

第2回表面科学基礎講座

表面分析法 (II)

岡田 正和
(基礎講座実行委員長)

広島大学生物生産学部
〒720 福山市緑町2-17

(1983年8月8日 受理)

The 2nd Surface Science Lecture Course

Masakazu OKADA

Faculty of applied biological Science,
Hiroshima University

(Received August 8, 1983)

1983年6月2日(木)より4日(土)まで、総評会館(東京・お茶の水)で、44名の参加者のもとに第2回表面科学基礎講座「表面分析法」(II)―表面分析のノウハウ―が開催された。

第2回目の基礎講座は昨年第1回基礎講座でとりあげなかった表面分析法の課題と、表面分析の現場で具体的に実験したデータ解析を主題にしたのが特徴である。

6月2日(木)は午前中が表面分析のための試料調製法について成沢 忠(光共研)が半導体金属、セラミックスを対象とし、黒崎和夫(富士フィルム足柄研)がポリマー、有機物を対象とした講義を行った。講義終了後受講者から多くの質問があり、関心の深さがうかがわれた。午後は、SIMS(二次イオン質量分析法)の使い方について、Dynamic SIMSを田村一二三(日立中研)が、Static SIMSを黒崎和夫(富士フィルム足柄研)がそれぞれ分担して講義を行った。

SIMSの使い方のなかで、従来一般的に行われてきたのは、一次イオンビームを細くしぼり、高エネルギーに加速して試料に照射して測定する方法であり、これをDynamic SIMSというが、これに対して一次イオンの電流値を低くし、ビーム径を拡げると、一次イオンの電流密度を低くすることができる。このようにすると、試料表面は一次イオン衝撃による打込み、ミキシング、破壊などを軽減することができ、表面はマイルドにスパッ

タされる。このようにして測定されるSIMSのことをStatic SIMS(静的2次イオン質量分析)といている。このように、Dynamic, StaticはSIMSの機能面から定義されている。

6月3日(金)は午前中、AES(オーージェ電子分光法)の使い方についての概論を林義孝(日電アネルバ)、塩川善郎(同)が分析のノウハウを具体例を用いて解説した。AESのデータをどのように解析するかという点では受講者にとって、わかりやすく聞くことができたのではないだろうか。

午後は光学顕微鏡による固体表面の各種検鏡法について松原正樹(オリンパス光学)が光学顕微鏡を取扱うときにベースとなる基本的な光学系の原理、構成、機能などの観点から述べた。

なかでも最も関心をおぼえたのは、顕微鏡は物を拡大する他に、偏光した光で見ると普通では見えなかったものが見え、また紫外線を当てると蛍光を発生するために、その物質の存在を知ることまでできるということである。

6月4日(土)は基礎的内容の講義よりもむしろ先端分析技術を主体とした内容のものとなっている。午前ではISS(イオン散乱分光法)について壘島 勇(北大触媒研)が、イオン散乱分光は、表面と表面近傍の分析に有効であり、特に高エネルギーイオン散乱分光は表面からバルクにわたっての分析が可能で定量性も高いこと、さらに、低エネルギー散乱分光では表面第一層の分析に有効で、同位体分析が可能であることなどについて解説した。

ISSにひきつづき、午前中は、Laser Raman Microprobeについて石谷 炯、石田 英之(東レ・リサーチ)が最近のデータを示しながら、特徴として、分子構造の情報得られること、真空を必要とせず常圧で測定可能であること、また将来マイクロプローブ技術の重要な一角を占めるものであることなどの話をした。

午後はEELS(低速電子エネルギー損失分光法)を小間 篤(筑波大学物質工学系)が原理、測定装置、応用例、高感度化の方法などについて述べ、特に分子線エピタキシー装置などにEELSをくみ込み試料作製と同時に同一のチャンバー内でin situ評価をするための手段としてきわめて有効であることを述べた。

もう一つの午後の講義はSERS(Surface Enhanced Raman Scattering)について末高 洽(東北大・工)が行った。SERSは主に金属表面で強くあらわれる現象であるが、基本的問題である散乱強度増加の機構については、議論を行っているのが現状で、ノウハウを解説できるような段階からはまだ程遠いところにあるから、今回

は SERSE をその関連現象の中で、ノウハウ的取扱いのできる問題を含め概観についての解説があった。

以上が今回の講義の内容であるが、講義に関する内容について受講者から質問用紙が提出されているので、質問事項を披露しておきたい。

成沢 忠 (光共研) —表面分析のための調製法—

・イオンスパッタによる各種物質のスパッタリング条件とそのスパック率 (特にスパッタの深さと時間の関係) について文献を教えてほしい。

・シリコンウエハーなどの精密洗浄に超音波洗浄が使用されているとのことだが溶媒はトリクレンが一般的か。

・粉体試料を測定する際、粉体がそのままだと、真空を悪くする恐れがあるので、適切な粉体試料の調整法にはどのような方法があるか。

田村一二三 (日立中研) —SIMS の使い方, Dynamic SIMS—

・Dynamic SIMS において正確かつ精密な情報を得るためには、どの程度の工夫をすればよいか、また Soft 補正などについてメーカーにどの程度まかせればよいか。

黒崎和夫 (富士フィルム足柄研) —SIMS の使い方, Static SIMS—

・ポリマーなど絶縁物試料の SIMS 測定において charging up electron flood はどうやって解決するか。

・XPS ラベル法について各官能基に対して用いる試薬、および反応を行なう場合の注意点、反応後の処理法などについてどのようにするのか、具体的な例、文献なども。

・Static SIMS をもっている大学または試験研究機関、および外部からの依頼分析をうける機関はどこか。

・粒径数 μm から $0.3 \mu\text{m}$ の泥粒子表面を SIMS で分析可能か。

林 義孝, 塩川善郎 (ANELVA) —AES の使い方—

・XPS 分析における結合エネルギー値 (BE) の更正方法はどのようにするのか。

・X線オージェ分析法と電子線オージェ分析法の相異点

・イオンボンバードにより、試料をチェックする際にスパッタリング率の違いによる選択エッチングが問題と

なるが、データの処理などでこの問題を減らすことはできないだろうか。何かノウハウがあるか。

・絶縁体のオージェ分析のチャージアップに対する具体的な対策はどうするのか。

松原正樹 (オリンパス光学) —光学顕微鏡による固体表面の各種検査法—

・ポリエチレンテレフタレートのような透明フィルム表面の凹凸を観察する方法。

・反射型顕微鏡で焦点深点の大きい微分干渉、位相差顕微鏡によって得られる像の立体性は試料面の実体をどの程度あらわすのか。

豊島 勇 (北大触媒研) —イオン散乱分光, ISS—

・関西、関東地域で ISS を装備している国公立・民間試験研究機関などを紹介してほしい。また、依頼分析をひき受ける機関を知りたい。

小間 篤 (筑波大工学系) —低速電子エネルギー損失分光法, LEELS 又は EELS—

・LEELS の測定装置は、本質的にはオージェ電子分光装置と同じなので、同一の装置でオージェ電子分光により表面組成を調べ、同時に LEELS によって同一試料の同一表面について電子構造に関する知見を得ることが可能である」とあるが、一般に市販されているオージェ装置で低速電子を使用することにより、電子構造に関する情報が得られるか。また、表面の微少な凹凸の影嚮はないか。LEELS で構造解析をするノウハウも知りたいが、文献を教えてほしい。

このような受講者の多面的な質問の内容から考えて、本講座でとりあげた主題が、表面分析の実験を行っている研究者・技術者にとって、十分期待にそえたものであったということがいえよう。ただ、各講師の専門分野が、各講義題目にふさわしかったかといえば、かならずしもそうではなかったのではないかという反省がある。それは、講師を依頼する実行委員が、講義題目の目的と内容を十分説明しないで講師を依頼したためであろうと思われる。今後はこれらの欠陥を是正し本講座を発展させていかねばならないと考える。

最後に、表面科学基礎講座実行委員の全委員が2年間にわたりとりくみに努力されたことに対し深く感謝の意を表するとともに、今後、各委員の研究課題が大きく展開されることを期待する。