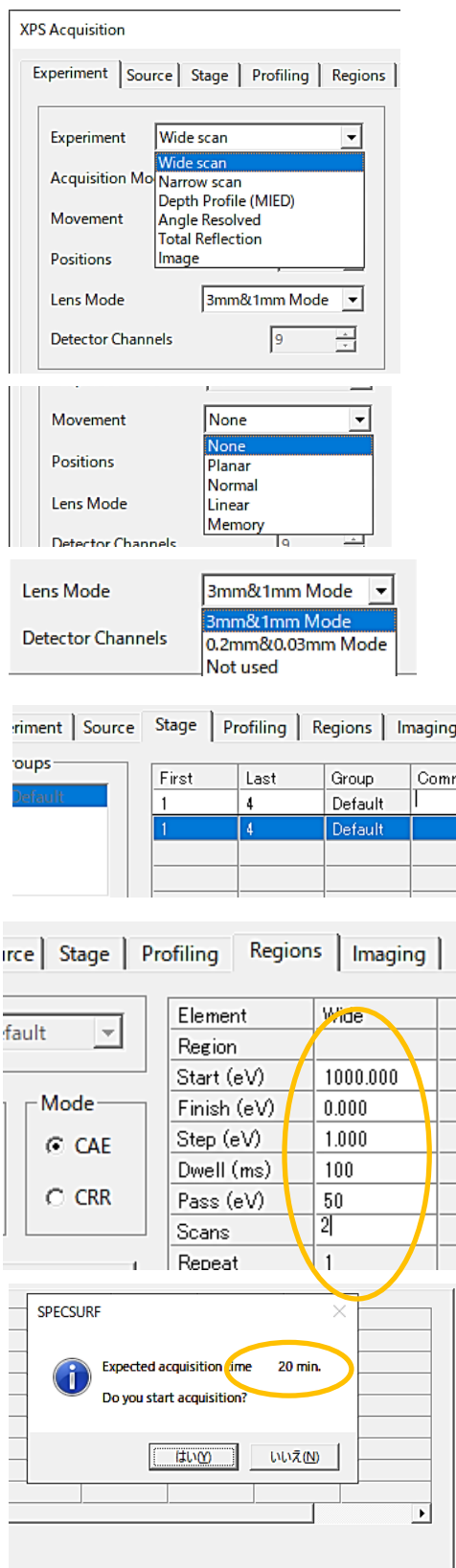
Stageタブで連続測定するメモリー番号の始めの番号(First)と終わりの番号(Last)を入力(Memory選択時)

Regionsタブで**Wide scan**の各条件を設定

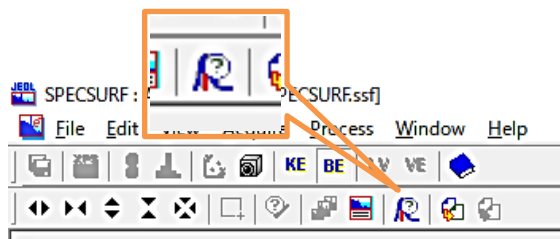
Pass(eV)はエネルギー分解能と強度に関わります。値を小さくすれば分解能が上がり、強度が下がります。大体5eV程が限界です。Step(eV)間隔はPass(eV)の1/100程に設定すると良いです。Scansは測定してみて調整します。定性ならばバックグラウンドノイズの3倍、定量ならば10倍、ピーク強度が取れるように設定します。Scan回数の1/VNでバックグラウンドノイズは減少します。

Wide scanの推奨条件は Start:Mg-Ka線では1200eV、Al-Ka線では1400eV、Finish:0eVまたは-10eV、Step:1.0eV、Dwell:100ms、Pass:50eV、Scans:1~4回 です

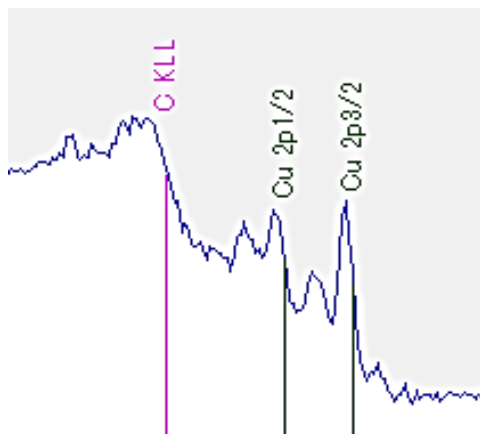
Startボタンで測定開始します。Checkボタンを押すと測定予測時間が表示されます



Markerの付け方

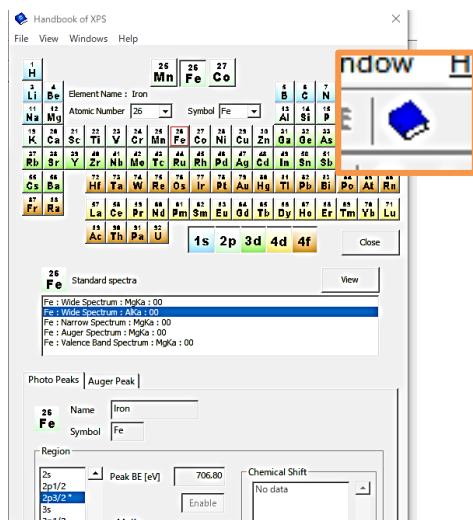
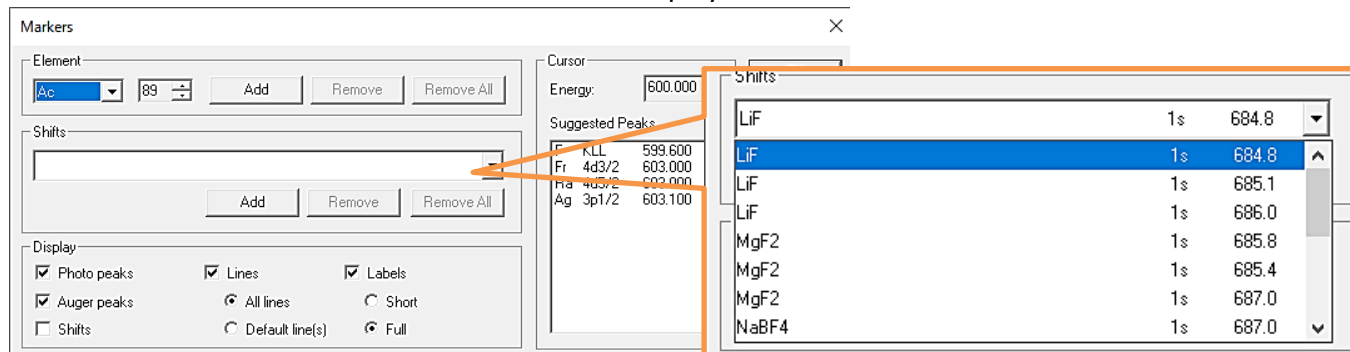


Wide scanを取ったらマーカをつけてピークの同定をします。左画のアイコンをクリック



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

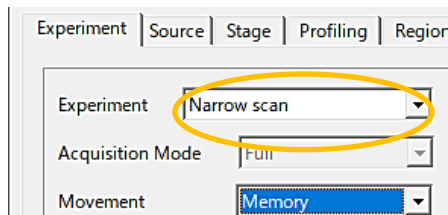
Displayのチェックボックスで表示を各種変更出来ます



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

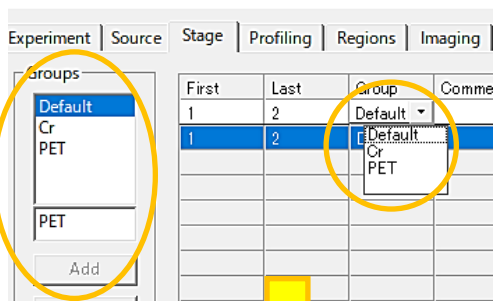
スペクトルには光電子ピークではないものが映り込みます。間違えて同定してしまわないように気をつけて下さい。サテライトピーク、オージェピーク、スピン軌道相互作用による分裂など。特にK- $\alpha_{3,4}$ に由来するサテライトが光電子ピークより10eV低い位置に出現します。他には、Mg-K α 使用時には、大きなピークの730eV高い位置にO-K α 由来、320eV高い位置にCu-L α 由来、230eV低い位置にAl-K α 由来の小さなピークが見える事があります(ゴーストピーク)が、偽物のピークなので無視してください。Al-K α 使用時も+230eV(Mg-K α)、+960eV(O-K α)、560eV(Cu-L α)に注意。また、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

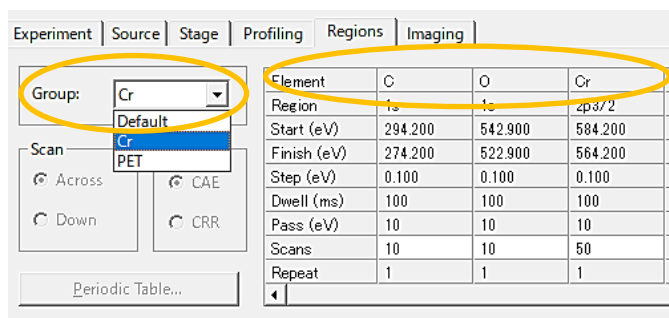
Movement, Lens Modeは「Wide scan」を参照



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、2がCrグループ、No.3、4がPETグループと登録されています。

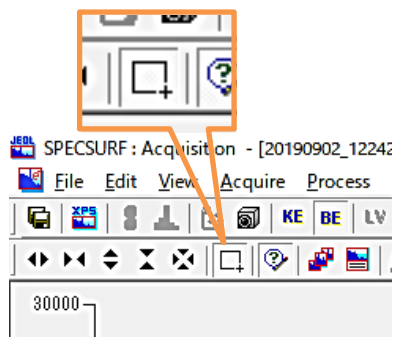
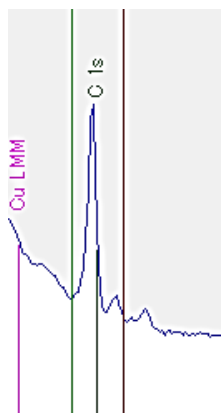


Regionsタブで**Group**を選択し (Group登録時)、測定する元素を**Element**から選択します

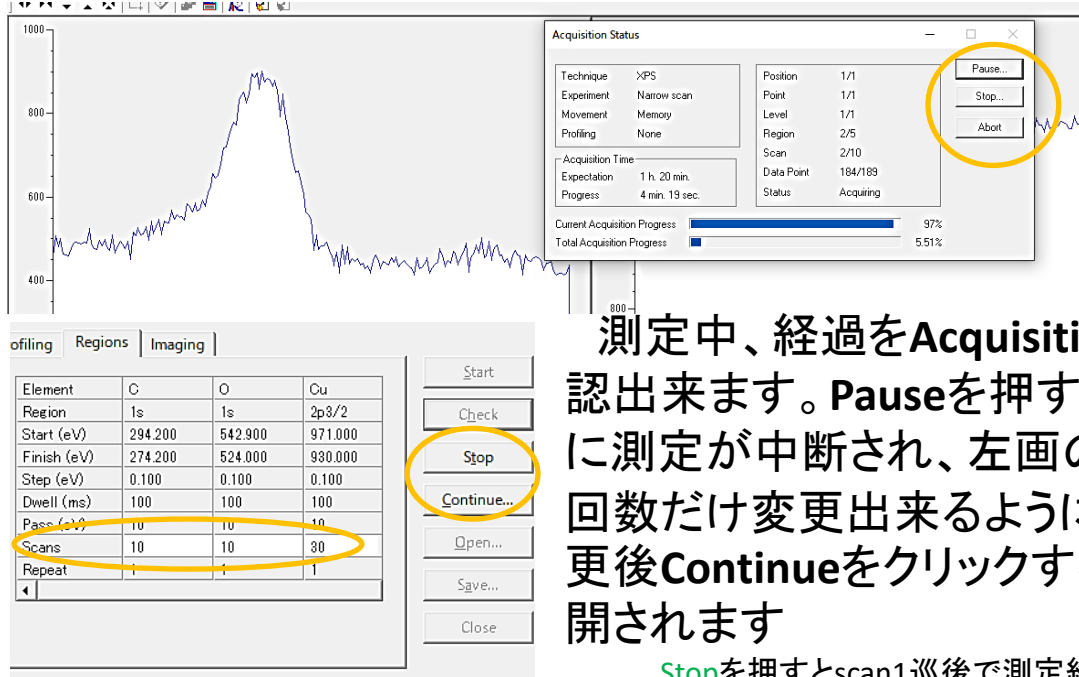
Wide scanスペクトルを開き、左画のアイコンをクリックすると、スペクトル上にStartライン(緑)とFinishライン(赤)が表示されます。ピークに合わせてライン位置を調整すると、測定範囲の条件に反映されます

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(次頁の推奨条件参照)



Narrow scan



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置く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。左上には表示スケールの調整ボタンがあります。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。Memory番号、出力したデータの表記番号が1番からに対し、表示上のsample番号は0番から付けられます。間違わないで

・Narrow scanの推奨条件

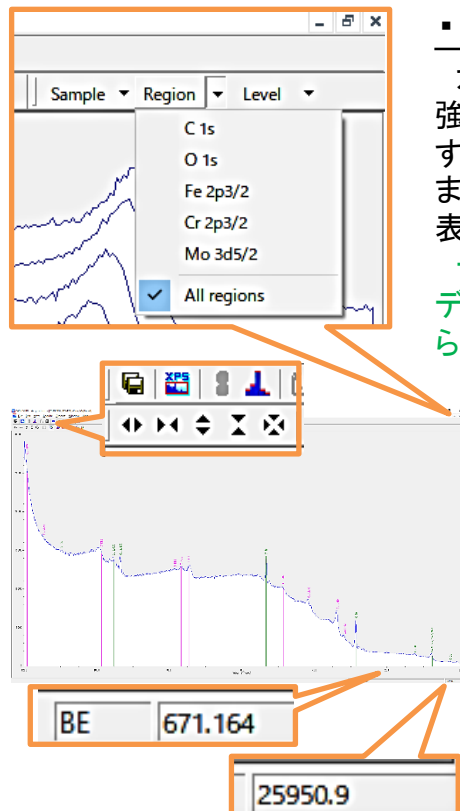
Start & Finish: 目的のピークの周囲 $\pm 10\text{eV}$ 以上。スピン分裂しているregionでは出来れば全てのピークを取るべし。必ずサンプル間で全て測定出来る範囲か確認すること

Step: 0.1eV か 0.05eV 、オーজেピークは 0.2eV でも良い

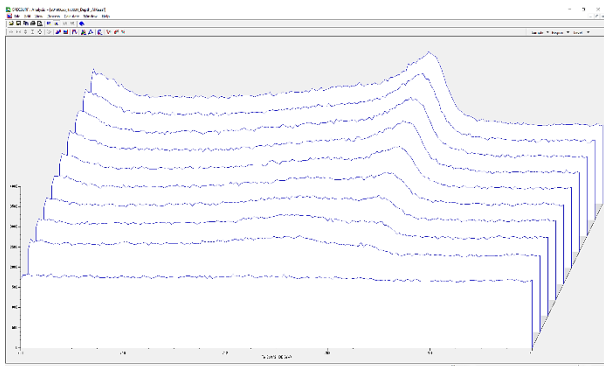
Dwell: 100ms

Pass: 10eV か 5eV 。微小成分の測定が目的でピーク強度がどうしても取れない場合は 20eV に設定し、StepとDwellも 0.2eV と 200ms に設定する。半値幅は 10eV 時より2割ほど悪くなるが感度は4倍ほど高くなる。相対定量計算をする場合、PassとDwellは統一してある必要がある

Scans: 10~100回。 20eV 幅を 0.1eV stepで100回測定すると35分くらいかかる



Depth Profile

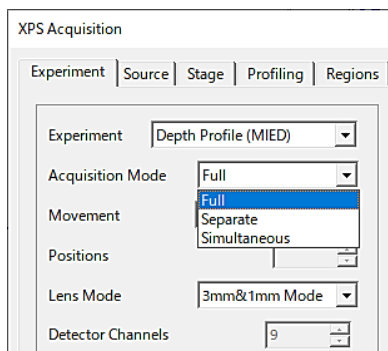


Depth ProfileではAr⁺エッチングと測定を交互に繰り返す事によって、試料の深さ方向のプロファイルを取得出来ます

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)

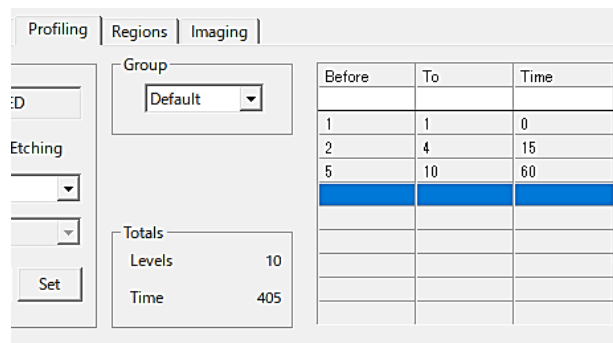
Acquisition Modeで**Full**を選択

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タブでエッチング回数と時間の設定を行います

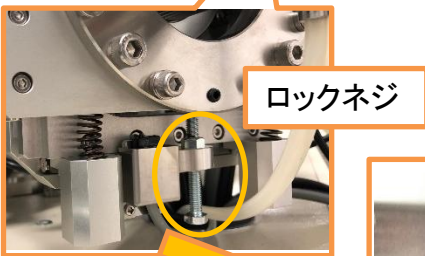
左画では1回目(levelという単位)の測定前に0秒、2回目~4回目の測定前に各15秒、5回目~10回目の測定前に各60秒ずつエッチングを行うようになっています



あとの設定は「Narrow scan」と同様です。補足として、

- ・Ar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

高傾斜測定をしたい場合、以下の設定をします

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

高傾斜にする事で測定する表面の領域がY方向に伸び、信号量を増やす事も出来ます。微量分析に向いています

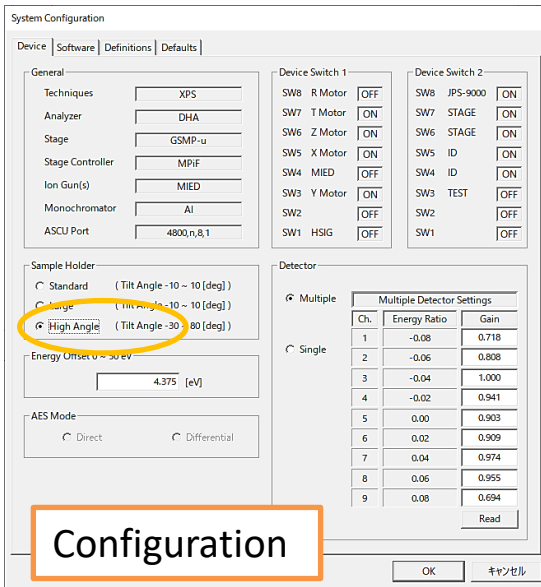
ステージを大きく動かす分析なので十分に気を付けて下さい。事前にスタッフにご相談下さい
分析後は必ずハード・ソフト共に設定を元に戻して下さい

このモードで測定する際はステージのメモリー登録をClearボタンで最後に消去して下さい

・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しっかり固定する。ロックネジを外し、磁場レンズステージのマイクロメーターを回し、Z=17.95からZ=8.5付近まで下げる。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。回し過ぎると壊れます)。外したロックネジを再び締める

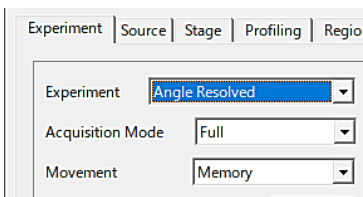
Angle Resolved



Spec Surfでの設定

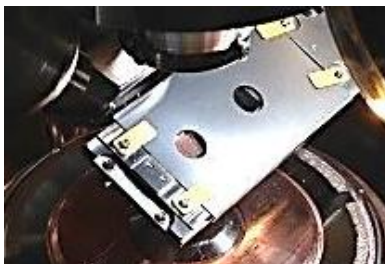
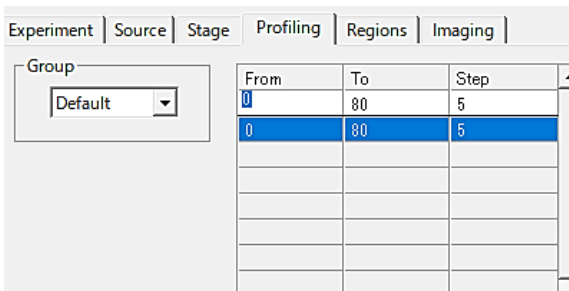
View→ConfigurationからSystem Configurationダイアログを立ち上げて、Sample HolderでHigh Angleを選択します。Tilt制限が解除され、-30° から80° まで動かせるようになります。以降、十分に注意してステージ操作して下さい

高傾斜測定の前に傾斜なしでWide scanは測定しておきましょう



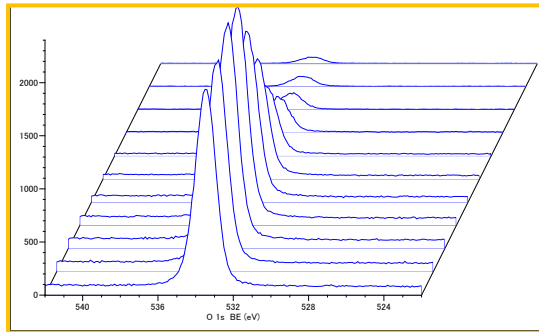
ExperimentタブでAngle Resolvedを選択し、Profilingタブでステージの傾ける角度の設定を行います。左画の設定だと0° から80° まで5° ずつ傾けながら各レベルのスペクトルを取得します。残りの設定は「Wide Scan」、「Narrow Scan」を参照

マイナス方向に10度以上に傾ける場合、X線源の位置を必ず後方に下げる(「モノクロX線の設定」参照)

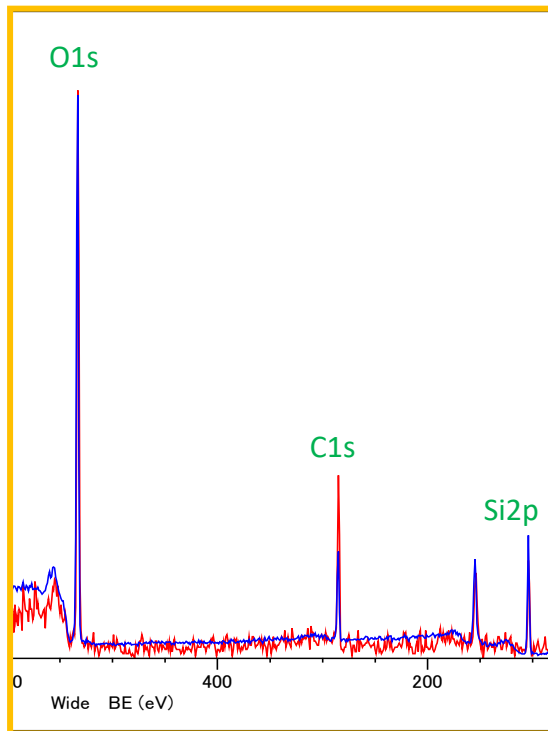


←マイナス方向に傾けるとX線源にぶつかる恐れがあるので、基本禁止です。スタッフにご相談下さい

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に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

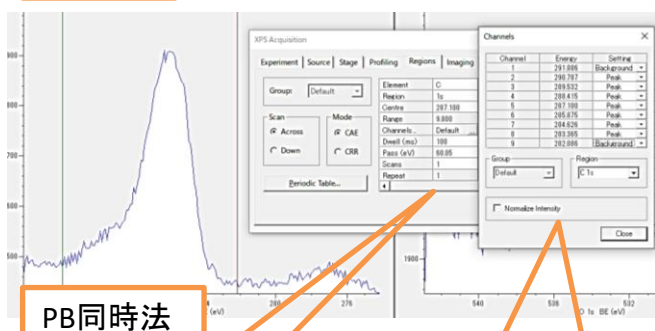
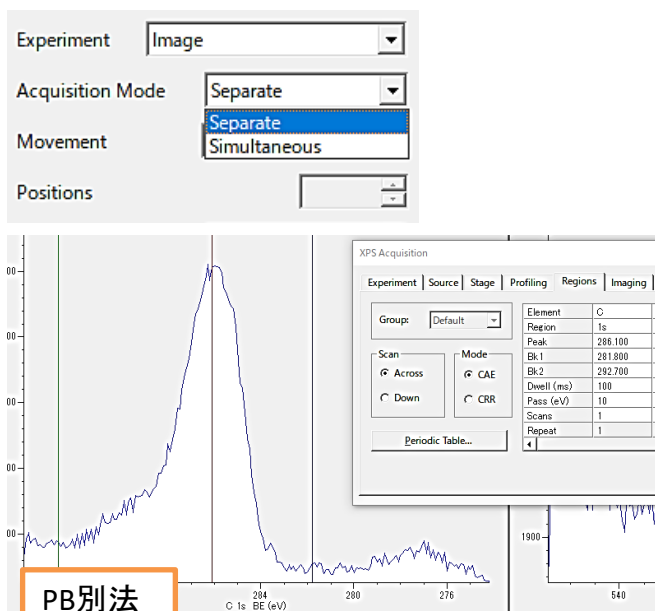
平滑な表面を持つ試料(Siウエハーなど)でなければ測定出来ません

・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° から -5° まで 0.2° 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° から -1° まで 1° 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° 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° 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	C
Region	1s
Centre	287.100
Range	9.800
Channels...	Default
Dwell (ms)	100
Pass (eV)	60.05
Scans	1
Repeat	1

Channel	Energy	Setting
1	291.886	Background
2	290.787	Peak
3	289.532	Peak
4	288.415	Peak
5	287.100	Peak
6	285.875	Peak
7	284.626	Peak
8	283.365	Peak
9	282.086	Background

Group: Default Region: C 1s

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すれば化学状態の違いをマッピング出来ます

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SiO₂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

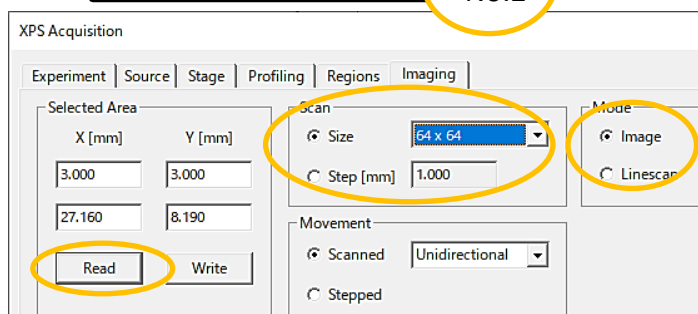
Image & Linescan

No.1

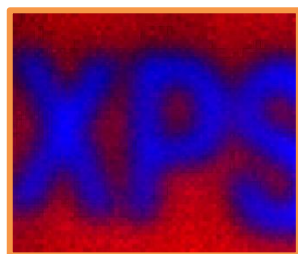
マッピング
領域

No.2

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



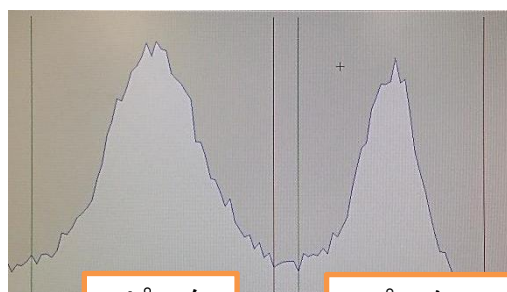
ImageタブでReadボタ
ンをクリックし、メモリ
位置を読み込みます。
Scan ではSizeかStepか
選択し、像の解像度を
決定します。Modeでは
Imageを選択します



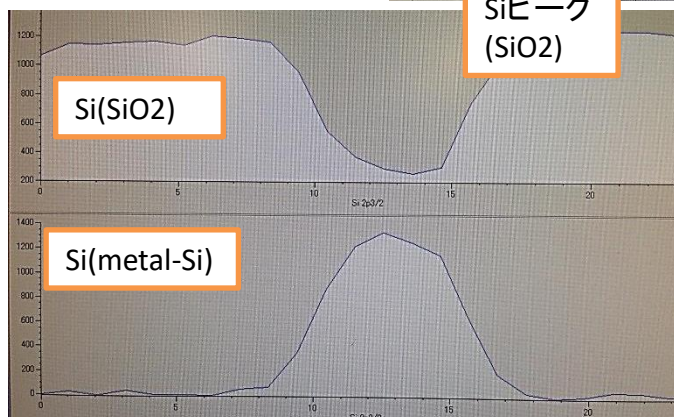
←マッピング結果の各
元素の画像を色分けし
て重ねる事も出来ます

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



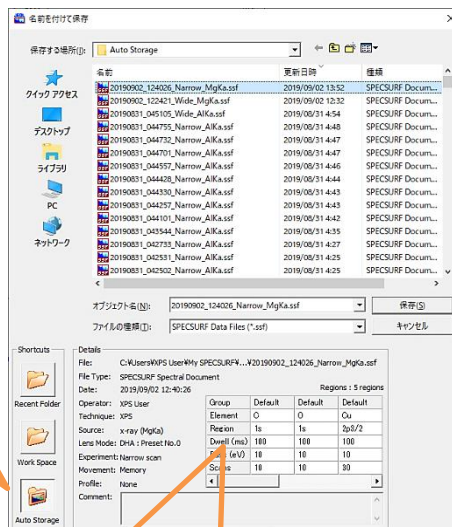
ModeでLinescanを
選ぶとNo.1から
No.2の位置までの
線分析を行います



←Simultaneous(PB同時法)で
のLinescan結果

これはSiウェハの真ん中をAr⁺エッ
チングした試料の分析で、削った位
置でSi、周囲でSiO₂の分布が得られて
います

データの基本的な処理



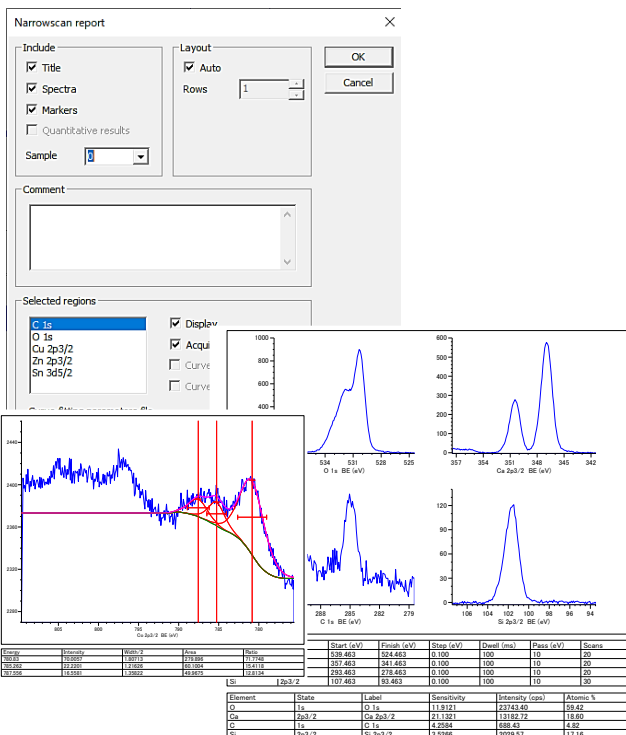
Regions : 5 region

Group	Default	Default	Default
Element	C	O	Cu
Region	1s	1s	2p3/2
Dwell (ms)	100	100	100
Pass (eV)	10	10	10
Scans	10	10	30

オブジェクト名(N): 20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf

ファイルの種類(I): SPECSURF Data Files (*.ssf)

保存(S) キャンセル



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

SpecSurfデータの他、テキスト形式とVAMAS形式が出力出来ます。ARIM利用申請でデータ提供有の利用者はVAMAS形式を必ず保存して持ち帰ってください。データアップロードに使用します

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。定量計算結果や波形分離結果もレポートにまとめることが出来ます

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「data」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ください。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

Arガスバルブを時計回りに9時方向(1/4回転)ぐらいまで閉める

3分待つ

Arガスバルブを時計回りに6時方向(3/4回転)まで閉める

イオン化室真空計のAVC OFF

イオンガンユニットでTimer Displayを選び、Timer resetボタンを押す

イオンガンユニットでChannelを選び、Xつまみを回して「7」に戻す

・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=17.95に戻し、ロックネジを締め直す。

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

ステージメモリーに登録した位置情報を全部消去

・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

Tiltを-10度より上に傾けている場合、

「Angle Resolved測定を行った場合」の手順を実行する

・トランスファーベッセルを使用した場合

ホルダーを試料準備室に回収後、ベッセルにホルダーを再封入

扉ロックを外してVENT。VENT後、ベッセルを外してブランクフランジをつける

扉をロックし、試料準備室の真空引きを行う。

問題なく真空が引けているか確認する。サンプルを回収し、ベッセル返却 31

終了の手続き

全ての測定で共通の手続きです。**順番を必ず守ってください**

・X線を落とす

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
SpecSurfのXPS acquisitionのSourceタブでOffをクリック

・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ボタンを押して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ボタンを再度押してV1バルブを閉める
試料交換室のロックを開ける
VENTボタンを押して交換室を大気に開放
黒いリングを回してOPENにする、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 & その他の作業

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
アナライザー電源 HTをOFF
カメラ、カメラモニタ、ステージランプをOFF
研究室USBメモリで測定データを解析用PCに移動
Spec Surfを閉じ、PCシャットダウン。ディスプレイ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
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

Q & A

基本的にスタッフにお尋ねください

- V1ボタンを押してもV1が開かない
→試料導入棒の黒いリングを一番後ろに下げてください。窒素ポンベの2次圧が0になっている場合はポンベ交換が必要なのでスタッフまでご連絡ください。
- 真空引きが全然進まない。真空度が悪い
→試料準備室の扉のOリングなどにゴミが付着していないか確認。試料の問題であればまずは試料の数、体積を可能な限り減らしてください。加熱が可能なら加熱して水分などを出しきってから導入してください。真空度が達しないものは待つしかありません。なるべく乾燥のための下準備を済ませてください。
- 測定を始めても全く信号が取れない
→HTボタンを確認。または測定範囲設定の絞りの数値を確認。またはX線源のmonochro/standardボタンの状況を確認。X線源で間違った線源を設定している場合は一度X線を落とし、15分待ってから正しい線源を立ち上げ直す。
- 目的元素のピーク強度が弱すぎてナロー測定が出来なそう
→サンプルの見直し、サンプル固定法の見直し(In箔埋め込み)、分析位置の見直し、ピーク位置の確認。測定条件でpass, dwell, stepをそれぞれ20eV, 200ms, 0.2eVに設定して、scansをなるべく増やして測定してください。ただしエネルギー分解能は落ちます。
- Arガスバルブを開けた際、真空計にP-Hというエラー表示が出た
→開けすぎです。オートバルブコントローラーをOFFにし、Arガスバルブを時計回りに1回転させて最初の状態に戻してください。Arイオンガンの真空計で「MEAS」ボタンを押すとエラーが消えます。その後、「FIL ON」ボタンを押すと表示が復帰します。今度はゆっくり慎重にArガスバルブを開けてください。
- 正体が良く分からないピークが出ている。スペクトル形状が変
→コンタミネーションに関わる可能性があれば、中和電子銃を試してください。帯電の影響かもしれません。また、X線源の種類を変えて測定し直してみてください。ピークが消えたらオージェピークまたはゴーストピークに由来している可能性があります