

イメージングX線光電子分析装置  
Automated X-ray Imaging Photoelectron Spectrometer

# KRATOS NOVA



# KRATOS NOVA

Automated X-ray Imaging Photoelectron Spectrometer

KRATOS Nova は、そのコンパクトなボディに最先端の AXIS テクノロジーを詰め込んだ新世代の自動 XPS 分析装置です。レンズ同軸型均一帯電中和機構、マグネティックイマージョンレンズ、ディレイラインディテクターシステム、自動試料ハンドリング機構などの最新機能がパッケージングされています。

KRATOS Nova は、研究分野において要求される性能を犠牲にすることなく自動化に成功した装置です。ルーチン品質管理と故障解析の両方に最適な機能を提供します。

## ユーティリティーとインターロック (Services and Interlocks)

- KRATOS Nova に必要なユーティリティー (N<sub>2</sub> ガス、Ar ガス、圧縮空気、冷却水) は、装置背面のユーティリティーパネルから装置へ供給されます。
- 温度自動調整機構によってコントロールされたベーキングヒーターと断熱カバーが装置内に備え付けられているため、ベーキング作業は非常に簡単です。
- ハードウェアとソフトウェア双方によるインターロックシステムが常に装置の状態を監視しており、もしもの場合には装置をダメージから防ぎます。

## コンパクト設計 (Compact Footprint)

- 本体の設置面積はわずか 2060mm×1064mm です。この中に真空ポンプも全て収まります。これ以外に必要なスペースは、冷却水チラーおよびコンピュータデスクを設置する面積のみです。
- 装置前面の大型ドアを開けるだけで電気系コントロールユニットおよび X 線源に簡単にアクセス可能です。

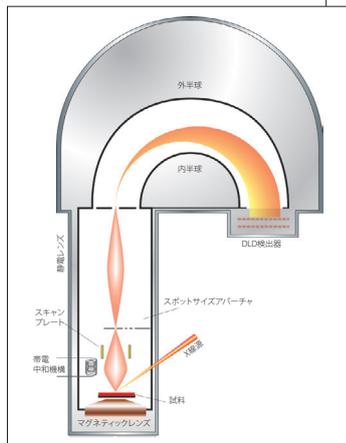
## 試料分析室 (Sample Analysis Chamber: SAC)

- 試料分析室には直径 140mm のビューポートとチャンバー内光源が備えられており、試料を外部から肉眼で直接観察することができます。さらに in-situ 観察用光学顕微鏡を使用することで、視野サイズ 2mm 角 (2μm/画素) の高倍率デジタルイメージが撮影できます。この顕微鏡イメージはデータ測定ソフトウェアとリンクしており、正確な試料位置合わせを可能にします。

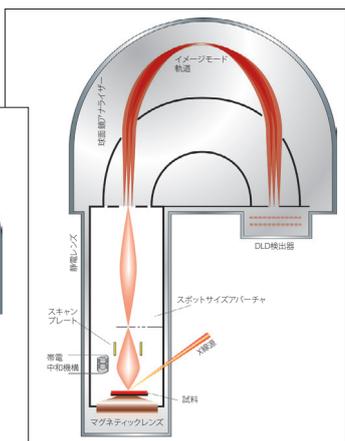
## 試料導入室 (Sample Entry Chamber: SEC)

- 試料プラテンは大型の導入ドアから装置へ導入されます。SEC 内の試料は導入ドアの窓を通して肉眼で観察することが可能です。
- ターボ分子ポンプで排気される SEC には、3 枚の試料プラテンを同時にパーキングすることができるエレベーターが備えられています。
- 試料の真上に配置されたデジタル光学カメラで撮影したプラテン全体のイメージは、試料の識別および位置合わせに用いられます。

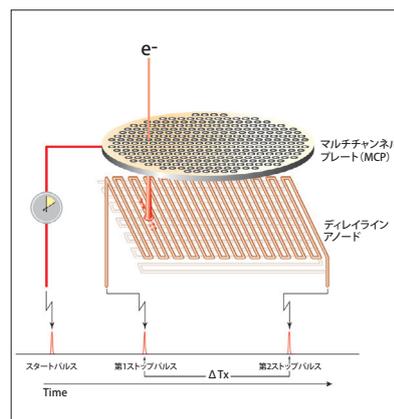




スペクトル測定モード

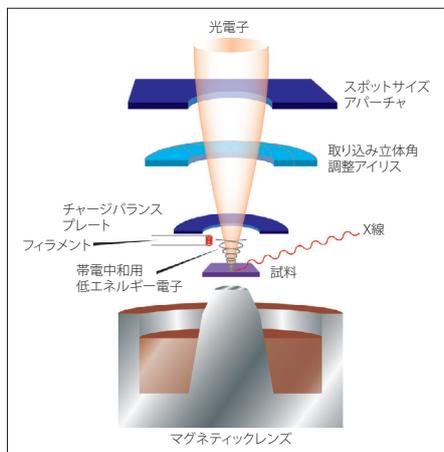
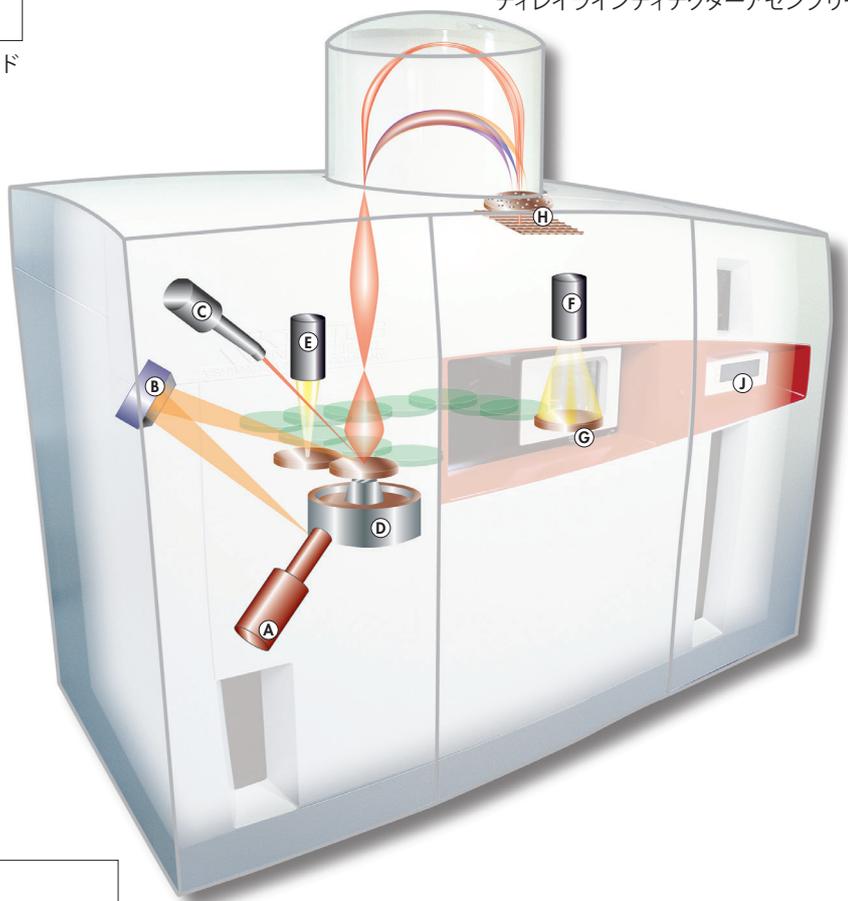


パラレルイメージ測定モード

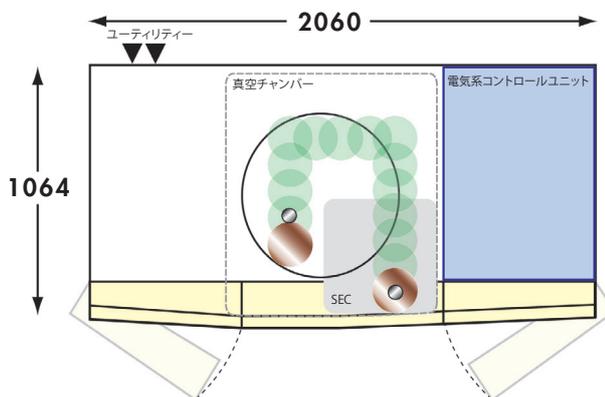


ディレイラインディテクターアセンブリー

- ① X線源
- ② モノクロメーター
- ③ イオン銃
- ④ マグネティックレンズ
- ⑤ SACカメラ
- ⑥ SECカメラ
- ⑦ プラテン移動軌跡
- ⑧ ディレイラインディテクター
- ⑨ コントロールユニット



AXISテクノロジー (特許)



装置平面図

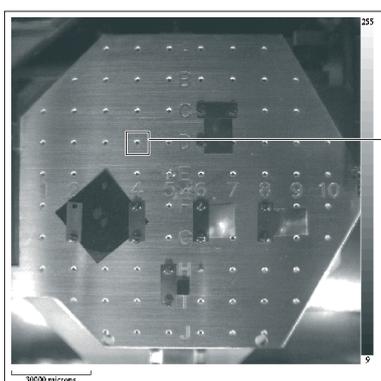
## サンプルハンドリング (Sample Handling)

KRATOS Novaのサンプルハンドリングおよびプラテンナビゲーションシステムは、in-situ観察可能な光学顕微鏡とESCApeソフトウェアを統合したシステムです。これにより、簡単かつ迅速に試料上の分析位置を指定することが可能です。プラテン全体の光学イメージと2mm角の高倍率光学イメージはデータセットに保存することができ、分析位置を指定する際に使用します。分析室内に移動した試料プラテンの様子は大型のビューポートを通して肉眼で観察可能です。

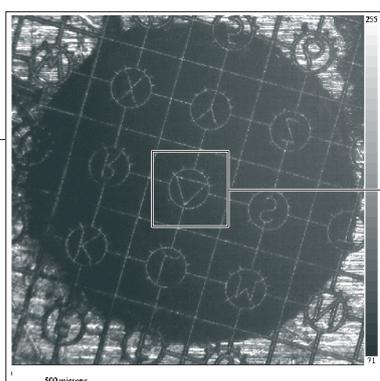
試料予備排気室 (SEC) に設置されたカラーカメラは、試料真上から110mm径のプラテン全体のデジタルイメージを撮影します。サイズが比較的大きく組成が均一な試料は、自動試料高さ調整機能 (Auto Z) を併用する

ことで、このSECイメージからダイレクトに分析位置を指定して自動測定を行うことが可能です。また、イメージ上で指定した場所をさらに高倍率の分析室カメラを用いて高分解能撮影することも可能です。このin-situ光学観察系は外部の位置決め機構を必要としないため、分析中に試料を取り出すことなく新しい測定場所を指定することが可能であり、自由度の高い分析を実現します。また、分析室カメラの高倍率光学イメージ (デジタルズームも可能) からダイレクトに微小部測定位置を指定することも可能です。

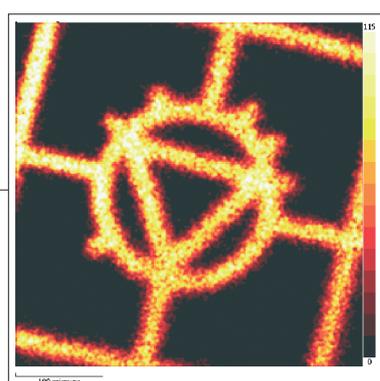
SECには110mm径のプラテンを3枚格納することができるため、一度に合計285cm<sup>2</sup>の面積を測定に使用することが可能です。プラテンの自動交換機能により、オペレータ不在時でも試料を自動的に交換しながら連続運転することが可能です。



SEC光学イメージ



SAC光学イメージ



パラレルXPSイメージ



SECおよび試料導入ドア



110 mm径大型試料プラテン

## パラレルイメージングおよび微小部分析 (Parallel Imaging and Small Area Spectroscopy)

KRATOS Novalは、元素イメージング・化学状態イメージングにおいて他の追随を許さないスピードとパフォーマンスを発揮します。分光器には、軌道半径165mmのスペクトル測定用静電半球アナライザー (hemispherical analyser: HSA) とイメージング測定用球面鏡アナライザー (spherical mirror analyser: SMA、KRATOS特許) を組み合わせたハイブリッドアナライザーを採用しています。

スペクトル測定モードでは、高い光電子透過効率を持つ大型HSAにより、高感度と高エネルギー分解能を両立しています。微小部測定は、アパーチャーを静電レンズカラムに挿入することで試料表面に形成されるバーチャルプローブを使用して行います。微小部測定に対するこのアプローチは、マイクロフォーカスX線を使用する際に問題となる試料表面のディファレンシャルチャージングや試料損傷を大幅に軽減します。

レンズ視野内であればどの場所からでも15 $\mu$ m径エリアの微小部スペクトルが測定できます。バーチャルプローブが狙う測定位置は、ディフレクションシステムによって移動させることが可能です。微小部測定位置はパラレルイメージ上をマウスでクリックするだけで指定できるため、試料を移動させることなく測定位置を正確に狙うことが可能です。

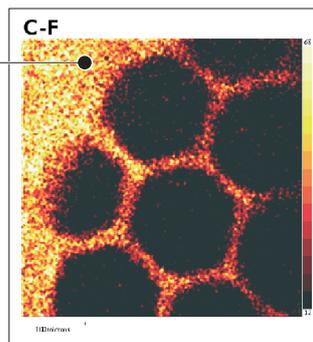
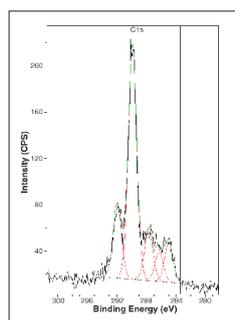
また、装置に備わっている光学顕微鏡のイメージから

直接測定位置を指定することもできます。

パラレルイメージングモードでは、特定の運動エネルギー (結合エネルギー) を持つ光電子が二次元光電子検出器に投影され、ダイレクトに試料表面のイメージを描き出します。各光電子の相対的な位置関係はSMAを通過する際にも保たれるため、一画素ごとにデータ測定が必要な従来のXPSマッピング手法に比べると非常に高速な秒単位でのイメージ測定が可能となります。この高速パラレルイメージングは、X線照射時間を最小限に抑えることができるため、X線によってダメージを受けやすい試料を測定する際に大きな効果を発揮します。パラレルイメージング測定時は256 $\times$ 256画素で検出を行い、空間分解能は3 $\mu$ m以下を実現しています。このパラレルイメージングを使用することにより、光学的には差異が判別できないような、元素あるいは化学状態の違いを簡単にイメージ化することが可能となります。このように空間分解能とエネルギー分解能を高次元で両立させることが可能となった背景には、SMAの優れたアナライザー特性とそれを巧みに取り入れた高度な設計技術があります。

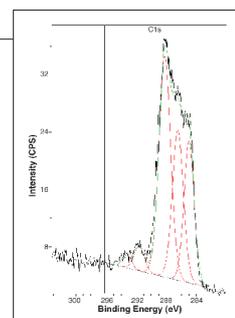
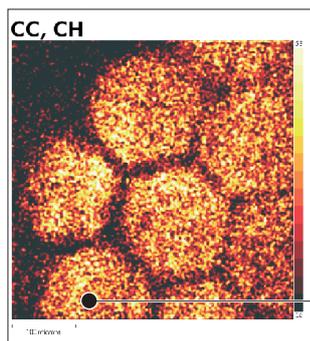
下のデータは、プラズマ照射を用いてパターンを作成した試料の hidrocarbon と C-F による化学状態イメージを示します。これらのイメージは、27 $\mu$ m微小部スペクトルの測定位置を定義する際に使用しています。その微小部測定は試料を移動させることなく正確に行われます。

27 $\mu$ m微小部  
測定スペクトル



C-F化学状態イメージ

hidrocarbon  
化学状態イメージ



27 $\mu$ m微小部  
測定スペクトル

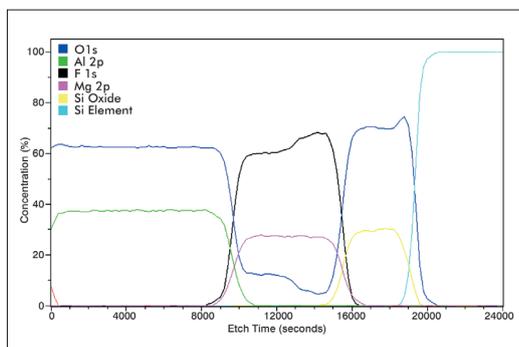
## イオン源 (Ion source)

KRATOS NovaのAr<sup>+</sup>イオンガンは、加速電圧を4kVから200Vまでの間で連続的に変化させて使用することが可能です。このイオンガンは中性粒子を除去するためのバンドを持つ高精度なイオンレンズカラムで構成されており、フローティングモードを使用すると、低加速電圧使用時も高い電流密度でイオンを照射することが可能となり、界面での深さ方向分解能の向上と低加速電圧での高いスパッタレートが得られます。全ての操作系とステータスのリードバックはESCApeソフトウェア上に表示され、予め設定されたビーム条件をルックアップテーブルから選択して動作条件を設定することが可能です。イオンビームは、エクストラクター電流のリードバックをコンピュータで制御することにより安定化させています。これによりエッチングレートの変動を最小限に抑えることが可能となります。また、イオンガンへのアルゴンガスの供給を測定中の任意のタイミングで自動的にOn/Offさせることが可能なため、長時間にわたる自動分析をフレキシブルに組み立てることができます。有機物の深さ方向分析には、オプションとして用意するクラスターイオン銃が最適です。このイオン銃は、カーボン系クラスターイオンもしくはArガスクラスターイオンを用いており、Ar<sup>+</sup>単原子イオン照射によって損傷を受ける物質に対しても低損傷でスパッタリングすることが可能です。

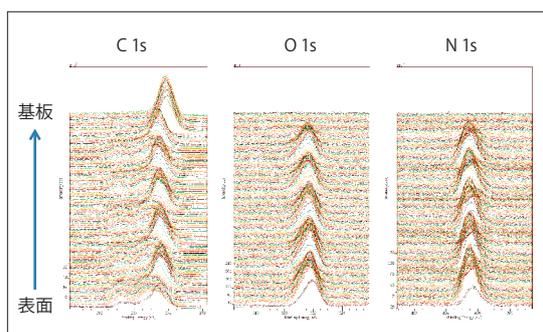
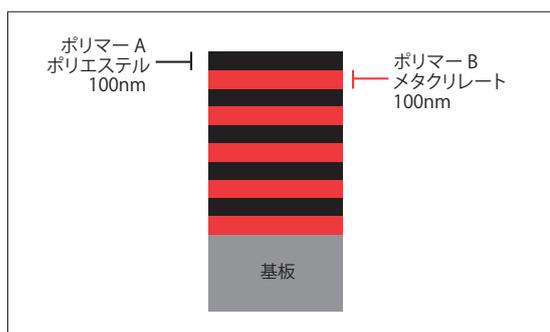
## X線源 (X-ray source)

KRATOS NovaのX線源は500mmのローランド径を持つ大型モノクロメータを採用しており、X線をフォーカスした場合でも、小さなローランド径をベースとしたシステムに比べてエネルギー分散が小さくなります。これによって、Ag 3dピークでの半値幅 (<0.48 eV)に見られるような高いエネルギー分解能を保証しています。X線銃から発せられたAlK $\alpha$  X線の分光にはシングルトロイダルバックプレーンが用いられており、X線スポットと測定位置とのアライメント調整が簡単に行えます。X線銃のアノードはフィラメントに対して平行に移動させることが可能な設計になっており、真空を破ることなく新しいアノード面を使用することが可能です。1本のアノードで複数のアノード面を使用することができるため、アノードの寿命が飛躍的に長くなりました。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/MgF<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/Siマルチレイヤー試料のフローティングモードデブスプロファイル



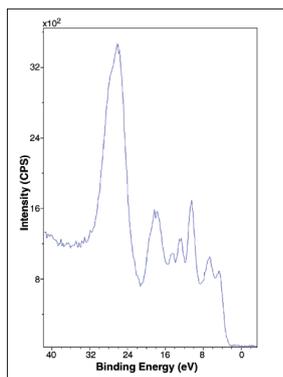
Ar ガスクラスターイオン銃を使用した有機系薄膜マルチレイヤーのデブスプロファイル



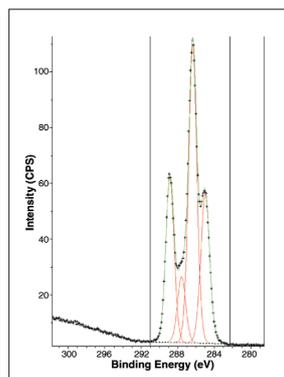
## 帯電中和 (Charge Neutralisation)

KRATOS Novaの帯電中和機構は、これまでに250台以上のAXISテクノロジーを使用したKRATOS XPS装置において使用され実績のあるシステムを採用しています。マグネティックレンズによる磁場と低エネルギー電子との相互作用を利用したこのシステムは、中和時にAr<sup>+</sup>イオンを必要とする他のシステムとは異なり、絶縁物測定中も装置は超高真空に保たれます。また、このシステムは試料表面への電子供給量を自動的に補正するよう設計されており、粉末、ファイバー、薄膜など形状や特性の異なるあらゆる絶縁物に対して効果的に作用します。モノクロメータX線源と併用した場合、ポリエチレンテレフタレート (PET) のC 1sエステルピークでのピーク半幅 (<0.68 eV) に見られるような、他に類の無い高いエネルギー分解能を得ることが可能となっています。

セルロースポリマーの価電子帯スペクトル



セルロースポリマーの高分解能C 1sスペクトル



## ディレイラインディテクター (Delay-Line Detector)

KRATOS Analyticalは、ディレイラインディテクター (DLD) を世界で初めて市販XPS装置に導入し、最先端のイメージングX線光電子分光器開発をリードし続けています。次世代の光電子検出器の代表であるDLDは、スペクトロスコピーとイメージングの両方においてシングルパルスカウンティングを行うことが可能です。2本の直交したディレイラインアノード、その上に配置されたマルチチャンネルプレート、それに電気系コントロールユニットを含めた一連のDLDシステムは、KRATOS Novaの心臓部となります。

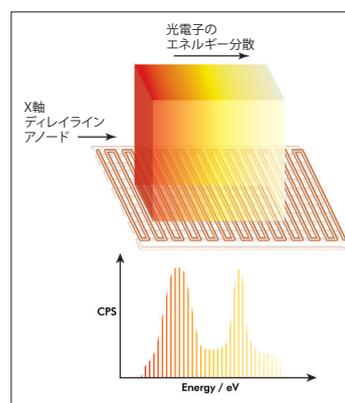
大きなアクティブエリアを持つDLDはスペクトロスコピーモードで100以上のチャンネルを使用することが可能です。このように検出チャンネル数が多いため、通常

のエネルギースキャン測定だけでなく、アナライザーのエネルギーをスキャンせずに測定する‘スナップショットモード’測定が可能となります。このモードでは、各光電子ピークを1秒以下で測定することが可能であり、デプスプロファイリングや物質表面のリアルタイム物性観察に効果を発揮します。

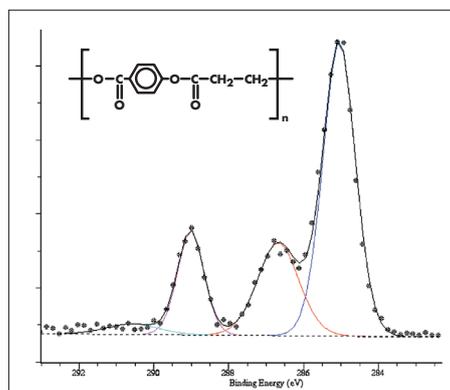
パラレルイメージングモードで使用した場合、2次元分布を持つ光電子がDLDに投影されます。2本のディレイラインアノードに到達した全ての電子は、高速なDLDコントロールユニットによってその到達位置がx-y座標に変換されます。この信号を数秒間積算することによって、65,500画素以上の情報を持った、真に定量性のある元素イメージ (もしくは化学状態イメージ) が得られます。最高倍率イメージングモードを使用した場合、空間分解能は3μm以下となります。

また、DLDはデジタル技術をベースにしたテクノロジーであるため、ノイズレベルが低いという特性があり、スパイクノイズを受けにくくなっています。

スナップショットモードのDLD検出器



PET試料のC 1sスナップショットスペクトル (測定径15μm)



## 装置構成

### 真空系

#### 試料導入室 (SEC)

試料エレベーター (プラテン3枚までストア可能)  
ターボ分子ポンプ (250 L/s)  
コールドカソードワイドレンジ真空計  
236 mm幅ゲートバルブ

#### 試料分析室 (SAC)

ステンレススチール製 (ミューメタルシールド付き)  
イオンポンプ (クライオシールド付き)  
チタンサブリメーションポンプ  
コールドカソードワイドレンジ真空計

### X線源

#### ハイパワーAlモノクロメーター

ローランド径500 mm  
シングルクォーツロイダル型バックプレーン  
ムーバブルアノード  
フルコンピュータコントロール  
(リードバック制御およびインターロック付き)

### エネルギーアナライザー

#### 180° 静電半球アナライザー

軌道半径165 mm

#### 球面鏡アナライザー

FAT (Fixed Analyser Transmission: アナライザー透過率一定) モード

### オプション

アルゴンガスクラスターイオン銃  
カーボンクラスターイオン銃  
エアセンシティブサンプルトランスポーター  
Ag/Alデュアルアノードモノクロメーター  
UPS用UV光源、ISSシステム  
分析室TMPシステム

### 光電子検出器

#### MCPおよびディレイラインディテクター (DLD) システム

スキャンモードおよびスナッチショットモードによるスペクトル測定  
2次元イメージングモード

### 帯電中和機構

#### レンズ同軸型低エネルギー電子供給システム

均一中和、全自動

### 試料プラテン

110mm径標準プラテン  
ARXPS用プラテン (0 - 85°角度分解用)  
コンピューセントリックローテーションプラテン  
360°連続回転  
オフセンターポジションを中心とした面内回転

### 試料ハンドリングと試料観察

試料ステージ5軸ソフトウェアコントロール  
(プラテンタイプに依存)

自動プラテン交換

微小部測定用アパーチャ自動交換

SEC内光学顕微鏡カメラ (視野サイズ110 mm)

SAC内高分解能光学顕微鏡 (視野サイズ2 mm)

### 設置仕様

本体寸法: 2060(W)x1064(D)x1955(H)mm

重 さ: 約1200kg

使用ガス: 圧縮空気, 乾燥窒素, アルゴンガス

電 源: 単相200V-50A

※装置の構成によって設置仕様は変更になる可能性があります。

#### X線装置設置の届出義務について

X線装置は、設置するにあたり、所轄の労働基準監督署へ設置届の提出が義務付けられています。

(独立行政法人以外の官庁関係への設置の場合は、人事院への届出が必要です。)

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。

本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。

治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。

外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

## 株式会社 島津製作所

分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

東京支社 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3  
(03) 3219-(官公庁担当) 5631・(大学担当) 5616・(会社担当) 5721

関西支社 530-0012 大阪市北区芝田1丁目1-4 阪急ターミナルビル14階  
(06) 6373-(官公庁・大学担当) 6541・(会社担当) 6556

札幌支店 060-0807 札幌市北区北七条西2丁目8-1 札幌北ビル9階 (011) 700-6605

東北支店 980-0021 仙台市青葉区中央2丁目9-27 プライムスクエア広瀬通12階 (022) 221-6231

郡山営業所 963-8877 郡山市堂前町6-7 郡山フコク生命ビル2階 (024) 939-3790

つくば支店 305-0031 つくば市吾妻3丁目17-1  
(029) 851-(官公庁・大学担当) 8511・(会社担当) 8515

北関東支店 330-0843 さいたま市大宮区吉敷町1-41 明治安田生命大宮吉敷町ビル8階  
(048) 646-(官公庁・大学担当) 0095・(会社担当) 0082

横浜支店 220-0004 横浜市中区北幸2丁目8-29 東武横浜第3ビル7階  
(045) 311-(官公庁・大学担当) 4106・(会社担当) 4615

静岡支店 422-8062 静岡市駿河区稲川2丁目1-1 伊伝静岡駅南ビル2階 (054) 285-0124

名古屋支店 450-0001 名古屋市中村区那古野1丁目47-1 名古屋国際センタービル19階

(052) 565-(官公庁・大学担当) 7521・(会社担当) 7532

京都支店 604-8445 京都市中京区西ノ京徳大寺町1

(075) 823-(官公庁・大学担当) 1604・(会社担当) 1602

神戸支店 650-0033 神戸市中央区江戸町9-3 栄光ビル9階 (078) 331-9665

岡山営業所 700-0826 岡山市北区磨屋町3-10 岡山ニューシティビル6階 (086) 221-2511

四国支店 760-0017 高松市番町1丁目6-1 高松NKビル9階 (087) 823-6623

広島支店 732-0057 広島市東区二葉の里3丁目5-7 GRANODE広島5階 (082) 236-9652

九州支店 812-0039 福岡市博多区冷泉町4-20 島津博多ビル4階

(092) 283-(官公庁・大学担当) 3332・(会社担当) 3334

<https://www.an.shimadzu.co.jp/>