外径70 mm のコンフラットフランジにマウントした電子銃内蔵 リトラクタブルオージェ電子分光器の製作と評価

小林 英一^{*1,*2}・間瀬 一彦^{*1,*3}・南部 英^{*1,*4}・福井 謙志^{*1,*5}

Construction and Evaluation of Retractable Auger Electron Spectrometer with an Electron Gun Mounted on a Conflat Flange with an Outer Diameter of 70 mm

Eiichi KOBAYASHI^{*1,*2}, Kazuhiko MASE^{*1,*3}, Akira NAMBU^{*1,*4} and Kenshi FUKUI^{*1,*5}

^{*1}Institute of Materials Structure Science, KEK, 1-1 Oho, Tsukuba 305-0801, Japan

^{*2}Inoue Foundation for Science, 15-15 Nanpeidaicho, Shibuya-ku 150-0036, Japan

^{*3}PRESTO, Japan Science and Technology Agency, 4-1-8 Honcho, Kawaguchi 332-0012, Japan

^{*4}Present address: Chemistry Department, Brookhaven National Laboratory, Upton, New York 11973-500, USA

^{*5}Techscience Ltd., 2-64 Miyamotocho, Koshigaya 343-0806, Japan

(Received January 4, 2005, Accepted September 3, 2005)

We have developed a retractable Auger electron spectrometer mounted on a conflat flange with an outer diameter of 70 mm. It consists of a commercial miniature electron gun, a miniature cylindrical mirror electron energy analyzer (CMA) with an outer diameter of 34 mm, a commercial 50 mm linear motion feedthrough, and a tilt adjustment mechanism. The CMA consists of a magnetic shield, inner and outer cylinders, a pinhole, and an electron multiplier. An electron gun is assembled in the CMA on axis. Electrons emitted with a polar angle of $26 \pm 2^\circ$ are energy-analyzed and detected. The characteristics of this spectrometer are as follow. 1) It can be installed in a conflat flange port with an inner diameter of 35–38 mm. 2) The electron energy resolution is $0.9 \sim 1.46\%$ ($\Delta E/E$, FWHM). 3) The distance between the sample and the front end of the spectrometer (work distance) is 12 mm. 4) Retractable using the linear motion feedthrough. 5) The tilt can be adjusted. 6) Maximum vacuum bake temperature is 230°C (non operating). 7) Low cost due to the simple structure. 8) Troubleshooting is easy.

1. はじめに

オージェ電子分光は表面基礎研究，表面分析手法として広く利用されている^{1,2)}。しかしながら，市販のオージェ電子分光器の外径は通常 $\phi 80$ mm 以上であるため，外径114 mm 以下のフランジポートしか空いていない超高真空槽には取付けることができない。特に，試料作製用超高真空槽，走査プローブ顕微鏡装置，学生実験用表面分析装置などの小型装置ではこの問題でオージェ分光器を取付けられない場合が多い。そこで我々はこれまでの電子エネルギー分析器開発経験³⁻⁶⁾を活かして

- 1) 外径 $\phi 70$ mm のコンフラットフランジ（以下 CF70 フランジと表記する，呼び径40に相当）マウント型で内径35–38 mm のポートに取付けられること
- 2) $0.9 \sim 1.46\%$ のエネルギー分解能 ($\Delta E/E$, 半値幅) を実現できること
- 3) 試料と分光器前端の間の距離（ワークディスタンス）が12 mm 以上であること
- 4) 使用しない場合は40 mm 程度後方に移動できること
- 5) 位置調整機構を備えていて分析器の位置合わせが容易であること

- 6) 放出ガス量の少ない材料を使用していて最高バーク温度が 230°C であること
- 7) 単純な構造で部品点数が少なく低コストであること
- 8) 故障しても容易に修理できること

という条件を満たす新しいオージェ電子分光器を製作し，性能評価を行なったので報告する。

2. 設 計

我々が設計したオージェ電子分光器の断面図を **Fig. 1** に，電子銃を組み込む前の写真を **Fig. 2** に示す。本装置は，円筒鏡型電子エネルギー分析器（CMA）と市販のミニチュア電子銃（OCI Vacuum Microengineering, EG10-30），市販の50 mm 直線導入機（MDC Vacuum Products Corporation, HTBLM-133-2），傾き調整機構，CF70フランジ，電流導入端子から構成する。

CMAは超高真空仕様であり，磁気シールドと内円筒電極，外円筒電極，ピンホール，市販の電子増倍管（BURLE INDUSTRIES, INC, 5901, MAGNUM, <http://www.burle.com/cgi-bin/byteserver.pl/pdf/5901mag.pdf>）から構成する。内円筒の外径は 20 ± 0.02 mm，外円筒の内径は 31 ± 0.02 mm，磁気シールドを含めた全体の外径は34 mm である。加工精度，組立て精度はいずれも ± 0.05 mm 以内である。最前端部の碍子カバーは外円筒電極の絶縁碍子とナベビスに由来する電場の乱れを遮蔽するために設置している。 $26 \pm 2^\circ$ の極角方向に放出されるオージェ電子を内径0.2 mm のピンホールでエネルギー選別し，電子増倍管で検出する。試料と分析器前端との間の距離（ワークディスタンス）は12 mm（碍子カバーを外すと13 mm，磁気シールドまで外すと13.5

^{*1} 高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所
(〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1)

^{*2} 井上科学振興財団 (〒150-0036 東京都渋谷区南平台町15-15)

^{*3} 科学技術振興機構さきがけ (〒332-0012 埼玉県川口市本町 4-1-8)

^{*4} 現住所：ブルックヘブン国立研究所（アメリカ合衆国）

^{*5} 株式会社テックサイエンス (〒343-0806 埼玉県越谷市宮本町 2-64)

Fig. 1 Cross section of the Auger electron spectrometer. The cylindrical mirror analyzer (CMA) consists of a shield for electric field, an inner cylindrical electrode with two meshes, an outer cylindrical electrode, and an electron multiplier (EM). The trajectories of electrons from a pointed source with a kinetic energy of 449 eV for polar angles of $24^{\circ} \sim 28^{\circ}$ with 1° step are shown based on the simulation with the SIMION 3D version 7.0. The voltages of the sample, the inner cylindrical electrode, and the entrance of EM are 0 V while that of the outer cylindrical electrode is -100 V.

Fig. 2 Photograph of the Auger electron spectrometer without a magnetic shield and an electron gun. EM represents electron multiplier.

mm), 試料とピンホールとの距離は81.4 mmである。金属部品は非磁性のインコネル600を材料とし、電解研磨、脱脂洗浄して仕上げた。絶縁材料としては高純度アルミナとベスベル、ビスとしては熱焼鈍した SUS304 製 M1.4 ナベビス, M2 ナベビス, トメビス, 配線材としてはインコネル600線 $\phi 0.20$ mm, 銀メッキ銅線 $\phi 0.61$ mm, 配線被覆としてはポリイミドチューブを用いた。直線導入機の耐熱温度が最も低く、非使用時の最高ベーク温度は 230°C である。CMA内の電場を乱さないように、内電極の電子が通過する窓には厚み0.025 mm, 線径0.03 mm, 線間隔0.25 mmのインコネル600製板メッシュ(メッシュ部の幅は7 mm, 長さ29 mm, エッチングで製作, 透過率88%)をスポット溶接した。磁気シールドは厚さ0.5 mmの45パーマロイ(PB)を加工, 溶接し水素焼鈍して製作した。

電子銃と電子銃支板, ピンホール, 電子増倍管ホルダー, 電子増倍管はピンホールホルダー上に一体で組立て, CMAの背面に設置する。加工精度, 組立て精度はCMAと同様いずれも ± 0.05 mm以内である。電子銃支板とピンホールホ

ルダーには幅3 mm, 深さ1.2 mmの切込みがあり, 電子銃の配線を通せるように設計されている。このような構造であるため, 電子銃あるいは電子増倍管が損傷した場合でも容易に交換することができる。電子銃は, タングステンフィラメント, ウェネルト, レンズ, $\phi 50 \mu\text{m}$ アパーチャーから構成されており, エネルギー範囲は5–3000 eV, 最大ビーム電流値は $1 \mu\text{A}$ 程度である。

電子銃を組込んだCMAは傾き調整機構と50 mm直線導入機を介してCF70フランジ上に一体で組立てる。このため, CMAの焦点を試料位置に容易に合わせることができ, 使用しないときは邪魔にならない位置まで後退させることができる。傾き調整機構の調整範囲は $\pm 4^{\circ}$ であるが, 実際には分光器が取付けポートの内壁にぶつからない範囲に制限される。試料とCF70フランジの間の距離は標準で170 mm(分析器前端とCF70フランジの間の距離は168–117 mm)である。もちろん本装置はCF114上にも組立て可能である。

SIMION 3D version 7.0 軌道解析ソフト(ホームページ: <http://www.sisweb.com/simion.htm>)を用いて求めた等電

位面と点源からの電子の軌道を Fig. 1 に併せて示した。補正電極がないにもかかわらず、電子の軌道領域ではほぼ完全な円筒型等電位面が形成されている。オージェ電子分光器のピンホール近傍における電子の軌道シミュレーションを Fig. 3 に示す。この図が示すように0.9%以下の電子エネルギー分解能 ($\Delta E/E$, 半値幅) を実現可能である。

CF70フランジマウント型オージェ電子分光器の前例は Grzelakowski らによる報告⁷⁾のみである。彼らの装置と我々の装置の比較を Table 1 に示す。Grzelakowski らのCMAは2次の集束 ($\Delta E \propto \Delta \alpha^3$, ΔE は電子のエネルギー半値幅, α は電子の放出極角⁸⁾) を満たす $\alpha \pm \Delta \alpha = 42.3 \pm 5^\circ$ の条件を利用している。すなわち標準的なCMA⁸⁾をミニチュア化し高分解能、高感度を両立させた点が特長である。一方で、試料と分光器前端の間の距離が2 mm しかない、CMAの端に補

Fig. 3 Electron trajectories around the pinhole of the Auger electron spectrometer based on the simulation with the SIM-ION 3D version 7.0. The voltages are the same to those in Fig. 1. The electron kinetic energies are (a) 449, (b) 453, and (c) 445 eV. This simulation shows that the ideal resolution of the spectrometer ($\Delta E/E$, full width at half maximum) is less than 0.9%.

Table 1 Parameters of the present Auger electron spectrometer. For comparison, parameters of the spectrometer reported in the Ref. 7 are also shown.

		Present Auger electron spectrometer	Miniature Auger electron spectrometer by Grzelakowski et al. ⁷⁾
Spectrometer	Mount	Conflat flange with an outer diameter with 70 mm	Conflat flange with an outer diameter with 70 mm
	Outer diameter	34 mm (32.4 mm without a magnetic shield)	Not written (> 34 mm)
	Distance between the sample and the conflant flange	Typically 170 mm	100 mm
	Distance between the sample and the front of CMA	12 mm	2 mm
CMA	Electron acceptance polar angle	$26 \pm 2^\circ$	$42.3 \pm 5^\circ$
	Convergence order	1st order	2nd order
	CMA constant ($E/ U $), E: Electron pass energy, U: voltage of the outer cylinder)	4.49	1.48
	Electron acceptance solid angle	0.16 sr	Not written (< 0.60 sr)
	Electron energy resolution	0.90~1.46%	0.90%
	Electron energy range	0~3000 eV	0~3000 eV
	Slit	Pinhole-type (diameter: 0.2 mm)	Ring-type (diameter: 1 mm, width: 0.1 mm)
	Outer diameter of the inner cylinder	20 mm	14 mm
	Inner diameter of the outer cylinder	31 mm	34 mm
	Distance between the sample and the slit	81.4 mm	43 mm
	Compensate electrodes	Without	With 6 electrodes
	Magnetic shield	With (Permalloy 45, thickness: 0.5 mm)	Without
	Electron detector	BURLE, MAGNUM 5901; or Hamamatsu Photonics, Microchannel plates, F4655	Channeltron
	Electrode material	Inconel 600	Titan
	Mesh material	Inconel 600	Molybdenum
Electron gun	Electron gun	Commercial (OCI, EG10-30)	Homemade
	Outer diameter	17 mm (9 mm without a support)	Not written
	Length	36.3 mm	Not written
	Deflector	Without	With
	Beamsize on the sample	Not measured yet (Diameter of the pinhole on the top of the electron gun is 50 or 200 μm)	< 0.1 mm
Positioning mechanism	Linear motion	Commercial 50-mm-linear feedthrough	Z stage
	Tilt adjustment mechanism	With	Without
Electrical feedthroughs		One 7-pin feedthrough and two MHV connectors	Two 12-pin feedthroughs

正電極を設置する必要がある、外径の制限から磁気シールドを取付けることができない、特製のコンパクトな電子銃が必要、といった問題が生じている。これに対し、本装置では1次の集束($\Delta E \propto \Delta \alpha^2$)を満たす $\alpha \pm \Delta \alpha = 24 \pm 2^\circ$ の条件を利用することによって、

- 1) 試料と分光器前端との間の距離は12 mm,
 - 2) 補正電極を設置しない,
 - 3) 磁気シールドを含めても外径は34 mm,
 - 4) 市販の電子銃を組み込む,
 - 5) 構造が単純で、組立て・分解・修理が容易,
- という特長を実現した⁹⁾。一方で、
- 6) 標準のCMAより電子取込み立体角が小さい(0.16sr),
 - 7) 電子放出極角が小さい分だけ深い領域からのオージェ電子も検出できる,
- という違いも生じている。

3. 性能評価

本オージェ電子分光器を用いて測定したオージェ電子スペクトル例をFig. 4に示す。数値微分によって得たdN/dEスペクトルも併せて示した。試料は金めっき基板上に蒸着したポリフッ化ビニリデン(PVDF)薄膜、励起源は内蔵した電

Fig. 4 Auger electron spectrum of an evaporated polyvinylidenefluoride (PVDF) film on a gold-plated substrate measured using the present Auger electron spectrometer with a primary electron energy of 750 eV.

Fig. 6 Auger electron spectrum of Clean Si(111) measured using the present Auger electron spectrometer with a primary electron energy of 250 eV.

Fig. 5 Elastic peak and a curve fitting of the Auger electron spectrum shown in Fig. 4.

Fig. 7 Elastic peak and a curve fitting of the Auger electron spectrum with a primary electron energy of 250 eV.

め、試料上の電子ビームスポットが大きくなったことが原因と考えられる。

4. おわりに

極角 $26 \pm 2^\circ$ の方向に放出されるオージェ電子を取込むミニチュアCMAと市販の電子銃、直線導入機、傾き調整機構、電流導入から構成される新しいCF70フランジマウント型オージェ電子分光器を製作した。本装置は小型超高真空槽用のオージェ分光器として今後広く利用されると期待される。

謝 辞

本研究は基盤研究(C) (課題番号 No. 14540314) と高エネルギー加速器研究機構共同開発研究の助成を受けて行ないました。また、実験を手伝ってくださった奥平幸司氏 (千葉大工)、瀬尾淳哉氏 (横国大工) に感謝します。

〔文 献〕

- 1) D. フリッグス, M. P. シーア編, 「表面分析(上・下)」(アグネ承風社, 東京, 1990).
- 2) 財団法人日本表面科学会編, 「オージェ電子分光法」(丸善, 東京, 2001).
- 3) 間瀬一彦: Kanae, 13 (2000) 18. <http://pfwww.kek.jp/eico/Rev/CMA.pdf> にも掲載されている.
- 4) K. Isari, H. Yoshida, T. Gejo, E. Kobayashi, K. Mase, S. Nagaoka and K. Tanaka: J. Vac. Soc. Jpn., **46** (2003) 377 (in Japanese). (漁 剛志, 吉田啓晃, 下條竜夫, 小林英一, 間瀬一彦, 長岡伸一, 田中健一郎: 真空, **46** (2003) 377.)
- 5) K. Mase, E. Kobayashi, M. Mori, Y. Kobayashi, S. Terashima, K. Okudaira and N. Ueno: J. Vac. Soc. Jpn., **47** (2004) 334 (in Japanese). (間瀬一彦, 小林英一, 森 正信, 小林芳治, 寺嶋眞一, 奥平幸司, 上野信雄: 真空, **47** (2004) 334.)
- 6) Kazuhiko Mase, Eiichi Kobayashi and Kouji Isari: *Correlation Spectroscopy of Surfaces, Thin Films and Nanostructures*, Eds. J. Barakdar and J. Kirschner (WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2004.) Chap. 16, pp. 213-232.
- 7) K. Grzelakowski, K. L. Man and M. S. Altman: Rev. Sci. Instrum., **72** (2001) 3362.
- 8) J. S. Risley: Rev. Sci. Instrum., **43** (1972) 95.
- 9) 間瀬一彦, 小林英一, 特許出願中, 特願2004-120336.