

# 仕 様 書

X線光電子分光分析装置

令和2年11月

兵庫県立大学

## 1 仕様書の概要説明

### 1.1 調達の背景及び目的

近年ナノスケール関連技術の発展は著しく、基礎研究、応用研究の両面で大きく進展している。一方で、播磨キャンパスにおいては、近隣にある大型放射光施設などで行う特色のある実験を行うのに不可欠な、ナノサイエンスの試料調整等に必須の情報を与える実験装置が大いに望まれている。X線光電子分光測定装置は、 $\mu\text{m}$ スケールでの空間分解測定を行うことで、ナノ構造においてその電子状態の直接観測を可能にする。特に、内殻スペクトルから、試料調整等に必須の情報である含まれる元素の価数がわかる。また、価電子スペクトルから電気伝導性を得ることができ、大型放射光施設でのX線測定と合わせてナノサイエンス研究を強力に牽引する。

### 1.2 調達物品名及び構成内訳

#### X線光電子分光分析装置 (XPS) 一式

本測定装置は固体試料表面に単色化した軟X線を照射し、光電効果で励起される光電子の運動エネルギーを分光することで、試料表面の元素組成並びに化学結合状態を定性・定量分析する装置である。特に本装置は、 $10\mu\text{m}$ 程度のX線ビームを走査することで、2次元方向での元素組成及びその化学結合状態の情報を得ることが可能となり、X線励起による電子像、または同等の機能による電子像を得ることができる。さらに同一元素についても化学結合状態の違いによる元素マッピングも得ることが可能である。これらの機能を用い、 $30\mu\text{m}$ 以下の微小な測定対象物も、正確に位置指定、多点分析が可能である。

本装置にはアルゴンイオン銃を付属し、試料に対しイオンエッチングとXPS分析を相互に繰り返すことで表面よりバルク領域への深さ方向分析を行うことが可能である。研究には試料の深さ方向評価が必要なものもあり、イオンエッチング時に試料回転を行うことで深さ方向分解能を上げる機構が必要となる。

更に、試料の表面領域での深さ方向評価も必要 (XPS角度分解分析) であり、試料とアナライザー方向の角度を変えながら測定を行える機構も必要である。

且つ、これら二つの深さ方向評価では、数百 $\mu\text{m}$ 以下程度の2次元領域での精度の高い分析の必要性があることから、試料ホルダーの中心以外の測定点でも、その測定点を中心にコンピュータ制御によるユーセントリックな回転・傾斜機構を兼ね備えた試料ステージ系を有せねばならない。

本装置は多数の研究者が使う共同利用機器でもある。ゆえに、モノクロメータX線の調整、帯電補正が自動で行われる (操作性の良い) 装置でなくてはならない。また自動順次分析機能は必須である。

#### 【構成内訳】 数量

- 1) エネルギー分析器系 1式

- |     |                       |    |
|-----|-----------------------|----|
| 2)  | 走査型X線発生器系             | 1式 |
| 3)  | ニュートラライザー系            | 1式 |
| 4)  | Arイオンエッチング系           | 1式 |
| 5)  | データ処理系                | 1式 |
| 6)  | 試料ステージ系               | 1式 |
| 7)  | 試料導入系                 | 1式 |
| 8)  | 試料観察系                 | 1式 |
| 9)  | 超高真空排気系               | 1式 |
| 10) | その他（スペアパーツ、取り扱い説明書 等） | 1式 |

以上、搬入、据付、配線、配管、調整、トレーニングを含む。

## 2 納期及び設置場所

納 期：令和3年3月31日

設置場所：研究棟1階138室

## 3 性能・機能に関する要件

### 3.1 XPS 基本性能

#### 3.1.1 エネルギー分析器系

・最高エネルギー分解能は0.50 eV（試料:Ag3d 5/2 のピーク強度・半値幅（FWHM）で規定）以下であること。

・細く絞ったX線を試料上に走査しながら、試料表面から放出される光電子をエネルギー分析器により検出する像、走査X線イメージ像を得ることが可能であること。

・分析径20 $\mu$ m（分解能0.6eV）の測定時に50,000cps以上で測定可能なこと。

（条件:Ag3d5/2のピーク強度・半値幅（FWHM）で規定X線・モノクロメータ（Alアノード））

・X線励起の2次電子像上で、XPS分析の位置決めを正確、迅速に行うことが可能なこと。

・2次電子像は、けがきマーキングなどの試料凹凸（トポグラフィック）を反映した像であること。

・アナライザーの分析管型式は静電半球型エネルギーアナライザーであること。

・検出器はマルチチャンネルディテクタ（チャンネル数：32ch以上）を採用していること。

・試料表面の元素や化学状態のイメージングやマッピングが可能であること。

・ステージ移動を伴うcmオーダーのマップ測定ができること。

#### 3.1.2 X線発生器系

・XPSの微小領域を分析するためスポットサイズを10 $\mu$ m以下まで可変できること。

・マッピングの最大イメージサイズは1.0mm×1.0mm以上が可能なこと。

- ・アノード材質はAlであること。
- ・モノクロメータにより単色化したX線を使用すること。
- ・モノクロメータのローランド径は、200mm以上であること。
- ・冷却には専用循環式冷却装置を使用すること。
- ・過電流、冷却水循環、真空度によってインターロックが働くこと。

### 3.1.3 ニュートライザー系

- ・低エネルギー電子フラッド型で電子電圧 1eV で 1 $\mu$ A 以上の大電流が照射可能であること。
- ・低エネルギーの電子と Ar イオンビームを同時照射することにより、絶縁物試料の表面電位を均一にする帯電中和することが可能であること。
- ・上記の機構を有しない場合は、導体・絶縁物を問わず、自動で帯電中和が可能な機構を有すること。

### 3.1.4 Ar イオンエッチング系

- ・ビーム電圧は、スパッタモード時 1~5kV (可変)、中和モード時 1~10eV の加速電圧を得られること。
- ・最大ビーム電流は、スパッタモード時 5 $\mu$ A (@5kV) 以上、中和モード時 10nA (@10eV) 以上であること。
- ・最大ビーム電流密度は 0.5mA/cm<sup>2</sup> 以上 (@5kV) であること。
- ・最小ビーム径は 300 $\mu$ m 以下 (@5kV) であること。
- ・ラスタ範囲は最大 7mm $\times$ 7mm 以上であること。
- ・ソースタイプは電子衝撃式であること。
- ・動作圧力は 6.7 $\times$ 10<sup>-6</sup>Pa 以下であること。
- ・中性粒子除去のため、ベント機構を有していること。

### 3.1.5 データ処理系

- ・分析用コンピュータは Windows10 (日本語対応) のコンピュータであること。
- ・メモリは 8GB 以上であること。
- ・物理容量 500GB 以上のハードディスクを有していること。
- ・モニターはカラー液晶 24 インチ以上であること。
- ・試料測定面を測定に適した高さに自動に調整する機能を有すること。
- ・サーベイスpekトル、ナローpekトル、線分析、面分析、深さ方向分析、角度分解分析が可能であること。
- ・データの平滑化、カーブフィッティング、波形分離等のデータ処理が可能であること。
- ・ピークの自動設定機能を有すること。

- ・試料ホルダー上に複数の分析位置設定ができ、かつ分析位置ごとに測定条件を変えることができる自動多点分析機能を有すること。
- ・線分析は 20 ライン以上設定可能であること。また、縦、横、自由方向 設定可能であること。また、元素名の入力により 30 エネルギー領域以上まで自動設定可能であること。
- ・面分析は画面上のサーベイ、マルチプレックス、プロファイルが可能であること。また、元素名の入力により 30 エネルギー領域まで自動設定可能であること。また、データ取得後、異なるデータチャンネルをピークとして選択することで元素マッピングイメージ像を得られること。
- ・測定用ソフトと解析用ソフトは別々であること。

### 3.1.6 試料ステージ系

- ・試料ステージの可動範囲は、X、Y 軸±25mm 以上、Z 軸+20mm 以上、傾斜 0～90° (分光器軸方向より、水平 45°)、面内回転が可能であること。
- ・コンピュータから制御可能であること。
- ・5 軸駆動制御ステージを有し、試料中心より 8mm 以上の範囲で任意の点を中心として傾斜と回転が可能であること。
- ・5 軸駆動制御ステージを有し深さ方向測定時に試料回転できること。
- ・5 軸駆動制御ステージを同時に駆動できること。
- ・試料ホルダー寸法は φ60mm 以上を用意すること。
- ・分析位置・順序を PC 側にて設定し、自動順次測定が可能であること。
- ・稼動範囲のインターロック機構を有すること。

### 3.1.7 試料導入系

- ・マグネットカップリング方式の手動式であること。
- ・試料導入時間は 5 分以内であること。(但し、放出ガスの少ない試料)
- ・バルブコントロールはコンピュータ制御であること。
- ・予備排気ポンプはターボ分子ポンプであること。
- ・高真空でのインターロック機構を有すること。

### 3.1.8 試料観察系

- ・光学像観察のため、100 万画素以上の性能を有する光学顕微鏡/カメラにて分析室内の観察が可能なこと。

### 3.1.9 超高真空排気系

- ・分析室到達圧力は  $6.7 \times 10^{-8}$  Pa 以下であること。
- ・主ポンプはイオンポンプとし、補助ポンプとして Ti サブリメーションポンプを有すること。

と。

- ・荒引きポンプはターボ分子ポンプ（試料導入系と併用）、ロータリーポンプ（試料導入系と併用）であること。

### 3.1.10 その他

- ・当該装置は未使用品（新品）を納入すること。
- ・制御系 PC を準備すること。
- ・XPS ハンドブックを有していること。

## 3.2 性能・機能以外に関する要件

### 3.2.1 検収・保証

- ・弊所における試運転において、供給メーカー作成の検査手順書に基づく性能確認をもって検収とすること。
- ・検収後 1 年間については供給メーカーの責任に帰する故障に関して無償で保証とすること。

### 3.2.2 教育

- ・取り扱い説明に関する教育訓練は、担当者の指定する日時、場所で行うこと。

### 3.2.3 バックアップ体制

- ・装置を一般ユーザー向けに開放することを踏まえ、修理、メンテナンス、アップグレードなどのバックアップ体制が十分でなければならない。
- ・国内にサービス拠点をもち、迅速な対応ができるよう多くの技術員を有すること。

### 3.2.4 協議

- ・本仕様書に記載されている事項及び本仕様書に記載のない事項について疑義が生じた場合は、担当者と協議のうえ、その決定に従うものとする。