

EnviroESCA™

環境制御 X 線光電子分光装置



TII 東京インスツルメンツ
TOKYO INSTRUMENTS



環境制御X線光電子分光装置
EnviroESCA™



試料環境

- ・試料導入から分析までの環境を自動制御
- ・多彩なガス導入システム
- ・特殊な試料環境下で測定
- ・大きな試料もそのまま導入可能
- ・最大直径Ø 60 mm、高さ 40 mm

多彩な試料導入方法

- ・サンプル・エクスプローラ
- ・スマート・ドック
- ・オートローダー
- ・グローブボックス

拡張性

- ・マイクロフォーカスX線源
- ・高分解能XPS
- ・自動帶電補正
- ・深さ方向分析

オールインワン設計

- ・人間工学に基づいたオールインワン設計
- ・設置から立ち上げまでの時間を短縮
- ・長期間の安定動作
- ・費用対効果の高いサービスを提供
- ・容易に消耗部品を交換

信頼性

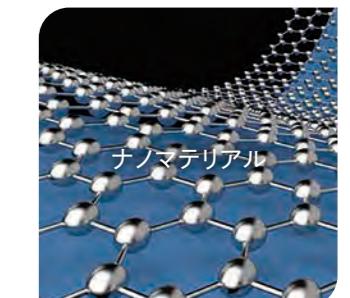
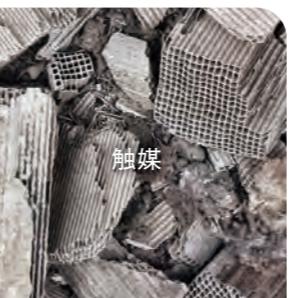
- ・詳細なマニュアル
- ・信頼性の高い分析レシピの提供
- ・システム状態を恒久的に自動記録
- ・充実したサポート

使いやすさ

- ・実用性を重視したソフトウェア
- ・完全リモート操作
- ・自動排気システム
- ・簡便な試料導入
- ・光学3次元試料ナビゲーション

▶▶ 新しいアプリケーション

XPSは非破壊の表面分析として様々な分野で使用されています。特に基礎研究では、精密で信頼性の高い定量分析方法として多用されています。EnviroESCAは従来よりも幅広い研究・開発分野において様々な問題を解決し、新しい発見や革新的な開発に貢献できる事を期待しています。



世界初！先進的な表面分析装置の 技術革新を先導する SPECS

SPECS Surface Nano Analysis GmbH

ドイツの首都ベルリンに本社を置く SPECS 社は、30年以上に渡って表面分析機のリーディングカンパニーとして先進的な表面分析装置を開発し、材料科学やナノテクノロジーの進歩に大きく貢献しています。スイス、アメリカ、中国に子会社を展開しています。

[EnviroESCA 最終検査工程](#)



性能を向上のための弛まぬ努力はもちろん、世界中の著名な研究者やユーザと議論を重ねながら、最先端技術をいち早く取り入れた装置を開発し続けています。

SPECS 社は高い品質管理（ISO 9001 認証取得済み）と優れたサービスで、世界中のお客様に SPECS 製品を長期にわたって安心してご使用頂けることを保証します。



化学分析における電子分光法 – 過去から現在まで –

アルベルト・アインシュタインは1905年に有名な「光量子仮説」でノーベル物理学賞を受賞しました。それまでに、ハインリッヒ・ヘルツとマックス・プランクらの実験で明らかとなっていた、光の電磁波的挙動と離散的なエネルギーを持つという相反する事実を、アインシュタインは明快に説明することに成功しました。この事が現代の科学技術の発展にとって大変重要な発見となった事はご承知の通りです。その一方で、アインシュタインの「光量子仮説」が、現在最も重要な非破壊表面化学分析技術の開発を促進させることなど、その当時は誰も想像し得ませんでした。実は、ESCA で使用されている分散型のエネルギー分析器は「光量子仮説」を実証するために開発されました。

1960 年代後半にカイ・シーグバーンが「光量子仮説」を実証する実験装置を世界初で初めて完成させる事に成功し、その後ノーベル物理学賞を受賞しています。彼は固体試料に特性 X 線を照射し、励起された光電子の数と運動エネルギーの関係を調べた結果、各元素が固有の電子エネルギー分布を持つことを明らかにしました。これによって、物質最表面の化学組成を非破壊に調べることが可能となり、ESCA : Electron Spectroscopy for Chemical Analysis と命名されました。

EnviroESCA

ELECTRON SPECTROSCOPY FOR CHEMICAL ANALYSIS
UNDER ENVIRONMENTAL CONDITIONS

新しい表面化学分析手法の到来

なお ESCA は、X 線光電子分光 XPS: X-ray photoelectron Spectroscopy と呼ばれます。X 線光電子分光が表面分析手法として広く使われるようになり、現在は試料最表面を構成する元素の定量分析を高感度・高精度（検出限界 <1%）に行うことができますが、この光電子分光法は超高真空環境 (UHV) が必要不可欠となっています。そのため測定できる試料は、固体に限られてしまうという大きな欠点があります。1970 年代の初めにカイ・シーグバーンがいち早くこの欠点を指摘すると同時に、彼は液体など様々な試料の測定ができるように、エネルギー分析器と X 線源に差動排気系を導入し、 10^{-2} mbar という低真空環境下での測定に成功しました。その後 30 年をかけて、今日では放射光施設など限られた研究施設で 1 mbar といった環境下での測定が行われています。大気圧に近い準大気圧環境下での測定は NAP-XPS : Near Ambient Pressure XPS と呼ばれ、触媒や溶液分析、固 - 液界面の基礎研究では非常に重要な分析手法となっています。最新の NAP-XPS となる EnviroESCA は、放射光施設まで出向かなくても個々の研究室で準大気圧環境下に置いた試料の X 線光電子分光スペクトルが測定できる、世界初の画期的な装置です。

Versatile

EnviroESCA - CHEMICAL SURFACE ANALYSIS UNDER ENVIRONMENTAL CONDITIONS

交換可能なサンプル環境モジュールによって、目的に合った試料環境を作り出すことが出来ます。また、様々な拡張モジュールが用意されており、実験や用途に合わせて簡単に機能を拡張する事ができます。

従来の ESCA と同じように EnviroESCA においても、エネルギー分析器と X 線源は超高真空の状態を維持させる必要があります。自動化さ

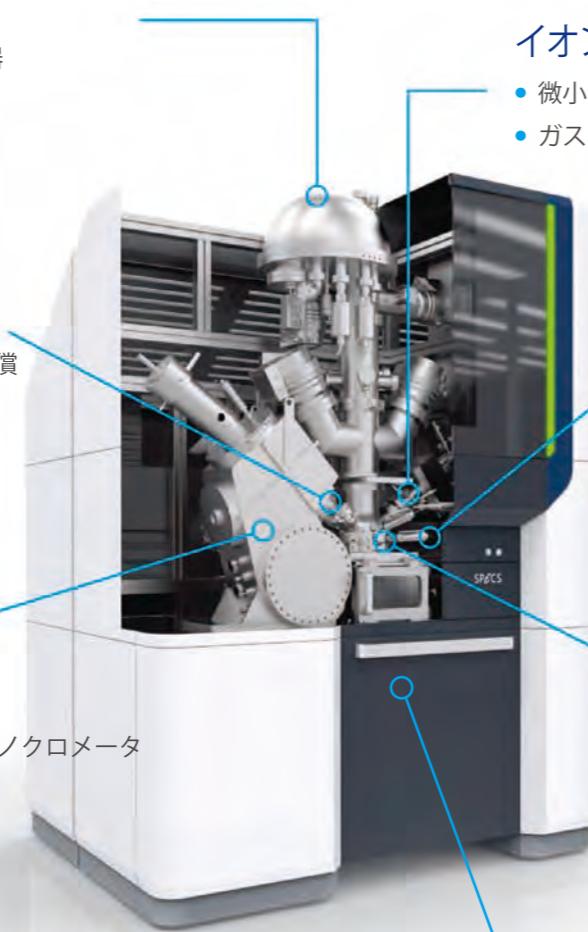
れた差動排気システムとガス制御によって、試料環境だけを 0.1 気圧～高真空までと幅広い圧力で制御しながら、信頼性の高いデータを取得できます。従来の ESCA では測定できなかったチャレンジングな分析が可能です。

目的に合わせて試料の環境を変化できる EnviroESCA は、これまで UHV(超高真空) 環境に投入できなかった試料の分析に最適です。従来の XPS では、試料を UHV 環境に置く事が必須ですが、EnviroESCA はその必要がありません。

EnviroESCA は各種モジュールを用意しており、測定に最適なモジュールを選択してご利用頂けます。モジュールには試料ステージ、プラズマ・クリーナ、ガス導入装置などが組み込まれています。モジュール交換は僅か数分で行うことができます。

光電子エネルギー分析器

- 半球型エネルギー分析器
- 準大気圧測定対応
- ディレイライン検出器
最大 400 チャンネル



イオン銃

- 微小スポットイオン銃（走査可能）
- ガスクラスターイオン銃（オプション）

デジタル顕微鏡

- 試料位置観察

環境型帯電補償

- 導入ガスを利用した帯電補償

X 線源

- X 線源 Al K α
- マイクロフォーカス・モノクロメータ
- スポットサイズ可変

分析室

- 必要最小限の容積
- ステンレス製

試料環境モジュール

クイック・コネクタ

- 試料室とエネルギー分析器を
気密性のあるコネクタで接続します

真空ゲージ

- フルレンジ・ゲージ
(大気圧～超高真空)
- ガス種に依存しないキャパシタンスゲージ

プラズマ・クリーナ

- 試料および試料容器を
クリーニングする
RF プラズマを搭載

試料ステージ

- エネルギー分析器と X 線源に
対して試料位置を微調整で
モータステージを搭載
- 大型試料を投入可能
- 試料形状 Ø 60 mm
高さ 40 mm 以内

試料環境モジュール

デジタル顕微鏡

- 真空排気中や試料処理中に試料の写真や
ビデオ映像を取得可能

排気システム

- コンピュータ制御による
自動排気システム

スマートドック

- 試料導入用スライド窓（手動）

予備ポート

- 外部からガス、液体、電気的な接点など
導入できる予備ポート、熱電対、電気配線、
光ファイバ、USB ケーブルの導入やペル
チェックーラやヒータなどの設置に使用可能

電源から冷却用チラーまで、EnviroESCA に必要な全ての機能が小型の筐体に集積されています。

試料は正面の試料導入ポートから手動で導入します。ロボット・オートローダを使用した場合は、全自动で試料を導入することができます。

真空排気システム含めシステム全体がノイズの漏洩を抑制する筐体内に収められています。近接する他の装置へ影響する心配が無く、研究室の限られたスペースを有効に活用することができます。

サービスポートを介して、消耗品の交換など通常のメンテナンスを容易におこなう事ができます。ガスや電源等など外部への接続は全て中央部分に集約して配置されています。



Reliable & Optimized

EnviroESCA - CHEMICAL SURFACE ANALYSIS UNDER ENVIRONMENTAL CONDITIONS

大口径試料ホルダー

大面積の試料（直径 12cm、高さ 4cm まで対応可能）や一度に複数の試料をセットする事が可能な試料ホルダーを標準搭載しています。また SEM 用の stub 型試料ホルダーに対応しているため SEM で測定した試料をそのまま EnviroESCA に導入可能です。電極の導入、電気化学セルの追加といった特注仕様にも対応いたします。



EnviroESCA 標準試料ホルダー

試料加熱及び冷却

ガス雰囲気中で高温に加熱された試料の測定は触媒反応や金属表面状態の変化の研究において様々な知見をもたらします。EnviroESCA ではレーザー加熱とセラミックヒータの二種類の加熱方式に対応しております。

また試料の冷却に対してはペルチェ素子により 5°Cまでの冷却が可能です。



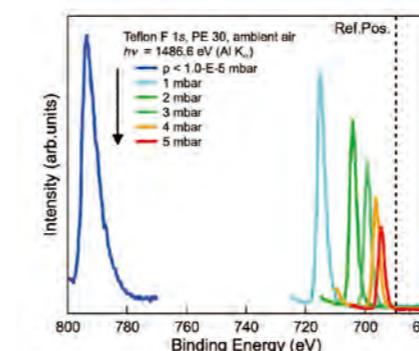
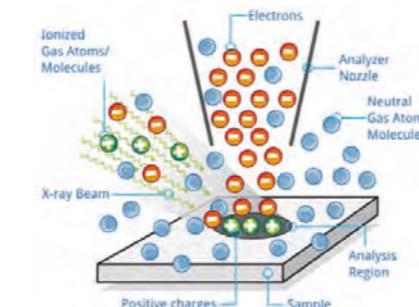
EnviroESCA への試料導入



環境型帯電補償

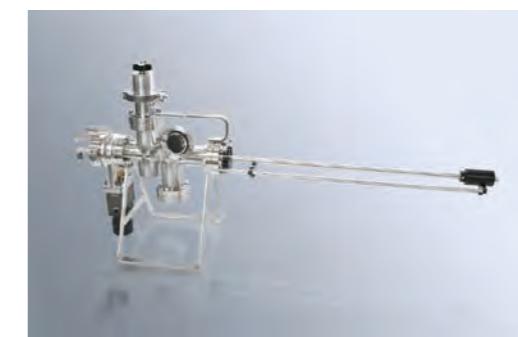
試料の帯電補償は絶縁体の測定とデータ解析において重要な役割を担います。EnviroESCA では電子銃ではなく観測室内に導入されるガスから放出される光電子を用いて帯電補償を行います。右図は F 1s 光電子ピーク位置の環境圧力依存性を示しています。圧力が上昇するにつれて光電子ピークが正しい位置に近づいていく様子が観測されました。

また試料に対して電子が漫勉なく照射されるため DifferentialCharging や試料へのダメージも抑制されます。



超高真空スーツケース

コンパクトで持ち運びが容易な超高真空スーツケースです。これにより成膜装置やグローブボックス内で作成した試料を大気に晒す事なく EnviroESCA へ導入可能です。また試料導入窓とグローブボックスの接続といったオプションにも対応いたします。

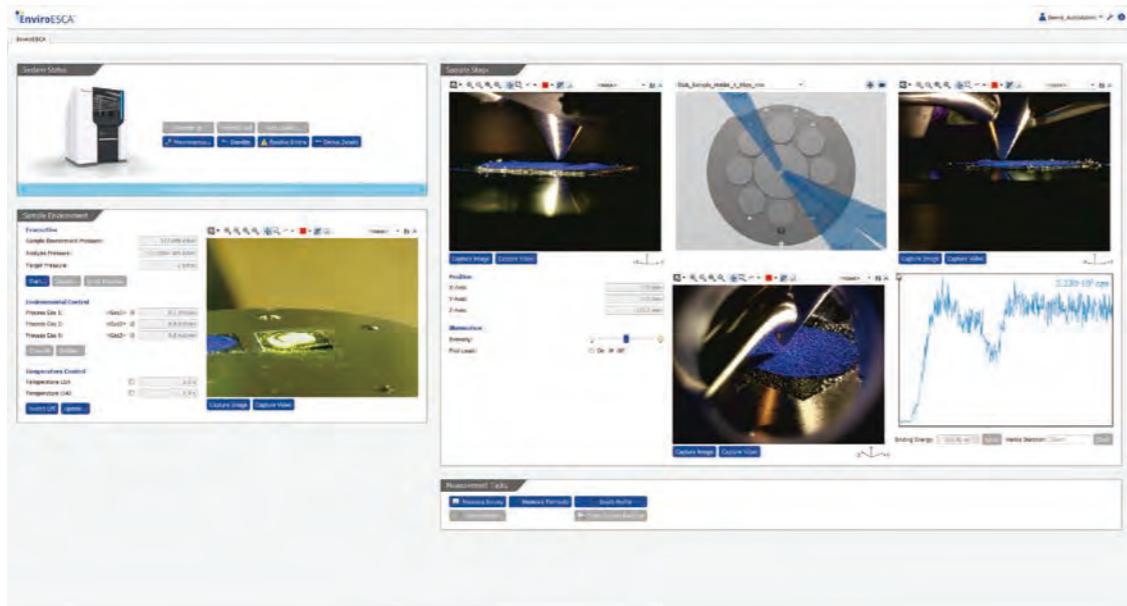


試料移送用超高真空ス
ーツケース

Reliable & Optimized

EnviroESCA - CHEMICAL SURFACE ANALYSIS UNDER ENVIRONMENTAL CONDITIONS

システム制御画面



完全自動測定&マニュアル操作

最新のソフトウェア技術によって完全自動測定が可能です。測定の開始と終了は元より真空排気、ガス制御を含めた全ての分析作業が自動的に行われます。またオペレーターの熟練度に応じた機能制限等の特別仕様にも柔軟に対応いたします。経験豊かなユーザや、特別な測定を行いたい研究者のために、マニュアルで全てのプロセスを操作する事も可能です。

システムを常時モニター

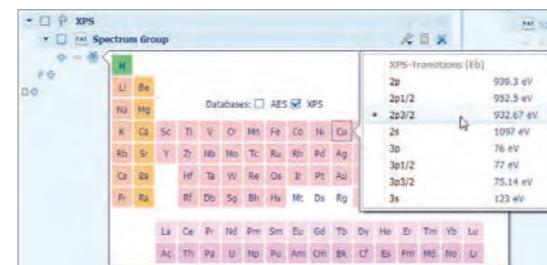
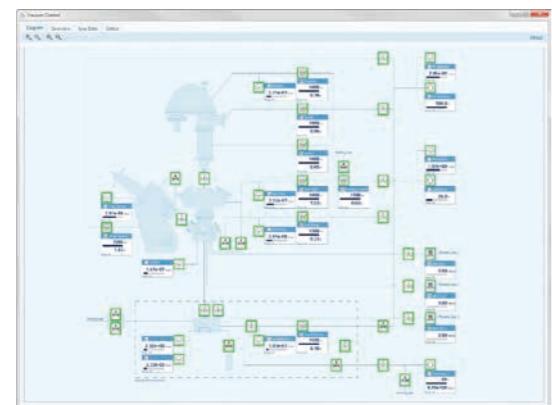
システムの温度、真空度など全てのシステム状態が恒久的に自動記録されます。記録された状態履歴を利用して、効率的にサービス・メンテナンスをおこなう事ができます。

測定手順

サンプル・エクスプローラーは EnviroESCA のために用意された独立したシステムです。サンプル・エクスプローラーを使い、測定シーケンスを試料導入前に予め用意することができます。複雑なシーケンスを単純化して表示させることで、誤った測定を事前に回避できるように工夫されています。経験の浅いユーザのために、測定に必要な周期律表ライブラリーなどの各種情報も提供されます。

ロボット・オートローダ（オプション）を使用して、無人で試料導入から測定までをバッチ処理させる事が可能です。高いスループットを要求される分析センターでの使用や、生産ラインでの抜き取り検査が可能です。

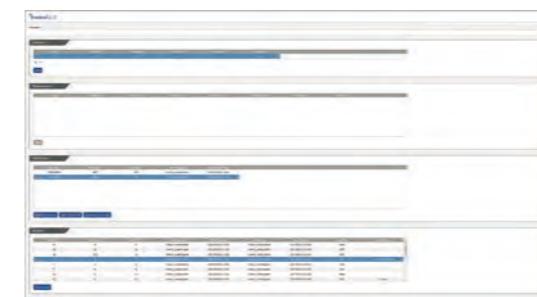
熟練ユーザ向け真空排気
システムの制御画面



データ処理

ソフトウェアパッケージには、最新のカーブ・フィッティング・プログラムによる自動ピーク分離、定量分析機能が提供されます。

検索機能を使用して、膨大な測定データから任意データの取り出しや、各エントリーにタグを付けてバッチ分析毎にデータ分けることが可能です。またワークフローとして測定シーケンスと解析項目を予め設定しておく事により抜き取り検査等でのルーチン測定を効率的に行う事ができます。

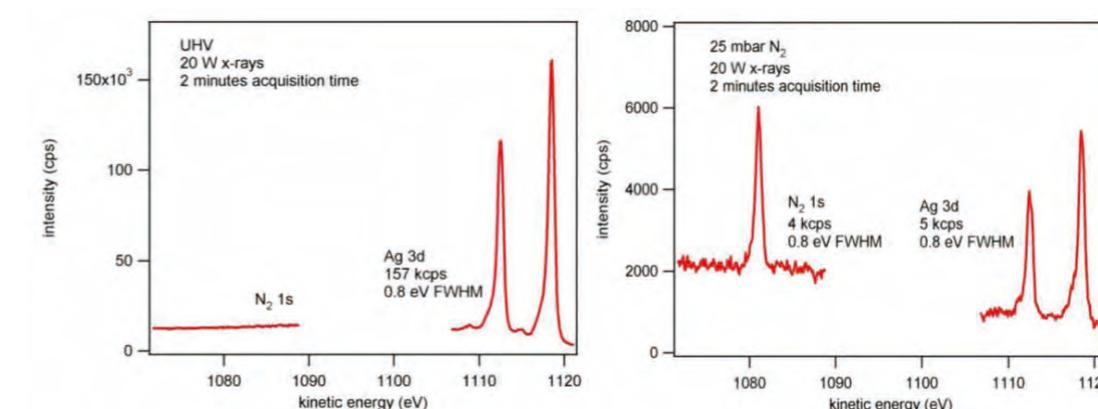


サンプル・ジャーナル

サンプル・ジャーナルは、個々の測定試料に関する情報を収集し、それらを時系列で整理します。高解像度の試料写真を含めた、測定データ、測定レシピ、実験パラメータ、測定者のメモなどが整理されてデータベースに保存されます。分析結果の検討、レポートの作成やデータ・アーカイブの作製などを迅速におこなう事ができます。

サービス&メンテナンス

EnviroESCA には、厳選された高品質の部品が使用されており、長期にわたって安心してご使用頂けます。また、万が一のトラブルに備えて、EnviroESCA では遠隔操作が可能になっており、迅速なサービスによってシステム停止時間を最小限にできます。



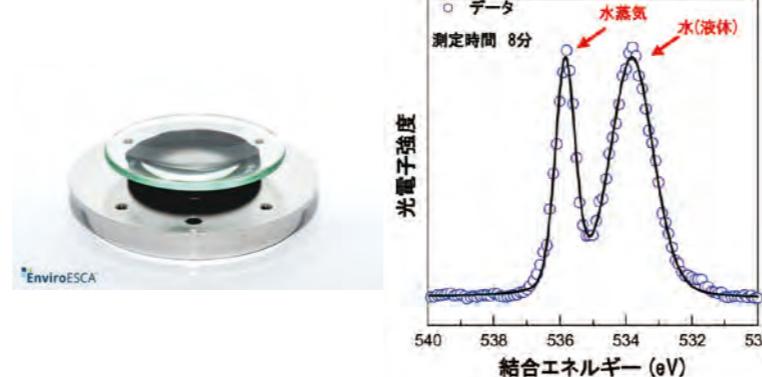
UHV と窒素雰囲気中
(25 mbar) で測定した
Ag 基板のスペクトル

Reliable & Optimized

EnviroESCA - CHEMICAL SURFACE ANALYSIS UNDER ENVIRONMENTAL CONDITIONS

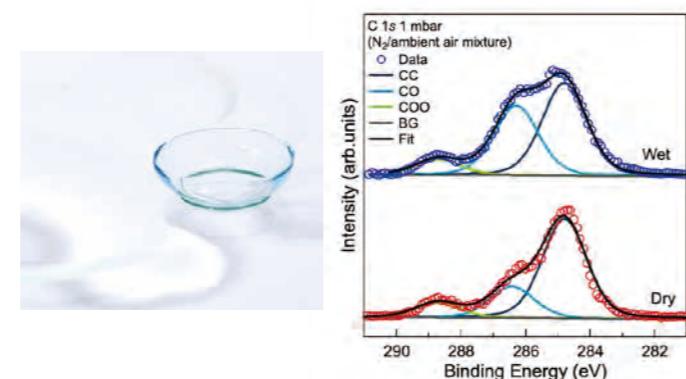
液体試料

超高真空を必要とする従来の XPS 装置では液体試料の測定は不可能です。EnviroESCA では特別なセットアップや試料準備無しに、液体試料を直接装置内に導入し測定が可能です(左図)。右図は高純度水試料の O 1s スペクトルです。水蒸気に由来するピーク ($E_B = 536$ eV) に加えて液体状態の水に由来するブロードなピークが観測されました。



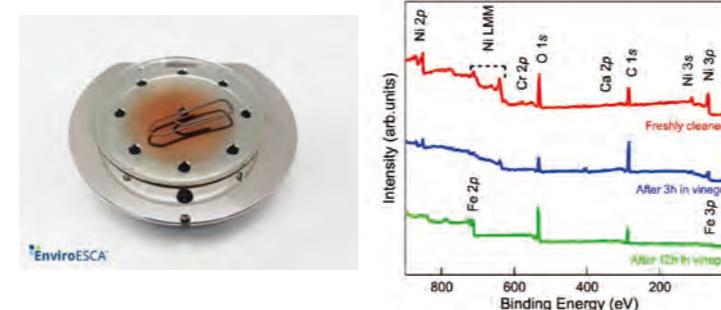
湿ったコンタクトレンズ

従来の XPS 装置では湿った試料の測定は行えず、長時間にわたる試料の乾燥処理を必要とします。EnviroESCA では湿った試料を、その湿度を損なう事なく測定を行う事ができます。図はそれぞれ湿った試料及び乾燥した試料の C 1s スペクトルです。CO 結合に由来するピーク強度の違いが見て取れます



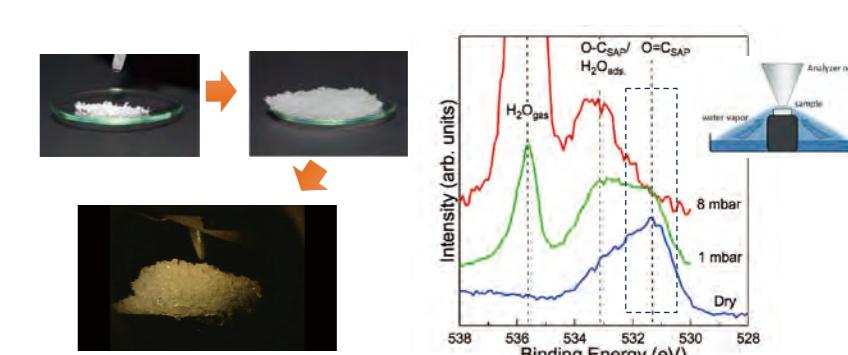
酢酸溶液中における金属の腐食過程

様々な環境下における金属表面の腐食過程の解明は金属製品の品質向上に重要な知見をもたらします。ステンレスクリップの表面が酢酸溶液により腐食していく様子をリアルタイムに捉える事に成功しました。腐食が進むにつれて表面のニッケル酸化皮膜が分解され下地の鉄に由来するピークが現れる様子が観測されました。



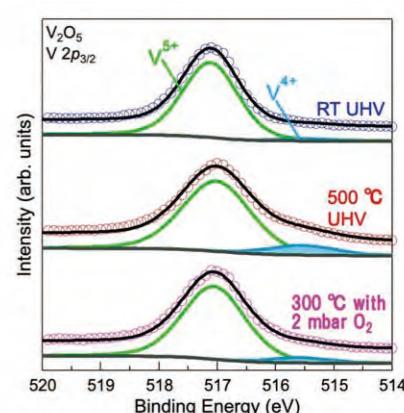
吸水性ポリマーからの水分の脱離

吸水性ポリマーは様々な日用品に使用されると共に、現在でも品質改良のための研究開発が盛んに行われている化学製品です。EnviroESCA で吸水性ポリマーから水分が脱離していく過程をリアルタイムで捉える事に成功しました。試料の水分の脱離が進むと共に O=C_{SAP} に由来するピークの相対強度が増大してゆく様子が捉えられました。



触媒試料の酸化還元過程

触媒がどのような原理に基づいて作用するかを解明する事は触媒の機能向上や新規開発に欠かせません。代表的な触媒である V₂O₅ の酸化還元反応による表面電子状態の変化を捉える事に成功しました。加熱によって還元された表面 (V⁴⁺ のピーク強度が増大) を酸素雰囲気中で加熱処理すると、再び表面が元の状態に戻る (V⁴⁺ のピーク強度が消失する) 様子が観測されました。



Networking

EnviroESCA - CHEMICAL SURFACE ANALYSIS UNDER ENVIRONMENTAL CONDITIONS

サンプル・エクスプローラ

サンプル・エクスプローラは、効率的な分析を実現するために用意された独立システムです。EnviroESCAに導入する前に、事前に光学顕微鏡による試料観察を行い、測定位置や測定シーケンスを予め指定することができます。測定の点数、タスク数に制限はありません。

サンプル・エクスプローラには分析室のモックが用意されており、高精度な試料台を設置することができます。3台の高分解能力カメラによって試料の広角および拡大像（分解能～ $10\text{ }\mu\text{m}$ ）を観察しながら、測定点を指定することができます。



仕様

EnviroESCA

エネルギー分析器	静電半球型エネルギー分析器 半径 150 mm 差動排気レンズシステム ディレイライン検出器 最大 400 チャンネル
X 線源	AI-K α マイクロフォーカス・モノクロメータ ローランド円直径 600 mm
帯電補償	測定スポットサイズ 200 μm ~ 1 mm (可変) 環境型帯電補償(導入ガスからの光電子放出)
イオン銃	微小スポット・イオン銃(走査可能、200 eV - 5 keV) (差動排気) ガスクラスターイオン銃(オプション)
排気システム	ターボ分子ポンプ オイルフリーポンプ
試料環境圧力	化学耐性ポンプシステム(オプション) アナライザのアパーチャ径で調整(直径 300 μm の時、最大圧力 100 mbar 他のアパーチャ径にも特注対応)
ガス導入システム	試料分析部分に2系統のガス導入 マスフローコントローラ
カメラ	試料観察用デジタル顕微鏡3台
自動制御 / ソフトウェア	完全自動排気・ガス導入システム 最新のソフトウェアパッケージ
占有面積	2.1 m × 1.7 m (高さ 2.7 m)
重量	1800 kg

スマート・ドック



測定試料はスマート・ドックを介して試料環境モジュールにセットされます。スライディング・ドア、試料容器を接続するための接続部品(イージー・ツッキング)で構成されています。試料環境モジュールには必要な電源、ガス、アクチュエータとバルブ作用の圧空が供給され、システムの一部として自動制御されます。必要に応じて、グローブボックス・ツッキングシステムと交換できます。

試料・スマートドック (標準およびオプションを含む)

試料ステージ	高精度3軸ステージ
試料サイズ	直径 60mm、 高さ 40 mm
試料加熱	レーザー加熱: 1000 °C ボタンヒーター: 600 °C
試料冷却	5 °C (ペルチェ素子)
導入ガス	プロセス用 バージ用
試料クリーニング	ダウンストリーム RF プラズマ
観察カメラ	デジタル顕微鏡
予備ポート	DN40CF (2,75") × 2 例) 電気配線、溶液導入

設置面積



オートローダー



オートローダーは、サンプル・ストレージユニットと産業用ロボットを組み合わせて、無人による大量自動分析を実現します。必要に応じて複数のサンプル・ストレージユニットを同時に使用することも可能です。ストレージユニットの交換時にロボットの動作を妨げることはありません。



▶▶ memo



本社: 〒134-0088 東京都江戸川区西葛西6-18-14 T.I.ビル ☎ 03-3686-4711
大阪営業所: 〒532-0003 大阪府大阪市淀川区宮原4-1-46 新大阪北ビル ☎ 06-6393-7411
□ <https://www.tokyoinst.co.jp> ☐ sales@tokyoinst.co.jp

TII Group Company – グローバルにネットワークを広げ、最先端の科学をお客様に提供 –



超高真空・極低温走査型プローブ顕微鏡
高速分光測定装置、クライオスタット



Nd:YAGレーザー、Ti:Sレーザー
OPOレーザー



Enviro ESCA (準大気圧XPS)
ARPESなど

- 本カタログに記載されている内容は、改良のため予告無く変更する場合があります。(製品の仕様、性能、価格などはカタログ発行当時のものです)
- 本カタログに記載されている内容の一部または全部を無断で転載することは禁止されております。
- 本カタログに記載されているメーカー名、製品名などは各社の商標または登録商標です。

No.C-SPC01-4201A-20220930