

X線光電子分光装置 (AXIS-NOVA)

科学分析支援センター 徳永 誠

X線光電子分光(XPS)装置は、固体材料の表面に軟X線と呼ばれるエネルギーの弱いX線(主にアルミニウム(Al)やマグネシウム(Mg)の特性X線)を照射し、励起・放出される光電子のエネルギーを測定する装置である。放出される光電子は表面から数nm程度の深さに限定されるため、あらゆる固体材料の極表面の元素組成とその化学状態の分析が可能である。

科学分析支援センターには、既存の装置としてUlvac Phi製Model 558UP(昭和61年導入)が設置され、全学共同利用機器として長年使用されてきた。しかし、X線源や分光器の性能から来る分解能の低さや解析コンピュータの陳腐化のため、最先端の評価解析は望めない上に、著しい経年劣化により安定して利用に供することができないなど、早期の更新が切望されていた。

これらの要望に応える形で、平成23年度教育研究推進支援事業(学内プロジェクト予算、平成24年度執行)に採択され、平成24年度末に導入された装置が、今回紹介するKratos(島津製作所)製AXIS-NOVAである。

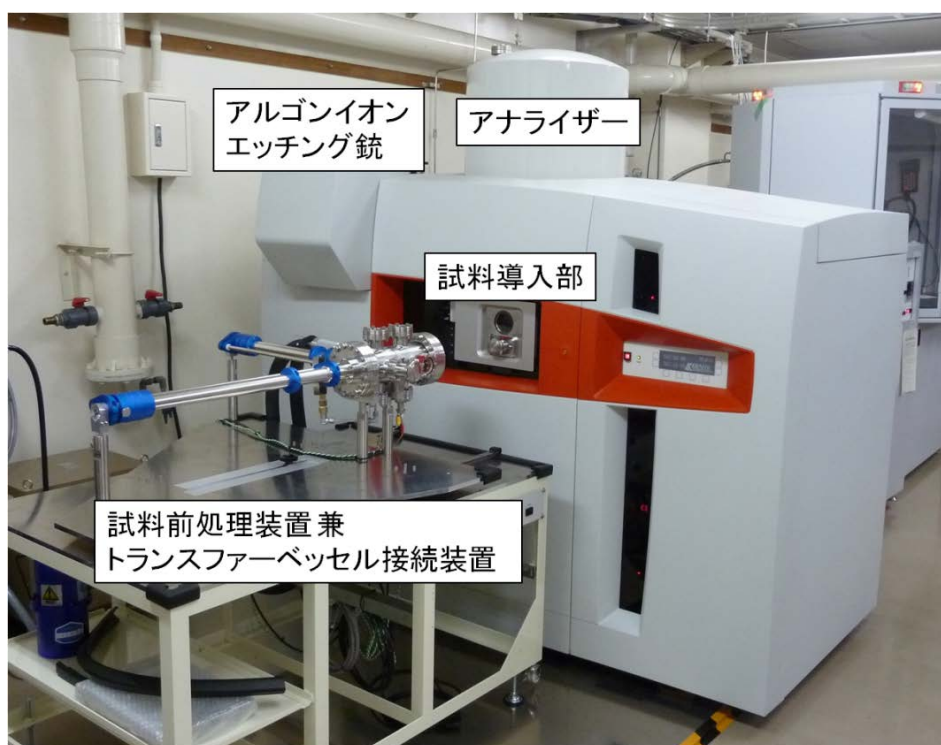


図1 X線光電子分光装置の概略

1. X線光電子分光装置本体

(1) 試料導入

試料はプラテンと呼ばれる試料ホルダ上に固定する。プラテンは約110mm角と大型であり、通常型、深型、試料傾斜対応型、面内回転対応型が用意されているため、測定目的に応じて使い分ける。試料導入部と分析部はゲートバルブで仕切られ、独立した排気系となっている。試料導入部にはプラテンが

同時に3枚まで装填できるため、測定中に試料交換や予備排気が可能である。装填されたプラチンは全自動試料搬送機構で導入され、分析位置はCCD画像や光電子画像上で正確に指定できる。

(2) 測定系

X線源には、Alの単色化X線(AIK α)を使用する。光電子の分光検出系には、球面鏡アナライザーを使用した高速パラレルイメージング方式と静電二重半球型アナライザーを使用した光電子スキャンニング方式を採用している。スペクトル測定時は、静電二重半球型アナライザーを使用してエネルギー分解能の良いスペクトルを高感度に測定し、パラレルイメージ測定時は球面鏡アナライザーを使用して3 μm 以下の高い空間分解能を持つ光電子イメージを、非常に短時間で得ることができる。また、絶

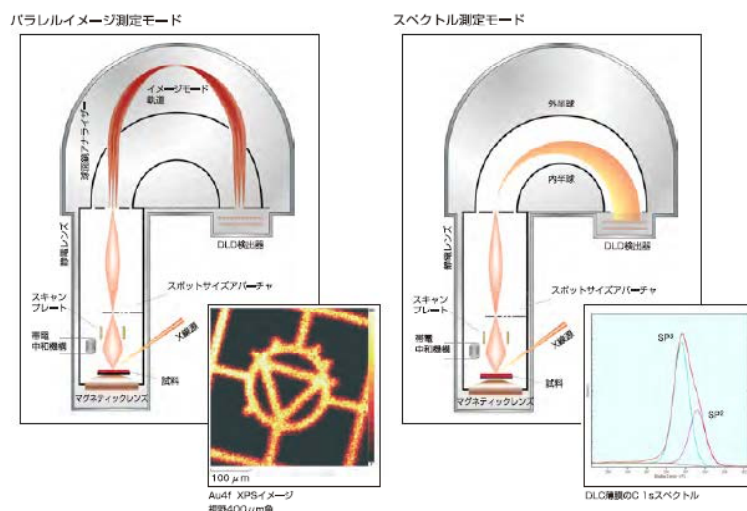


図2 測定モード

縁体のように光電子の放出により試料表面が正に帯電し易い試料に対応するために、帯電中和機構が搭載されている。本装置の帯電中和機構は、試料表面への電子供給量が自動的に補正されるように設計されており、これにより試料の性質を問わず、優れたエネルギー分解能での測定が可能となっている。

(3) アルゴン(Ar)イオンエッチング銃

Arイオンを照射して試料表面を削り取り(エッチング)、深さ方向分析を実施するために使用される。本装置には、Ar単原子イオン(モノマー)とAr多原子イオン(クラスター)を切り換えて使用できる、最新型のガスクラスターイオン銃が搭載されている。クラスターイオンを使用する事により、従来ではエッチングによりダメージを受けて状態が変化してしまい測定が困難であった、有機薄膜のようなソフトマテリアルにおいても、状態が変化することなく、深さ方向分析が可能となっている。

2. 付属装置

(1) 試料前処理装置

試料導入部に接続して使用する。試料加熱機構(最高加熱温度 500 $^{\circ}\text{C}$)を有しており、加熱しながら真空排気することにより、揮発性成分を効率よく除去できる。加熱処理後の試料は、大気に曝すことなくそのまま試料導入部に装填することが可能である。

(2) 大気遮断式試料可搬容器(トランスファーベッセル)

大気に暴露することなく試料を持ち運ぶために使用する。使用を希望する研究室に貸与し、各研究室のグローブボックス等で内部に試料を装填して、装置の所まで試料を運んでくる。装置への導入は、上述の試料前処理装置を介して行う。

3. 本装置の利用

本装置の導入により、既存の装置では困難であった、正確な分析位置の指定、高感度なスペクトル測定、非常に精度が高いイメージング測定ができるようになり、高空間分解能な極微小領域分析が可能となった。また、帯電中和機構やクラスターイオンによるエッチング機能により、絶縁材料や有機薄膜材料などのソフトマテリアルにおいても同様の分析が可能となった。このように測定対象となる試料や測定方法の選択肢が大幅に拡大したことから、より多くのユーザーに多方面で活用してもらえことを期待する。