



表面化学分析－高エネルギー分解能をもつ
オージェ電子分光器による元素分析及び
化学結合状態分析のための
エネルギー軸の校正方法

JIS K 0166 : 2011

(JSA)

平成 23 年 5 月 20 日 制定

日本工業標準調査会 審議

(日本規格協会 発行)

日本工業標準調査会標準部会 構成表

	氏名	所属
(部会長)	稲 葉 敦	工学院大学
(委員)	飯 塚 悦 功	東京大学大学院
	大 橋 守	社団法人日本鉄鋼連盟
	大 山 永 昭	東京工業大学
	小 野 晃	独立行政法人産業技術総合研究所
	金 丸 淳 子	財団法人共用品推進機構
	河 村 真紀子	主婦連合会
	窪 塚 孝 夫	社団法人自動車技術会
	菅 原 進 一	東京理科大学
	鈴 木 富 雄	独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構
	田 中 護 史	財団法人日本船舶技術研究協会
	土 肥 義 治	独立行政法人理化学研究所
	東 郷 洋 一	財団法人日本規格協会
	富 田 育 男	社団法人日本建材・住宅設備産業協会
	中 西 英 夫	社団法人ビジネス機械・情報システム産業協会
	野 口 祐 子	森・濱田松本法律事務所
	長谷川 英 一	社団法人電子情報技術産業協会

主 務 大 臣：経済産業大臣 制定：平成 23.5.20

官 報 公 示：平成 23.5.20

原 案 作 成 者：財団法人日本規格協会

(〒107-8440 東京都港区赤坂 4-1-24 TEL 03-5770-1571)

審 議 部 会：日本工業標準調査会 標準部会 (部会長 稲葉 敦)

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 基準認証ユニット産業基盤標準化推進室 (〒100-8901 東京都千代田区霞が関 1-3-1) 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。

目 次

	ページ
序文	1
1 適用範囲	2
2 引用規格	2
3 用語及び定義	2
4 記号及び略語	3
5 校正方法の概要	4
6 エネルギー軸の目盛の校正手順	7
6.1 標準物質の入手	7
6.2 標準試料の取付け	7
6.3 標準試料の清浄化	7
6.4 エネルギー軸の校正をする分光器の設定条件の選択	8
6.5 分光器の操作	8
6.6 最初及びその次からの校正手順の選択	9
6.7 ピークの運動エネルギーに関する繰返し性の標準偏差及び直線性の測定	9
6.8 ピークの運動エネルギーの繰返し性の標準偏差の計算	11
6.9 適切な参照運動エネルギーの決定	14
6.10 運動エネルギーの直線性の点検	14
6.11 校正誤差を定期的に決めるための手順	16
6.12 分光器のエネルギー軸の目盛を補正する手順	16
6.13 校正の時期	19
6.14 校正時期の決定	19
附属書 A (規定) 0.1 eV のエネルギー間隔のピークにサビツキー・ゴーレイ法による 平滑化を 1 回適用する場合の最大点数	20
附属書 B (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運動エネルギーの決定	21
附属書 C (参考) 不確かさの計算法	23
附属書 D (参考) 測定した運動エネルギーの不確かさの考え方	25
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	29
解 説	31

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。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

表面化学分析—高エネルギー分解能をもつ オージェ電子分光器による元素分析及び 化学結合状態分析のためのエネルギー軸の校正方法

Surface chemical analysis—High-resolution Auger electron spectrometers—
Calibration of energy scales for elemental and chemical-state analysis

序文

この規格は、2002 年に第 1 版として発行された **ISO 17974** を基とし、技術的内容を変更して作成した日本工業規格である。

なお、この規格で点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。変更の一覧表にその説明を付けて、**附属書 JA** に示す。

オージェ電子分光法（以下、AES という。）は、材料の表面分析の分野で広く用いられている。試料中の元素（水素及びヘリウムを除く。）は、元素のエネルギー位置の表又はスペクトルハンドブックの情報を参照して、ピークエネルギー及びピーク形状から同定される。元素の化学結合状態に関する情報は、測定されたオージェ電子ピークの化学シフトを参照状態のスペクトルのシフトと比較することで推定される。化学結合状態の同定は、0.1 eV 以下の確からしさ（appropriate accuracy）での化学シフトの測定に基づいて行われる。その場合、個々の測定での必要性及び利用可能な参照情報を活用するための、適切な確からしさをもっている。したがって、オージェ電子分光器（以下、分光器という。）のエネルギー軸の校正が必要となり、しばしば 0.3 eV 以下での不確かさが要求される。

この規格では、純金属の銅、アルミニウム又は金のダイレクトスペクトルを測定することによって、分光器を、0.2 %以下の相対分解能で運動エネルギーの校正を行うことを規定する。金を用いた場合は 0 eV ～2 250 eV の領域の校正が、アルミニウムを用いた場合は 0 eV ～1 550 eV の領域の校正が可能となる。

伝統的にオージェ電子の運動エネルギーは、真空準位を基準としており、この基準はいまだ多くの分析担当者に採用されている。しかし、真空準位の定義は明確でなく、分光器間では 0.5 eV 以上の差が生じ得る。真空準位基準での測定は、一般的に元素同定には曖昧さをもたらさないが、化学結合状態に関する高分解能測定には不確かさをもたらす可能性がある。このため、AES は X 線光電子分光法と同様にフェルミ準位基準となるように分光器が設計され、真空準位基準に比べて典型的には 4.5 eV 高い運動エネルギー値を与えることとなっている。この規格の目的は、フェルミ準位基準で運動エネルギーを決定することである。

ISO/IEC 17025 ^[1] の適用範囲にある分析のため、又は他の目的のために校正された分光器は、校正に伴う不確かさを明示することが必要である。分光器は、ある許容限界 $\pm\delta$ の範囲内で運動エネルギー測定を実現するための校正がされていることとなる。 δ の値は、適用される測定及び分光器に依存するために、この規格では定義していない。それは、この規格を用いた経験、分光器校正の安定性、適用する運動エネ