

# 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

# 装置使用の前に

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 連絡先は研究室入ロ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る。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PCIこ直接自分の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は自分で洗浄する
- 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

					× # 3		97 <b>X</b>	* *	ムスパック く使用した	-		+190880
		0.7866		使用した	10.2 2 1 (NV)	シモス	使用前 (Pa)	保用後 (Pa)	7428 200	(mm)	BRS.BR	(ナノ9ク支援で) 使用の場合)
<b>Эл &gt;</b>	10:00-17:00	光電子	光電子分光 分析研究室	9	10	10	1.0 × 10-	73.0×10-	1	3	502. KK	HNPA13,000
	TEAL CHERT	740-401	]	100	Se	1000		SA PE	]			ANNESSAN
				Me								
				Mg Al							-	
А	8 ~			Mg Al								
8	8 ~		-	12/20 Me								
я	0 ~	1		E/20				-	1	-		
я	0 ~	-		#/20		1	1	1	5	-		
	. ~			He Ai 4/20			1			-		
-				Ma				-				
8	a ~	10000		Me				1				

1 1

zix nixus

ZERO

IONIZATION GAUGE

FOR FRAMENT CHANG 1. Press MEAS 2. Press ZERO 3se 3. Press HEAD 4. Press MEAS When HEAD Lamp is M HEAD 2 is aches

-

\*

\*

イオン化室

分析室

### 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いて他の人 が使えない状況の時間です。#分析時間

Ar<sup>+</sup>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 ~10<sup>-4</sup>Pa ✓ 分析室 ~10<sup>-7</sup>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」である事を確認 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



ホルダー固定台

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

### <u>粉末試料を扱う場合</u>

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 えて粉末をふるい落としてください。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



留め金&ネジ

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 さにしてみ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)



リリースハルフ シリンダーが少し上 がったらすぐ締め直す







### <u>・インジウム(In)箔を使った粉体埋め込み</u>

- 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
- 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をかける。(可能 な範囲で十分に)
- 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



## 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

### <u>・試料の表面汚染について</u>

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超純水洗浄、すぐにエアーダスターなど 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





マグネットリング

準備室真空計

どっち回しでも可

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
- 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



まだまだ引きます

## 装置の立ち上げ



装置の立ち上げ



A X RAY POWER FLAMENT POWER FLAMENT POWER FLAMENT FLAMENT FLAMENT ADJ FLAMENT FLAMENT ADJ FLAMENT ADJ FLAMENT FLA





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(AI)

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

- Mgの場合はAI/Mgボタンを点灯させ、AI の場合は消灯。モノクロX線の場合はAI 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
- 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





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

### 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20。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方向に一周分開いて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1mmoまたは0.7mmo 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

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









ステージを試料交換位置へ移動

- 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
- 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

- 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



ー番奥で止まります



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<sup>-6</sup>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<sup>-6</sup>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<sup>-6</sup>Paを超えたら準備室へ戻して真空 引き継続。10.0×10<sup>-7</sup>Pa以下の真空度が理想的 です

### 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
- 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
- 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





# モノクロX線の設定(利用時)





Ratemeter Max : 0.929x10<sup>4</sup> (Counts/Sec) Counts/Sec Analyse 285 CAE 🔽 Normalise Centre Range C CBB Counts/Sec 61.25 🔽 Peak hold Pass/Ratio Lens 3mm&1mm Mode Refresh rate (mS) 400 Dwell Ratemeterウィンドウ Stop Close 「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

<u>分光結晶の窓を開ける</u>
 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

<u>Standard X線源の位置を後退</u>
 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

 <u>RatemeterでステージZ軸の調整</u> ステージTiltを-10<sup>°</sup>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<sup>°</sup>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<sup>+</sup>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<sup>+</sup>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、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<sup>-7</sup>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 マーカーから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<sup>-2</sup>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<sup>-</sup> <sup>2</sup>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<sup>-2</sup>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線測定の時に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 <sup>-2</sup> Pa)	9.7	9.7	9.7	9.7	9.7
2024/7/26更新 最新のレート	Etching rate(nm/min)	5.5	3.6	1.4	0.3	5.3
以前のレート	Etching rate(nm/min)	6.0	4.0	1.5	0.3	5.5

15

COLUMN ALIGNMENT



×.

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<sup>+</sup>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)



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 しまう事があります。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
- 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Ratemeter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
- 5. 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
- 8. 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

### ・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

トランスファーベッセル(利用時)







- ✓ 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ないことを確認する

✓ 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





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、 ちょっとだけロを開けとく)。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。

開けるの中断。戻して

PIG (



## Wide scan

Experiment	1 a	l n cr	l notro l	
Experiment Sou	irce Stag	e   Profiling	Regions	
Experiment	Wide sca	n	-	
A source bas	Wide sca	n		
Acquisition Mc	Depth Pro	can ofile (MIED)		
Movement	Angle Res Total Refl	solved ection		
Positions	Image	,		
Lens Mode	Зп	nm&1mm Mo	ode 💌	
Detector Chan	nels	9	*	
Movement	, N	one	-	
Positions	N	one		
Lens Mode	N	ormal		
Data store Cl	M	lemory	-	
L Perector ( han		IY		
Lens Mode	31	mm&1mm	Mode 💌	
Detector Channe	els 0.	nm&1mm 2mm&0.03	Mode mm Mode	
	N	ot used		
rimont   Course	Stage	Drofiling	Pagians Lima	inc
	Stuge [	Proning	Regions   imag	Jing
Default	First	Last	Group C	omr
200 FORGER	1	4	Default Default	
		Region	re l transform	h
ce   Stage   F	rotiling	Region	is [ imaging	1
	Elem	ent	Wide	Τ
ault 💌	Regio	on		
	Start	(eV)	1000.000	
Mode	Einie	h (e)A	0.000	
	11115	1.00	1.000	
CAE	Step	(eV)	1.000	-
© CAE	Step Dwel Pass	(eV) I(ms) (eV)	1.000 100 50	-
© CAE © CRR	Step Dwel Pass Scan	(eV) I(ms) (eV) s	1.000 100 50 2	
© CAE C CRR	Step Dwel Pass Scan Repe	(eV)  (ms) (eV) s	1.000 100 50 2  1	
© CAE © CRR	Step Dwel Pass Scan Repe	(eV)  (ms) (eV) s sat	1.000 100 50 2  1	
C CAE C CRR	Step Dwel Pass Scan Repe	(eV) (eV) (eV) s at	1.000 100 50 2  1 ×	
© CAE © CRR	Step Dwel Pass Scan Repe	(eV) (eV) (eV) s at	1.000 100 50 2  1 ×	
CAE CCRR SPECSURF Expecte Do you s	d acquisition	(eV) (eV) (eV) s sat	1.000 100 50 2  1 ×	
CAE CCRR SPECSURF Expecte Do you	d acquisition	(eV) (eV) (eV) s vat imme 20 m tion?	1.000 100 50 2  1 ×	
CAE CCRR SPECSURF Expecte Do you	d acquisition	(eV) I (ms) (eV) s at imme 20 m tion?	1.000 100 50 2  1 ×	

Start

C<u>h</u>eck

Continue

Open..

S<u>a</u>ve...

Close

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:OeV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

Markers		×			
Element       Ac     89 ÷       Add     Remove	Cursor Energy: 600.000	Shifts			
	Suggested Peaks	LiF	1s	684.8	-
	F KLL 599.600	LiF	1s	684.8	^
	Ha 405/2 C02.000	LiF	1s	685.1	
Add Remove All	Ag 3p1/2 603.100	LiF	1s	686.0	
_ Display		MgF2	1s	685.8	
✓ Photo peaks ✓ Lines ✓ Labels		MgF2	1s	685.4	
✓ Auger peaks		MgF2	1s	687.0	
Shifts     C Default line(s)     Full	<u> </u>	NaBF4	1s	687.0	~



# 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。特 にK-α<sub>3,4</sub>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-Kα使用時には、大きなピークの730eV 高い位置にO-Kα由来、320eV高い位置にCu-Lα由来、230eV低い 位置にAI-Kα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。AI-Kα使用時も +230eV(Mg-Ka)、+960eV(O-Ka)、560eV(Cu-La)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 21

### Narrow scan





Profiling Regions Imaging Stage |

First	Last	Group	Comment
1	2	Cr	Cr粉末
3	4	PET	PET板試料

1

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)

Experiment	Source Stage	Profiling	Regions	Imaging		
Groups		Elemen	it C	;	0	Cr
Group.	<u>r</u>	Region	1	0	10	2p3/2
	Default	Start (e	eV) 2	94.200	542.900	584.200
Scan	DET	Finish	(eV) 2	74.200	522.900	564.200
C Across	C CAE	Step (e	V) 0	.100	0.100	0.100
		Dwell (	ms) 1	00	100	100
C Down	C CRR	Pass (e	eV) 1	0	10	10
		Scans	1	0	10	50
		Repeat	1		1	1





<u>P</u>eriodic Table...

2	-
/	1

### Narrow scan

\_ 8 ×



Stopを押すとscan1巡後で測定終了になります。 Abortは強制終了

### <u>・スペクトルウィンドウについて</u>

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

### <u>•Narrow scanの推奨条件</u>

Start & Finish:目的のピークの周囲±10eV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、オージェピークは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0.1eVstepで100回測定すると35分く らいかかる 23



## **Depth Profile**



XPS Acquisition					
Experiment Source Stage Profiling Regions					
Experiment Dept	h Profile (MIED) 💌				
Acquisition Mode	Full				
Movement	Full Separate				
Positions	Simultaneous				
Long Made	Rum Ritmu Mada				
Lens Mode					
Detector Channels	9 -				

Depth ProfileではAr<sup>+</sup>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 取れればいい場合に使えます(「Image & Linescan」参照)

Profiling	Regions Imaging				
	Group	Before	To	Time	
D		1	1	0	
Etching		2	4	15	
		5	10	60	
-	Totals				_
	Levels 10				
Set	Time 405				

### 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





ロックネジ

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。微小量分析に向いてます

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

### <u> ・XPS本体での設定</u>

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

General	Device Switch 1		Device Sw	vitch 2
Techniques         XPS           Analyzer         DHA           Stage         GSMP-u           Stage Controller         MP/F           Ion Gun(s)         MIED           Monochromator         AI	SW8 R Motor SW7 T Motor SW6 Z Motor SW5 X Motor SW4 MIED SW3 Y Motor	OFF ON ON OFF ON	SW8 JP SW7 ST SW6 ST SW5 ID SW4 ID SW3 TE	S-9000 ON AGE ON AGE ON ON ST OFF
ASCU Port 4800 p.8.1	SW1 HSIG	OFF	SW1	I OFF
Sample Holder C Standard (Tilt Angle -10 ~ 10 [deg]) C lange (100 cm/sh=10 ~ 10 [deg])	Detector Multiple	<u>Г м</u>	lultiple Detector Energy Ratio	Settings Gain
Sample Holder         (Tit Angle - 10 - 10 (deg))           C Standard         (Tit Angle - 10 - 10 (deg))           C Inger         (Tit Angle - 20 80 (deg))           G High Angle         (Tit Angle - 20 80 (deg))           Energy Offset v= 20 eV         4375 [eV]           AES Mode         C Direct	C Single	Ch.   1   2   3   4   5   6   7   8	ultiple Detector Energy Ratio -0.08 -0.06 -0.04 -0.02 0.00 0.02 0.02 0.04 0.02	Settings Gain 0.718 0.808 1.000 0.941 0.903 0.909 0.974 0.955
Sample Holder C Standard (Tit Angle -10 - 10 (deg)) C Inge (Tit Angle -10 - 10 (deg)) C High Angle (Tit Angle -30 80 (deg)) Energy Offset 0 - 50 eV 4375 (eV) AES Mode C Direct C Differential	C Single	Ch. 1 2 3 4 5 6 7 8 9	Iultiple Detector Energy Ratio -0.08 -0.04 -0.04 -0.02 0.00 0.02 0.04 0.06 0.08	Settings Gain 0.718 0.808 1.000 0.941 0.903 0.903 0.909 0.974 0.955 0.694

E	Experiment Source Stage Profiling Regio					
	Experiment And	jle Resolved				
	Acquisition Mode	Full				
	Movement	Memory				

Experiment Source Sta	ge Profiling	Regions	Imaging	
Group	From 0	To 80	Step 5	-
,	0	80	5	
				-

### ・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ウェハーなど)でなけ れば測定出来ません

- •<u>Total Reflection測定方法</u>
- 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
- 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)
- 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°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 27

### Image & Linescan



Imageでは最大5.0×1.8cm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

<u>•Separate(PB別法)</u> 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

#### <u>•Simultaneous(PB同時法)</u>

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





rofiling Regions Imaging

Element Si Si Region 2p3/2 2p3/2 104.049 Centre 99.200 4.898 3.803 Range Channels... Default Default .. Dwell (ms) 200 200 Pass (eV) 30.65 23.8 1 Scans Repeat Siピーク Siピーク (SiO2) (metal-Si) Si(SiO2) Si 2p3/2 Si(metal-Si)

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

> > 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ウェハーの真ん中をAr<sup>+</sup>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 29

## データの基本的な処理

	Aito Storege	
	Auto Storage       Prove the set of t	n
72977 9777 9777 9777 9777 9777 9777 977	272977       # 100001 Harry       \$ 1000001 Harry       \$ 1000001 H	n n
image: bit is and bit is a bit is bit is a bit is bit a bit bit bit a bit is bit bit bit bit bit bit bit bit bit b	PTPP	n
9777       Provide State Norma Addated       980001 440       970000 10000 10000 1000 1000 1000 1000 1	9779       Biological Addition Service Addition Se	n
	Image: Second secon	n
Image: Sector Product Sector Produc	initial	n n
Bitle       9797-7       Bitle of the set of the s	#957-0       Exercise points the second and the second a	n
Autor       Product Attack       200001143       201001143	Image: Note: 1, 2019, 2	n
Image: second	Image: state in the state	n
Image: state         Image: state<	#7/2021-tig       D00002_12020_Harmov_MyKatif <ul> <li>March 1000</li> <li>Section</li> <li>Section</li></ul>	>
7/1/2005/2010 Data Her (-st)       1 <td< td=""><td>77/10/88[10:       PECUMP Data Hie (*x)      </td><td></td></td<>	77/10/88[10:       PECUMP Data Hie (*x)	
	Image: State St	
Image: Network         Sec: 28: 28: 28: 28: 28: 28: 28: 28: 28: 28	Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange         Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange         Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange         Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange       Image: Strange: Strange       Image: Strange       Image: S	
Image: Spring in the second	Nervorscan report       X         Inductor regions       SPECtal regions         Source       X and a 322         Source       X and a 322       X and a 322         Source       X and a 322       X and a 322       X and a 322         Source       X and a 322       X and a 322       X and a 322       X and a 322	
Water       Water       Water       Water       Water         Juito Storage       Water       Water       Water       Water       Water         Juito Storage       Water       Water       Water       Water       Water       Water         Juito III       100       100       100       100       100       100         Juito IIII       Storage       Water       Water       Water       Water       Water         Juito IIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIII	Image: Area population         Auto Storage         Image: Area population	
Auto Storage         Performed beautive           Regions : 5 region           Group         Default         Default           Lement:         Performed         Performed           Nonent:         Performed         Performed           Advector         Default         Default           Element:         C         O         Quality           Advector         Quality         Default         Default           Element:         C         O         Quality           Advector         Regions : 5 region         Region           Advector         Quality         Region         Region           Advector         Quality         Region         Region         Region           Advector         Quality         Region         Region         Region         Region           Advector         District         District         Region         Region         Region         Region           Advector         District         District         Region         Region <thregion< th=""> <thregion< th="">         Regi</thregion<></thregion<>	Auto Storage       use Mode Division Presented       use Mode Division Presented       use Mode Division Presented         Auto Storage       use Mode Division Presented       use Mode Division Presented       use Mode Division Presented         Auto Storage       use Mode Division Presented       use Mode Division Presented       use Mode Division Presented         Mode Division Presented       Use Mode Division Presented       Use Presented       use Mode Division Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented       Use Presented         Mode Division Presented       Use Presented       Use Presented <td< td=""><td></td></td<>	
Auto Storage We then Needed Frequence Needed	Auto Storage       Weeket Weeker       So b       10       10         Auto Storage       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         Industry       SPECSURF Data Files (*.ssf)       4+2/2/L         SPECSURF Data Files (*.snf)       ++2/2/L       sef         SPECSURF Data Files (*.snf)       -       ++2/2/L         Spectra       C:4/Userskyps VAMAS Files (*.npl)       sef         Narrowskan results       Sample       Content       Content         Sample       Image of the set       Set       Set         Spectra       V Auto       Content       Set       Set         Sample       Image of the set       Set       Set       Set         Sample       V Auto       Set       Set       Set       Set         Sample       Image of the set       Set       Set       Set       Set         Sample<	
Image: The second sec	Narrowscan report         Xx           Industry         Convert           Industry         Convert           Industry         Convert           Region 1s         1s           100         100           Pass (eV)         10           Industry         Convert           Indi	
Regions : 5 region           Element         C         O         Cu           Region         1s         1s         2p3/2           Devel (ms)         100         100         100           Pass (eV)         10         10         10           Scans         10         10         30         10           Tr/JvD1F4(N):         20190902,124026,Narrow,MgKassf         Image: Colspan="2">Image: Colspan="2"           Image: Colspan="2">Image: Colspan="2"           Image: Colspan="2">Image: Colspan="2"           Image: Colspan="2"         Image: Colspan="2"	Auto Storage         Regions : 5 region         Group       Default         Default       Default         Region 1s       1s         1s       2p3/2         Dwell (ms)       100         100       100         Pass (eV)       10         Scans       10         10       10         30       \$         ************************************	
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         Image: Colspan="2">Image: Colspan="2"           Image: Colspan="2"         Image: Colsp	Regions : 5 region         Group       Default       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       10         Jona       Image: Comparison of the second of the	
Image: construction of the second	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           Image: Scans         SPECSURF Data Files (*.ssf)         ##???/           als         C:#Users#VDPS         VAMAS Files (*.npl)         ssf	
Element       C       O       Cu         Region       1s       1s       2p3/2         Dwell (ms)       100       100       100         Pass (eV)       10       10       10         Scans       10       10       30         Image: Second Sec	Element       C       O       Cu         Region       1s       1s       2p3/2         Dwell (ms)       100       100       100         Pass (eV)       10       10       10         Scans       10       10       30         Image: Second Scans       SPECSURF Data Files (".ssf)       4+757         Image: Second Scans       Second Scans       10       10         Second Scans       Second Scans       Second Scans       1         Image: Second Scans       Second Scans       Second Scans       1         Image: Second Scans       Second Scans       Second Scans       Second Scans         Image: Second Scans       Second Scans       Second Scans       Second Scans         Image: Second Scans       Second Scans       Second Scans       Second Scans         Image: Second Scans       Second Scans       Second Scans       Second Scans         Image: Second Scans       Second Scans       Second Scans       Second Scans         Image: Second Scans	
Region       1s       1s       2p3/2         Dwell (ms)       100       100       100         Pass (eV)       10       10       30         #15x201+&(D):       20190902,124026, Narrow, MgKa.ssf <ul> <li>(#75x201+&amp;(D):</li> <li>(SPECSURF Data Files (*.ssf)</li> <li>(SPECSURF Data Files (*.ssf)</li></ul>	Region       1s       1s       2p3/2         Dwell (ms)       100       100       100         Pass (eV)       10       10       10         Scans       10       10       10         Scans       10       10       10         AffSiz9Fa(N):       20199902_124026_Narrow_MgKassf <ul> <li>(#f5)</li> <li>(#f6)</li> <li>(</li></ul>	
Image: Name	President         IS         203/2           Dwell (ms)         100         100         100           Pass (eV)         10         10         10           Pass (eV)         10         10         10           Scans         10         10         30           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #           #         #         #         #         #           #         #         #         #	
Dwell (ms)         100         100         100           Pass (eV)         10         10         10         30           オブジェクト会(N):         20190902,124026,Narrow_MgKa.ssf         「保存(S)           オブジェクト会(N):         SPECSURF Data Files (*.ssf)         「キャンセル           SPECSURF Data Files (*.ssf)         ・         キャンセル           SpECSURF Data Files (*.npl)         ssf         State files (*.ssf)         ・           Narrowscan report         ドマ Auto         Cancel          Cancel           Image: Spectra Files (*.stf)         ・         ・          0           Sectra Files (*.stf)         ・         ・         Cancel            Image: Spectra Files (*.stf)         ・         ・         0	Dwell (ms)         100         100           Pass (eV)         10         10         10           Scans         10         10         30           オブジェクト先(N):         20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf         (保存(S))           ファイルの種類(D):         SPECSURF Data Files (*.ssf)         キャンセル           SPECSURF Data Files (*.txt)         sef         *           Narrowscan report         ×         *           Indude         Image: Carcel         Coc           Sample         ×         Image: Carcel           Sectra         ×         Coc           Comment         Image: Carcel         Image: Carcel           Sector regions         ×         Image: Carcel           Sample         ×         ×           Comment         Image: Carcel         Image: Carcel           Sector regions         ×         Image: Carcel           Sample         ×         ×           Sample         ×         Image: Carcel           Sector regions         ×         Image: Carcel           Sample         ×         ×           Sample         ×         ×           Sample         ×         ×           Sample	
Pass (eV)       10       10       10         Scans       10       10       30         AT/5/J2/F4(N):       20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf <ul> <li>(RF(S))</li> <li>(Provide and Comparison of the set of th</li></ul>	Pass (eV)       10       10       10         Scans       10       10       30         オブジェクト名(N):       20190902_124026, Narrow_MgKa.ssf <ul> <li>(保存(S)</li> <li>(アイルの種類(D):</li> <li>SPECSURF Data Files (*.ssf)</li> <li>als</li> <li>C:#UsersYUPS</li> <li>VAMAS Files (*.srf)</li> <li>i:</li> <li>C:#UsersYUPS</li> <li>VAMAS Files (*.npl)</li> </ul> Sef	
Scans       10       10       30         オブジェクト名(N):       20199092_124026_Narrow_MgKa.ssf       ・       保存(S)         ファイルの建築(D):       SPECSURF Data Files (*.ssf)       ・       キャンセル         SPECta       ビーンドした       ・       ・         「odde       ビーンドした       ・       ・         「odde       ビーンドした       ・       ・         「odde       ビーン・       ・       ・         「odde       ビーン・       ・       ・         「odde       ビーン・       ・       ・         「odde       ビーン・       ・       ・         「odde       「ア Natos       ・       ・         「odde       ・       ・       ・         「odde       ・       ・       ・       ・ </td <td>Scans       10       10       30         オブジェクト名(N):       20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf       ・       保存(S)         ファイルの種類(D):       SPECSURF Data Files (*.ssf)       ・       キャンセル         alls       C:NUGersVxPS (VAMAS Files (*.ssf)       ・       キャンセル         SPECSURF Data Files (*.stf)       :       C:NUGersVxPS (VAMAS Files (*.stf)       ・         Indude       Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·         Indude       Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·         Indude       Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·&lt;</td> <td></td>	Scans       10       10       30         オブジェクト名(N):       20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf       ・       保存(S)         ファイルの種類(D):       SPECSURF Data Files (*.ssf)       ・       キャンセル         alls       C:NUGersVxPS (VAMAS Files (*.ssf)       ・       キャンセル         SPECSURF Data Files (*.stf)       :       C:NUGersVxPS (VAMAS Files (*.stf)       ・         Indude       Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·         Indude       Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·         Indude       Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·       ·       ·       ·       ·         Image: Comparison of the file (*.stf)       ·<	
Image: state sta	オブジェクト名(N): 20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf ・ 保存(S)     アケルの種類(D): SPECSURF Data Files (*.ssf) ・ キャンセル     SPECSURF Data Files (*.ssf) ・ キャンセル     SPECSURF Data Files (*.ssf) ・ まャンセル     SPECSURF Data Files (*.ssf) ・ ます     Convert ・ C+VJsers+XDPS VAMAS Files (*.npl) ・ ssf  Narrowscan report      Convert ・ CK     Cancel     Sectra report ・ CK     Sectra report ・ CK     Sectra report ・ CK     Sectra report ・	
<i>t</i> ↑ 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 <b>i</b> 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 <b>i</b> 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 <i>T</i> 𝑘 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 𝔅 <b>SPECSURF</b> Data Files (*.ssf) <b>SPECSURF Narrowscan</b> report <b>C</b> : ¥Users ¥NPS <b>C Narrowscan</b> report <b>C</b> : Wusers ¥NPS <b>C Seetcha C</b> : <b>N C C V N C O O Seetcha V N O O O Seetcha V N D D O D D D D D D D D D D D D</b>	オブジェクト名(N): 20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf ▼ 保存(S) ファイルの種類(D): SPECSURF Data Files (*.ssf) ▼ キャンセル SPECSURF Data Files (*.ssf) ▼ キャンセル C+UsersWDS VANAS Files (*.txt) ▼ ssf Narrowscan report × Tot Layout ▼ Auto CK © Spectra ▼ Auto CK © Cancel © Spectra ▼ Auto CK Cancel Selected regions Comment Curve ♥ Auto 0 Selected regions Curve ♥ Auto 0 Curve 0 Selected regions Curve 0 Selected regions	
t プジェクト名(N): 20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf ・ 保存(S)     アイルの種類(D): SPECSURF Data Files (*.ssf)     alls C:#UsersWXPS VAMAS Files (*.npi)     SPECSURF Data Files (*.ssf)     c.#UsersWXPS VAMAS Files (*.npi)     Sector     C.#UsersWXPS VAMAS Files (*.npi)     Sector     Concel     V Auto	オブジェクト名(N): 20190902_124026_Narrow_MgKa.ssf ・ 保存(S) ファイルの種類(D): SPECSURF Data Files (*.ssf) ails C:+UsersWUPS VAMAS Files (*.trl) Text Files (*.trl) Text Files (*.trl) Saf Narrowscan report VAMAS Files (*.trl) Saf C:+UsersWUPS VAMAS Files (*.npl) Saf Carcel Sector Carcel Sector Carcel	
77/I/LO@EDITE_Data Files (*.st)       ++>2//         alls       C:#UsersWyps       VAMAS Files (*.st)         SPECSURF Data Files (*.st)       of         Narrowscan report       X         Indude       If Auto       If Auto         Wankers       If Auto       If Auto         Quantitative results       If Auto       If Auto         Sectora       If Auto       If Auto         Image: Auto auto       If Auto       Image: Auto auto         Sectora       If Auto       Image: Auto auto auto auto auto auto auto auto a	771ルの種類①: SPECSURF Data Files (*.ssf) alls Text Files (*.txt) : C:VUsersVVPS VAMAS Files (*.npl) Narrowscan report × Include VAMAS Files (*.npl) Safe Comment VAMAS Files (*.txt) Concel V Atto Cancel Comment VAMAS I I I I I I I I I I I I I I I I I I I	
JPH Judie [E] (1):     SPECUNK Data Files (*.st)       alls     C:¥Users¥vps       VAMAS Files (*.npl)     ssf         Narrowscan report     X       Include     IV Auto       IV Title     IV Auto       IV Auto     IV Auto	JP1 AUDERALLY:     SPECSURF Data Files (*.ssf)       als     SPECSURF Data Files (*.ssf)       als     Text Files (*.txt)       :     C:¥Users¥UPS       VAMAS Files (*.txt)     ssf         Indude     Value       Value     Value       Sectors     Value       Comment     Value       Selected regions     Value         Selected regions	-
als rectificities ("s.npl) sof Text File (".npl) sof Narrowscan report	alls     SPEESSAW Data mice (1.53)       :     C:WUsersWOPS (VAMAS Files (*.npl))       saf         Narrowscan report         Include       Ø The       Ø Auto	
: C:#UsersYXPS <u>VAMAS Files (*.npl)</u> Narrowscan report	: C:WJsersWXPS VAMAS Files (".npl)sf	
Narrowscan report         X           Indude         Layout         Image: Cancel           Image: Constitution results         Image: Cancel         Image: Cance	Narrowscan report X  Include  Tube  Tube  Tube  Tube  Auto  Rows  I  Cancel  C	
$\begin{array}{ c c c } \hline \begin{tabular}{ c c } \hline \begin$	Include   Image: Training of the second sec	
In Auto     Image: Concel       Image: Concel     Image:	Sector results Sample 3 ▼  Comment Co	
V Spectra       Rows       I       Cancel         V Markers       Quanktative results         Sample       Image: Comment         Selected regions       Image: Comment         Selected regions       Image: Comment         Selected regions       Image: Comment         Image: Comment       Image: Comment         Image: Comment <td>Image: Spectra group     Rows     Image: Spectra group     Cancel       Image: Spectra group     Image: Spectra group     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Connent     Image: Spectra group     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Selected regions     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Cut 2032     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Selected regions     Image: Spectra</td> <td></td>	Image: Spectra group     Rows     Image: Spectra group     Cancel       Image: Spectra group     Image: Spectra group     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Connent     Image: Spectra group     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Selected regions     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Cut 2032     Image: Spectra group     Image: Spectra group       Selected regions     Image: Spectra	
Warkers         Currentiative results           Sected regions         Image: Currentiative results           Sected regions         Image: Currentiative results           Sected regions         Image: Currentiative results           Image: Currentiative results         Image: Currentiative results           Sected regions         Image: Currentiative results           Image: Currentiative results         Image: Currentiative results <t< td=""><td>Warkers       Quantitative results       Sample       Image: Sample Image</td><td></td></t<>	Warkers       Quantitative results       Sample       Image: Sample Image	
Current         Selected regions	Comment       Sample       Selected regions         Class       Value       0 15       Cu 2p3/2       2n 3p3/2       Curve       sn 3d5/2       Curve	
$\begin{array}{  c   } \hline \\ \hline $	Sample         Image: Comment           Comment         Image: Comment           Selected regions         Image: Comment           O 15         Image: Comment           O 15         Image: Comment           Selected regions         Image: Comment           Selected regions         Image: Comment           O 15         Image: Comment           S 33/2         Image: Comment           S 33/2         Image: Comment           S 33/2         Image: Comment           Image: Comment         Image: Comment           Image: Comment         Image: Comment	
$ \frac{Comment}{C_{22}} = \frac{C_{22}}{C_{22}} = $	Comment Selected regions Clas	
$ \begin{array}{  c   } \hline \hline \\ $	Comment           Selected regions           O Is           O Is <t< td=""><td></td></t<>	
Selected regions Selected regions $D_{15}$ $D_{12}$	- Selected regions -	
Selected regions $\begin{array}{c} 5 \\ \hline 1 \\ C_{12} \\ D_{23} \\ D_{2$	Selected regions	
$ \frac{1}{2324} = \frac{1}{1232} + $	Selected regions C 15 O 15 O 25 O 25 C 22 D 25 D 25 C 24 D 25 D 25 C 24 D 25 D 2	
Selected regions Selected regions $0 \frac{15}{0.15}$ C.12 23/2 Sn.3d5/2 $n \frac{1}{0} \frac{1}{0.5}$ C.12 23/2 Sn.3d5/2 $n \frac{1}{0} \frac{1}$	Selected regions	
$ \frac{1}{22} = \frac{1}{23} = \frac{1}{23}$	Cis         IV         Display           O Is         IV         Acqui         1000           Zn 203/2         IC         Curve         800           Sn 3d5/2         IC         Curve         800           Construction         IC         000         000	
$ \begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	Cuis         V         Disport         I           O Is         IF         Acqui         IIII         IIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIIII	
$ \begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	Cu 293/2 Ta 1293/2 Sn 3d5/2 Curve 800 Curve 800 C	
$ \begin{array}{ c c c c c } \hline S : 3d5/2 & \hline & & & & & & & & & & & & & & & & & $	Sn 3d5/2 600- 600- 600- 600- 600- 600- 600- 600	
$\frac{1}{22} = \frac{1}{122} + \frac{1}{$	300-	
$\frac{1}{22} + \frac{1}{22} + \frac{1}{2} + $		
$\frac{1}{22} - \frac{1}{22} - \frac{1}{2} - $		
$\frac{1}{22} \int_{   _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{    _{1}} \int_{     _{1}} \int_{     _{1}} \int_{     _{1}} \int_{      _{1}} \int_{      _{1}} \int_{       _{1}} \int_{        _{1}} \int_{                                    $		
$ \frac{1}{2} 1$	534 531 528 525 357 354 351 348 345 342 O 1a BE (aV) C a 2p3/2 BE (aV)	
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $		
$= \frac{1}{\frac{1}{\frac{1}{\frac{1}{\frac{1}{\frac{1}{\frac{1}{\frac{1}$		
$\begin{array}{c} \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\ \\$	"] · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
$ \frac{1}{1000} + $		
B         Statut         Col         Dot         Dot <thdot< td="" th<=""><td>"]    <b>``!ta</b>  '!#""  kativulun ==- / \</td><td></td></thdot<>	"]    <b>``!ta</b>   '!#""  kativulun ==- / \	
Image: Constraint of the state of		
Start E4V         Finish E4V         E4V	465         366         376         366         94         362         325         282         279         106         104         102         100         98         96         94           10         10         366         366         366         366         366         366         366         94         362         210         98         96         94           10         10         366         366         366         366         366         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94         362         366         94	
a) (2000) 1.80713 (276.864 (71.7748) 202 (22.200) 1.20050 (651.064 (15.4118) 205 (16.001) 1.000 (100 (100 100 100 100 100 100 100 10	Start (eV)         Finish (eV)         Step (eV)         Dwell (ms)         Pass (eV)         Scart           my         Parenty         Web/2         Avair         Pasic         559.463         524.463         10.100         100         111         Pair	
200.400 [100 10 20	B2 12/16/2 12/	
Si         12p3/2         107.463         193.463         0.100         100         10         30           Element         State         Label         Sensitivity         Interview (non)         Atomin %	Si         12p3/2         107.463         93.463         0.100         100         30           Element         State         Label         Sensitivity         Interview         Atronic %	
O 1s O 1s 11.9121 23743.40 59.42 Ca 2p3/2 Ca 2p3/2 21.1321 13182.72 18.60	O 1s O 1s 11.9121 23743.40 59.42 Ca 2p3/2 Ca 2p3/2 21.1321 13182.72 18.60	

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下 さい。データ保存については保障しません

#### ・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

### <u>•Angle Resolved測定を行った場合</u>

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

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

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

<u>Tiltを-10度より上に傾けている場合、</u>

「Angle Resolved測定を行った場合」の手順を実行する

#### <u>・トランスファーベッセルを使用した場合</u>

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 <sup>31</sup>

### 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

(PS装直本体の終了&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。窒素ボンベの2
   次圧が0になっている場合はボ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, 0.2eVIこ設定して、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。