

動的 Shirley 法を活用した XPS 定量分析の安定性向上

Stabilization of Quantitative Analysis for XPS by using Dynamic Shirley Method

○松本 凌¹, 田中 博美¹, 吉川 英樹², 田沼 繁夫², 吉原 一紘³

(1. 米子高専, 2. 物材機構, 3. オミクロンナノテクノロジージャパン)

°Ryo Matsumoto¹, Hiromi Tanaka¹, Hideki Yoshikawa², Shigeo Tanuma², Kazuhiro Yoshihara³

(1. Yonago National College of Tech., 2. NIMS, 3. Omicron NanoTechnology Japan)

s13714@student.yonago-k.ac.jp

1. 緒言

X 線光電子分光法 (XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy) は元素の化学結合状態を同定可能なため, 産業界では品質管理などに利用されつつある。しかしながら, 本分析手法はスペクトルの定量分析の精度が解析者に依存するという問題を抱えている。その原因の一つにバックグラウンド形状が解析範囲等により容易に変わってしまうことが挙げられる。特に簡便で実用上最も良く利用されている Shirley-Sherwood (以降, Shirley) 法⁽¹⁾を用いたバックグラウンド計算では, バックグラウンドの始点と終点の強度 (I_S , I_E) が解析者毎に異なる。これによってバックグラウンド形状に任意性が生じ, 定量結果がバラついてしまう。

2. 実験方法

そこで本研究では動的 Shirley 法⁽²⁾に着目した。動的 Shirley 法はピークフィッティング処理においてバックグラウンド形状を動的に最適化する手法である。この動的計算では I_S と I_E が最適化され全自動でバックグラウンドを計算できるため定量分析の結果の安定化に繋がる。

3. 結果と検討

動的 Shirley 法の有効性を検証するため, SiO_2/Si 薄膜で測定した Si 2p スペクトルを用いてバックグラウンド計算および定量分析を行った。図 1 に各手法によるバックグラウンド計算の結果を示す。図 1 (a) から, Shirley 法で求めたバックグラウンドは始点・終点のデータ点を通過するように決められていることが分かる。一方, 動的 Shirley 法では始点・終点の強度 (I_S , I_E) が最適化されるため, データ点の平均を通るようなバックグラウンド形状が得られている。

図 1 (a) (b) それぞれに示したバックグラウンドを Si 2p スペクトルから差し引き, 得られた Si

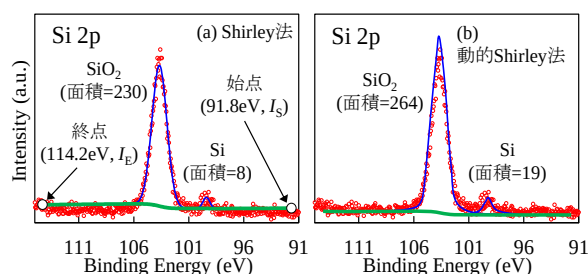


図 1 各手法によるバックグラウンド計算の結果
[(a) Shirley 法, (b) 動的 Shirley 法]

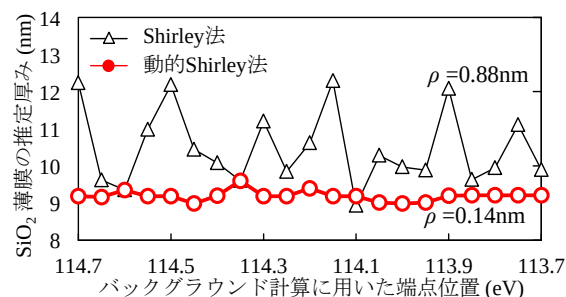


図 2 動的 Shirley 法を用いた定量分析の結果

と SiO_2 ピークの面積比を用いると定量計算が可能になる。この面積比を用いて, 上部層である SiO_2 薄膜の厚み推定を行った。この時, 端点位置の選択が定量結果に及ぼす影響を調べるため, 図 1 の終点を $\pm 0.5\text{eV}$ の範囲で変えて膜厚計算を行った。この結果を図 2 に示す。図 2 より, Shirley 法では端点の選択位置によって SiO_2 膜厚の推定値が大きく変動していることが分かる (標準偏差 $\rho = 0.88\text{nm}$)。それに対して動的 Shirley 法を用いた場合, $\rho = 0.14\text{nm}$ と劇的に変動が低減された。

以上の検討から, 動的 Shirley 法は解析者の判断に起因した定量分析結果のバラツキを抑制できることが明らかとなった。

文 献

- (1) A. Proctor and P. M. A. Sherwood, *Anal. Chem.*, **54** (1982) 13.
- (2) A. Herrera-Gomez, *J. Electron Spectrosc. Relat. Ph.*, **189** (2013) 76.