

XPS 測定における分析効率向上のための Pass Energy 及び Step Size の最適化の検討

○古里 勇介^{a)}

^{a)}東京科学大学 リサーチインフラ・マネジメント機構
コアファシリティセンター ファシリティステーション部門

1. はじめに

近年、材料開発や表面機能評価の高度化に伴い、材料表面の化学状態解析に不可欠な分析手法として X 線光電子分光法 (XPS) の分析需要が高まっている。当部門で装置管理を行っている ULVAC-PHI 社の PHI5000VersaProbeIII も利用希望者が多く、繁忙期は月間 300 時間前後で高稼働している。一方、分析需要の増加に伴い、測定時間の短縮及びスペクトルの品質保持の両立が重要な課題となっている。特に、Pass Energy 及び Step Size はエネルギー分解能、S/N 比、ピーク形状及び測定時間に大きく影響する測定条件であるが、実際はその設定値の組合せが測定者の知識や経験によって左右されることが多い。本発表では、Au 標準試料 (Objective Spectrum : Au 4f_{7/2}) を用いて Pass Energy 及び Step Size を系統的に変化させ、得られたスペクトルの S/N 比、半値幅 (FWHM) 及び測定時間を定量的に評価することにより、高品質な測定データを効率良く取得するための条件検討を行ったので報告する。

2. Pass Energy が測定時間とスペクトル品質に与える影響

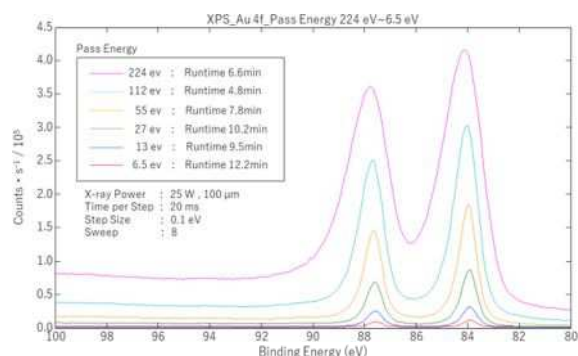


図 1. Pass Energy の差異によるピーク形状の変化

図 1 に Pass Energy を変化させて取得した Au 4f のスペクトルを示す。Pass Energy の増加に伴いピーク強度は向上する一方、FWHM は増大し、エネルギー分解能は低下した。また、本装置では Ratio の自動最適化により Runtime は Pass Energy に対して単調な変化を示さなかった。一方、Step Size もスペクトルのデータサンプリング点数と Runtime に影響するため、分析効率の向上を図る上で Pass Energy、Step Size、Runtime のバランス考慮し、総合的に条件検討を行った。

3. スペクトル品質及び分析効率の定量評価による最適化の検討

系統的に変化させた各測定条件において 7 回測定を行い、ピーク位置、S/N 比及び FWHM の平均値、標準偏差及び変動係数を算出し、スペクトル品質及び測定再現性の定量評価を行った。更に、FWHM 及び Step Size の関係から FWHM 当たりのデータサンプリング点数を求め、測定時間が過大となるオーバーサンプリング及びピーク形状の再現性やフィッティング精度が低下するアンダーサンプリングの境界となるデータサンプリング点数の目安値を調査した。これらの結果を測定時間と併せて比較し、スペクトル品質及び分析効率のバランスの取れた Pass Energy 及び Step Size の組み合わせを検討した。

4. 参考文献

1) D. Briggs, D. R. Baer, M. H. Engelhard, et al., J. Vac. Sci. Technol. A 38(6), 061203 (2020).