

光電子イメージを用いた微小部測定

XPS (X線光電子分光法: X-ray Photoelectron Spectroscopy) は、物質表面約 10 nm に存在する元素の定性・定量分析に加え、化学結合状態の分析が可能な表面分析手法です。

Kratos の AXIS シリーズは、高空間分解能の光電子イメージングを可能とする球面鏡アナライザーを装備しています。球面鏡アナライザーと常に 256×256 画素の精細なイメージが得られる検出システムとを組み合わせることで、短時間で光電子イメージが得られます。

また、得られるイメージの空間分解能は 1 μm に達しており、微小なサイズの測定対象も明確に描き出すことが可能です。

S. Watanabe

光電子イメージからのスペクトル生成

市販の XPS 装置の実用上の最小分析面積は Φ10 μm 程度でこれより分析対象が小さい場合は、別の分析手法を選択する必要があります。しかし、AXIS シリーズにおいては、光電子イメージからスペクトルを生成することにより、XPS 測定でも Φ10 μm より小さい領域の分析が可能です。光電子イメージからスペクトル生成は、図 1 のように測定するエネルギーを変えた光電子イメージを複数枚測定し、指定した領域にある画素の信号強度を足し合わせて結合エネルギーに対してプロットすることで得られます。

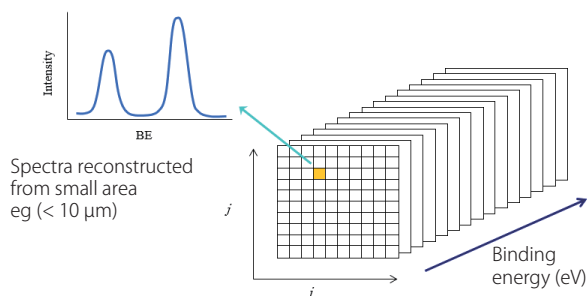


図1 光電子イメージからのスペクトル生成の模式図

分析試料について

分析試料は、図 2 のように直径 3 mm の Cu メッシュ (ピッチ間隔 188 μm、バーの太さ 20 μm) を PTFE シート上に固定したものをしました。

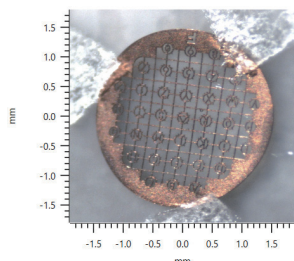


図2 PTFE シート上の Cu メッシュ

Wide スペクトル測定

700×300 μm で測定した wide スペクトルを図 3 に示します。スペクトルからは、PTFE 由来の F と C (292 eV 付近) が検出され、Cu はほとんど検出されていないことがわかります。また C は 285 eV 付近にもピークが存在しますが、これはコンタミに由来する C-H, C-C のピークです。このことから、分析試料は表面にコンタミが付着していることがわかりました。

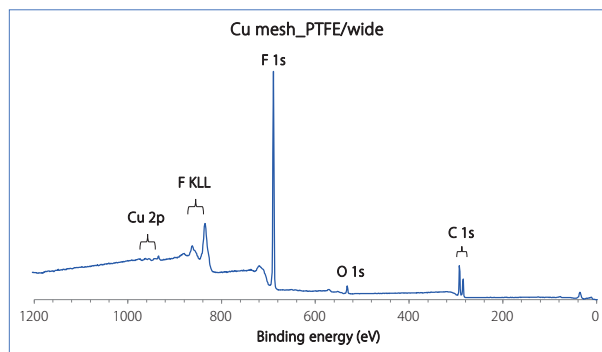


図3 マクロで測定した Wide スペクトル

光電子イメージ測定

光電子イメージ測定は、Monochromatic AlKα を用いて行いました。光電子イメージからスペクトルを生成するため、Binding energy の測定範囲設定は 297~280 eV としました。またエネルギーステップは 0.4 eV とし、計 43 のイメージ測定を行いました。イメージの視野サイズは約 400×400 μm を用いました。

図 4 に 285.0 eV (C-H, C-C) で測定した光電子イメージを示します。イメージからは、Cu メッシュ上にコンタミ成分 (C-H, C-C) が存在していることが確認できました。一方、下地の PTFE シートからはシグナルがほぼ検出されておらず、コンタミ成分が少ないと推測ができます。

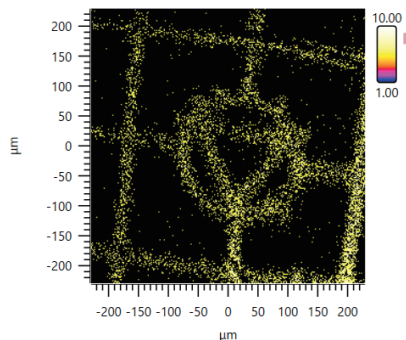


図4 C 1s 285.0 eV (C-H, C-C)の光電子イメージ

図5に、測定した光電子イメージから生成したC 1sスペクトルを示します。スペクトルはイメージの分析領域全体から生成されています。スペクトルからは、化学結合状態が少なくとも3つ存在することがわかりました。しかし、図5からはどの位置に各状態のCが存在するかわからないため、これを確認するためには微小部からのスペクトル生成が必要となります。

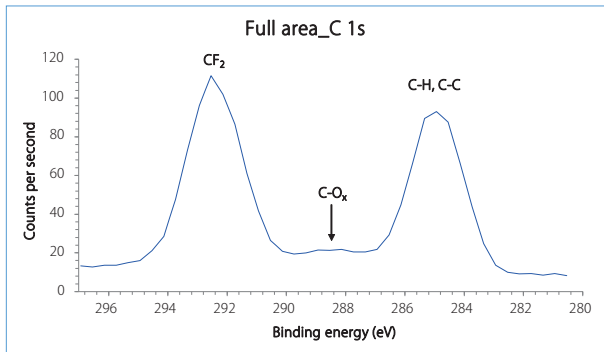


図5 約400×400 μmのイメージから生成したスペクトル

■ イメージ上の領域からスペクトル生成

イメージ上からのスペクトル生成は、測定済みのイメージ上であれば、どのエリアからでも可能です。また、エリアは任意の大きさに設定することができます。この試料では、Cuメッシュバー上のスペクトルだけを抽出するために、Cuメッシュバー上は、5×130 μmとしました。また、PTFE上は30×130 μmとしました。(図6参照)

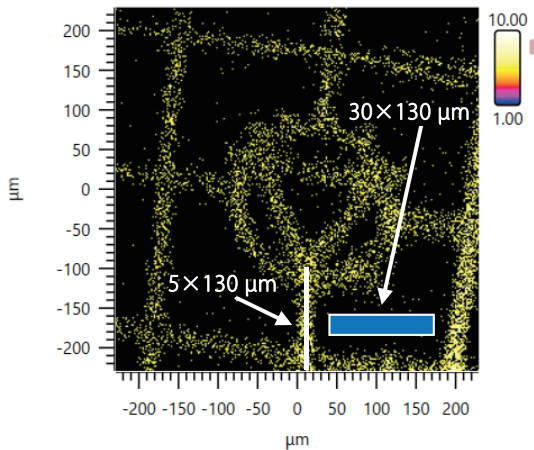


図6 光電子イメージ上のスペクトル生成エリア

図7にCuメッシュのバー上から生成したC 1sスペクトルを示します。スペクトルからは、C-H, C-CとCO, COOの3つの状態があることがわかりました。またCF₂は検出されませんでした。

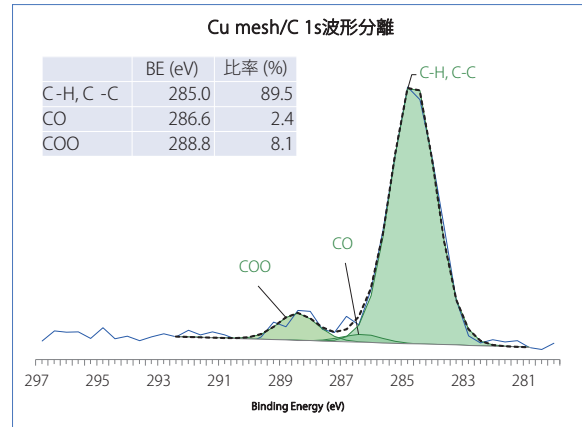


図7 Cuメッシュのバー上のC 1s波形分離

図8に、PTFE上から生成したC 1sスペクトルを示します。292.5 eVにCF₂のピークが検出されていることがわかりました。その他のピークは大きくないことから、光電子イメージだけではなく、スペクトルデータからもPTFEの表面にコンタミが少ないことが確認できました。このことからコンタミのC-C, C-Hは主にCuメッシュ上に付着していることがわかりました。

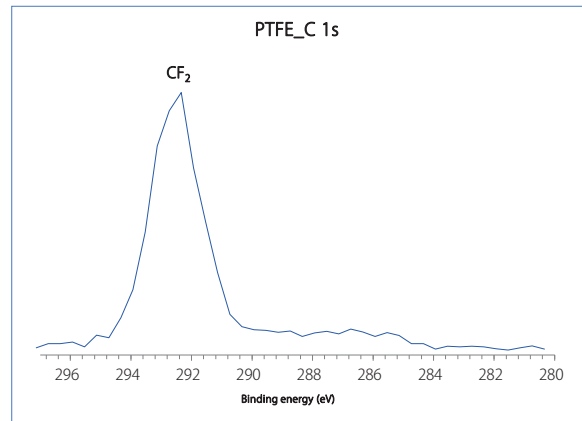


図8 PTFE上のC 1sスペクトル

■ まとめ

高い空間分解能(1 μm)をもつ光電子イメージからスペクトルを生成し、Cuメッシュのバー上とPTFE上にある炭素の化学結合状態分析を行いました。分析の結果Cuメッシュのバーは、主にコンタミ成分であるC-C, C-Hで覆われていることがわかり、PTFE表面にはコンタミ成分があまり存在しないことがわかりました。

当社のKRATOS ULTRA2™、光電子イメージング専用の球面鏡アナライザーにより、高空間分解能・イメージの高速測定を可能とし、微小部測定にも貢献します。

ULTRA2は、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2019年11月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。