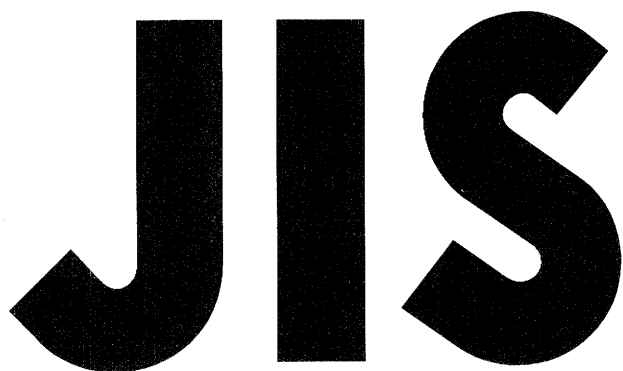




表面化学分析—X 線光電子分光装置—
エネルギー軸目盛の校正

JIS K 0145 : 2002

(ISO 15472 : 2001)

(OSTEC/JSA)

(2007 確認)

平成 14 年 3 月 20 日 制定

日本工業標準調査会 審議

日本工業標準調査会標準部会 基本技術専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	今 井 秀 孝	独立行政法人産業技術総合研究所
(委員)	大 井 みさほ	東京学芸大学
	尾 島 善 一	東京理科大学理工学部
	加 藤 久 明	日本デザイン学会
	小松原 仁	財団法人日本色彩研究所
	橘 秀 樹	東京大学生産技術研究所第 5 部
	田 森 行 男	財団法人日本品質保証機構
	徳 岡 直 静	慶應義塾大学理工学部機械工学科
	藤 咲 浩 二	社団法人日本産業機械工業会
	前 原 郷 治	社団法人日本鉄鋼連盟標準化センター
	村 上 陽 一	社団法人日本電機工業会
	山 村 修 蔵	財団法人日本規格協会

主 務 大 臣：経済産業大臣 制定：平成 14.3.20
官 報 公 示：平成 14.3.20
原 案 作 成 者：財団法人 大阪科学技術センター（〒550-0004 大阪府西区靱本町 1 丁目 8-4 TEL 06-6443-5326）
財団法人 日本規格協会（〒107-8440 東京都港区赤坂 4 丁目 1-24 TEL 03-5770-1573）
審 議 部 会：日本工業標準調査会 標準部会（部会長 杉浦 賢）
審議専門委員会：基本技術専門委員会（委員長 今井 秀孝）

この規格についての意見又は質問は、上記原案作成者又は経済産業省産業技術環境局 標準課産業基盤標準化推進室
[〒100-8901 東京都千代田区霞が関 1 丁目 3-1 TEL 03-3501-1511（代表）] にご連絡ください。
なお、日本工業規格は、工業標準化法第 15 条の規定によって、少なくとも 5 年を経過する日までに日本工業標準調査
会の審議に付され、速やかに、確認、改正又は廃止されます。

まえがき

この規格は、工業標準化法第 12 条第 1 項の規定に基づき、財団法人大阪科学技術センター附属ニューマテリアルセンター(OSTEC)/財団法人日本規格協会(JSA)から、工業標準原案を具して日本工業規格を制定すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が制定した日本工業規格である。

JIS K 0145 には、次に示す附属書がある。

- 附属書 A (規定) 簡易的な計算手法を用いた最小二乗法によるピークの結合エネルギーの決定
- 附属書 B (参考) 不確かさの導出
- 附属書 C (参考) 測定した結合エネルギーの不確かさの引用
- 附属書 D (参考) 単色化したアルミニウム X 線源を装備した X 線光電子分光装置使用時の修正オー
ジェパラメータ測定法

目 次

	ページ
序文	1
1. 適用範囲	2
2. 引用規格	2
3. 記号及び略語	2
4. 手法の概要	3
5. エネルギー軸目盛の校正手順	6
5.1 標準物質の入手	6
5.2 試料の取付け	6
5.3 試料の清浄化	6
5.4 エネルギー軸校正をする分光器の設定の選択	7
5.5 装置の操作	7
5.6 最初とその次からの校正測定の特例	7
5.7 ピークの結合エネルギーの再現性標準偏差と目盛の直線性の測定	7
5.8 ピークの結合エネルギーの繰返し標準偏差の計算	9
5.9 結合エネルギー軸の直線性の点検	12
5.10 校正誤差を定期的に決めるための手順	12
5.11 装置の結合エネルギー軸の目盛を補正する手順	13
5.12 次期の校正	15
5.13 校正時期の決定	15
附属書 A (規定) 簡易的な計算手法を用いた最小二乗法による ピークの結合エネルギーの決定	17
附属書 B (参考) 不確かさの導出	19
附属書 C (参考) 測定した結合エネルギーの不確かさの引用	21
附属書 D (参考) 単色化したアルミニウム X 線源を装備した X 線光電子分光装置使用時の 修正オージェパラメータ測定法	23
参考文献	26
解 説	28

表面化学分析— X 線光電子分光装置— エネルギー軸目盛の校正

Surface chemical analysis—X-ray photoelectron spectrometers— Calibration of energy scales

序文 この規格は、2001 年 2 月に第 1 版として発行された **ISO 15472**, Surface chemical analysis—X-ray photoelectron spectrometers—Calibration of energy scales を翻訳し、技術的内容及び規格票の様式を変更することなく作成した日本工業規格である。

X 線光電子分光 (XPS) は、材料の表面分析に広く使用されている。試料中の元素 (水素とヘリウムは除く。) は測定した結合エネルギーを種々の元素の結合エネルギー表と比較することによって同定することができる。元素の化学状態の情報は、その元素の光電子及びオージェ電子スペクトルの特性の化学シフトから得られる。化学状態の同定には 0.1 eV 程度の測定精度が要求される。それゆえに適切な精度で個々のスペクトルを測定する必要がある。したがって、XPS 装置の結合エネルギー軸目盛は 0.2 eV 又はそれ以下の正確さで校正しなければならない。

装置の結合エネルギー軸を校正するここに述べる方法では純金属の銅 (Cu)、銀 (Ag)、金 (Au) を用いる。また、この方法は非単色化アルミニウム (Al) 及びマグネシウム (Mg) 又は単色化アルミニウム (Al) X 線源をもつ X 線光電子分光装置に應用できる。この規格は 0~1 040 eV の結合エネルギーに対して有効である。

ISO 17025 [1] の適用範囲内で、又は他の目的で分析を行うためには、校正した XPS 装置の推定される不確かさについて述べる必要がある。これらの装置は結合エネルギーの測定のためにある定義された許容範囲内 $\pm \delta$ で校正される。 δ の値はこの規格を用いる使用者が決めるもので、この規格においては定義しない。なぜならば、それは XPS 装置の応用や設計に依存するからである。標準の使用者の経験、装置の安定性、結合エネルギーの測定での不確かさ、校正を行うための労力、を考慮して δ の値はこの規格の使用者が決める。この規格は適切な δ の値を選ぶための情報を提供する。典型的には δ の値は 0.1 eV 又は、繰り返し標準偏差、 σ_R の約 4 倍より大きい。時間による装置のドリフトを加えた場合、結合エネルギーの基準値からのずれプラス 95% 信頼限界の拡張校正不確かさが選択した許容限界を超えていない、というのが校正された状態である。装置が校正状態から外れそうなときは、それ以前に校正状態を保つために再校正しなければならない。再校正のための校正測定では測定値と基準値との差が減少するようにする。この差はゼロにする必要はないが、普通、分析業務に要求される許容範囲以内のできるだけ小さな値まで減少させるべきである。

この規格は、装置の考えられるすべての欠陥について述べるものではない。というのはそれらに要求されるテストには時間がかかるし、特別な知識と器具が必要であるからである。しかし、この規格は XPS 装