

— 表面分析実用化セミナー '13 —

日常的な分析業務における JIS並びにISO規格の利用

日時： 2013年9月6日（金）10:00—17:00
場所： 幕張メッセ 国際会議場1階 103会議室
（JASIS2013 コンファレンス）

【主催】 一般社団法人表面分析研究会

SASJ

— 表面分析実用化セミナー '13 —
日常的な分析業務における JIS 並びに ISO 規格の利用

2013年9月6日（金）（JASIS コンファレンス）

主催 一般社団法人 表面分析研究会

表面分析に関する国際規格は国際標準化機構（ISO）で議論され、国際的な合意のもと現在では 53 件の ISO 規格が成立し、これら ISO 規格のうち 21 件は日本の国家標準である日本工業規格（JIS）として翻訳されています。JIS 規格や ISO 規格で取り扱われている事項は、表面分析装置のメンテナンスや試料の取り扱い、各種材料の分析法、計測データの処理、測定結果の報告など多岐にわたっています。

ところで日常の分析業務においてこれらの規格はどの程度利用されているのでしょうか？装置のメンテナンス時に行われるもの、測定ソフトや解析ソフトに組み込まれているものも多く、ユーザーにとっては直接目に見えないところで利用されている規格も多数あります。また JIS や ISO 規格ではなく、各部署に伝わる技術やノウハウ、社内標準に従って業務が行われる場合も多く見られます。しかしながら、産業のグローバル化に伴って分析評価の重要性が世界的に再認識され、国際標準に従った分析評価（測定・解析・報告）が不可欠となっています。

そこで表面分析研究会（SASJ）では、JIS 及び ISO 規格に関する実用的なセミナーを継続的に開催しております（2010, 2011, 2012）。本年度も、分析の実務担当者の意見をもとに選定した、日常の分析業務において高い信頼性と再現性で高精度な分析を行うために不可欠である規格やユーザー自身が知っておくべき規格を中心に解説します。講師には、現在分析の実務に携わっておられる方を中心にお迎えし、実用的な「聞けば使えるセミナー」を目指します。

本セミナーでは、各規格を理解するために必要な基本事項の説明から実際の使い方まで実用的な観点から各規格に合わせた解説を行い、日頃の分析業務へ直接生かせるような講演を行います。ぜひ企業、研究所等の現場で実際に表面分析に携わっておられる多数の方々に参加していただき、日常業務に役立てていただきたく存じます。

問い合わせ先：

表面分析研究会セミナー担当 永富隆清（旭化成株式会社）

nagatomi.td@om.asahi-kasei.co.jp

◆プログラム

日時：9月6日（金）10:00—17:00

場所：幕張メッセ 国際会議場 1階 103 会議室

〒261-0023 千葉県美浜区中瀬 2-1

043-296-0001(代)

<http://www.m-messe.co.jp/>

1. 10:00—10:55 1-1~1-14

各手法共通—分析試料の前処理と取り付けに関するガイドライン（ISO 18116）

—正しい結果を得るための試料前処理と取り付け—

本規格では、表面分析を実際に行う者（分析実施者）に対して、AES, SIMS, XPS などの分析で要求される特別な試料の取扱条件、例えば、表面処理の方法や試料の装着法に関する指針が示されています。

セミナーでは、正しい結果を得るための試料前処理と取り付け方法について概説します。

各手法共通—分析前の試料の取り扱い（ISO 18117）

—正しい結果を得るための各種試料の扱い方—

本規格では、表面分析のサービスを受けるユーザー（依頼者）に対して、AES, SIMS, XPS などの分析で要求される試料の取り扱い、準備、保管と搬送についての指針が示されています。

セミナーでは、正しい結果を得るための各種試料の扱い方について概説します。

柳内 克昭（TDK(株) ヘッドビジネスグループ 技術支援グループ）

2. 10:55—11:50 2-1~2-20

SIMS—S-SIMS における相対強度軸目盛の繰り返し性と整合性（ISO 23830）

—正しい強度の計測—

Static-SIMS は材料の最表面に存在する化学種の同定や、ポリマーブレンドなどの混合物の定量的な評価に用いられます。本規格にはこれらの評価を行う際に重要となる繰り返し性や相対強度の整合性についての評価について述べられています。

セミナーではこの規格に従って繰り返し性の評価が行えることを目指します。

伊藤 博人（コニカミノルタ(株) 開発統括本部 第二技術開発センター 分析技術室）

（昼食：11:50—13:50 各自でお取りください）

3. 13:50—14:45 3-1~3-16

スパッタ深さ方向分析—スパッタ深さ測定法（TS K 0012, ISO/TR 15969）

—様々なスパッタ深さ測定法—

本技術報告書には、スパッタ深さ方向分布測定におけるスパッタ深さを測定するための指針が示されています。

セミナーでは、AES/XPS で現在最も一般的に用いられている SiO₂ 換算膜厚に重点をおきながら、各種測定方法を概説します。

スパッタ深さ方向分析—スパッタ速度の測定法：メッシュレプリカ法
（ISO/TR 22335）

—正しいスパッタ速度の測定—

本技術報告書には、AES/XPS によるスパッタ深さ方向分布測定においてスパッタ速度を決定する方法（メッシュレプリカ法）が示されています。

セミナーでは、この方法の手順や注意点について概説します。

佐藤 美知子（富士通クオリティ・ラボ(株) マテリアル事業部）

4. 14:45－15:40 4-1~4-21

AES—帯電制御と帯電補正に用いた手法の報告方法（ISO 29081）

—絶縁物の正しいAES分析—

本規格には、オージェ電子分光法（AES）により絶縁性試料を測定する際の効果的な帯電制御方法や、帯電補正に用いた手法の報告方法の指針が示されています。

セミナーでは、実用的な各種帯電制御方法に重点をおいて概説します。

荒木 祥和（(株)日産アーク マテリアル解析部）

5. 15:40－16:35 5-1~5-23

XPS—分析のガイドライン（ISO 10810）

—正しいXPS分析を効率よく行うために—

本規格には、効率的で有意義な分析結果を得るためのXPS操作方法が記されています。

セミナーでは、分析に取りかかる前に把握・考慮しておかなければならない事項や、実際に分析を行う際の手順・方法について概説します。この規格に沿って、効果的で正確な分析が行えるようになることを目指します。

藺林 豊（京都大学 大学院工学研究科 材料工学専攻 教育研究支援室）

6. 16:35－17:00

総合討論

各手法共通

分析試料の前処理と取り付けに関するガイドライン

(ISO 18116)

—正しい結果を得るための試料前処理と取り付け—

分析前の試料の取り扱い

(ISO 18117)

—正しい結果を得るための各種試料の扱い方—

TDK(株)

柳内 克昭

SASJ 2015/;/8

実用表面分析セミナー 15

- 日常的な分析業務におけるJIS並びにISO規格の利用 -

主催: 一般社団法人 表面分析研究会
TDK株式会社 ヘッドビジネスグループ
柳内 克昭

1. 各手法共通 - 分析試料の前処理と取り付けに関する
ガイドライン (ISO 18116)
- 正しい結果を得るための試料前処理と取り付け -
2. 各手法共通 - 分析前の試料の取り扱い
(ISO 18117)
- 正しい結果を得るための各種試料の扱い方 -

SASJ 実用表面分析セミナー '13

ISO 18116 試料の前処理と取り付け

本規格では、
表面分析を実際に行う者(分析実施者)
に対して、AES, SIMS, XPSなどの分析で要求される特別な試料の取扱条件、例えば、表面処理の方法や試料の装着法に関する指針が示されている。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

本規格では、
表面分析のサービスを受けるユーザー (依頼者)
に対してAES, SIMS, XPSなどの分析で要求される試料の取り扱い、準備、保管と搬送についての指針が示めされている。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

5. 概要

- 表面汚染を避ける。または、最小限度にとどめる。
- 元の(分析すべき)表面状態を保護しながら、試料準備と取り付けを行うことが、最終ゴール
- 素手で扱ってはいけない
- 指紋、ハンドクリームなどオイル類が真空に影響
- AESやSIMSでは電子線やイオンビームがダメージやチャージアップなどを引き起こす。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

6. 外観検査

- 光学顕微鏡で、まず、外観を確認
- 残留物、パーティクル、指紋、付着物、汚れ、異物などないかを確認(ラポノートなどに記録)
- 分析箇所をわかりやすくするためのマーカーなど次の測定に影響しないことを確かめる。
- 引っかけた時に発生したパーティクルやマジックインキの拡がりによる汚れ、チャンバーや試料ホルダーへの付着による二次汚染を確認する。
- イオンスパッタ、電子線照射、X線照射、真空排気による影響を可能な限り、確認する。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

7. 試料について考慮すべき事柄

7.1 試料の履歴 (手元に届くまでの経路)[ISO 18117 7.2]

- 健康と安全性
- 毒物、有害物には特に注意
- 明らかに汚れている時は、有機溶剤で洗浄(参照12.7)
もちろん、材料に影響のないものについて

7.2 求められる情報

7.3 他の分析手法で分析された試料 [ISO 18117 7.3]

- 例えば、SEM観察での導電性コーティング、表面汚染、変質など

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

8. 汚染の発生源

- 8.1 器具、手袋、取り付け治具、同種材料 [ISO 18117 8.3]
- 8.2 ガス雰囲気暴露での汚れ
- 8.3 真空装置内での汚れ
- 8.4 電子、イオン、X線暴露による汚れ
- 8.5 分析チャンバーの汚れ

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

9. 試料保管と搬送

サンプル表面に変化を起こさないこと

- 9.1 保管時間 [ISO 18117 9.1.1]
保管する間、表面汚染に注意。
- 9.2 保管容器 [ISO 18117 9.1.2.1, 9.1.2.2]
微粒子や液体、ガス、表面拡散で汚染を転写しないよう注意
一時的な保管には、グローブボックス、真空チャンバー、デシケータがよい。
潤滑材、機械油フリーの真空デシケータがよりよい。
複数の試料を一緒に保管することによるクロスコンタミに注意
- 9.3 温度と湿度 [ISO 18117 9.1.3]
温度上昇が有害な結果をもたらす。低温では結露が起こる。
- 9.4 試料搬送

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

10. 試料の取り付け方法

10.1 概要

装置のジオメトリーを考慮してパネやマスク、固定ねじが邪魔にならないように注意

10.2 粉体と微粒子

箔に埋め込む、錠剤成形

10.3 ワイヤ、ファイバー、フィラメント

10.4 台座への取り付け

10.5 分析中の熱ダメージの低減

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

11. 帯電を低減するための方法

11.1 一般的な考え方

11.2 導電マスク、グリッド、ラッピング、コーティング

11.3 フラッドガン

11.4 電子線とイオンビーム

11.4.1 一次ビームの入射角度 (AES)

11.4.2 一次ビームのエネルギー (AES、SIMS)

11.4.3 一次ビームの電流密度 (AES、SIMS)

11.4.4 電子線とイオンビームの併用 (AES)

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

- 12. 試料前処理技術
 - 12.1 概要
 - 12.2 機械的な方法
 - 12.3 除去のための薄膜化
 - 12.4 基板の除去
 - 12.5 断面化技術
 - 12.5.1 概要
 - 12.5.2 断面作製法
 - 12.5.3 傾斜研磨
 - 12.5.4 ボール研磨

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

- 12. 試料前処理技術
 - 12.5 断面化技術
 - 12.5.5 放射状断面
 - 12.5.6 機械研磨
 - 12.5.7 化学研磨、電解研磨
 - 12.5.8 クレーターエッジ法
 - 12.5.9 FIB断面
 - 12.6 上層の成長
 - 12.7 溶剤
 - 12.8 ケミカルエッチング

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

12. 試料前処理技術

12.9 イオンスパッタリング

- 12.9.1 概要
- 12.9.2 層の入れ替わり
- 12.9.3 選択スパッタリング
- 12.9.4 化学状態変化
- 12.9.5 水素によるスパッタリング
- 12.9.6 表面、界面の形状変化
- 12.9.7 スパッタリングと加熱
- 12.9.8 スパッタリングによる拡散

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

12. 試料前処理技術

- 12.10 プラズマエッチング
- 12.11 加熱
- 12.12 紫外線照射

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

- 13. 破断、へき開、引っかけ
- 13.1 破断
 - 13.1.1 概要
 - 13.1.2 試料の準備
- 13.2 へき開
- 13.3 引っかけ

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18116 試料の前処理と取り付け**

- 14. 特殊な取扱方法
- 14.1 ガスの放出しやすい試料の予備排気
- 14.2 粘性の液体
- 14.3 溶質の残渣

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

本規格では、
表面分析のサービスを受けるユーザー(依頼者)
に対してAES, SIMS, XPSなどの分析で要求される試料の取り扱い、準備、保管と搬送についての指針が示めされている。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

本規格では、
表面分析のサービスを受けるユーザー(依頼者)
に対してAES, SIMS, XPSなどの分析で要求される試料の取り扱い、準備、保管と搬送についての指針が示めされている。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

6. 一般要求と試料のクラス分け

- 6.1 表面分析では清浄度が高い必要がある
- 6.2 試料は素手で触るべきではない
- 6.3 分析面に触れないように容器に入れて届ける
- 6.4 多くの場合、as receivedで表面汚染や吸着物を測定
様々な材料と分析表面との接触を避ける
- 6.5 不均一なサンプルから一部抜き取る際には、分析経験者に相談する。切り出す時の汚染に注意
- 6.6 試料のクラス分け
- 6.7 求められる情報

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

6.6 試料のクラス分け

- a) 活性な表面を分析対象とする試料
- b) 表面の炭化水素、分子膜、バイオマテリアルなどを分析対象とする試料
- c) 表面汚染物質を分析対象とする試料
- d) 大気にさらされた表面をそのまま(as received)分析する試料
- e) 大気中吸着物を伴う試料
- f) 分析対象ではない汚染層を伴う試料(チャンバーに入れる前に溶剤洗浄や研磨やプラズマで汚染除去処理したもの)
- g) 分析対象ではない汚染層を伴う試料(チャンバー内で汚染除去処理したもの)
- h) 薄膜試料
- i) チャンバーの外で破断、新鮮な面を出した試料(制御された雰囲気中で準備された材料を含む)
- j) 均一な薄膜 (イオンエッチングやチャンバー内での引っかき法で除去)
- k) in situで破断された試料
- l) バルク材

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

6.7 求められる情報

Type A 最表面で必要としている情報
表面汚染、有機物コーティング、バイオマテリアル(細胞やバクテリアなど生体試料を除く)、表面染み、半導体、接着不良などを調べる。
このカテゴリーは、最も注意が必要。表面に触れることは許されない、分析で同定された元素がハンドリングツール、手袋、容器の材料に含まれないこと。

Type B 深さ分析または埋め込まれた界面に関する情報
厚膜、薄膜、単層膜、多層膜、半導体の金属接合膜、コーティング膜、ドーパント分布、界面の化学的、物理的特性などの調査
このカテゴリーは、保管に関しては厳格ではない。このクラスで求められる情報は最表面の下の層であり、表面汚染分析が目的ではない。しかし、表面拡散は関連する。

Type C 分析者によるその後の試料準備が必要となる情報
In situ 破断、研磨、大きい部品からの取り出し
形状変化、化学的、機械的に変化、分解などに特別な予防が必要

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

7. 試料の影響

- 7.1 分析者によって必要とされる試料情報
- 7.2 履歴 [ISO 18116 7.1]
- 7.3 他の分析手法で前に測定された試料 [ISO 18116 7.3]
- 7.4 試料の識別
- 7.5 予防措置

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

8. 試料を取扱う際の試料汚染源

8.1 素手で扱わないこと
指紋やハンドクリームがマイグレーションや汚染の原因となる

8.2 清浄な器具で操作すべき
試料に転写しない材料でできた器具。サンプルの端をつかむ。すべての器具は高純度の溶剤で洗浄し、使用前に乾燥する。

8.3 手袋、ワイプで試料の端をつかむ
パウダーフリーの手袋がよい。不必要なコンタクトは避けるべき。

8.4 口で吹き飛ばすのはお勧めできない
圧空などでブローする。供給ラインからの微粒子やオイルに注意。清浄なステンレス配管でドライ窒素や不活性ガスを使うのが好ましい。供給ガスの清浄度は、酸化シリコンや石英などのような清浄な試料に吹きかけて、表面を分析して確認する。

8.5 取扱う際に汚染を最小限に抑える

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

8.5 取扱う際に汚染を最小限に抑える

- a) 清浄な特殊器具を使う。(ウェハ用ピンセット、非磁性グリッパー) 高純度IPAで洗浄、乾燥。ポリスチレンの手袋使用
- b) 清浄で乾燥したピンセットやグリッパーを使う。高純度IPAで洗浄、乾燥。ポリスチレンの手袋使用
- c) 使っている間の器具は高純度IPAで洗浄。器具を素手で扱った場合は、触ったところが試料表面に触れないようにする。
- d) 定期的に器具は高純度IPAで洗浄。器具を素手で扱った場合は、触ったところが試料表面に触れないようにする。
- e) ポリスチレン手袋をはめて、清浄な特殊器具やピンセット、グリッパーなどを使う。
- f) 酸や糸くずのない紙で試料の端をつかむ。分析表面に紙が触れないようにする。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

9. 試料の保管と搬送

9.1 保管

9.1.1 時間 [ISO 18116 9.1]

長く保管するほど、より汚染に注意しなければならない。

9.1.2 容器 [ISO 18116 9.2]

微粒子や液体、ガス、表面拡散で汚染を転写しないよう注意
可塑剤など揮発性の物質が試料表面を汚すことがある。
一時的な保管には、グローブボックス、真空チャンバー、デシケータ
がよい。潤滑材、機械油フリーの真空デシケータがよりよい。
複数の試料を一緒に保管することによるクロスコンタミに注意

9.1.3 温度と湿度 [ISO 18116 9.3]

温度上昇が有害な結果をもたらす。低温では結露が起こる。

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

9.2 運搬容器のリスト

- a) 真空中や清浄な環境にある試料に対して、トランファーベッセルを使う。不活性ガス、窒素ガスで満たす
- b) 同種の2枚の試料の表面と表面を貼り合せて、エッジをPTFEテープでシールして保管。潤滑材などは両方の表面が変化する可能性がある場合は隙間を設ける
- c) 清浄なガラスチューブやガラス栓付きガラス瓶に保管
- d) ガラス栓のないガラス瓶の場合、PTFEテープを蓋代わりにする
- e) PTFEテープがない場合は、清浄なアルミホイルを蓋代わりにする
- f) 特殊な容器(ウェハキャリアなど)に保管。容器内部の表面に分析面が接することを最小限にすること。
- g) 適切な形状のポリプロピレンのケースに保管。同じ材質の蓋付き
- h) ポリプロピレンのケースに保管。同じ材質の蓋付き
- i) 清浄なアルミホイルに包んで保管。できるだけ分析面に触れないようにする
- j) 圧着シールの付いた清浄なポリスチレン袋に保管
- k) 酸や糸くずのない紙に包む。できるだけ分析面に触れないように注意する

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

10. 試料履歴に基づく情報
 11. サンプル提供者への取り扱い手順教育

実用表面分析セミナー '13

SASJ **ISO 18117 分析前の試料の取り扱い**

試料取り扱いと運搬保管容器の最低限必要な情報

求められる情報			取り扱い方法		試料運搬保管容器	
6.6 item	試料タイプ	試料カテゴリー情報の深さ	8.5 item	方法	9.2 item	運搬保管容器
a)	A	できるだけオリジナルに近い状態の試料	a)	清浄で非磁性、コーティングされていないステンレス鋼または特殊な器具を使い、ポリスチレン手袋で扱う	a), b)	アルゴン、窒素グローブボックスやトランスファーベッセル2枚の試料の面と面を貼り合せてPTFEテープでシールしたもの
b), c), d)	A	炭化水素、分子膜、汚染あるいは表面層分析を必要としている試料	b)	清浄で非磁性、コーティングされていないステンレス鋼ピンセットかグリップを使い、ポリスチレン手袋で扱う	c), d), e), f), g), h)	ガラス、PTFEテープ、アルミホイルで蓋された清浄なガラス容器 高純度ポリスチレン製ウェハホルダー
e), f), g)	B	分析箇所が表面汚染で覆い隠されている試料	c), d)	パウダーフリー、ポリスチレン使い捨て手袋で試料の端をつかむ パウダーフリー、シリコンフリーのラテックス手袋で試料の端をつかむ	i), j)	清浄なアルミホイル ポリスチレン製のケースや袋
h), i), j), k), l)	C	埋め込まれた界面、破断した試料、バルク分析の試料	e), f)	清浄な器具、素手でつかむ 酸や糸くずのない紙で試料の端をつかむ	k)	酸や糸くずのない紙