

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 XPS 営業部
編集発行：マーケティング部

SAO6002

Key Words

- Theta Probe
- 絶縁物
- 帯電中和
- 自動測定
- 多試料
- 無人測定

はじめに

XPS装置の購入は現在でもかなり高額な投資だと思います。このためもあって短時間のうちに多くの結果が得られるということは、XPS装置にとってはとても重要な基本性能と言えます。同時に、夜間や週末など担当者がいないときでも測定が続けられるということも大変重要です。たとえば長時間を要する複雑な試料を数多く測定する場合、一旦測定をセットして装置を離れたらそれ以降いっさい手がかからずに測定が進行し終了する、というのが装置のあるべき姿です。これを実現するには装置には次のような機能が要求されることとなります。

- 決められた試料の決められた位置での測定が確実に
行えるような信頼性が高く高精度な試料ステージ
- 大きさや厚さが異なる様々なタイプの試料を数多く
セットできる大型の試料ステージ
- X線を照射しなくても試料の位置合わせが正確に
行えるような高精度の顕微鏡
- 装置のすべての機能をコントロールできるデータ
システム
- どんな絶縁物に対しても調整を必要としない高性能
な帯電中和機構
- 測定位置にだけX線が照射されるマイクロ
フォーカス型モノクロメータ
- 必要に応じて、試料ごとに異なる測定や、あるいは
同じ試料でいろいろな測定が設定でき、かつ実行が
可能な、わかりやすく柔軟性の高いデータシステム

もちろんサーモフィッシャーサイエンティフィック社のVG Theta Probeはこれらの条件をすべてクリアしています。

試料のハンドリング

VG Theta Probe のステージはX-Y方向へ75mm、Z方向へ25mm動かすことができます。試料ホルダーへの試料の固定には“クリップ”を使うため、迅速かつ簡単確実に取り付けられます。

図1は自動測定をするために複数の絶縁物を取り付けた状態の試料ホルダーの写真です。ステージの位置決め精度は1 μ mですので、微小領域測定を自動で行う場合でも問題ありません。

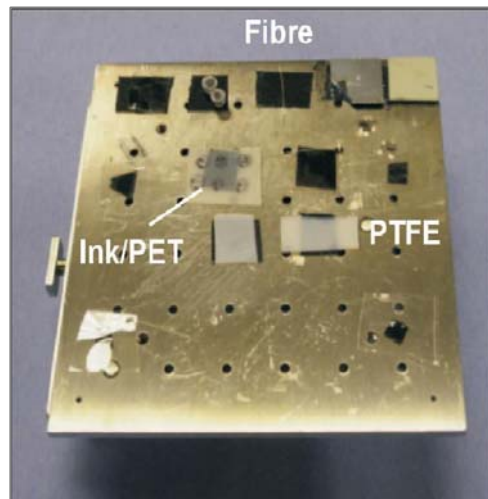


図1 夜間無人自動測定用に種々の絶縁物をセットした試料ホルダー

データシステムからのコントロール

分析に関連する装置の機能はすべてデータシステムによりコントロールされます。例えばアナライザーに関しては、測定のエネルギ範囲、パスイネルギ、積算回数、取り込み時間(dwel time)、エネルギーステップ幅等の設定や、スナップショットモードまたはスキャンモードの、あるいは角度分解モードまたは通常モードの選択などが行えます。もちろんこれらは測定の目的に応じて試料ごとに個別に設定できます。イオン銃もデータシステムによりコントロールされていますので、スパッタリングを測定手順に組み込むことができます。つまり測定前に試料をクリーニングするためのスパッタリング、あるいは深さ方向分析のためのスパッタリングのどちらを組み込むことも可能ですし、加速電圧、試料電流、スパッタリング領域の大きさのいずれもコントロールできます。帯電中和機構のON/OFFもデータシステムから切り替えられますので、自動測定する試料の中に絶縁物があっても問題ありません。

帯電中和

帯電中和に関して必要な操作はONとOFFの切り替えだけです。プリセットされた中和条件でほとんどすべての試料や測定条件で最適に中和できますので、測定ごとに中和条件を調整しなおす必要はありません。使用するX線のビーム径を変えても問題ないのはもちろん、試料間で表面の凸凹の様子が大きく変わっても問題ありません。つまり平滑な試料から例えばファイバーのような試料へ移っても、あるいはX線のスポット径を400 μ mから15 μ mへ変えても調整しなおす必要はまったくないということです。帯電中和に関する詳細はアプリケーションノートAN30022をご参照下さい。

マイクロフォーカス型 モノクロメータ

VG Theta Probeで微小領域測定を行う場合、コンピュータコントロールによりX線のスポット径を試料ごとに設定することができます。このため、いろいろな微小領域測定を無人で行うことが可能です。

マイクロフォーカス型モノクロメータのもう一つの利点は、測定している試料にだけX線が照射されることにあります。たとえX線ダメージを受けやすい試料であったとしても、少なくとも測定が開始されるまではX線によるダメージを受ける心配がありません。

Avantageデータシステム

Avantageデータシステムに関する詳細はアプリケーションノートAN30005に記載してありますが、自動測定に関連するのは“experiment tree”ですので、ここではこの機能について紹介します。

図2がexperiment treeの例ですが、測定条件にいろいろな設定を組み合わせた場合でも、それぞれがexperiment treeの一部となり、全体が一つの測定として実行されます。測定条件の個々の設定はtree上の“object”となり、実際の測定するときにはこのobjectの内容が順次実行されていくこととなります。objectに枝分かれがある場合には、同じ階層の次のobjectに移る前に、その枝分かれの部分が先に実行されます。

図2の例では、まずX線が15kV/150W/400 μ mに設定されることから始まります。次のobjectで測定位置がPTFE試料に移動し、この時点からこの試料にX線があたることとなります。続いてC1sとF1sのスペクトル測定が実行され、終了するとX線のスポット径が400 μ mから200 μ mに変わり同じスペクトル測定が繰り返されます。さらに100 μ m径、50 μ m径での測定が続いて実行され、20 μ m径のときには加えてSurveyスペクトルも測定される、という流れになります。

この後、X線のスポット径を再び200 μ mに変更し、測定位置をファイバー試料に移動してラインスキャン測定を実施することになります。このラインスキャンでは、各測定ポイントにおいてC1s、N1s、Si2p、O1sのスペクトルがそれぞれ測定されます。

ラインスキャン測定が終わると今度は「インクの付いたPET試料」の測定に移り、C1sとO1sでのマッピング測定が行われることとなります。

この一連の測定、つまり図1に見られる試料それぞれで実施される測定の全体がexperiment treeを構成することとなります。また、この例にはありませんでしたが、他に例えばイオン銃や電子銃のコントロールを追加することもできます。あるいはexperiment treeの一部を決められた回数だけ繰り返して測定するというのも可能で、深さ方向分析やラインスキャン測定などにも利用できます。

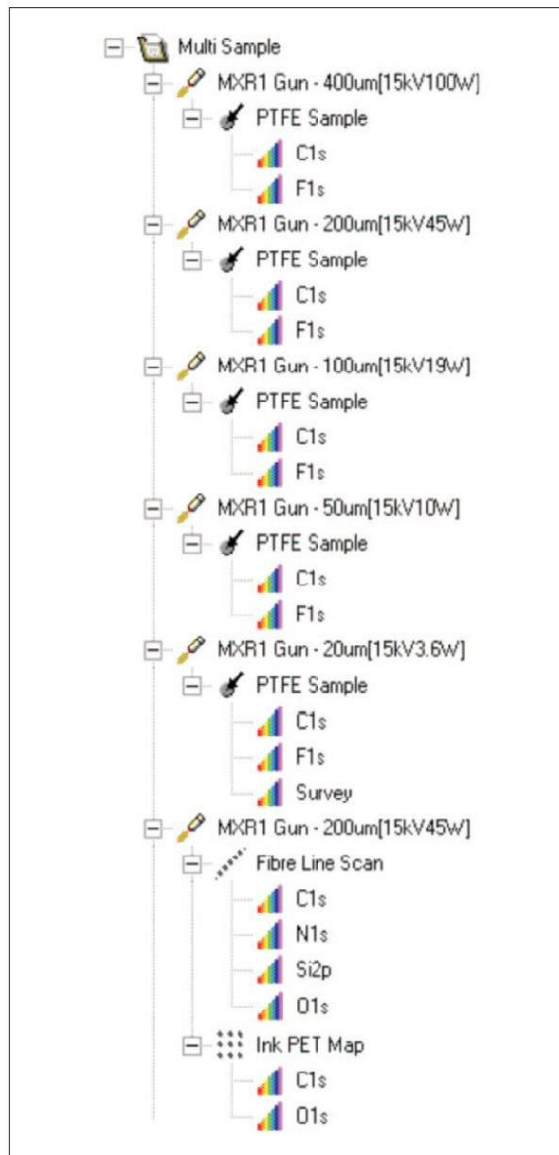


図2 Avantageデータシステムのexperiment treeの一例

experiment treeにぶら下げた各項目の内容、例えばスペクトル測定のエネルギー範囲やスパッタリング時のイオン照射領域などはユーザー自身で決めることができます。

experiment treeが完成すれば測定を開始することができ、これにより装置はexperiment treeの各項目を順番に実行して行きます。またexperiment treeを保存することもできるため、まったく同じ条件での測定を繰り返すことも可能です。

無人自動測定の例

図1のすべての試料の無人自動測定を行った例を紹介します。重要なのは、このときの試料はすべて無機物や表面が平滑なポリマー、あるいはファイバーなどの絶縁物であるということです。しかも具体的な測定の内容は多岐に互っていて、ある試料では普通のスペクトル測定だけ行い、他の試料では微小領域測定を、別の試料ではラインスキャンやマッピングを行っています。さらに、ここで示すデータはすべて中和銃の設定を変えずに測定したものです。それでは実際のデータをいくつか見ていきましょう。

1. PTFE

この試料ではC1sとF1sのスペクトルを、X線のスポット径を20 μm から400 μm まで5段階に変化させて測定しています。さらに20 μm スポットのときにはサーベイ・スペクトルも測定しています。(図3)

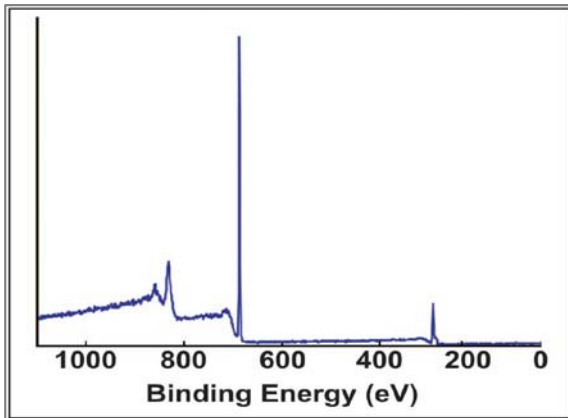


図3 VG Theta Probeによる無人自動測定で得られた20 μm スポット時のサーベイ・スペクトル。この測定は400 μm 、200 μm 、100 μm 、50 μm の各スポットでの測定に続いて行われたものです。

図4は各スポット径で測定したC1sスペクトルをピーク高さをそろえて表示したものです。ピークの幅に僅かな違いが見られますが、これはスポット径による照射X線のエネルギー幅の違いを反映したものです。F1sスペクトルでも同様な結果が得られています。

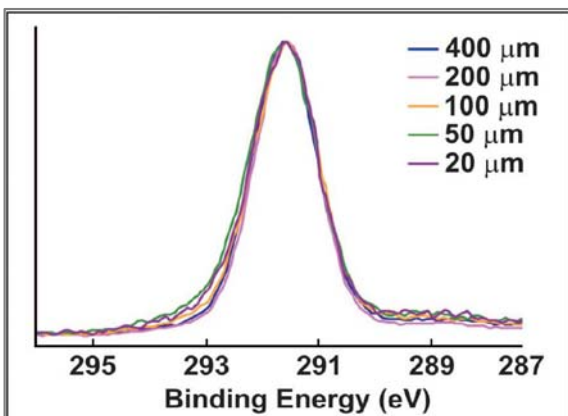


図4 異なるスポット径で測定したPTFEのC1sスペクトル。すべて同じ中和条件で測定しています。

2. ポリマー・ファイバー

この試料では、その長手方向に対してラインスキャン測定を実施しています。これによりステージの精度と帯電中和の性能が同時に評価できます。なぜなら、このどちらに不備があっても信号強度が変化することになるからです。

図5はこのファイバーの光学像で、装置に標準装備のズームレンズ付きカメラによるものです。このカメラは測定位置に対してアライメント調整されています。ラインスキャン測定的位置もこの写真の中に示されています。(青い実線)

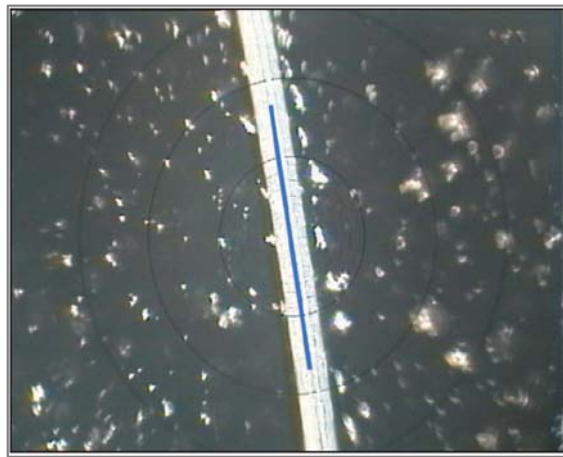


図5 測定位置にあるファイバー試料の光学像。青い実線(長さ1.7mm)でラインスキャン測定的位置を示しています。

このラインスキャンは200 μm スポットのX線を使用して9点で測定しています。各測定点でC1s、O1sおよびN1s、Si2pのスペクトルを測定しています。

図6は各測定点でのC1sスペクトルをピーク高さをそろえて表示したのですが、ピークの位置と形状が非常に一致していることがおわかり頂けると思います。同様に図7に示す定量値のラインプロファイルからも同じことが言えます。

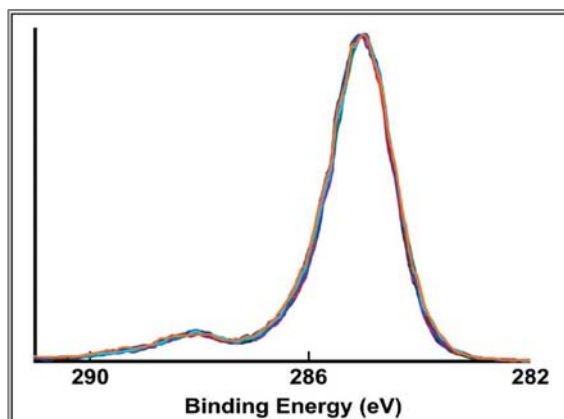


図6 ラインスキャン測定各点におけるC1sスペクトルを、高さをそろえて重ね書きしたものの

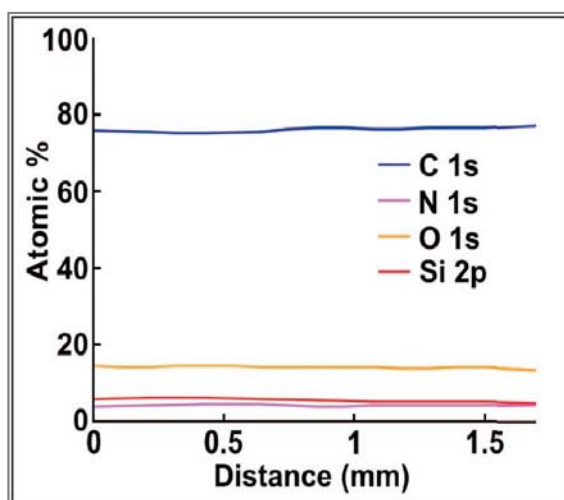


図7 ファイバー上1.7mm区間での定量値のラインプロファイル

3. 化学状態マッピング

ここでは“ Θ ”とペン書きしたポリエチレンテレフタレート(PET)を用意しました。図8は試料が測定位置にあるときの光学像で、緑色の枠で囲まれた範囲がマッピング領域になります。マッピングの各点でC1sとO1sのスペクトルをスナップショット・モード(アンスキャン・モード)で測定していますが、このモードでは測定時間が劇的に短くなるという特徴があります。(スナップショットの詳細についてはアプリケーションノートAN30009を参照して下さい。)測定には200 μ mのX線スポットを使用し、3mm \times 3mmの領域を合計400点(20点 \times 20点)でマッピングしています。

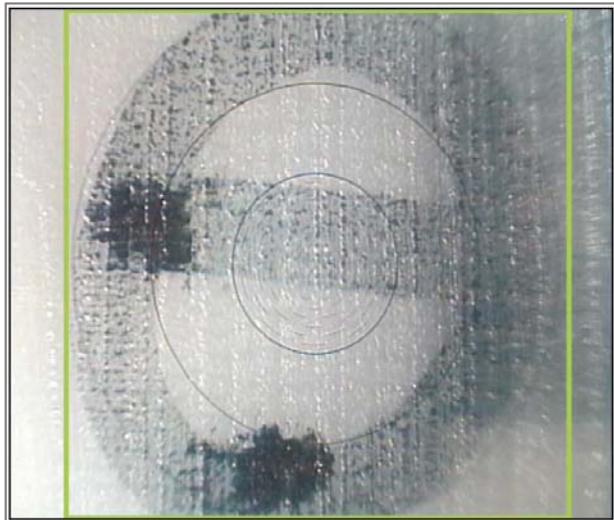


図8 測定入りにある試料の光学像

計400本あるC1sスペクトルの内の一つをピーク分離したものを図9に示します。

O1sのデータにターゲット・ファクター・アナリシス(TFA)を実施したところ、図10に示すような2つの要素スペクトルがあることがわかりました。そこで、この2つのスペクトルをリファレンスとして、今度はノン・リニア・リスト・スクエア・フィッティング(非線形最小二乗フィッティング)を実施することで、図11の画像を作成しました。これによりインクに対応する像とPETに対応する像とを明瞭に区別することができます。

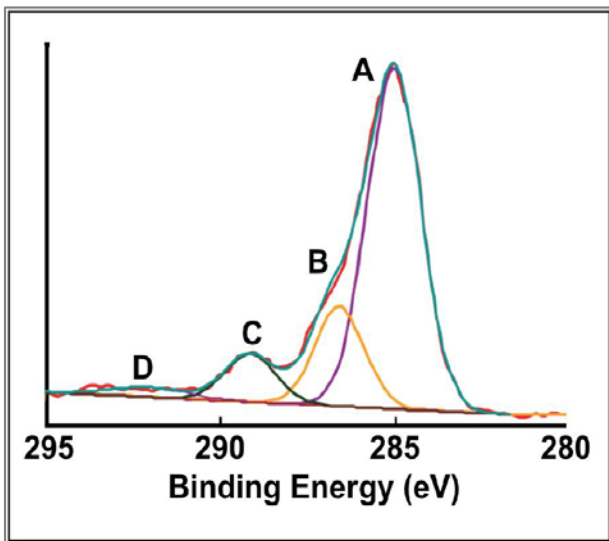


図9 4つのピークで分離したC1sスペクトル

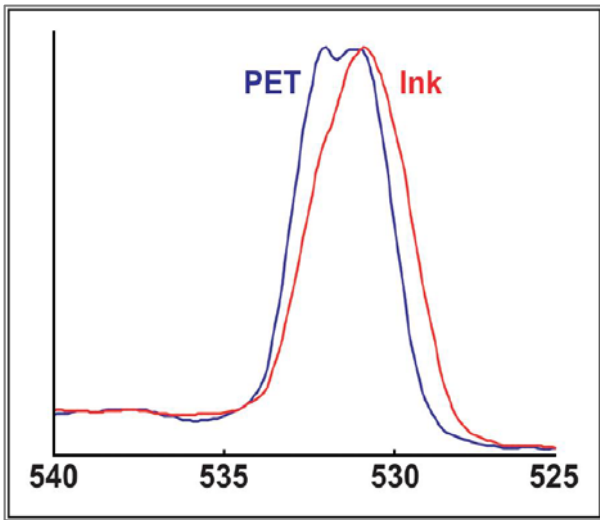


図10 PET部およびインク部でのO1sスペクトル。ノン・リニア・リスト・スクエア・フィッティング(非線形最小二乗フィッティング)のリファレンスとして使用したもの。

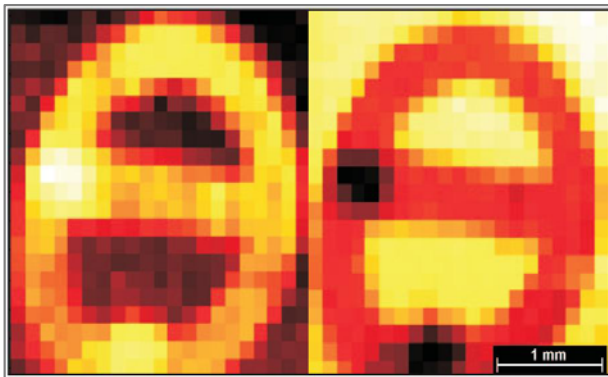


図11 インク部からのピークによるO1sマッピング(左)とPET部からのピークによるO1sマッピング(右)

おわりに

図1にあるすべての試料において高精度のデータが得られました。しかも、測定に際しては一旦Avantage上で測定条件を設定した後は、測定終了まで無人の完全自動測定が行えました。

このことは例えば夜間や週末の無人自動測定でも信頼性の高い結果が得られるということを示しており、すなわち業務効率を飛躍的に向上することができる、ということになります。

SA06002

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

スペクトロスコピー営業本部
XPS営業部

横浜本社
TEL.045-453-9201
FAX.045-453-9235

E-mail:
info-jp@thermo.com

www.thermofisher.co.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2007 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.