

UlvacPhi PHI5000 VersaProbe III with AES Part 1 測定プログラム「SmartSoft-VP」マニュアル

東京大学工学系研究科 総合研究機構 ナノ工学研究センター X線実験室

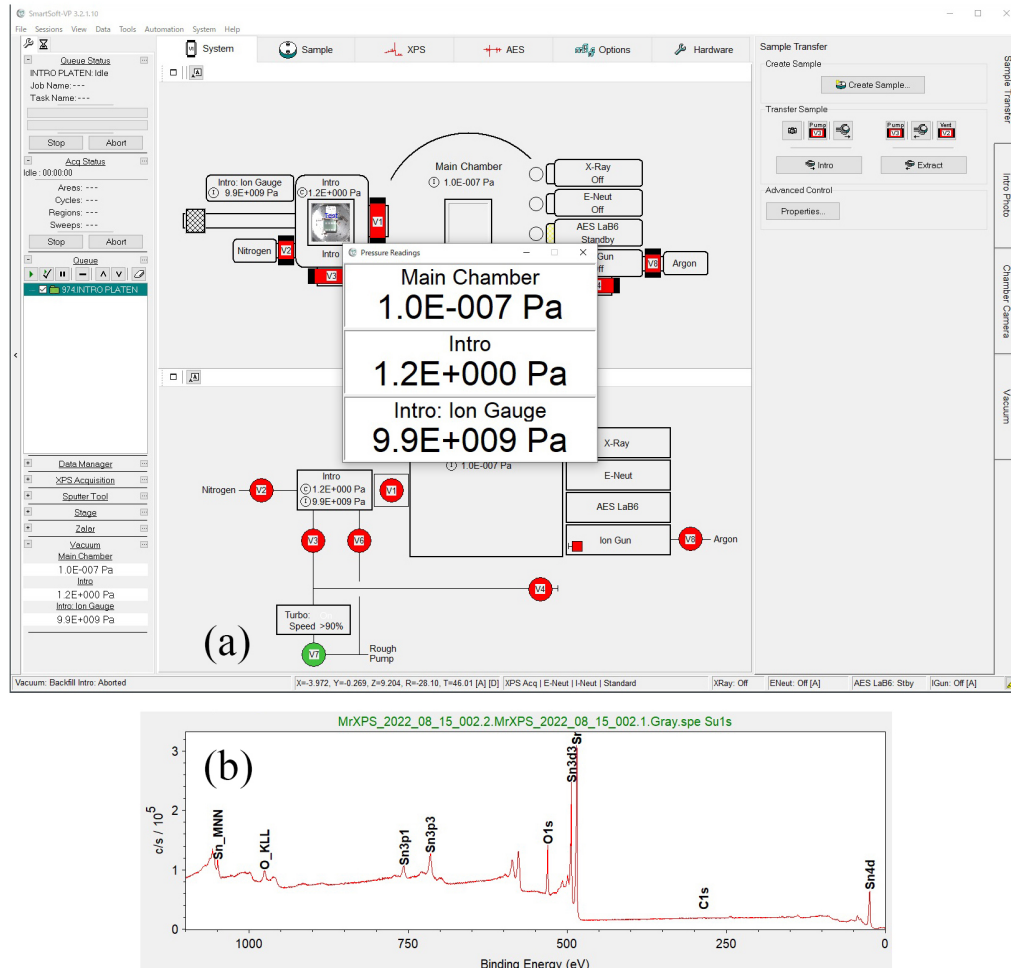


図0 測定用ソフトウェア SmartSoft-VP の画面

PHI 5000 VersaProbe III による光電子分光分析測定は、測定用ソフトウェア「SmartSoft-VP」で行う。このマニュアルでは「SmartSoft-VP」の使い方を記述する。図0 (a) 上のタブと右のタブを開くことで、画面を切り替えて操作する。図0 (b) は、表面が酸化したスズのサンプルをスパッタしたあと測定された、サーベイスpekトル (図 5.7 [p.20] と同じ) である。

第1章 [p.1] では、Platen(プラチン:1回の測定)のデータファイルおよびフォルダの確認と設定、第2章 [p.3] では、十字線の補正について、第3章 [p.7] では、測定位置の登録について、第4章 [p.9] では、光電子スペクトルの測定について、第5章 [p.17] では、スパッタリングスペクトルの測定について、記述する。

第6章 [p.21] -第10章 [p.35] では、オージェ電子分光の機能の、第6章:SEMモード、第7章:スペクトルモード、第8章:スパッタモード、第9章:ラインモード、第10章:マップモードについて記述する。

付録A [p.39] では、サンプルステージを初期化について記述する。不具合が発生した場合は、付録Aの手順でサンプルステージを初期化することにより、解決する場合が多い。

目次

第 1 章	Platen(プラテン) のデータファイルおよびフォルダーの確認と設定	1
第 2 章	十字線の位置補正	3
2.1	Z-Align	3
2.2	SXI(Scanning X-ray Imaging) の開始	4
2.3	登録箇所への移動	4
2.4	位置の登録	5
第 3 章	測定点の登録	7
第 4 章	光電子スペクトルの測定	9
4.1	通常のスเปクトル測定	9
4.1.1	サーベイスペクトル測定の設定と開始	9
4.1.2	サーベイスペクトルのグラフの表示	11
4.2	キューを用いたスเปクトル測定	12
4.2.1	ナロウスペクトル測定の設定	13
4.2.2	ナロウスペクトル測定の開始	15
第 5 章	光電子スパッタリングスเปクトル測定	17
5.1	スパッタリング測定の概要	17
5.2	スパッタリング測定の設定	17
5.3	スパッタリング測定の実行	19
5.3.1	スパッタリング開始前のスเปクトル	19
5.3.2	スパッタリング中の表示	19
5.3.3	スパッタリングスเปクトル測定中の表示	19
5.3.4	スパッタリングのあとに測定されたサーベイスペクトル	20
第 6 章	SEM(走査型電子顕微鏡) モード	21
6.1	SEM モードの概要	21
6.2	サンプル電流の調整	22
6.3	SEM の開始とピント調整	22
6.4	SEM 像の写真撮影	23
第 7 章	オージェ電子スเปクトル測定モード	25

7.1	オージェ電子分光測定の設定	25
7.2	オージェ電子分光測定の開始	27
7.3	MultiPak によるオージェ電子スペクトルの表示	27
第 8 章	オージェ電子スパッタリング測定モード	29
8.1	スパッタリング測定領域の設定	29
8.2	スパッタリング測定スペクトル領域の設定	30
第 9 章	オージェ電子ライン測定モード	33
9.1	ライン測定モードの開始	33
第 10 章	オージェ電子マッピングモード	35
10.1	マッピングモードの開始	35
10.2	マッピングスペクトル領域の設定	36
10.3	MultiPak によるマッピングデータの表示	37
付録 A	サンプルステージの初期化	39
索引		41

目次

0	測定用ソフトウェア SmartSoft-VP の画面	i
1.1	SmartSoft-VP の左端に表示されるメニュー	1
1.2	左端の [+] をクリックして、上から 4 番目の Data Manager を開く	1
1.3	測定データの名前とフォルダーに関する詳細	2
1.4	サンプルステージの写真をマウントすると、図 1.3 (a) 「[3] Image Overlay」にイメージファイル名が表示される	2
2.1	十字線の位置補正画面	3
2.2	サンプルステージ中央で、Z-Align を行う	3
2.3	Z-Align 開始時に表示される画面	4
2.4	SXI(Scanning X-ray Imaging) の開始	4
2.5	SXI に「穴」が映るように「Drive to Click」	4
2.6	SXI の穴の中心と写真の穴の中心を合わせる	5
2.7	すべての点をアンチェックしたあと PIN1 を再度クリックする	5
2.8	2 つ目の点を登録したあと、PIN2 をクリック	5
2.9	3 つ目の点を登録したあと、PIN3 をクリック	5
3.1	ポジション登録	7
3.2	図 3.1 「Properties [8]」のクリックで表示される画面。左上の「[1] Graph」のタブを開くと、グラフを表示させることができる。	8
3.3	4 カ所の測定点が登録されている	8
4.1	スペクトル設定画面。いちばん下の「[11]」には、サンプルステージの位置情報が、「[12]」には、X 線の ON/OFF が表示される	9
4.2	Acquisition 設定画面	10
4.3	異なる化学結合状態に対する C1s 光電子ピーク	10
4.4	測定中のスペクトル	11
4.5	図 4.4 左上の拡大	11
4.6	ファイル選択ウィンドウ	11
4.7	サーベイスpekトルの表示	12
4.8	図 4.1 右の拡大	12
4.9	画面左に表示されるキューウィンドウ	12
4.10	ナロウスpekトル測定の設定	13

4.11	図 4.1 左下の拡大 (その 1)。1 番目のポジションが選択されている	13
4.12	図 4.1 左下の拡大 (その 2)。2 番目と 3 番目のポジションが選択されている	13
4.13	測定条件の設定	14
4.14	キューの確認とスタート。2 番目と 3 番目のポジションに対する測定条件を表示している	14
4.15	異なる化学結合状態に対応する C1s 光電子ピーク	14
5.1	上のタブ「[1] XPS」と右のタブ「[2] Profile」を開いてスパッタリング設定ウィンドウを開いている	17
5.2	図 5.1 「[5] Sputter Rate Table」をクリックして開いたウィンドウ	18
5.3	スパッタ開始前のスペクトル測定	18
5.4	スパッタ中に表示されるタイマー	18
5.5	各ピークの積分強度の変化	19
5.6	スパッタリング測定を繰り返すたびに变化するスペクトル。(a) 1 回目のスパッタのあと、(b) 2 回目のスパッタのあと、(c) 3 回目のスパッタのあとに測定されたナロウスpekトル	20
5.7	3 回スパッタリングを行ったあとに測定されたサーベイスpekトル	20
6.1	SEM(走査型電子顕微鏡) モードの画面	21
6.2	SEM 像の写真撮影。「カメラマーク [3]」をクリックしたところ	22
7.1	オージェ電子分光測定の設定画面	25
7.2	元素の周期律表からオージェピークを選択	26
7.3	測定されたオージェ電子pekトル。(a) サーベイスpekトル、(b) 酸素オージェ電子pekトル、(c) 炭素オージェ電子pekトル、(d) 金オージェ電子pekトル	26
7.4	MultiPak で表示されたオージェ電子pekトル	27
8.1	オージェ電子分光スパッタリング測定設定画面	29
8.2	スパッタリング測定pekトル指定画面	30
8.3	スパッタリング測定pekトル指定画面	30
8.4	スパッタリングスケジュール設定画面	30
9.1	ライン測定モード画面	33
10.1	マッピング画面	35
10.2	マッピングpekトル指定画面	36
10.3	マッピングpekトル指定画面	36
10.4	Multipak によるマッピングデータの表示	37
A.1	左上の「[1]」タブ、右の「Stage[2]」タブを開いて、右下の「Initialize[3]」をクリックするとサンプルステージが初期化される。下の確認画面の「[4]Yes」をクリックする前に、サンプル導入フォークがサンプルホルダーに差し込まれていないことを確認する。	39
A.2	サンプルステージの初期化中に表示される画面	39
A.3	サンプルステージの初期化終了時に表示される画面	40

第 1 章

Platen(プラテン) のデータファイルおよびフォルダーの確認と設定



図 1.1 SmartSoft-VP の左端に表示されるメニュー

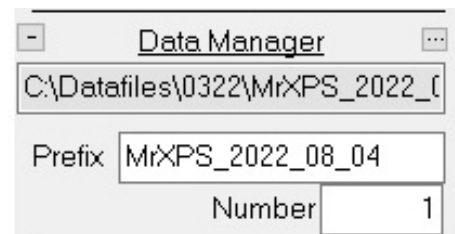


図 1.2 左端の [+] をクリックして、上から 4 番目の Data Manager を開く

以下は、Part0 マニュアルの記述にしたがって、Platen(プラテン) が作成され、サンプルホルダーの写真撮影が終わっていることを前提として記述する。

図 1.1 は、SmartSoft-VP の左端に表示されるメニューである。上から 4 番目の「Data Manager」の左にある [+1] をクリックして開いたのが、図 1.2 である。さらに右の [2]… をクリックすると、図 1.3 が表示される。図 1.3 (a), (b), (c), (d) は、上の [a], [b], [c], [d] のタブをクリックして開かれている。

図 1.3 (a) の「Name [1]」は、Platen の名前、「[2] Type」では、60mm サンプルホルダー (2 インチホルダー) がセットされていることを示している。「[3] Image Overlay」は、右端のボタンをクリックして、図 1.4 を表示させ、「OK」をクリックすることにより、選択されている画像ファイルである。「MrXPS_2022_08_04_001… .bmp」の画像ファイルに、この Platen の全データが紐付けられることになる。

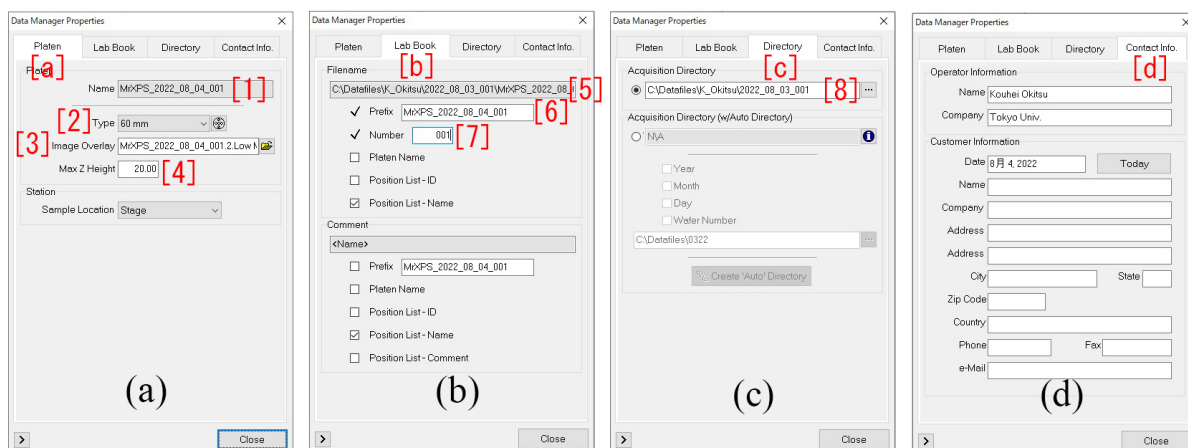


図 1.3 測定データの名前とフォルダーに関する詳細

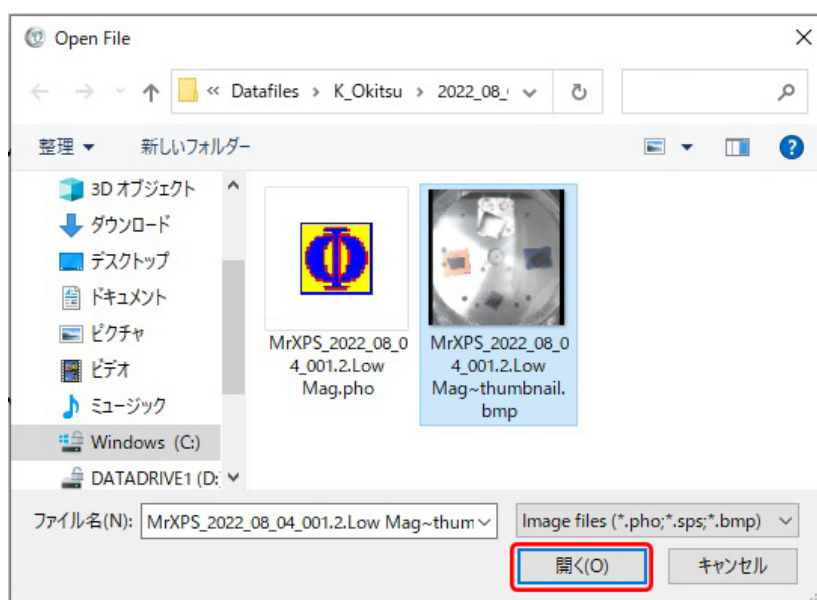


図 1.4 サンプルステージの写真をマウントすると、図 1.3 (a) 「[3] Image Overlay」にイメージファイル名が表示される

図 1.3 (a) 「Max Z Heifgt [4]」は、Z ステージの高さの上限を決める値で「22-[Thickness] mm」程度を設定する。[Thickness] は、サンプルの厚さである。

図 1.3 (b) 「C:/Datafiles/... [5]」には、データファイル名が、フルパスで表示されている。「Prefix [6]」は、データファイル名の先頭文字列、「Number [7]」は、データの番号で、測定を繰り返すごとに、1 ずつ増えてゆく。データファイルのフルネームは、先頭文字列のあとに、この番号がついたものとなる。

図 1.3 (c) 「Acquisition Directory [8]」は、データが保存されるディレクトリー名である。

図 1.3 (d) には、オペレーターに関する情報を記述できるが、必ずしも入力する必要はない。

第2章

十字線の位置補正

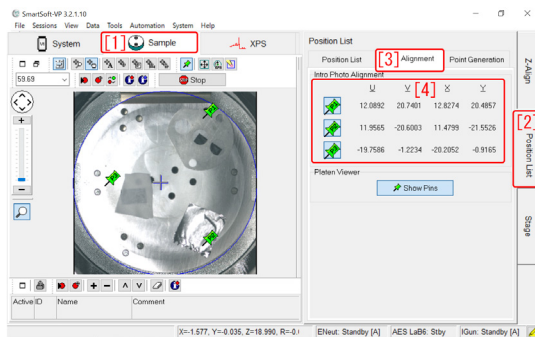


図 2.1 十字線の位置補正画面

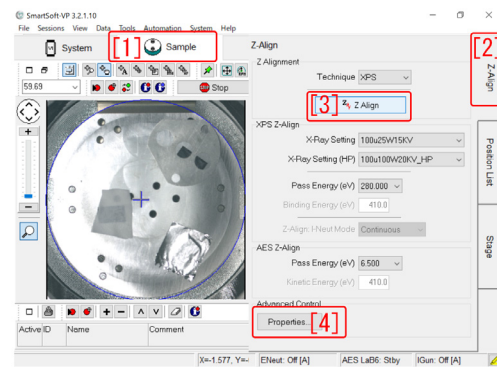


図 2.2 サンプルステージ中央で、Z-Align を行う

サンプルホルダー写真の十字線の位置は、X線の入射点とは異なっていることが多く、この章に記述したやり方で、これを補正する必要がある。

図 2.1 は、SmartSoft-VP の画面で、「[1] Sample」「[2] Position List」「[3] Alignment」のタブを順に開いたところである。左の写真にあるピンの位置と「[4]」に登録したピンの位置が正確に合っている必要があるが、これが一般にはズレている。このズレを補正する手段を以下に記述する。

2.1 Z-Align

図 2.2 は、サンプルステージをメインチェンバーに導入した直後、「[1] Sample」「[2] Z-Align」の順にタブを開いたところである。の写真のように、X線入射点を示す青い十字線は、サンプルホルダーの中央にある。ここで「[3] Z-Align」のボタンをクリックしてサンプルステージの高さ調整を行う。

Z-Align 開始時には、図 2.3 が表示される。図 2.3 (a) は、Ar イオンガンのエミッションカレントを示す画面で、この画面が自動的に閉じるまで、「Stop」をクリックしてはならない。図 2.3 (b) の画面は、右下の「[1] Close」をクリックして、すぐに閉じて構わない。図 2.2 「Properties [4]」をクリックすると、図 2.3 (c) のように横軸がサンプルステージの高さ、縦軸が光電子強度のグラフが表示される。ピークポジションが見つかりグラフに緑色の線が表示されたら、右下の「[2] Close」をクリックして次の操作に移ることができる。

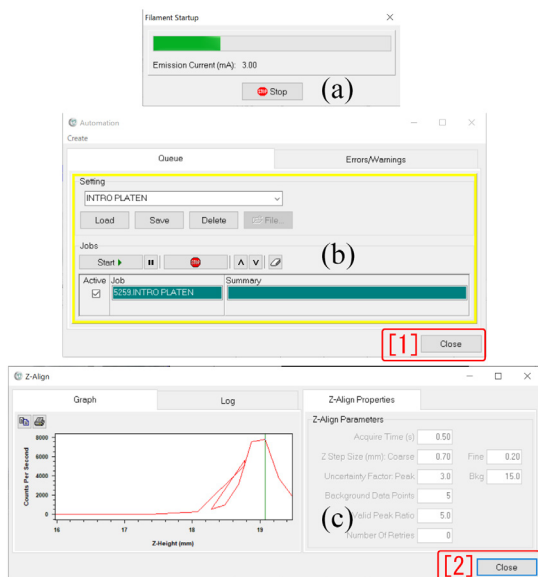


図 2.3 Z-Align 開始時に表示される画面

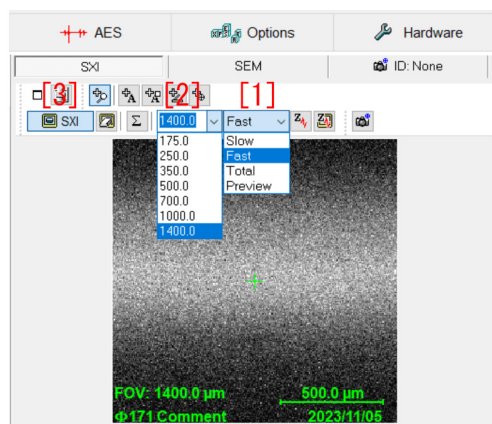


図 2.4 SXI(Scanning X-ray Imaging) の開始

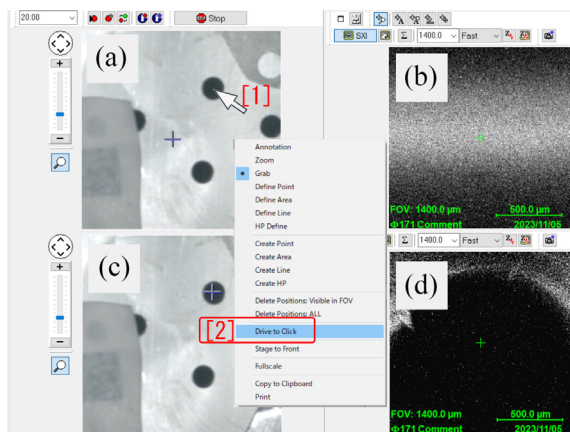


図 2.5 SXIに「穴」が映るように「Drive to Click」

2.2 SXI(Scanning X-ray Imaging) の開始

図 2.4 のように、「[1] Fast」(1 秒間に 1 回)のリフレッシュレート、「[2] 1400」(1400×1400 μm の視野)を、プルダウンメニューから選択し、「[1] SXI」をクリックすると、最初に図 2.3 (a)、図 2.3 (b) が表示されたあと、サンプル表面の SXI(Scanning X-ray Image) の取得が開始される。画像をクリックすると、クリックした位置が視野の中心にくるようにサンプルステージが移動するのだが、その際、視野のサイズが著しく小さくなり、画像が消えてしまうことがある。その際は「[2] 1400」をプルダウンメニューから再度選択することによりイメージングを再開する。

2.3 登録箇所への移動

図 2.5 (a) では、青い十字線の位置には何もなく、図 2.5 (b) の SXI には何も映らない。図 2.5 (a) 上、穴の位置で「マウスポインター [1]」を右クリックし、開いたプルダウンメニューで、「[2] Drive to Click」

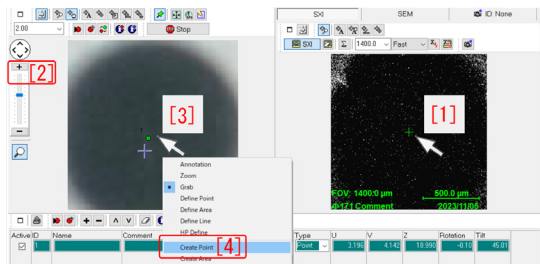


図 2.6 SXI の穴の中心と写真の穴の中心を合わせる

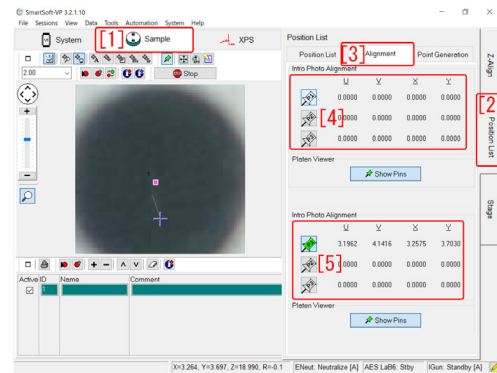


図 2.7 すべての点をアンチェックしたあと、PIN1 を再度クリックする

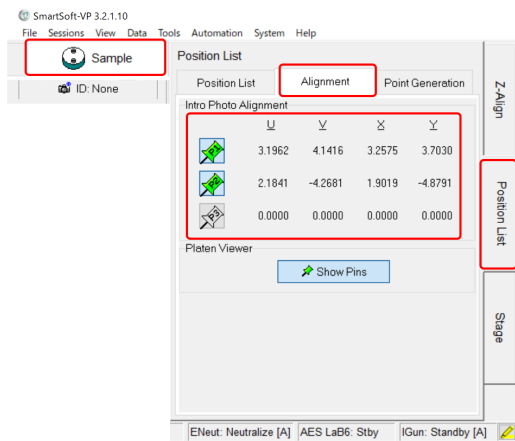


図 2.8 2つ目の点を登録したあと、PIN2 をクリック

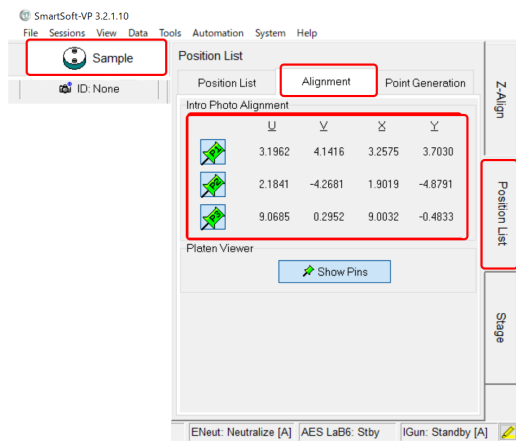


図 2.9 3つ目の点を登録したあと、PIN3 をクリック

を左クリックすると、図 2.5 (d) のように、SXI に穴が映る。

図 2.6 (a) では、SXI の穴の中心を、写真の穴の中心に一致させる様子を示している。以下、その手順である。

「[1]」で穴の中心をクリックして SXI の視野の中心に、穴の中心がくるようにする。

「[2]」の「+」のクリックか、マウスホイールの回転により穴を拡大する。

「[3]」穴の中心を右クリックしてプルダウンメニューを開く。

「Create Point[4]」穴の中心を右クリックして登録位置の一覧に、緑色の帯が表示されるようにする。

2.4 位置の登録

図 2.6 の状態で図 2.7 の [1]-[5] の順に行う。

[1] Sample, [2] Position List, [3] Alignment の順にタブを開き、[4] のように、すべての PIN からチェックを外したあと、[5] のように、ひとつの PIN をクリックして穴の位置を登録する。

図 2.8, 図 2.9 のように、2 番目、3 番目のポジションも同様にして登録する。

サンプルホルダー上の点で、SXI で発見でき、かつその場所を写真上で確認できる点であれば、3つの

点は、どこであっても構わない。例えばサンプルの角などである。

サンプルホルダーの中心付近の穴を調整位置に選んだのだが、これは、短時間で比較的簡単に位置調整ができるからである。SXI上の点は見失うと再度見つけるのが大変になるため、サンプルホルダー中心付近の穴を推奨している。3点が離れているほど精度が出るのだが、特に2点目を見失うと見つけるのが容易ではない。図2.5の視野内に観察される3つの穴で、実用的な精度が出る。

サンプルホルダーをサンプル導入フォークにセットする際に生じるセッティング誤差が、写真の位置と実際にX線があたっている位置がズレる原因であると思われ、この問題に対する根本的な解決策はない。よってこの章に記述した手順は、省略するべきではない。

第3章

測定点の登録

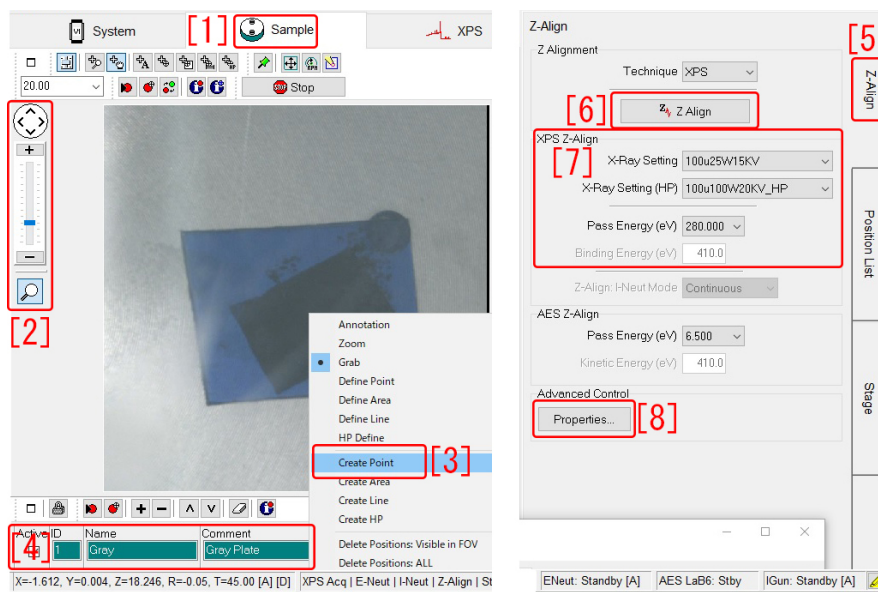


図 3.1 ポジション登録

SmartSoft-VP 画面左上、図 3.1 の「[1] Sample」のタブを開く。表示された「[2] +/-」のクリックにより画像の倍率を調整することができる。画像を拡大した場合は、「[2] +/-」上にある矢印ボタンのクリック、または画像のクリック&ドラッグで、画像の視野の中心を変更できる。

測定点を右クリックすると、プルダウンメニューが表示されるので、「Create Point [3]」をクリックしてポジション登録を行う。登録したら、図 3.1、左下 [4] のように名前とコメントを付ける。測定点を削除するには、図 3.3 下の「[3] -」をクリックする。

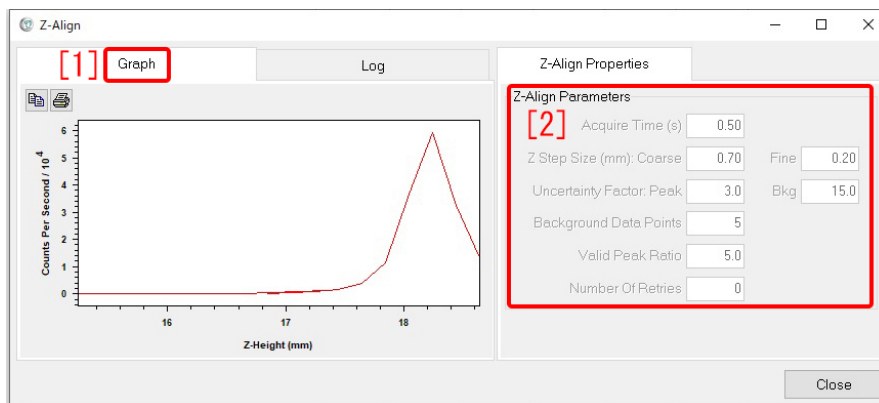


図 3.2 図 3.1 「Properties [8]」のクリックで表示される画面。左上の「[1] Graph」のタブを開くと、グラフを表示させることができる。

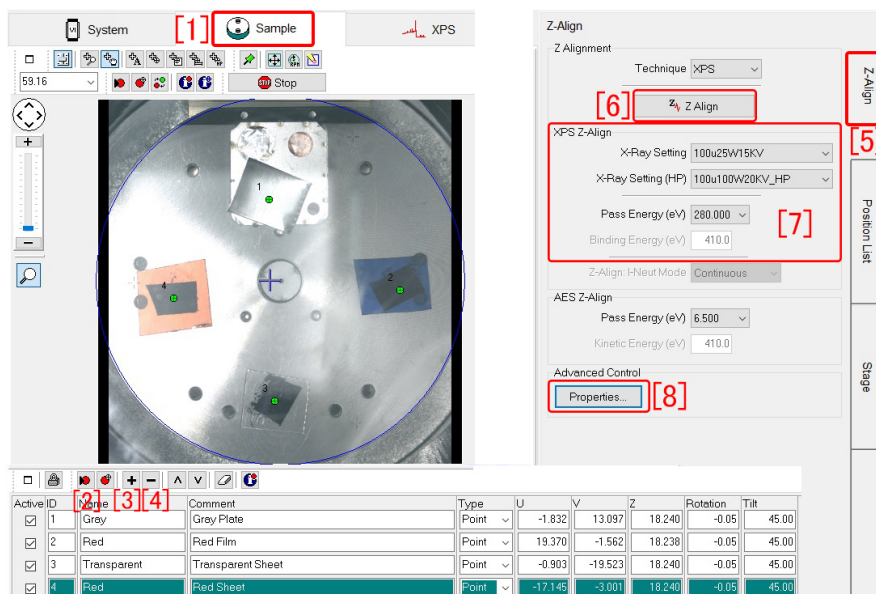


図 3.3 4カ所の測定点が登録されている

サンプルステージの高さを合わせるには、まず、図 3.3 最下部のように、登録されたポジションをクリックして、緑色に反転させる。図 3.3 左下の「[2] 赤いボタン」をクリックすると、図 3.3 の写真中央部にある青い十字線が、指定したポジションに移動する。次に、図 3.1 ないしは図 3.3、右上の「[5] Z-Align」のタブをクリックして開き、「[6] Z-Align」ボタンをクリックする。図 3.1 ないしは図 3.3、[7] では、Z-Align を行う際の X 線の条件を変更できるが、図の通りの設定で問題ない。同様にして、登録したすべてのポジションに対して「[5] Z-Align」を実行する。

図 3.1 ないしは図 3.3、左下、「Properties [8]」をクリックすると、図 3.2 が表示され、左上の「[1] Graph」のタブを開くと、縦軸が光電子強度、横軸が Z-Stage 高さのグラフが表示される。図 3.2 右上の [2] には、Z-Align を行う際のパラメーターが表示される。

第4章

光電子スペクトルの測定

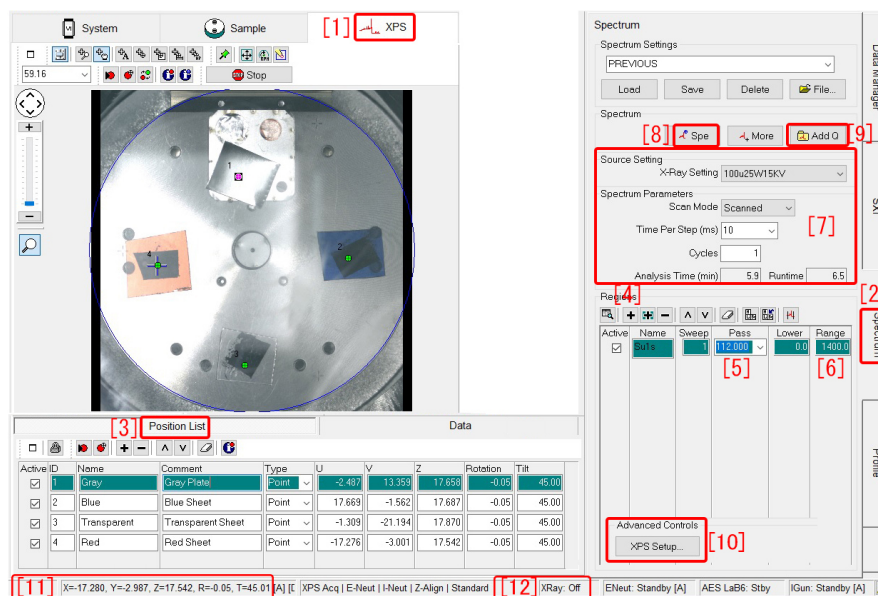


図 4.1 スペクトル設定画面。いちばん下の「[11]」には、サンプルステージの位置情報が、「[12]」には、X線のON/OFFが表示される

4.1 通常のスペクトル測定

4.1.1 サーベイスペクトル測定の設定と開始

図 4.1 は、Smart-VP 左上の「[1] XPS」、右の「[2] Spectrum」のタブをクリックして開いたところである。左下の「[3] Position List」のタブが開かれていると、前の章で記述した手順に従って登録した測定位置が一覧表示される。

図 4.1 右下、「XPS Setup [10]」をクリックすると、図 4.2 が開く。図 4.2 (a) は、左上の [a] のタブを、(b) は、右上の [b] のタブをクリックして開かれている。図 4.2 (a), [1], [2] では、電子による帯電中和と、Ar イオンによる帯電中和が、自動的に行われる設定になっている。[3] では、測定開始前に Z-Stage の高さ調整が行われる設定になっている。

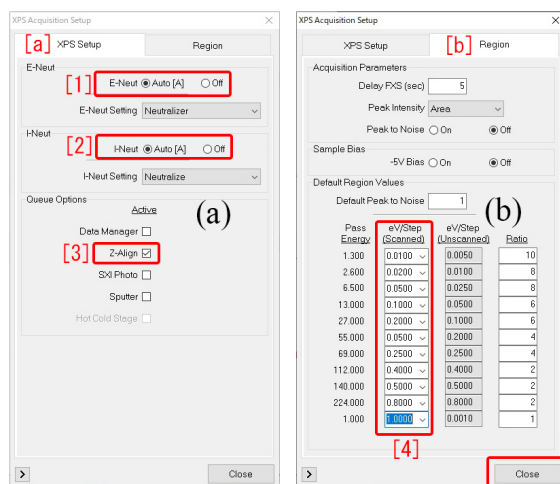


図 4.2 Acquisition 設定画面

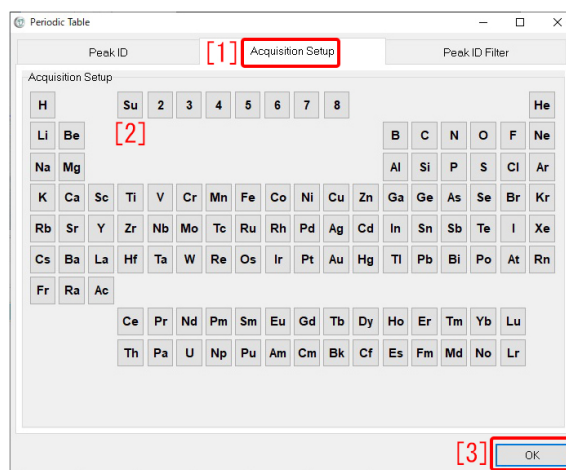


図 4.3 異なる化学結合状態に対する C1s 光電子ピーク

図 4.2 (b) の [4] では、エネルギースキンのステップ [eV] をプルダウンメニューから選択する。これらの値は、パスエネルギーの 1/100 ~ 1/200 程度が望ましい。

図 4.1 や右の「[4] +」をクリックすると、図 4.3 元素の周期律表が表示される。通常、図 4.3 「[1] Acquisition Setup」がクリックされていると、周期律表の上に「[2] SU」が表示される。これをクリックしてから右下の「[3] OK」をクリックすると、図 4.1 に、Survey Scan(ワイドレンジのスペクトル測定) がセットされる。

図 4.1 右の「Pass [5]」(パスエネルギー) と「Range [6]」(測定レンジ) は、プルダウンメニューから選択するか、タイプするかして、デフォルトの値から変更されている。パスエネルギーは、球形の二重電極間を飛行する電子の運動エネルギーで、この値を大きく設定すると、検出される電子強度が強くなり測定能率は高まるが、エネルギー分解能は悪くなる。サーベイスキャンで推奨されるパスエネルギー (112.0eV) が、図 4.1 右、「Pass [5]」にセットされている。励起 X 線源は光子エネルギー 1486.6eV のアルミニウム $K\alpha$ 線であるため、「Range [6]」は、デフォルトの値 (1100eV) から、光子エネルギーよりやや小さい 1400eV に変更されている。

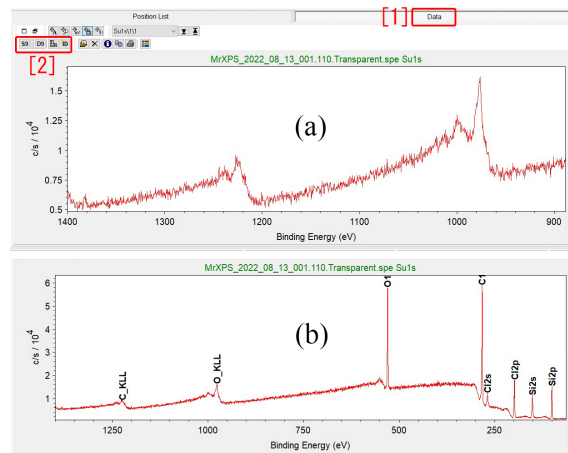


図 4.4 測定中のスペクトル



図 4.5 図 4.4 左上の拡大

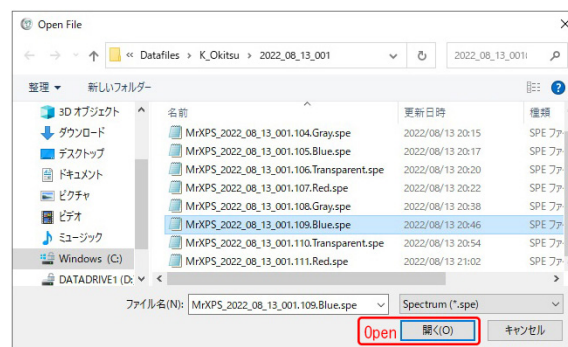


図 4.6 ファイル選択ウィンドウ

図 4.1 右, [7] の枠内には, スペクトル測定を行う際のパラメーターが設定されている。X-ray Setting 「100 μ 25W15kV」は, サンプル位置における焦点サイズが 100 μ m で, 出力が 25W15kVであることを示している。

図 4.1 右上, 「[8] SPE」をクリックすると, 図 4.1 左下に表示される, 4 カ所に対するサーベイスペクトルの測定がスタートする。

4.1.2 サーベイスペクトルのグラフの表示

図 4.1 左下, 「[3] Position List」の右隣にある「Data」のタブ(図 4.4[1]のタブ)をクリックして開くと, 測定中のスペクトルが, 図 4.7 のように, グラフで表示される。

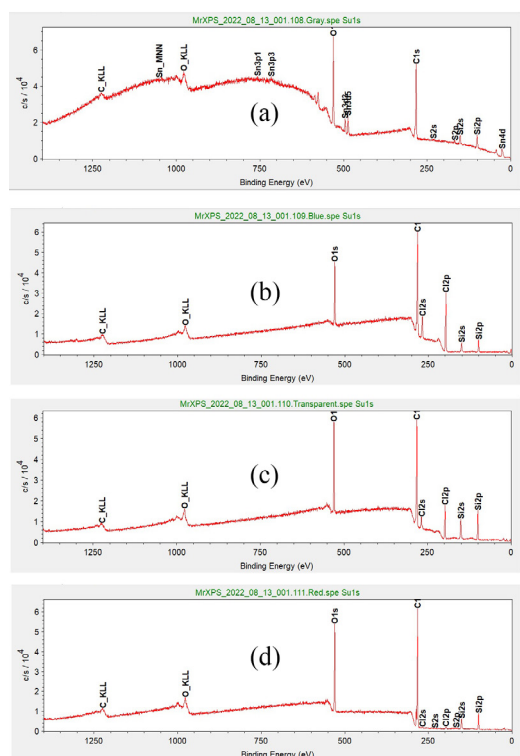


図 4.7 サーベイスpektrルの表示

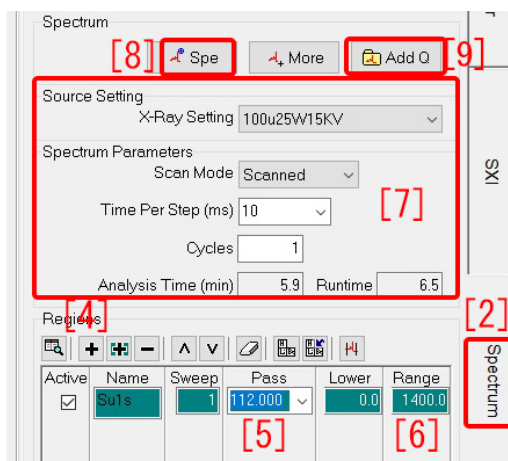


図 4.8 図 4.1 右の拡大

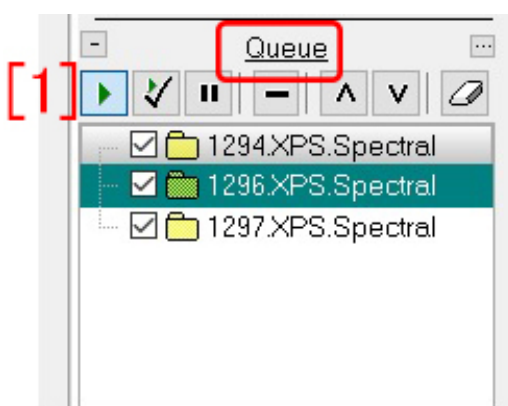


図 4.9 画面左に表示されるキューウィンドウ

図 4.4 左上の部分拡大したのが、図 4.5 である。「S9 [1]」のクリックで、スペクトルのスムージングが、「D9 [2]」のクリックで、スペクトルの微分が、「ID [4]」のクリックで、ピークの自動アサインができる。[3] をクリックすると、図 4.3 のような周期律表が表示される。元素記号をクリックすることで、その元素の有無を確認できる。「[6] ×」のクリックで、表示されたスペクトルを非表示にできる。

図 4.5, [5] をクリックすると、図 4.6 のようなファイル選択ウィンドウが表示される。ファイルを選択して「[Open] 開く」をクリックすると、図 4.7 (a)-(d) のように、保存されたスペクトルをグラフ表示することができる。

光電子ピークの記号をクリック&ドラッグして枠外に移動すると、それらを消去することができる。

図 4.7 (a), (b), (c), (d) は、図 4.1 写真、グレイ、青、透明、赤のサンプルに対して測定されたサーベイスpektrルである。

4.2 キューを用いたスペクトル測定

図 4.8 は、図 4.1 右の部分の拡大である。キューを用いた自動測定は、図 4.8 下の測定スケジュールを、図 4.8 右上の「Add Q [9]」をクリックしてキューに加えることによりセットする。画面左端に表示される図 4.9 [1] の右向き三角形をクリックして、測定を開始する。

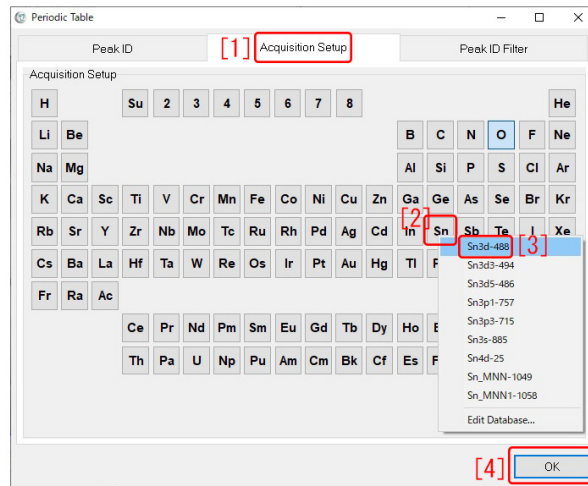


図 4.10 ナロウスペクトル測定のセット

[3a] Position List		[3b] Data							
Active	ID	Name	Comment	Type	U	V	Z	Rotation	Tilt
<input checked="" type="checkbox"/>	1	Gray	Gray Plate	Point	-2.487	13.359	17.658	-0.05	45.00
<input type="checkbox"/>	2	Blue	Blue Sheet	Point	17.669	-1.562	17.687	-0.05	45.00
<input type="checkbox"/>	3	Transparent	Transparent Sheet	Point	-1.309	-21.194	17.870	-0.05	45.00
<input type="checkbox"/>	4	Red	Red Sheet	Point	-17.276	-3.001	17.542	-0.05	45.00

図 4.11 図 4.1 左下の拡大 (その 1)。1 番目のポジションが選択されている

[3a] Position List		[3b] Data							
Active	ID	Name	Comment	Type	U	V	Z	Rotation	Tilt
<input type="checkbox"/>	1	Gray	Gray Plate	Point	-2.487	13.359	17.658	-0.05	45.00
<input checked="" type="checkbox"/>	2	Blue	Blue Sheet	Point	17.669	-1.562	17.687	-0.05	45.00
<input checked="" type="checkbox"/>	3	Transparent	Transparent Sheet	Point	-1.309	-21.194	17.870	-0.05	45.00
<input type="checkbox"/>	4	Red	Red Sheet	Point	-17.276	-3.001	17.542	-0.05	45.00

図 4.12 図 4.1 左下の拡大 (その 2)。2 番目と 3 番目のポジションが選択されている

4.2.1 ナロウスペクトル測定の設定

図 4.11 は、図 4.1 左下部分を拡大したものである。一番上に表示されている「Gray」のサンプルに対してだけ、左側のチェックボックスにチェックが入っており、以下のスペクトル設定は、このサンプルに対してだけ、適用されることになる。

まず、図 4.8 「[4] +」をクリックし、図 4.10、元素の周期律表を表示させる。プルダウンメニューは、「[2]Sn」を右クリックすることにより開かれている。ピークの一覧は、上から、光電子強度が強い順に表示される。図 4.10 では、「[3]Sn3d」が選択されており、これを左クリックすることで、測定スケジュー

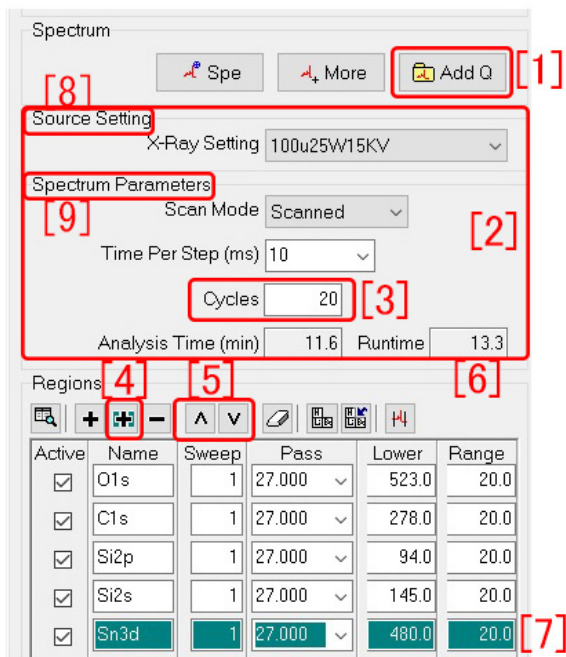


図 4.13 測定条件の設定

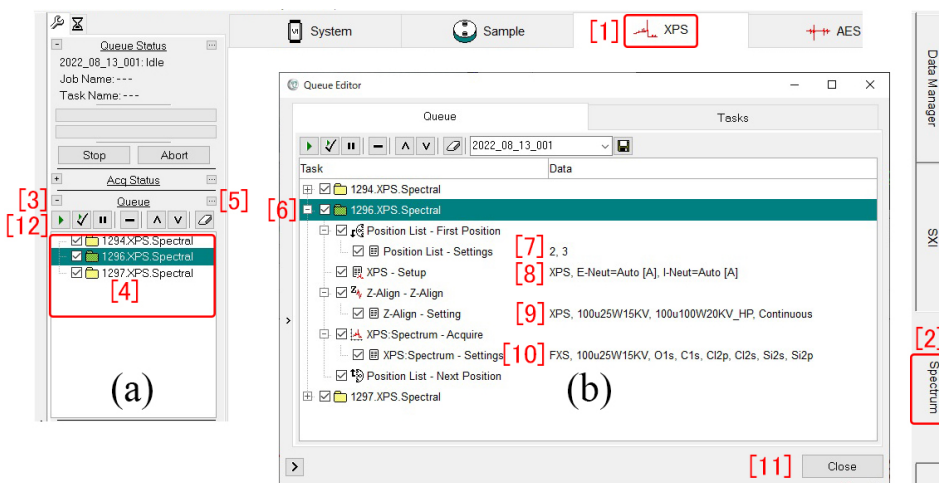


図 4.14 キューの確認とスタート。2番目と3番目のポジションに対する測定条件を表示している

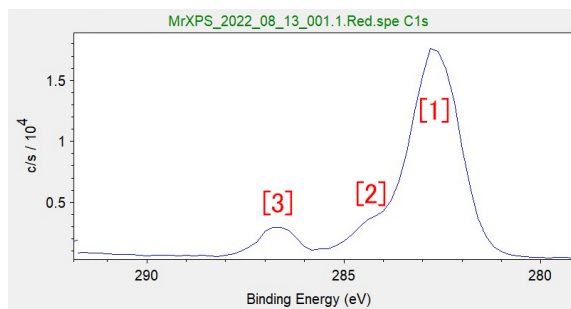


図 4.15 異なる化学結合状態に対応する C1s 光電子ピーク

ルに追加できる。同様にして、ほかの光電子ピークも設定してゆく。図 4.10 右下の「[4]OK」をクリックすることで、測定する光電子ピーク近傍を決定する。

図 4.12 は、2 番目の 3 番目のポジションがチェックされており、この 2 カ所に対して同一の測定スケジュールをセットすることになる。

図 4.13 は、図 4.1 の右の部分の拡大である。[2] の枠内の「Source Setting」と「Spectrum Parameters」は、[4]+ をクリックし、周期律表から選んだ「Sn3d」ピーク近傍のスペクトル測定 [7] に対して設定される。「Cycles 20 [3]」は、この測定が、20 回繰り返し行われるよう設定されていることを示している。[6] に表示されているのは、図 4.13 に表示されている測定に対する所要時間である。キューは必要なだけ設定できるが、すべてのキューに対する測定時間を表示する機能は、残念ながら無い。キューひとつの測定に対する測定時間を記録し、トータルの測定時間を計算する必要がある。

設定対象のピーク近傍は青く表示されているが、「[5]∧V」のクリックで上下に移動させることができる。すべての光電子ピーク近傍の設定が終了したら、「Add Q [1]」をクリックして、キューに加える測定スケジュールを決定する。

4.2.2 ナロウスペクトル測定の開始

図 4.14 では、[1]-[12] の順に、確認またはクリックする。上のタブ「[1] XPS」と右のタブ「[1] Spectrum」が開かれている。

図 4.14 (a) 「Queue」の左にある「[3] +」をクリックすると、「[3] -」になり、[4] の枠が開き、キューの中に [1294], [1296], [1297] の測定スケジュールが、セットされていることが表示されている。[1294] は、図 4.1 写真のグレーのサンプル、[1296] は、青色と透明のサンプル、[1297] は、赤色のサンプルに対してセットされた測定スケジュールである。

「... [5]」をクリックすると、図 4.14 (b) が表示される。「[6] 1296 XPS Spectral」をクリックすると、「[7] 2 番目および 3 番目のポジションに対して設定されたスケジュールであること」、「[8] 電子と Ar イオンによる帯電中和が行われる設定であること」、「[9] 測定前に、Z ステージの高さ調整が 100 μ m の焦点サイズで行われること」、「[10] 光電子スペクトル測定が、100 μ m の焦点サイズで、O1s, C1s, Cl2p, Cl2s, Si2s, Si2p の光電子ピーク近傍で行われること」が表示されている。右下の「[11] Close」をクリックして、図 4.14 (b) を閉じたあと、左端の「[12] ▷」をクリックして、キューによる自動測定を開始できる。

図 4.15 は、赤色のサンプルに対して測定された C1s ピーク近傍のナロウスペクトルである。[1] と [2] の光電子ピークがはっきりと分離できていない。この場合、パスエネルギーを小さくして再測定すると、エネルギー分解能の高いスペクトルが得られる。ただし、光電子ピークの強度は小さくなり、測定に時間がかかる。エネルギー分解能と光電子ピーク強度の間には、トレードオフの関係がある。

空白のページ

第5章

光電子スパッタリングスペクトル測定

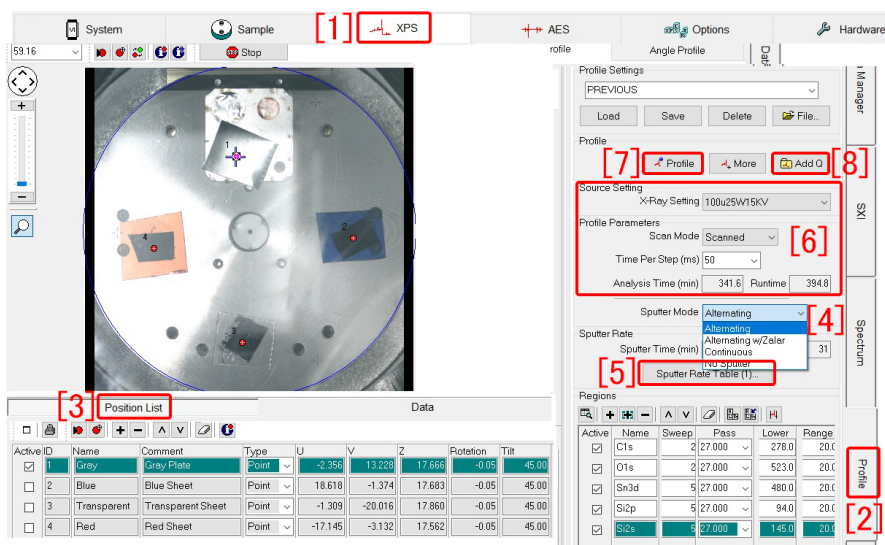


図 5.1 上のタブ「[1] XPS」と右のタブ「[2] Profile」を開いてスパッタリング設定ウィンドウを開いている

5.1 スパッタリング測定の概要

光電子分光 (XPS) 測定は、サンプル表面から、の深さ 2 ~ 3 nm 程度以内が存在する元素の化学結合状態に関する情報を得る計測である。表面からの深さ方向に、元素の種類や化学結合状態の情報を得たいという要請に対しては、Ar イオンでスパッタリングを行い、サンプル表面を削ってゆく測定が用意されている。本章では、スパッタリングを繰り返しながら、元素の種類と化学結合状態を観察する手法について記述する。

5.2 スパッタリング測定の設定

図 5.1 は、SmartSoft-VP の画面で、上の「[1] XPS」、右の「[2] Profile」のタブを開いたところである。左下の「[3] Position List」で、第 1 の「Gray」のポジションの左にチェックが入っており、図 5.1 右に示すようなスパッタリング測定が設定されている。「[5] Sputter Rate Table」をクリックして開くのが図 5.2 である。

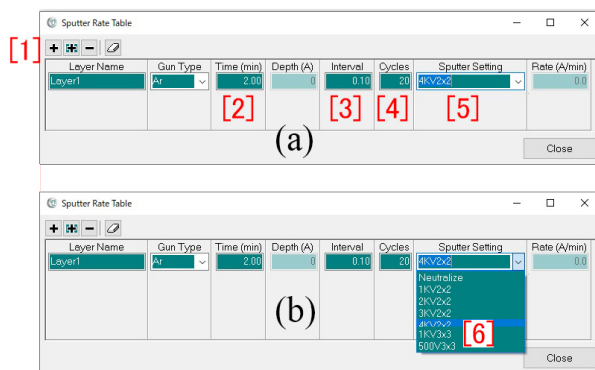


図 5.2 図 5.1 「[5] Sputter Rate Table」をクリックして開いたウィンドウ

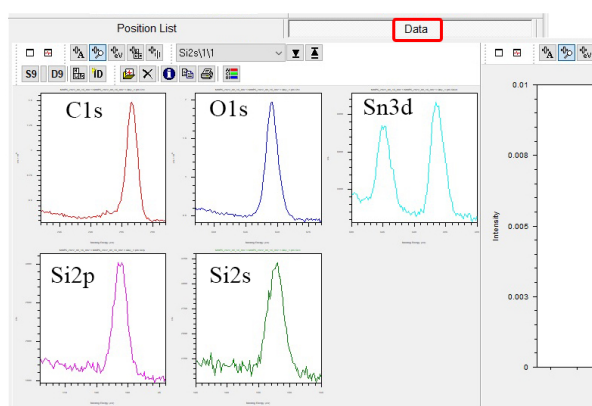


図 5.3 スパッタ開始前のスペクトル測定

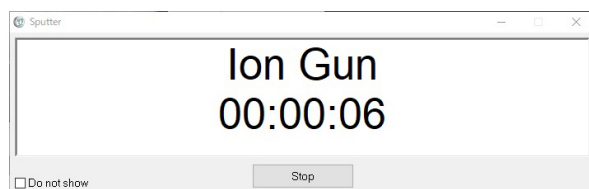


図 5.4 スパッタ中に表示されるタイマー

スパッタリングのスケジュールは図 5.2 左上、「[1] +」をクリックすることにより設定できる。「Time (min) 2.00 [2]」は、トータルのスパッタ時間で、その内訳は「Interval [3] 1 回のスパッタ時間 (0.1 min)」× 「Cycles [4] 20」(スパッタ回数) で、「Sputter Setting 4kV 2 × 2 [5]」, Ar イオン銃の加速電圧は 4kV, イオンビームを 2 × 2 mm の領域をスキャンするよう、図 5.2 (b) [6] のプルダウンメニューから選択されている。左上の「[1] +」を再度クリックすることにより、更なるスパッタスケジュールを追加することもできる。

図 5.1 右の [6] の枠内に示されているのは、スペクトル測定の際の入射 X 線の条件である。「[7] Profile」のクリックで通常のスパッタリングスペクトル測定ができる。また、「Add Q [8]」のクリックで、キューを使った自動測定も設定できる。キューの使い方については、§4.2 [p.12] 参照。

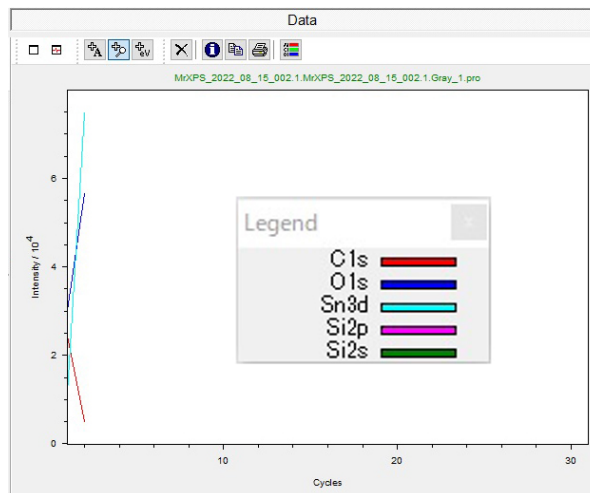


図 5.5 各ピークの積分強度の変化

5.3 スパッタリング測定の実行

5.3.1 スパッタリング開始前のスペクトル

図 5.3 は、1 回目のスパッタを行う前に取得された C1s, O1s, Sn3d, Si2p, Si2s 光電子ピーク近傍の光電子スペクトルである。スパッタリング開始前のナROWSペクトルは、特に指定しなくても、測定される。

5.3.2 スパッタリング中の表示

図 5.4 は、スパッタ中に表示されるタイマーである。残りのスパッタリング時間が、カウントダウンされるよう表示される。

5.3.3 スパッタリングスペクトル測定中の表示

図 5.5 は、スパッタリングを 1 回行ったあとに測定された光電子ピークの、積分反射強度の変化を示すグラフである。このグラフは、図 5.3 の右側に表示される。茶色で示された C1s の積分強度が減少し、これ以外のピークの積分強度が増加している。C1s のピークは空気中の汚染物質によるものであり、これが剥がれたことにより、ほかのすべての積分強度が増加している。

図 5.6 (a), (b), (c) は、それぞれ、1 回、2 回、3 回スパッタリングを行ったあとで測定された光電子スペクトルである。

図 5.3 の C1s ピークは、空気中にサンプルを放置したことにより付着した、オーガニックカーボンの汚染物質によるものである。この C1s ピークは、284.8 eV であることが知られており、これを利用した帯電補正が行われることがある。図 5.6 (a), (b), (c) では、汚染物質が剥がれることにより C1s のピークが次第に小さくなっている。

図 5.3 の Sn3d ピーク近傍には、Sn3d3(左) と Sn3d5(右) の 2 本のピークが観察される。図 5.6 (a), (b), (c) では、Sn3d3(左) と Sn3d5(右) のピークが、それぞれ 2 つのピークに分かれている。これらは、酸化スズ(左) と金属のスズ(右) によるもので、スパッタリングにより表面の酸化スズの層が次第に剥がれ、金属のスズによるピークが次第に優位になってゆくのがある。

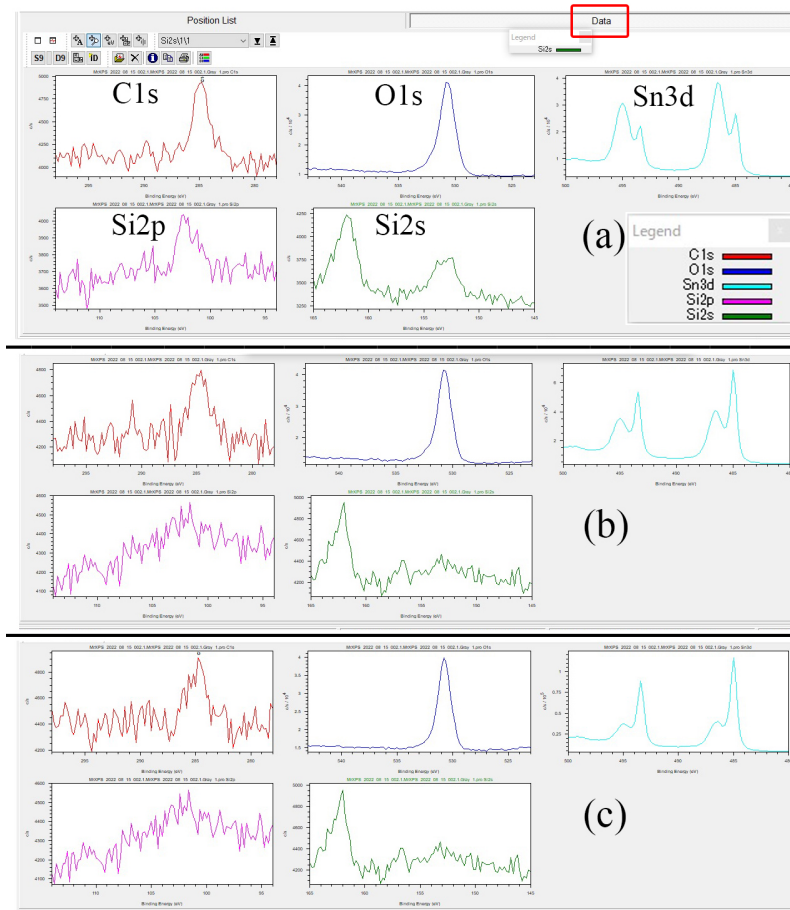


図 5.6 スパッタリング測定を繰り返すたびに变化するスペクトル。(a) 1 回目のスパッタのあと、(b) 2 回目のスパッタのあと、(c) 3 回目のスパッタのあとに測定されたナロウスペクトル

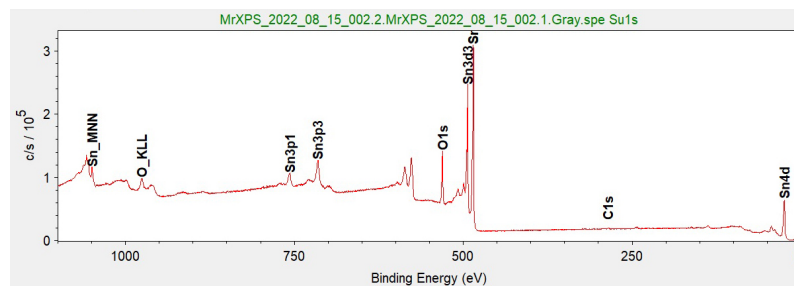


図 5.7 3 回スパッタリングを行ったあとに測定されたサーベイスペクトル

5.3.4 スパッタリングのあとに測定されたサーベイスペクトル

図 5.7 は、スパッタリングを 3 回行ったあとに測定されたサーベイスペクトルである。炭素とシリコンのピークはなくなり、ほぼすべてのスズの光電子スペクトルと O1s のピークが観察される。「Gray」のサンプルは、スズの板の表面が酸化し、表面にオーガニックカーボンの汚染物質が付着したものであったことがわかる。

第6章

SEM(走査型電子顕微鏡) モード

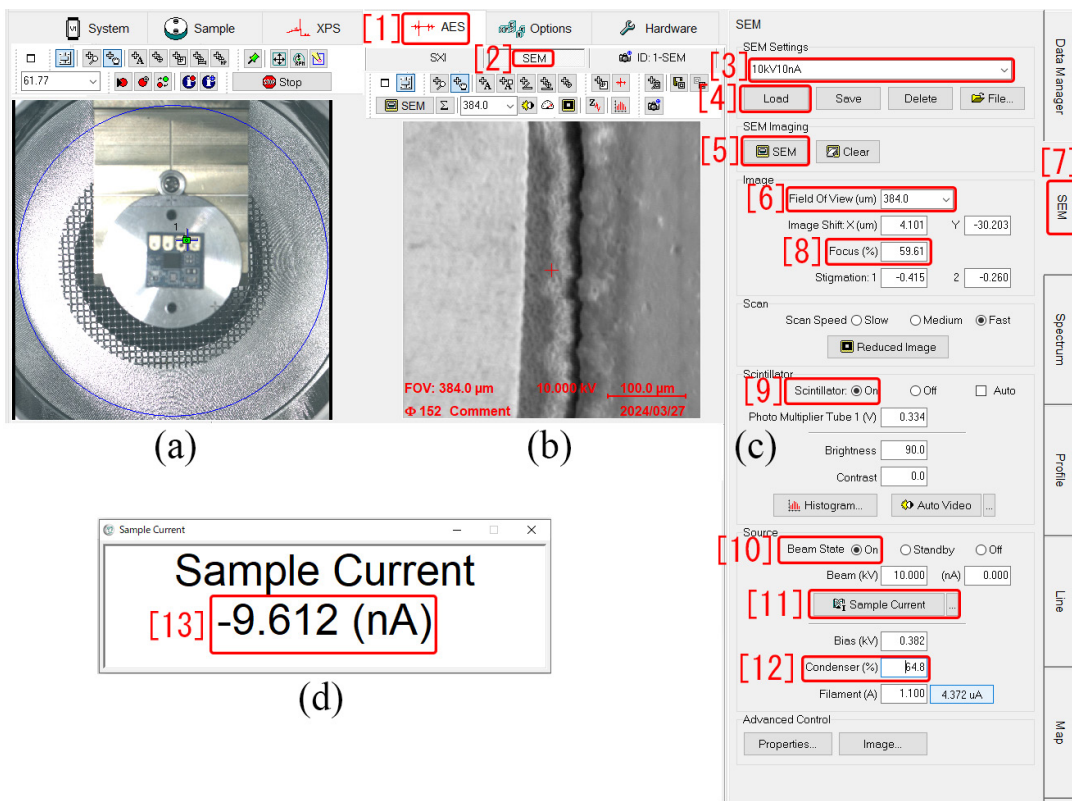


図 6.1 SEM(走査型電子顕微鏡) モードの画面

6.1 SEM モードの概要

SEM(走査型電子顕微鏡) モードは、ビームサイズ数百ナノメートルの電子線をサンプルの照射し、1ミクロン以下の空間分解能でサンプル表面の2次電子像を取得するモードである。60mm サンプルホルダーは、ロータリーポンプなどによる振動に影響されSEM像が乱れるため、図 6.1 (a) に示すように、25mm サンプルホルダーにサンプルをマウントすることが強く推奨される。このサンプルは、電子パーツでプリント基板の上に金の配線が施されている。

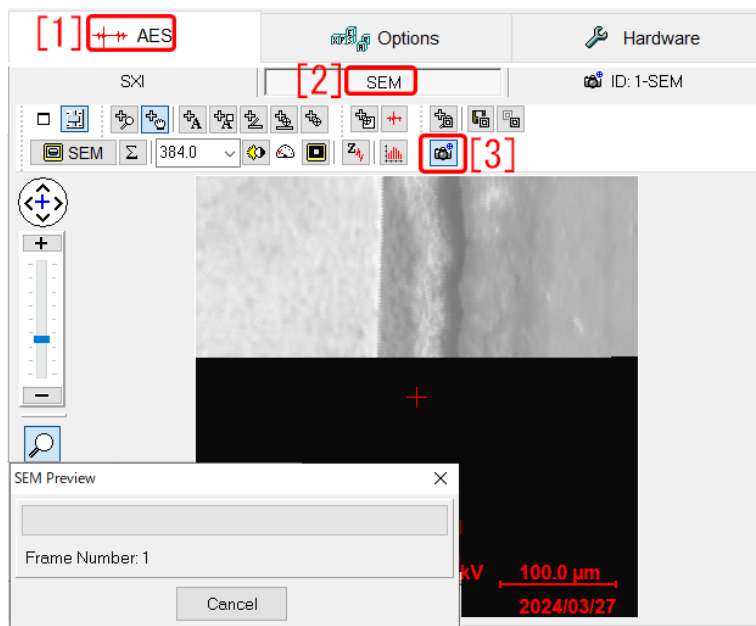


図 6.2 SEM 像の写真撮影。「カメラマーク [3]」をクリックしたところ

青い十字線の位置に光電子分光用の X 線およびオージェ電子分光用の電子線が照射されるが、十字線の位置は、第 2 章 [p.3] の記述に従って補正されていなければならない。また、十字線の位置補正を行ったあと、§2.1 の記述を参照して、X 線を使った Z-Align によるサンプルステージの高さ調整が行われていなければならない。

6.2 サンプル電流の調整

図 6.1 は、SmartSoft-VP で、上の「[1] AES」タブおよび右の「[7] SEM」タブをクリックして開いた様子を示している。

図 6.1 右上のように、プルダウンメニューから「[3] 10kV 10nA」を選択し、「[4] Load」をクリックする。

図 6.1 右下「[11] Sample Current」をクリックすると図 6.1 (d) のように、マイナスの電流値が表示される。「[12] Condenser(%)」右のテキストボックス上でマウスをクリックすると、マウスホイールの回転で電流値を変化させることができる。図 6.1 (d) に表示される値の絶対値が 10 を超えない範囲で最大になるよう調整する。調整が終わったら、図 6.1 (d) 右上の「×」をクリックしてこれを閉じる。

6.3 SEM の開始とピント調整

図 6.1 上の「[2] SEM」のタブが開いた状態で、図 6.1 右で、「[9] Scintillator ON」「[10] Beam State ON」に設定し、「[5] SEM」をクリックすると図 6.1 (b) のようにサンプル表面の 2 次電子像が表示される。

「[8] Focus」右のテキストボックスをクリックするとマウスホイールの回転によりピントの調整ができる。像がもっともクリアーに観察されるようにピント調整を行う。

「[6] Field Of View」のプルダウンメニューから選択するか、テキストボックスをクリックしてからマウスホイールを回転させることにより、視野の大きさを調整する。「[6] Field Of View 384.0 μm」は、

もっとも低倍率，広視野である。

6.4 SEM 像の写真撮影

図 6.2 で、「[1] AES」「[2] SEM」のタブを開いた状態で、「カメラマーク [3]」をクリックすると SEM 画像の写真撮影が行われる。

第 7 章 [p.25]-第 10 章 [p.35] に記述する各種のオージェ電子分光測定についての領域指定は，すべてこの写真上で行うことになる。

空白のページ

第7章

オージェ電子スペクトル測定モード



図 7.1 オージェ電子分光測定の設定画面

7.1 オージェ電子分光測定の設定

図 7.1 は、左上の「[1] AES」と右の「[9] Spwctrum」のタブを開き、「[5] ID-2 SEM」をクリックして、第 6 図 6.2 で示したように撮影した SEM 画像を表示したところである。「[2,3,4]」のボタンは、それぞれ、SEM の写真の上に、点、面、線の領域を指定するもので、この場合、「[3]」のボタンがクリックされ、さらにマウスのクリック&ドラッグにより、写真の上に黄色いフレームで囲まれた 2 つの面領域が指定されている。

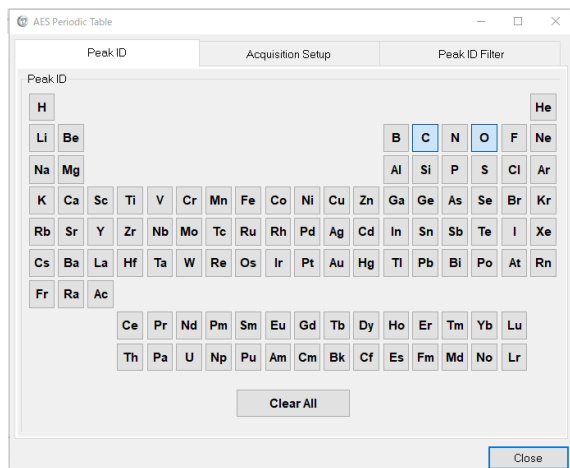


図 7.2 元素の周期律表からオージェピークを選択

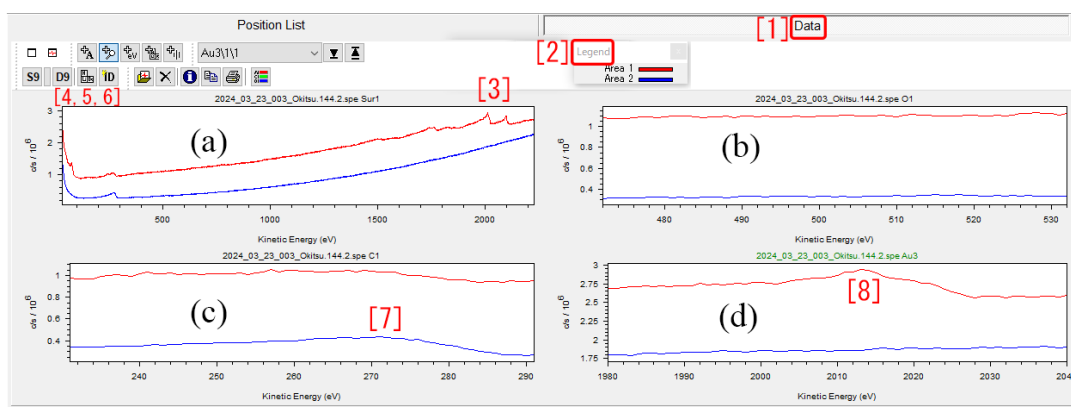


図 7.3 測定されたオージェ電子スペクトル。(a) サーベイスpekトル, (b) 酸素オージェ電子スペクトル, (c) 炭素オージェ電子スペクトル, (d) 金オージェ電子スペクトル

左下の「[17] Position List」のタブを開くと「[16]」が確認できる。写真の SEM 像は「2」の位置で撮影されたもので、黄色で表示された「2-1」「2-2」は、SEM 像上で指定された、2つの面領域に対応する。これらの領域に対して分光測定が行われることになる。

「[7] Time Per Step (ms) 20」は1点あたりの計測時間、「[8] Cycle 1」は、「[13]」のように設定された測定を1回だけ実行することを示している。

「[10] Image Registration」では、ドリフトする SEM 像を追跡する指定ができるが、通常は「Off」のままにする。

「[12] 周期律表ボタン」のクリックで図 7.2 が表示される。元素記号を左クリックすると推奨されるもっとも強いオージェ電子ピークを選択でき、右クリックでオージェ電子ピーク一覧を表示させてそこから選択することもできる。「[11] - ボタン」のクリックで、緑色に反転させたオージェ電子ピークを削除できる。

「Sweep [14]」は、1サイクルあたりの掃引回数、「Resolution [15]」はエネルギー分解能の設定で、0.1-0.4の値をプルダウンメニューから選択できる。

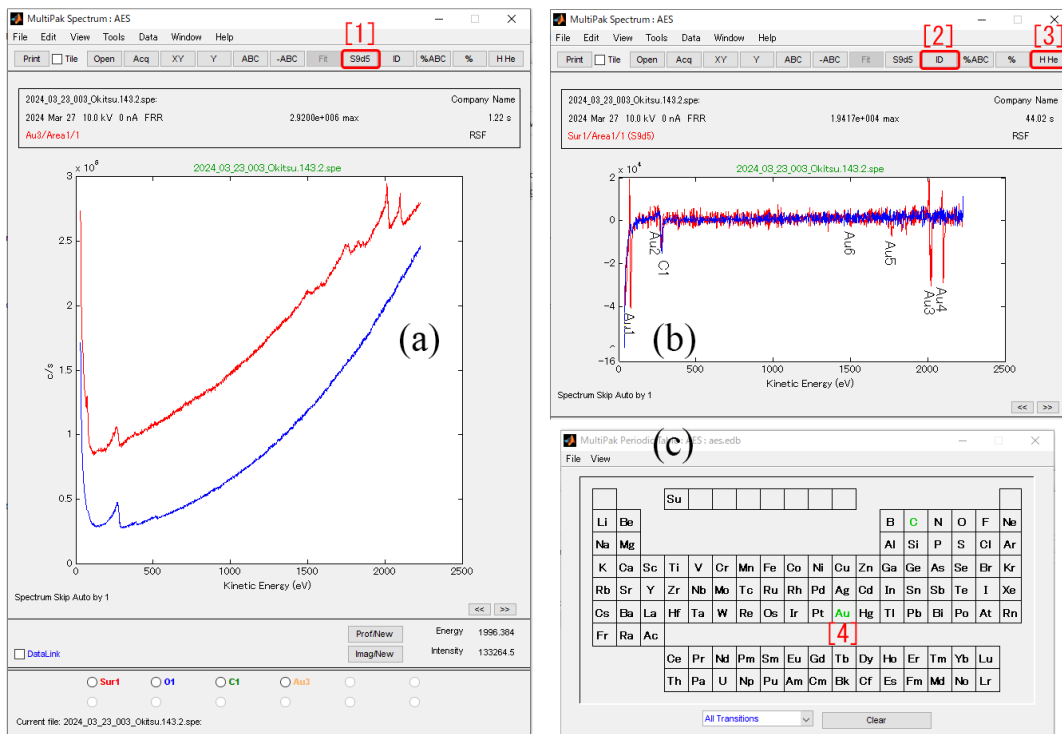


図 7.4 MultiPak で表示されたオージェ電子スペクトル

7.2 オージェ電子分光測定開始

右上の「[6] Spe」をクリックすると測定を開始する。

図 7.3 右上の「[1] Data」のタブを開くと、測定されたスペクトルがグラフ表示される。「[2] Legend」には、図 7.1 の SEM 写真の左 (Area1) と右 (Area2) の領域に対するスペクトルが、それぞれ赤と青でプロットされることが示されている。「[4,5,6]」は、それぞれ「[4] D9」: スペクトルの微分を表示、「[5] 周期律表」: 周期律表表示、「[6] ID」微分されたスペクトルのピークアサインするときにクリックするボタンである。

「[3]」と「[8]」には金のオージェ電子ピークが、「[7]」には炭素のオージェ電子ピークが観察される。

7.3 MultiPak によるオージェ電子スペクトルの表示

図 7.4 (a) は、図 7.3 (a) のサーベイスペクトルを Multipak で読み込み、表示させたものである。図 7.4 (a) 上の「[1] S9d5」をクリックすると、これを微分したスペクトルが図 7.4 (b) のように表示される。

図 7.4 (b) 右上の「[2] ID」をクリックするか、「[3] H He」をクリックして図 7.4 (c) の周期律表を表示させ、「[4] Au」をクリックするか、いずれかでピークアサインを行うことができる。

空白のページ

第 8 章

オージェ電子スパッタリング測定モード

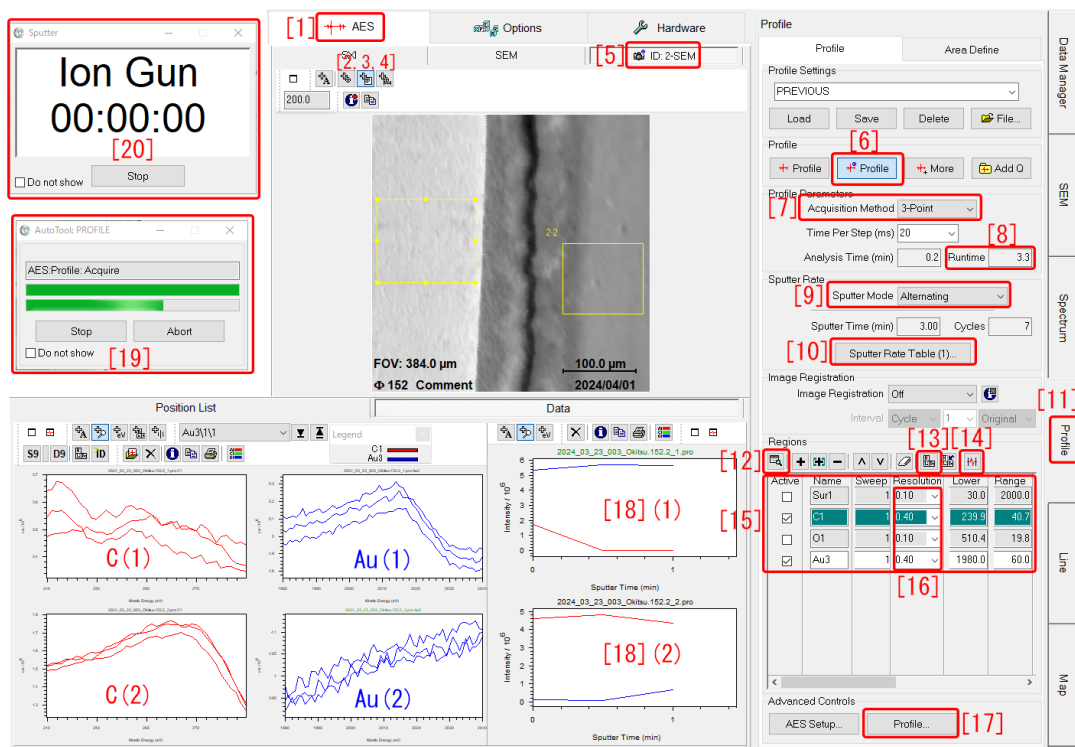


図 8.1 オージェ電子分光スパッタリング測定設定画面

8.1 スパッタリング測定領域の設定

図 8.1 は、SmartSoft-VP 画面左上「[1] AES」と右下の「[11] Profile」のタブをクリックして開いた画面である。

「[5] ID:2-SEM」を開いて表示される SEM 画像の上で、「[2,3,4]」のいずれかをクリックすることにより、画像中に、「[2]:点」「[3]:四角形」「[4]:直線」いずれの測定領域を設定することができる。

この図では、「[3]」をクリックしてからマウスをクリック&ドラッグすることにより、2つの黄色い枠の四角形領域が指定されている。これらに対して、Ar イオンによるスパッタリングとスペクトル測定を繰り返す設定を行うことになる。

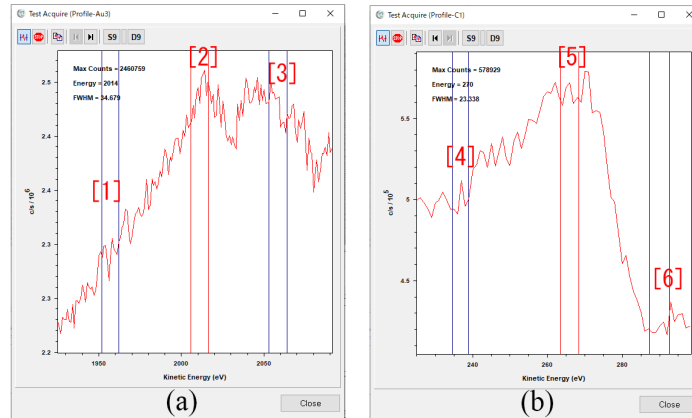


図 8.2 スパッタリング測定スペクトル指定画面

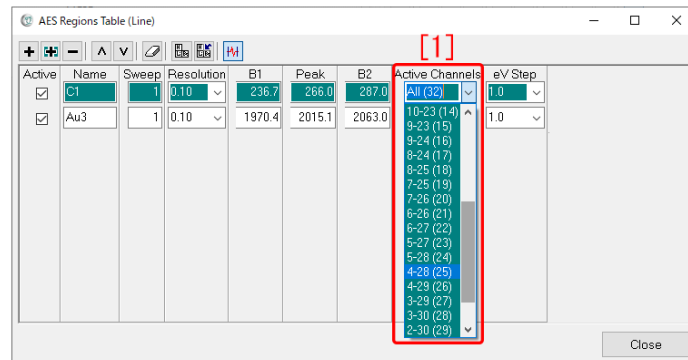


図 8.3 スパッタリング測定スペクトル指定画面

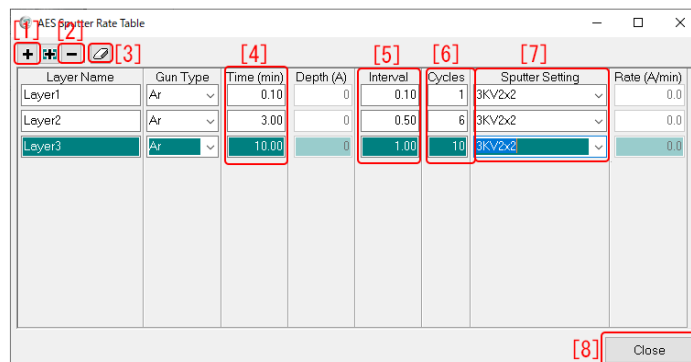


図 8.4 スパッタリングスケジュール設定画面

8.2 スパッタリング測定スペクトル領域の設定

図 8.1 「[13] 周期律表ボタン」をクリックして周期律表を開き、元素記号のボタン (Sur1, C, O, Au) を左クリックして図 8.1 「[15]」のように、スパッタリング測定に用いるスペクトル領域が設定されている。元素記号を右クリックすると最強のピーク以外のピークを選択することもできるが、通常は左クリックでよい。

まず、図 8.1 「[7] Acquisition Method」のプルダウンメニューから「3-points」を選択し、「[14]」をクリックして開いたのが、図 8.2 である。「[15]」の「Au3」ないしは「C1」が選択され青色になっている際に、それぞれ図 8.2 (a) ないしは (b) が表示される。

それぞれの図で、左右と中央に 3 つのスペクトル領域が設定されている。領域の範囲は、図 8.2 の縦のバーをクリック&ドラッグして変更できる。また、領域の幅は、図 8.1 「Resolution [16]」のプルダウンメニューで、0.05-0.4 の範囲で設定できる。さらに、図 8.1 「[12]」をクリックして図 8.3 を開き、「[1] Active Channels」のプルダウンメニューで、チャンネル数をデフォルトの値 (32) から小さくすることで、エネルギー範囲をさらに絞ることができる。

スパッタリングのスケジュールは、図 8.1 「[10] Sputter Rate Table」をクリックして図 8.4 を開き、設定する。ここでは、3 つのスパッタスケジュールを連続して実行するよう設定されている。「[1]+」でスケジュールを追加でき、「[2]-」でスケジュールを削除できる。また「消しゴム [3]」ですべてのスケジュールを削除できる。「[4] Time」はトータルのスパッタリング時間、「[5] Interval」は 1 回のスパッタリング時間、「[6] Cycles」はスケジュールの中で行うスパッタリング回数である。「[7] Sputter Setting」のプルダウンメニューで、スパッタリングの際のアルゴンイオンの加速電圧を選択できる。「3kV2 × 2」の設定で、SiO₂ サンプルに対してのスパッタレートは、7nm / min である。2 × 2 は、イオンビームをサンプル上の 2×2mm の領域をスキャンしながら、スパッタを行うことを意味している。

図 8.1 「[6] Profile」のクリックで、スパッタリング測定をスタートできる。

スパッタリングを繰り返して測定したスペクトルが、図 8.1 左下の「C(1), Au(1), C(2), Au(2)」である。また、スパッタリング時間を横軸にとり、図 8.2 で指定したように、スペクトルピークの積分強度からバックグラウンドを差し引いた値を縦軸にとったグラフが、図 8.1 下の「[18](1)」および「[18](2)」である。

空白のページ

第9章

オージェ電子ライン測定モード

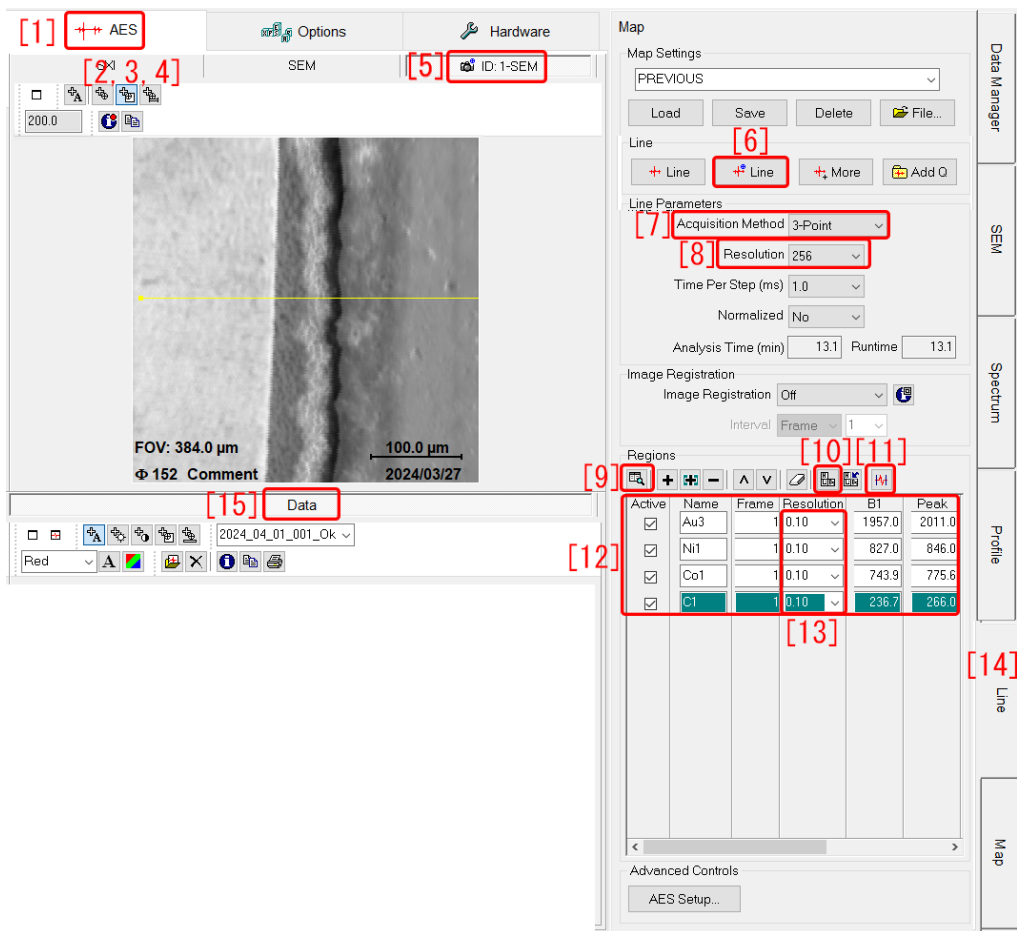


図 9.1 ライン測定モード画面

9.1 ライン測定モードの開始

図 9.1 は、左上の「[1] AES」のタブと右下の「[14] Line」のタブをクリックして開かれている。

「[5] ID:2-SEM」を開いて表示される SEM 画像の上で、「[2,3,4]」のいずれかをクリックすることにより、画像中に、「[2]：点」「[3]：四角形」「[4]：直線」いずれの測定領域を設定することができる。

図 9.1 「[7-13]」の設定は、マッピング測定の場合と同様に行う。第 10 章 [p.35] の記述を参照。

空白のページ

第 10 章

オージェ電子マッピングモード

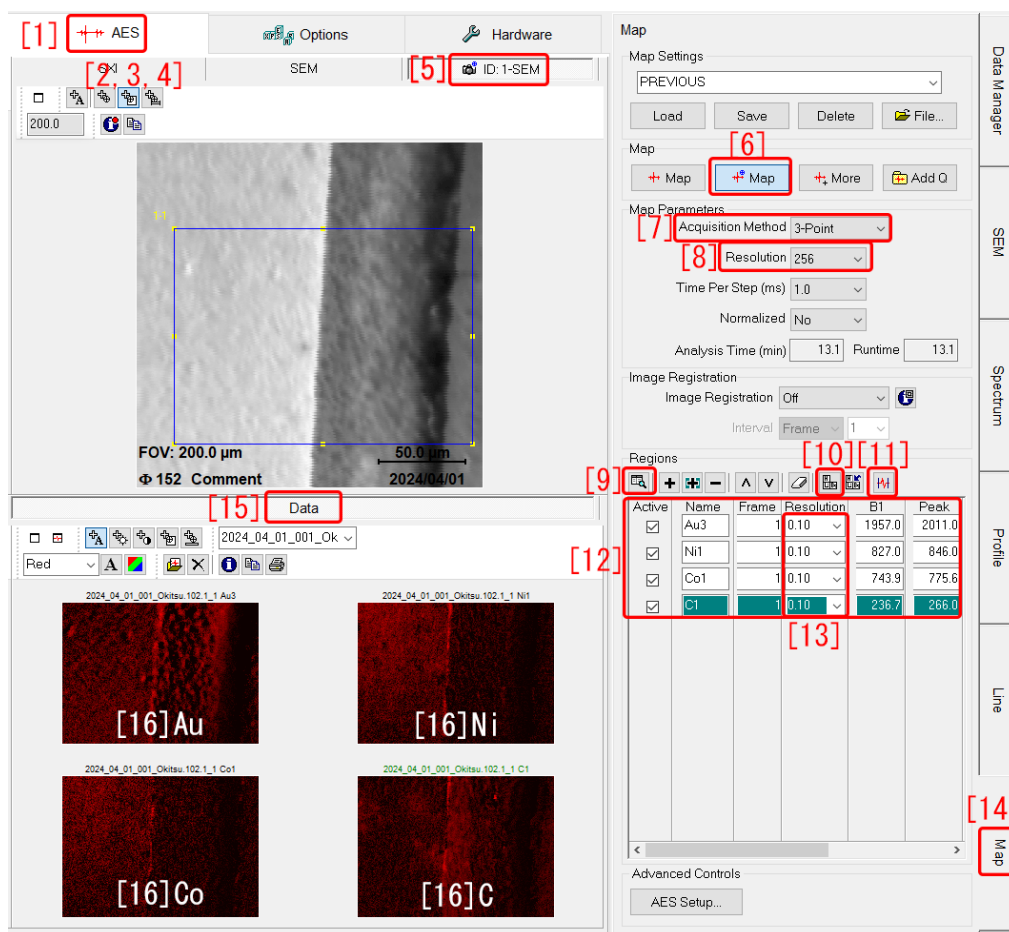


図 10.1 マッピング画面

10.1 マッピングモードの開始

図 10.1 は、左上の「[1] AES」のタブと右下に「[14] Map」のタブをクリックして開かれている。

中央上の「[5] ID:1:SEM」のタブをクリックすることにより、図 6.2 で撮影した SEM 画像が表示されている。左上の「[2,3,4]」の中央、「[3]」のボタンをクリックしたあと、SEM 画像内で面領域がマウスのクリック&ドラッグにより指定されている。この領域に対してマッピングが行われることになる。

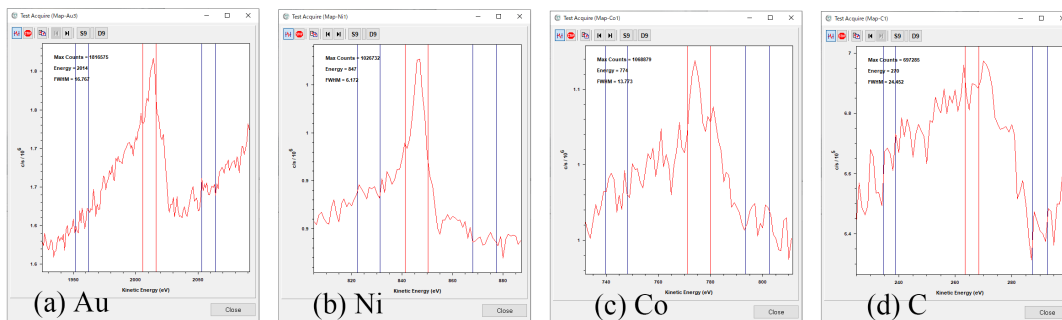


図 10.2 マッピングスペクトル指定画面

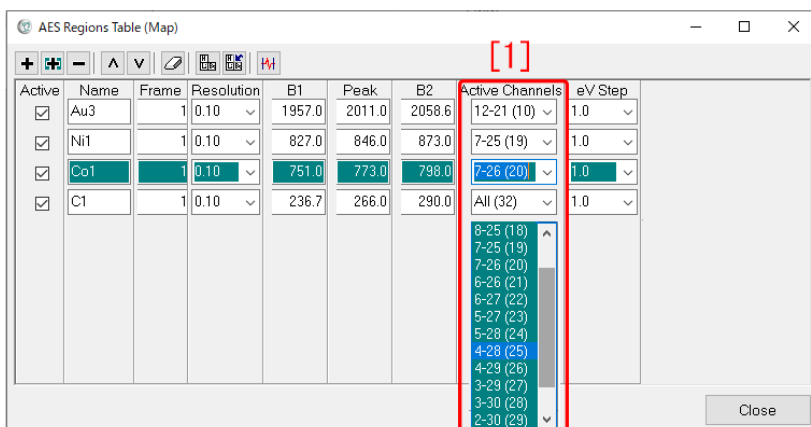


図 10.3 マッピングスペクトル指定画面

10.2 マッピングスペクトル領域の設定

まず図 10.1 「[7] Acquisition Method」のプルダウンメニューで「3-point」を選択し、「[8]」で、取得するマップのピクセル数を設定する。

図 10.1 「[10] 周期律表ボタン」をクリックして周期律表を開き、元素記号のボタン (Au, Ni, Co, C) を左クリックして図 10.1 「[12]」のように、マッピングに用いるスペクトル領域が設定されている。原子記号を右クリックすると最強のピーク以外のピークを選択することもできるが、通常は左クリックでよい。「[12]」に設定されたオージェ電子ピークのいずれか (Au, Ni, Co, C) を選択して緑色になるようにしてから、「[11]」のボタンをクリックして開いたのが図 10.2 (a)Au, (b)Ni, (c)Co, (d)C である。それぞれの図で左右と中央に 3 つのスペクトル領域が設定されている。領域の範囲は、図 10.2 をクリック&ドラッグして変更できる。また、領域の幅は、図 10.1 「Resolution [13]」のプルダウンメニューで、0.05-0.4 の範囲で設定できるさらに、図 10.1 「[9]」をクリックして図 10.3 を開き、「[1] Active Channels」のプルダウンメニューで、チャンネル数をデフォルトの値 (32) から小さくすることで、エネルギー範囲をさらに絞ることができる。

図 10.2 左右の領域の電子強度の平均をバックグラウンドとし、これを中央の領域で検出された電子強度から引き算した値でマッピングを行ったのが、図 10.1 左下の「[16]Au, [16]Ni, [16]Co, [16]C」である。

図 10.1 「[6] Map」のクリックで、マッピング測定をスタートできる。

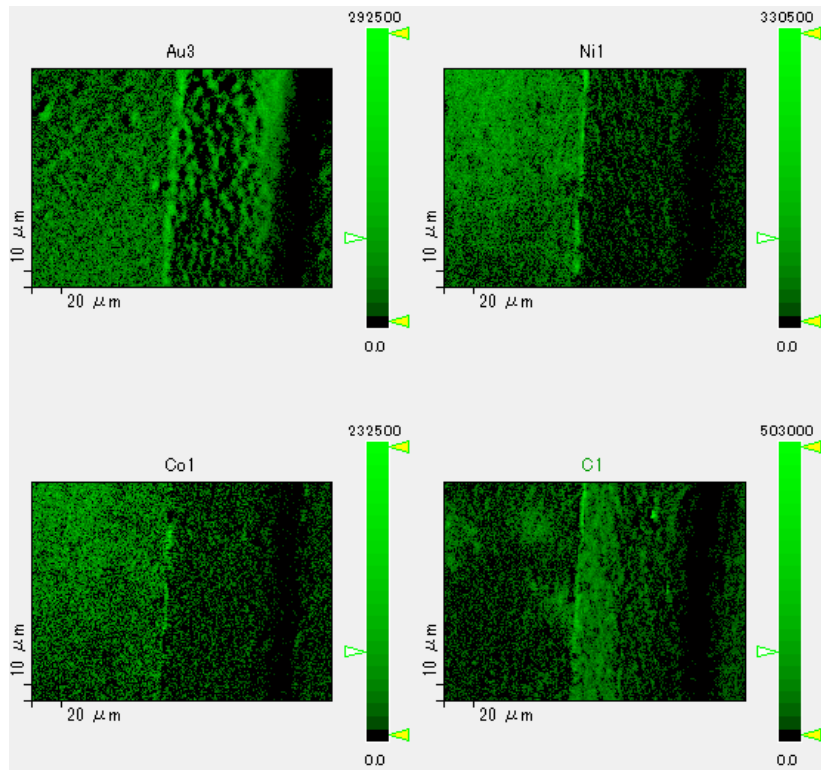


図 10.4 MultiPak によるマッピングデータの表示

10.3 MultiPak によるマッピングデータの表示

図 10.4 は、得られた拡張子「map」のデータを、解析用ソフトウェア MultiPak で表示させたものである。MultiPak の使い方については、Part2 マニュアルを参照。

空白のページ

付録 A

サンプルステージの初期化

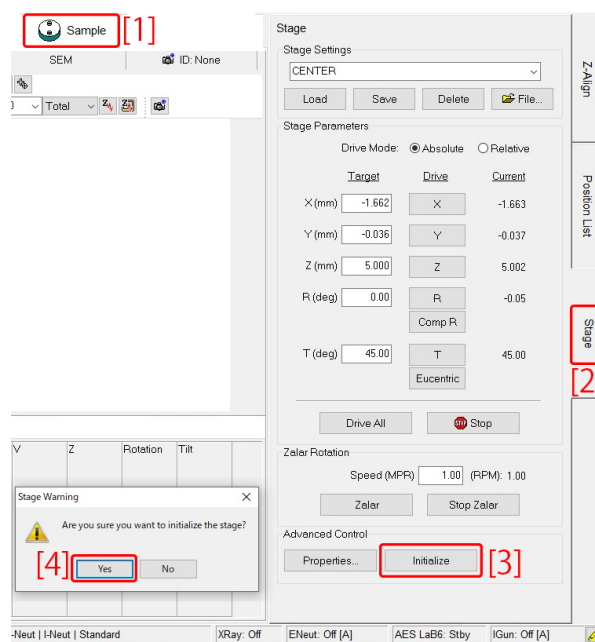


図 A.1 左上の「[1]」タブ、右の「Stage[2]」タブを開いて、右下の「Initialize[3]」をクリックするとサンプルステージが初期化される。下の確認画面の「[4]Yes」をクリックする前に、サンプル導入フォークがサンプルホルダーに差し込まれていないことを確認する。



図 A.2 サンプルステージの初期化中に表示される画面

VersaProbe III のサンプルステージは一定の頻度で不具合が発生し、初期化が必要になる。

サンプルステージの初期化の際には、サンプル導入フォークが、サンプルステージに差し込まれていてはならない。

SmartSoft-VP の画面で、図 A.1 の左上「Sample[1]」を開き、さらに右下の「Stage[2]」を開いて「Initialize[3]」をクリックする。

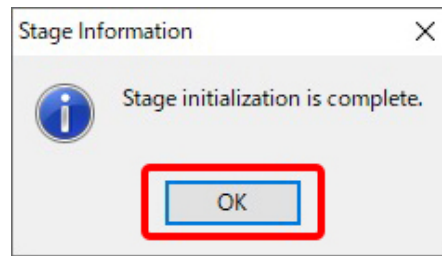


図 A.3 サンプルステージの初期化終了時に表示される画面

図 A.1 左下のように確認メッセージが出たら、「[4]Yes」をクリックする前に、サンプル導入フォークがサンプルホルダーに差し込まれていないことを、改めてよく確認する必要がある。

サンプルステージ初期化中には図 A.2 が表示される。初期化が終了すると図 A.3 が表示されるので、「OK」をクリックする。

索引

記号/数字

25mm サンプルホルダー	21
2次電子像	21
60mm サンプルホルダー	21

D

Data Manager	1, 3-5, 10-12
--------------	---------------

P

Platen	1
Position List	9, 11

R

Range	10
-------	----

S

SEM	21, 22
SmartSoft-VP	i
Survey Scan	10

T

Thickness	2
-----------	---

Z

Z-Align	8
---------	---

あ

アルミニウム $K\alpha$ 線	10
エネルギー分解能	10
オージェ電子スパッタリング測定	29

か

空間分解能	21
広視野	23
光電子スパッタリング測定	17
光電子スペクトル	9
光電子ピーク	12

さ

サーベイスペクトル	9
さーべいすべくとるサーベイスペクトル	11
サンプルステージの初期化	i, 39, 40
サンプルホルダー	1
視野	23
写真撮影	1
周期律表	10, 12
十字線の位置補正	3
焦点サイズ	11
初期化	i, 40
スパッタリング測定	17, 19, 29
スパッタレート	31
スムージング	12
走査型電子顕微鏡	21, 22
測定点の登録	7

た

低倍率	23
データファイル	2

な

ナロウスペクトル	13
----------	----

は

倍率	23
パスエネルギー	10
ピークの自動アサイン	12
微分	12
プラチン	1
ポジション登録	7, 29

ま

マッピング測定	35
---------	----

ら

ライン測定	33
-------	----