

汎用光電子分光装置の技術紹介と共用における課題 ～XPS/UPS/LEIPS 測定～

○岡野 彩子^{a)}

^{a)}筑波大学 数理物質系技術室

1. はじめに

筑波大学では、多様な研究を支えるための環境整備の一環として、共用設備の全学統括組織となる「オープンファシリティ推進機構」が設置されている(図1)。また、本学は令和3年度より、文科省「マテリアル先端リサーチインフラ(ARIM)」事業に参画しており、同機構下の一部局として、学内/学外への設備の共用を行っている。

ARIM 事業は、共用設備から得られたデータの利活用を目的としており、これまで中心であった微細加工の設備だけではなく、分析装置類の拡充を進めている。本学では、補正予案によって、「多機能走査型 X 線

光電子分光分析装置」が導入された。当該装置は、多様な光電子分光分析ができる汎用型装置である一方、幅広い利用ニーズの受け入れやデータ解析への対応が難しいといった課題がある。本発表では、最近利用者の増えた「LEIPS(低エネルギー逆光電子分光)」測定の紹介と併せ、共用化や支援の課題について提示する。

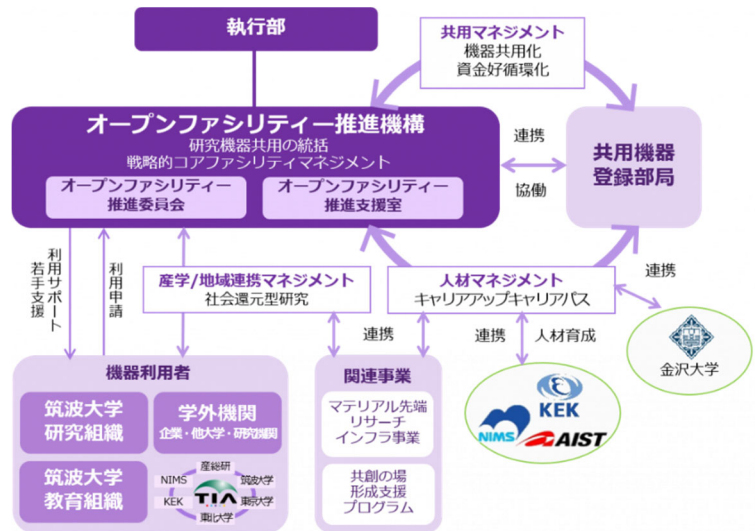


図1 筑波大学オープンファシリティ推進機構

2. 装置概要

本学に導入した装置は、アルバック・ファイ社製の「PHI VersaProbe 4」である。本装置の主な仕様を表1に示した。基本仕様は「VersaProbe III」を踏襲しており、走査型マイクロフォーカス X 線源による微小領域 XPS 分析、及び SXI(Scanning X-ray Image)を特徴としている。基本的な XPS 測定機能の他に、UPS/LEIPS/REELS 測定をオプションとして搭載しているが、これらはすべて同じサンプル上の同一分析点で測定することが可能である。一方で、集光されたモノクロ X 線源であるため、極めてチャージアップが発生しやすい装置である。そのため、電子中和銃と低エネルギー Ar イオンビームを併用するデュアル帯電中和機構が搭載されている。

表1 PHI VersaProbe 4 の主な仕様

線源	X 線: モノクロ Al $K\alpha$ UV 光源: He I (He II)
分解能	ビーム径: XPS $\phi 10\sim 200 \mu\text{m}$ UPS/LEIPS $\phi 3\sim 4 \text{mm}$ エネルギー分解能: 0.50 eV 以下 (FWHM, Ag3d _{5/2})
機能	Ar イオン銃 デュアル帯電中和機構 低エネルギー逆光電子分光法 (LEIPS) 反射電子エネルギー損失分光法 (REELS) アルゴンガスクラスターイオン銃 (Ar-GCIB) 試料加熱機構 (~800 °C) トランスファーベッセル

3. LEIPS(低エネルギー逆光電子分光法)

有機 EL などの有機半導体デバイスでは、固体表面の非占有準位(伝導帯)の電子状態が材料とデバイスの性能に直結する。伝導帯の電子構造は、逆光電子分光法(Inverse Photoelectron Spectroscopy, IPES)で観測できるが、従来の IPES では走査する電子のエネルギーが高く、有機半導体の測定では試料損傷してしまうことが課題であった。これに対し、入射電子のエネルギーをより低く抑えた低エネルギー逆光電子分光法(Low Energy Inverse Photoelectron Spectroscopy, LEIPS)が開発され^{1,2)}、これまで測定が困難だった有機分子の伝導帯や電子親和力が再現性よく測定できるようになった。

図 2 に、本学装置における有機半導体 TCTA(Tris(4-carbazoyl-9-ylphenyl)amine)の測定例を示す。図 2(b)は、同一分析点で測定した UPS 及び LEIPS スペクトルの解析結果である。このように UPS と LEIPS を併用することで、同じ試料上で HOMO 準位と LUMO 準位の観測ができ、直接的にバンドギャップを測定することが可能である。本測定における TCTA のバンドギャップは 3.31 eV であり、これは試薬カタログに掲載されていた参考データの 3.3 eV と一致していた。

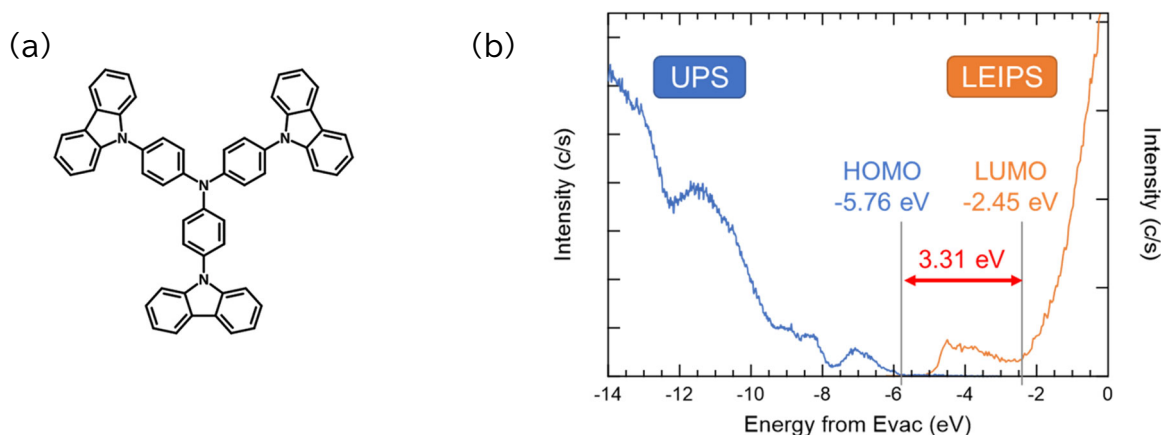


図2 (a)TCTA(Tris(4-carbazoyl-9-ylphenyl)amine)の分子構造, (b)UPS/LEIPS 測定結果

4. 共用における課題

本装置の利用者は年々増加しており、学外からも問い合わせを多くいただいている。一方で、XPS と異なり、UPS や LEIPS の解析には固体物性の基礎知識が必要となってくる。加えて、有機半導体以外にも、触媒やバイオといった新しい学問領域の利用者も増えており、より細分化したユーザーニーズに対応した技術補助が求められるようになってきた。本発表では、これらの課題への取り組み状況を提示すると共に、同じ技術職員の皆様の知見をお伺いしたいと考えている。

Reference

- 1) H. Yoshida, *Chem. Phys. Lett.* 539-540, 180 (2012).
- 2) H. Yoshida, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* 204, 116 (2015).

謝辞

試料をご提供いただいた物質材料研究機構の安田剛主幹研究員に深く感謝いたします。