

# 表面分析の可能性を拓げる最新技術のご紹介 － HAXPES －

アルバック・ファイ株式会社  
分析室  
宮山 卓也

# 「表面分析の可能性を拡げる 最新技術のご紹介 — HAXPES —」

アルバック・ファイ株式会社  
分析室 宮山 卓也

 ULVAC-PHI, INC.  
© 2019 ULVAC-PHI, INCORPORATED.

## 発表内容

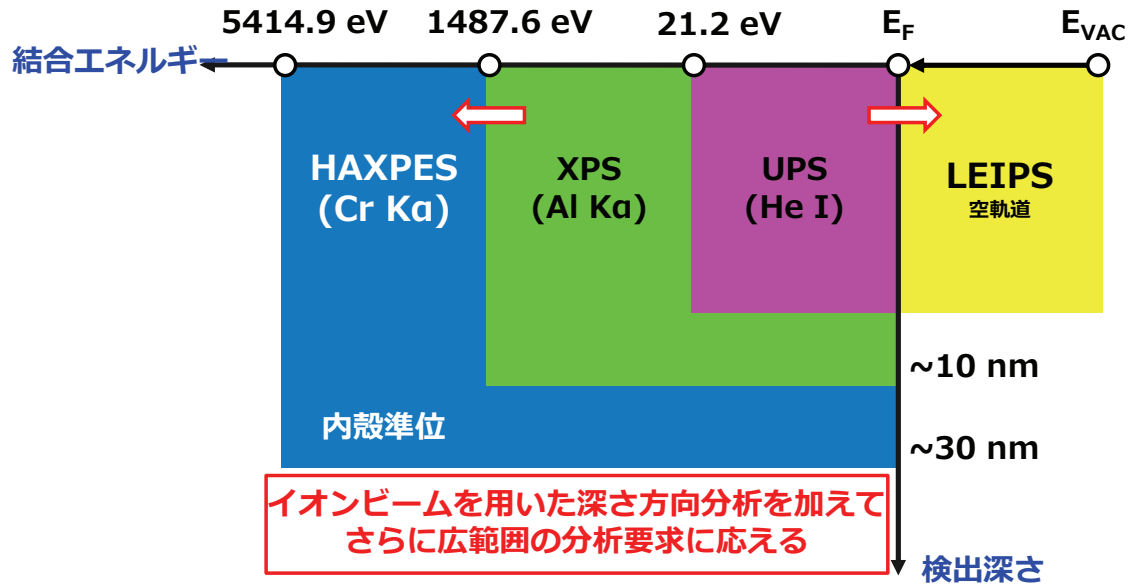


1. はじめに
2. PHI Quantesのご紹介
3. 2線源搭載ラボ型HAXPESで拡がる応用範囲
  - 粉末試料の状態分析
  - HAXPES × イオンビーム
4. まとめ
5. 今後の展開





<電子分光関連技術の拡がり>



PHI Quantesの特徴



静電半球型分析器



走査型デュアルモノクロX線源の模式図

信頼性の高いHAXPESスペクトルを提供

- 走査型デュアルモノクロX線源  
Cr Ka線 (5.4keV) Al Ka線 (1.5keV) の2線源を搭載  
容易な切り替え操作で同一点分析が可能  
走査型で微小部から広域平均情報まで取得可能
- Cr Ka線による定量・定性分析  
Cr Ka線用のRSF(理論値)を準備  
定量・定性分析を行うことが可能
- ターンキー帯電中和  
低エネルギー電子+イオン同時照射による自動帯電補償  
調整不要であらゆる材料に適用可能
- 自動分析  
試料の移動、高さ合わせ、帯電補償など、  
コンピュータ制御で信頼性の高い完全自動分析

# Cr Ka線とAl Ka線で拡がる選択肢

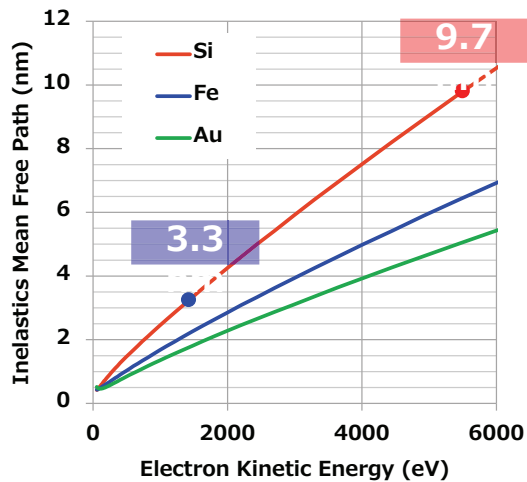


## 検出深さの選択

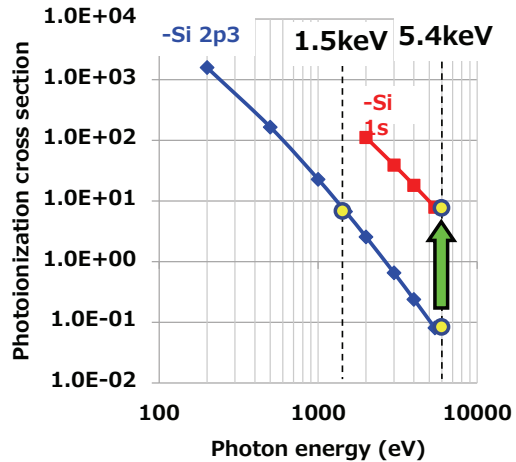
## 軌道の選択

- ・ 浅い領域から深い領域まで、検出深さの幅が広い
- ・ 適切な軌道の選択で感度も補える

各元素の平均自由行程



各軌道の光イオン化断面積



Shinotsuka, et al., Surface and Interface analysis, DOI 10.1002/sia.5789 (2015)

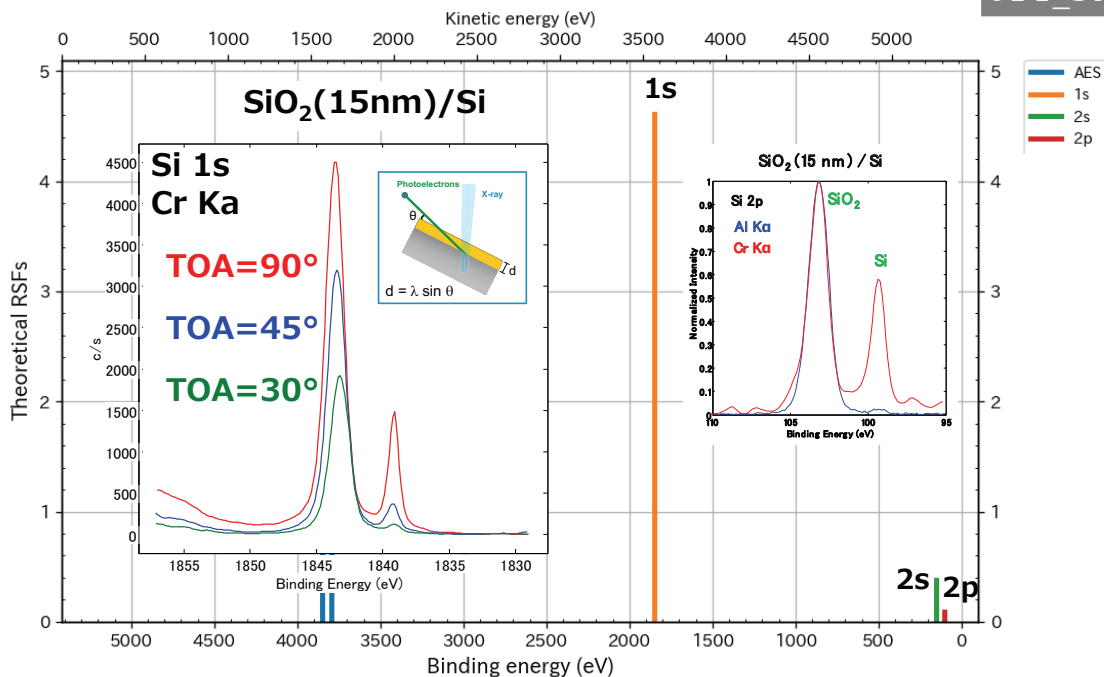
M. B. Trzhaskovskaya, V. I. Nefedov and V. G. Yarzhemsky: At. Data Nucl. Data Tables 82, 257 (2002).

# Cr Ka線とAl Ka線で拡がる選択肢



## AR-XPSの適用可能範囲も拡大

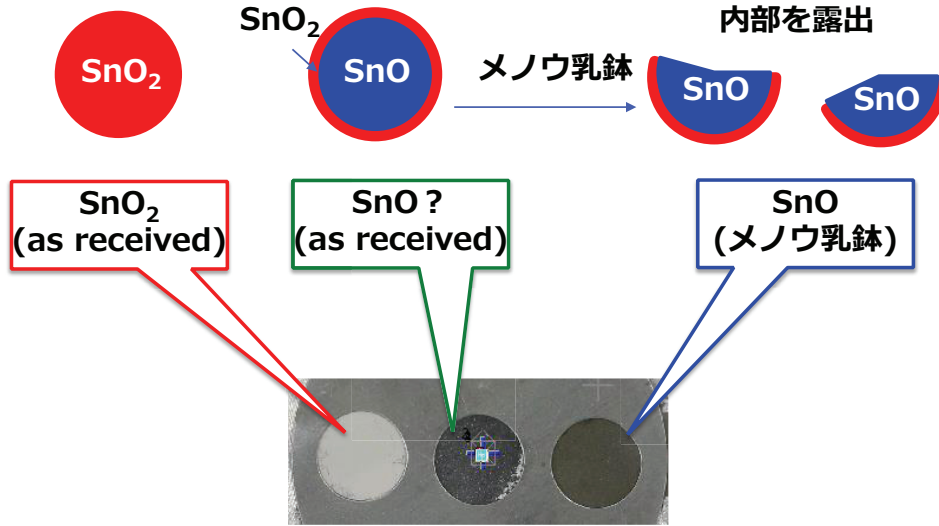
014\_Si



# Cr Ka線の検出深さを利用した粉体の化学状態分析



## スズ酸化物（粉体）の化学状態分析

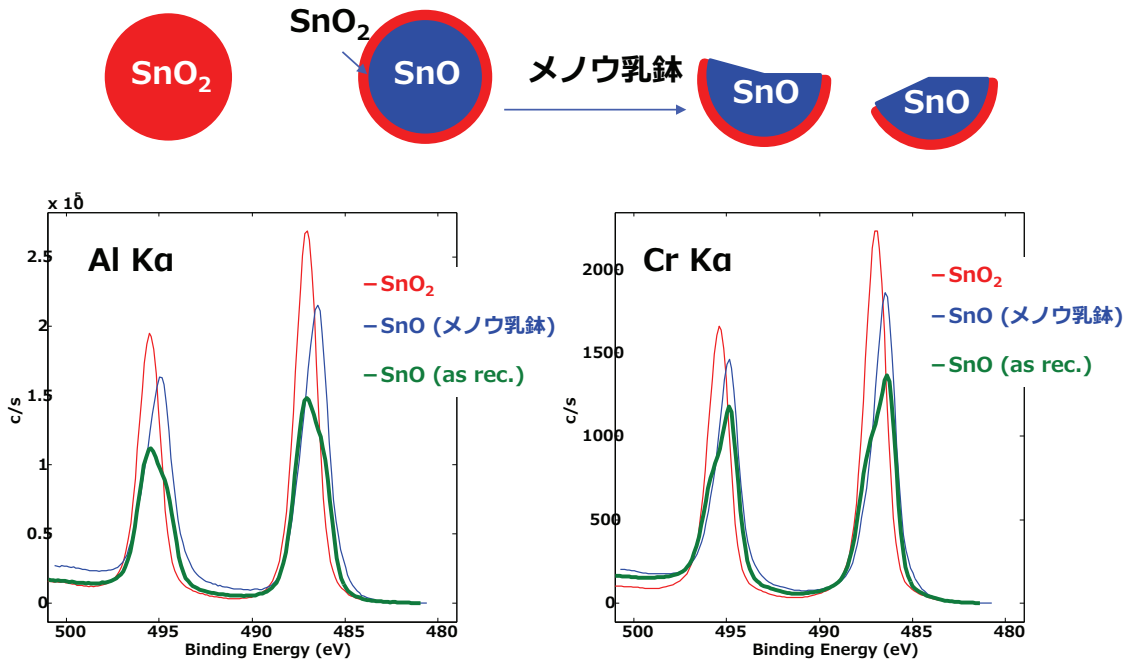


SnOの表面は酸化が進んでSnO<sub>2</sub>になっている？  
SnO本来のスペクトルを得るには？

# Cr Ka線の検出深さを利用した粉体の化学状態分析



## Sn 3d スペクトルの比較

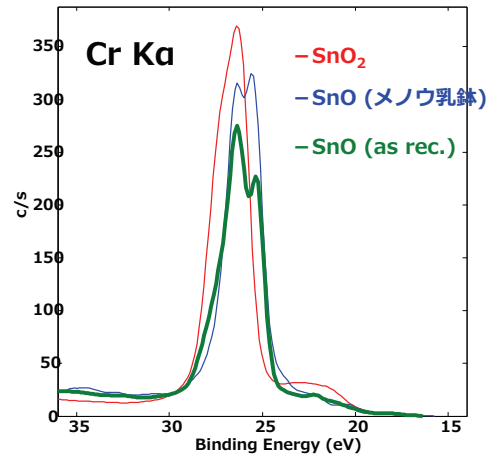
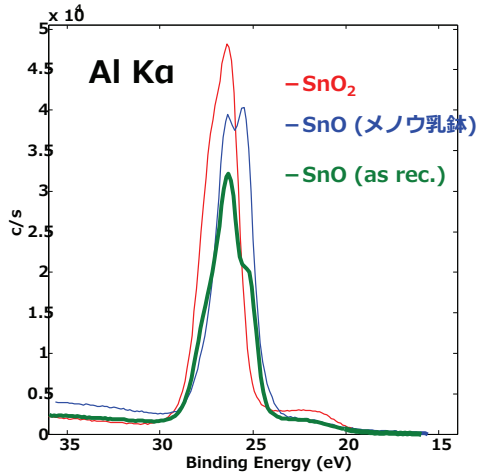


SnO(as rec.)におけるAlKa線とCrKa線の差異はコアシェル構造を裏づける結果

# Cr Ka線の検出深さを利用した粉体の化学状態分析

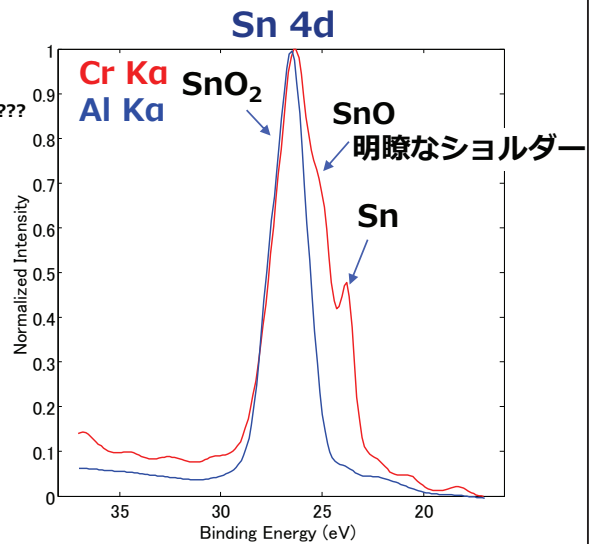
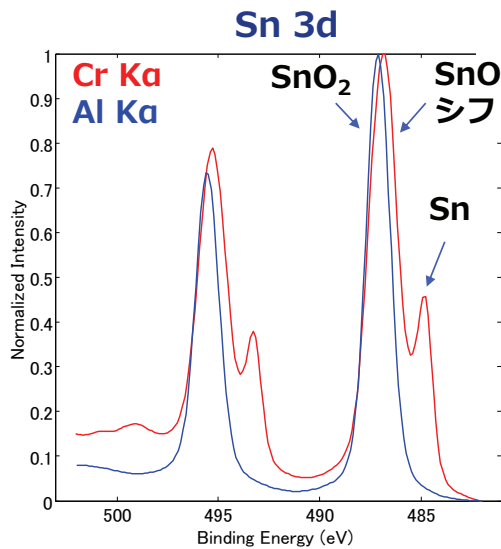
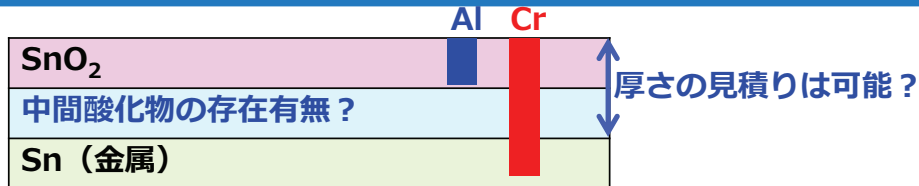


## Sn 4d スペクトルの比較



Sn4dは特徴的なスペクトル形状でSn3dより価数の違いを反映

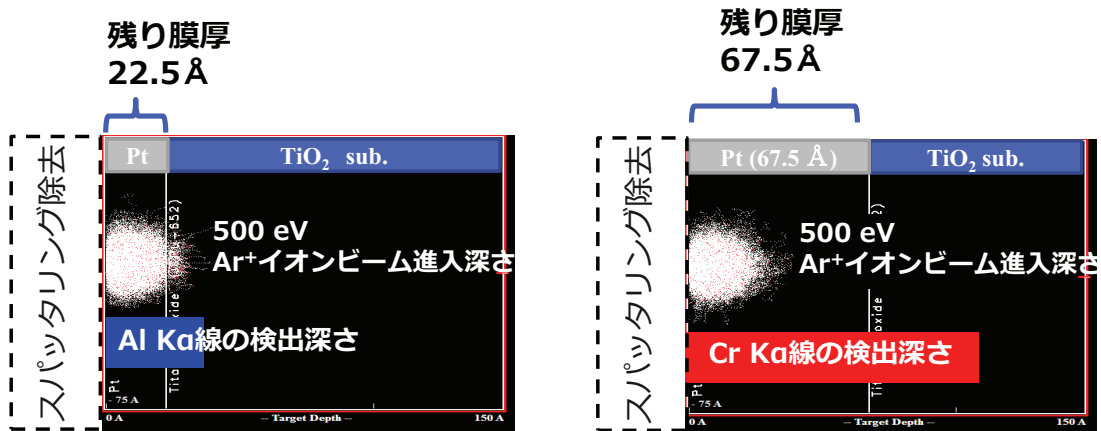
## 【実践】 2線源を使ったスズ板上の酸化膜評価



## 埋もれた界面の化学状態分析



表層が厚くなりCr Ka線でも届かない領域の分析にはイオンビームが必須  
各線源の検出深さとイオンビーム進入深さの関係を把握することが重要

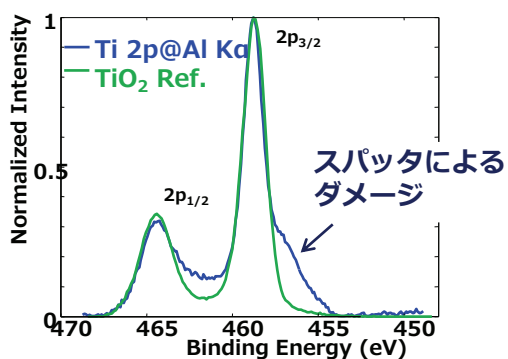


→Pt層の残り厚さは、それぞれ適切な信号強度が得られるようIMFPの1.5倍とした

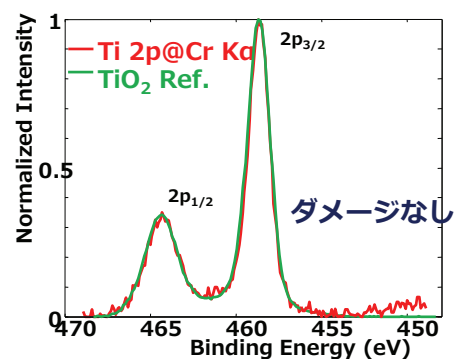
## 埋もれた界面の化学状態分析



スパッタ後のAl Ka線による  
Ti 2pスペクトル



スパッタ後のCr Ka線による  
Ti 2pスペクトル



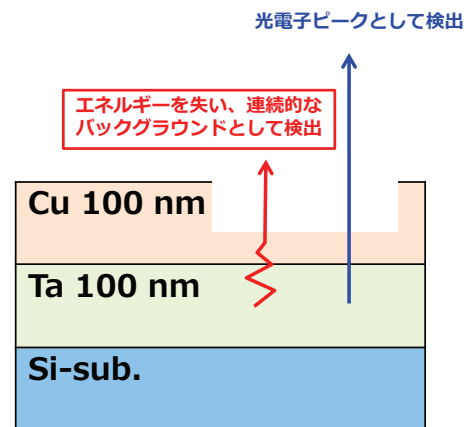
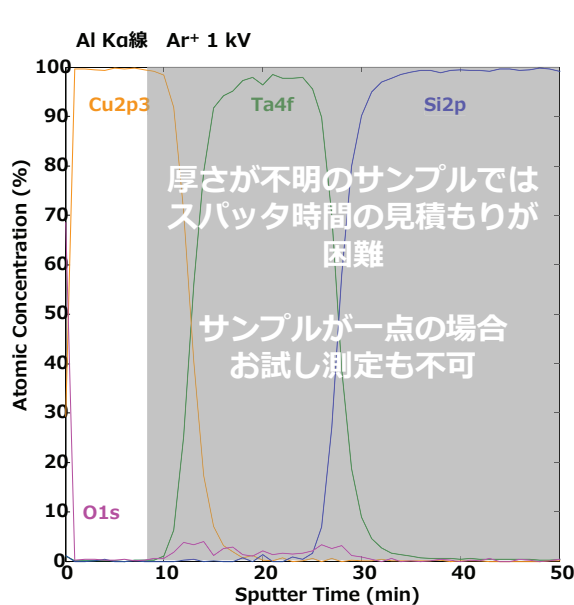
Cr Ka線で損傷のなく界面のTi2pスペクトルを取得

## Cr Ka線の検出深さとイオンビームを組み合わせることで 埋もれた界面の化学状態分析を実現

次に考えたい課題

どのように**界面を検出**するか？  
界面手前で**寸止め**するには？

## どのように界面検出をするか？ “寸止め”へのアプローチ



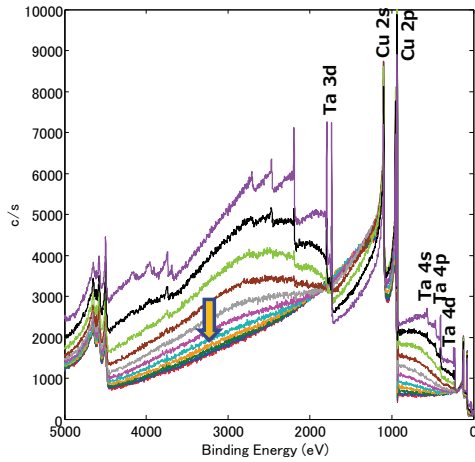
Cr Ka線を用いると深い領域  
で発生した光電子を捕らえる  
ことが可能であることから  
**バックグラウンド形状変化に  
着目**

# どのように界面検出をするか？ “寸止め”へのアプローチ

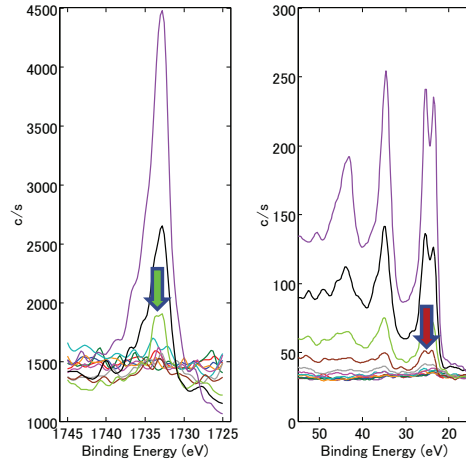


## Cr K $\alpha$ 線を用いたCu/Ta/Si積層構造の深さ方向分析

サーベイスペクトル

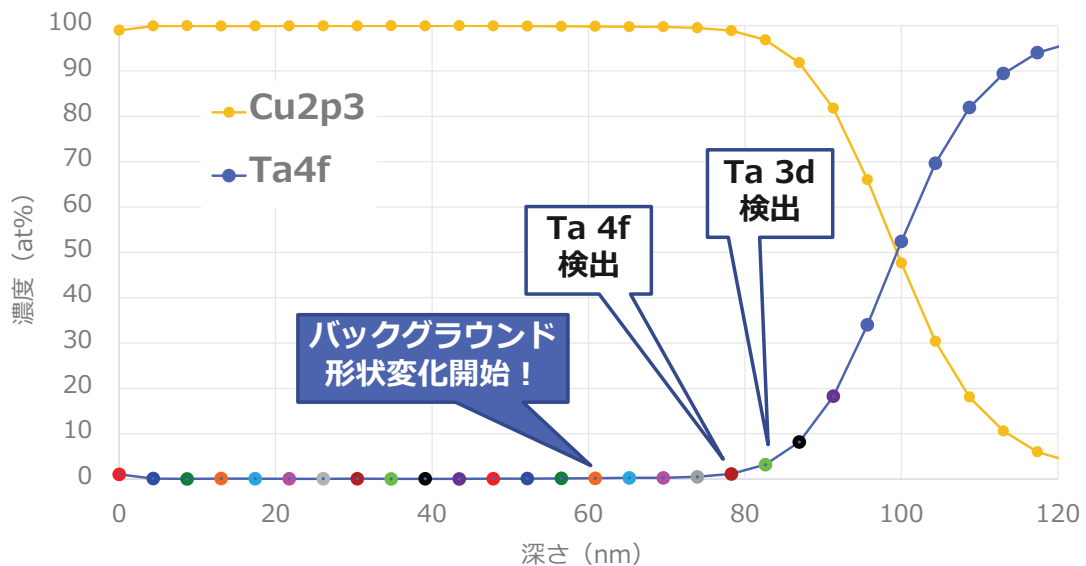


Ta 3dスペクトル Ta 4fスペクトル  
KE=3680 eV KE=5390 eV



光電子ピークよりも先にサーベイスペクトルのバックグラウンド形状変化が確認できる

# どのように界面検出をするか？ “寸止め”へのアプローチ



光電子ピークは界面より約20 nm手前から検出開始  
バックグラウンド形状は約40 nm手前から変化

### <PHI Quantesのご紹介>

- 走査型デュアルモノクロX線源（Al Ka線、Cr Ka線）
- ターンキー帯電中和機構
- イオン銃標準装備
- 装置の完全自動化

### <今後の展開>

- 高精度の定量を目指した実験的相対感度係数の蓄積
- 角度依存XPS解析のHAXPESへの拡張
- イオンビームを組み合わせてさらに実践的な材料への応用拡充

**放射光施設にはないラボ型ならではの独自装備を充実させ分析ニーズに応えます。**