マイクロコンピュータのオージェ分析への応用*

飯田 修**・上田 一之***・橋本初次郎***

(昭和55年4月15日受理)

An Application of Micro-Computer to Auger Analysis

Osamu IIDA, Kazuyuki UEDA and Hatsjio HAHIMTO

(Department of Applied Physics, Osaka Univ., Suita, Osaka)

(Received April 15, 1980)

A personal computer is applied to Auger analysis by means of an energy analyser with 3-grid LEED-AES system in order to get a rapid scanning. The personal computer adopted here is PET 2001-8 (Commodore) which has a CPU of R6502 and 8K bite RAM. Signal from a lock-in-amp. against a step-like retarding potential was digitized by A/D converter or V/F converter in a certain sampling time. A software and hardware are shortly described. A quality of Auger spectra depends on a time constant of lock-in-amp., sampling time, the number of a moving average and so on. An example of an application of this system to an evaporating process of Ti/SUS304 is shown.

1. ま え が き

現在、表面物性研究に用いられる測定方法は数多く開発されている。一つの物質について研究するとき、種類のみの測定手段では十分な情報が得られないことが多い。このようなとき、同一の試料に対して複数の測定手段を用いる、いわゆる combined-techniqueが必要となる¹⁾。combined-technique を in-situ で用いるとき問題となるのは、必然的に測定時間が長くなるので、せっかく清浄化された表面が残留ガスによって汚染されることと、試料によっては長時間のプロープの入射により損傷をうけることである。これらを防ぐためには、試料を 10^{-11} Torr 以下の極高真空中に保つと同時に、測定時間を極力短くする必要がある。

われわれが現在使用中の装置は、LEED-AES、質量分析計、仕事関数測定器や水晶膜厚計等を備えており、今後 RHEED, ELS の装置を組込むことになっている、これらの装置をすべて動作させ、極高真空中において、combined-techniqueを用いて表面研究を行うとき、これらのシステム化と高速化が必要となり、コンピュータ制御の

導入が不可欠となる²⁾。最近はマイクロコンピュータの低廉化にともない、実験室単位で比較的容易にコンピュータを導入できる事情にある。われわれは、マイクロコンピュータによる表面物性測定のシステム化と高速化の第一歩として、オージェ電子分光法 (AES) へのマイクロコンピュータの応用を試みた。測定の高速化に関しては、ある程度の成果が得られたので報告する。

2. システムの構成

現在使用中の LEED-AES は自家製の3枚グリッド型である。この種のものはオージェ分析の際、二次電子増倍管を使用しないので、ガス導入等の雰囲気の変化に対しても感度が安定であること、LEED による表面構造解析が同時に可能であるなどの利点がある。しかし、シリンドリカルミラーアナライザー (CMA) に比して、S/N 比と測定速度の点で著しく劣る。これらの欠点を補うためにマイクロコンピュータを導入する。

よく知られているように、減速電位型分析器によるオージェ分析では、第2グリッド (4枚グリッド型では第2と第3グリッド) に減速電位をかけ、試料から反射してくる電子に対して、ハイパスフィルターを構成する。グリッドを通過した電子はコレクタに集められ、減速電位に対するコレクタ電流の一次微分からエネルギー分布 N

*昭和55年4月2日 第27回応用物理学関係連合講演会で一部発表

**現在 川崎製鉄株式会社勤務

***大阪大学工学部応用物理 (吹田市山田上)

(E), 二次微分からオージェスペクトル $dN(E)/dE$ を得る。微分を行うために、通常、減速電位に微小交流電圧を重畳し、lock-in-amp. を用いて行う。オージェスペクトルは、減速電位の走査電圧に対して、lock-in-amp. の出力電圧を X-Y レコーダにかかせて得られる。

このような減速電位型 AES システムでマイクロコンピュータを導入できる場所は、減速電位の走査と lock-in-amp. 出力データのサンプリング部分である。このほかにも、lock-in-amp. のレンジ操作などはインテリジェントタイプのものを使用すれば可能である。サンプリングしたデータからスペクトルを得るには、アナログの X-Y レコーダの代りに、インテリジェントタイプの X-Y プロッターを用いて、マイクロコンピュータ制御で行う。

2.1 システムのハードウェア

AES 測定システムのブロックダイアグラムを Fig. 1 に示す。使用したマイクロコンピュータは、Commodore 社の PET 2001-8 型である⁹⁾。CPU は R6502 を用いており、内蔵されている RRM は 8K バイト、付属周辺装置として 40×25 ドットの CRT ディスプレイおよび 500 ボーの転送速度を有するオーディオカセットレコーダー（補助メモリ）を備えている。ただしオリジナルの 2001-8 型 ROM は、DISK-BASIC のものと交換している。

オージェ分析用の減速電位は、CPU から出されるデジタルデータを D-A コンバータを用いてアナログに変換し、それをパワーアンプで増幅すると得られる。従って D-A コンバータに送るデータを制御することによって、減速電位の走査制御が対話形式で可能である。注意

すべきことは、D-A コンバータを用いているので減速電位はディスクリット（ステップ状）に変化する。このステップの電圧変化が大きすぎると連続的なオージェスペクトルが得られないので、ステップ間隔を最大 0.8V にした。この場合、10 ビットの D-A コンバータを使用しているから、走査は 819V の範囲に限定される。走査範囲を広げてしかもステップ間隔を小さくするには、ビット数の多い D-A コンバータを使用するとよい。

データのサンプリングは lock-in-amp. の出力を A-D 変換し、それを CPU を介して RAM に納めることによって行われる。A-D 変換には、順次比較型の A-D コンバータ (AD571JD, 10 bit 変換時間 $25\mu s$) を用いる方法と、V-F コンバータ (AD537JD, 入力 $\pm 10V$, 0.01-100 kHz) を用いて lock-in-amp. の出力をいったんパルスに変換して計数する二つの方法を試みた。特に V-F コンバータを使用すると、積分効果による S/N 比の改善が期待される⁴⁾。

これらの各部分を連結するインターフェイスの製作において A-D コンバータ方式のものはディスクリット素子を用い、V-F コンバータ方式のものは R6500 ファミリーの I/O 専用 LSI である R 6522 を用いた^{5,6)}。専用の LSI を使用するとインターフェイスは容易になる。しかし、CPU を変更したい場合（特に R/W タイミングの異なる 68 系から 80 系への変更）にはディスクリット素子で作っておくと変更が容易である。

Fig. 1 Block diagram of the Auger analysis system using micro-computer. Composing of PET 2001-8, X-Y plotter (WX-4671) and interfaces.

Fig. 2 Flow charts for Auger analysis using micro-computer. They show only main routines. a) for A/D conversion mode b) for V/F conversion mode.

2.2 AES 測定ソフトウェア

上記のシステムを用いたAES測定のフローチャートを Fig. 2 に示す。対話形式で初期値と条件を入力した後測定を開始すると、まず減速電位が希望した値にセットされ、その電位における lock-in-amp. の出力が A-D 変換され、CPU を介して RAM に納められる。ここで、A-Dコンバータ方式なら、同一電位において一定回数サンプリングを行い、その平均値をとってその電位における lock-in-amp. の出力値とする。V-F 方式なら、一定の計数時間だけカウンターのゲートを開いてパルスを計数し、その電位における出力値とする。サンプリングが終ると減速電位は次の値にステップアップされ、その電位における lock-in-amp. の出力が再びサンプリングされる。この一連の動作をはじめに入力で指定された上限電位まで実行して測定を終了する。時間的なドリフトなどを軽減するには、走査を多数回行いその平均をとることも可能である。このようにして RAM に収納された測定データは、メモリ容量が小さいので一回の測定ごとにカセットテープに移され、必要に応じて X-Y プロッタや CRT ディスプレイに出力することができる。

これら一連のAES測定用のプログラムは、フローチャートに示した計測のメインルーチンの部分を機械語で作成し、他の初期値入力の部分や X-Y プロットのルーチンなどは BASIC で作成し、両者をリンクして使用している。これは BASIC はインタプリタ言語で実行速度が遅く、繰返しの多い計測部分に用いると、測定の高速度という目的を満足できないからである。フローチャートに示した 1 ループを、機械語および BASIC を用いて実

Fig. 3 An example of Auger spectra measured by microcomputer system. They were measured by V/F conversion mode. Noises are decreased according with increase of gate time in a pulse counting.

Table 1 Execution time of 1-loop shown in Fig. 3 (Sampling numbers at 1-loop were 50 in the case of A/D conversion)

I/O	Language	Access time of 1-step
A/D	machine lang.	43 ms
	Basic	4000 ms
V/F	machine lang.	1 ms + Gate time
	Basic	250 ms + "

行させた時に要する時間を参考のため Table 1 に示す。

2.3 システムの特長

上にのべたように減速電位の制御、データのサンプリングをマイクロコンピュータを用いて行うことにより次のようなことが可能となった。

- 1) 走査速度、走査回数が自由に設定でき、また飛び越し走査を自動的に行うことも可能である。すなわち測定したいオージェピークを選択的に走査することができる。
- 2) 測定されたデータは、デジタル値として記録されているので、データの後処理を容易に行うことができる。例えば、X, Y のスケールを任意に変えてオージェスペクトルを何回でもかかせることができる。移動平均操作などの処理をほどこしてカーブスムージングを行うことができる。さらに定量測定を行うときに必要なバックグラウンドの消去も行うことができる。

本システムでは、測定の上限電圧、サンプリング回数、ゲートタイム、走査回数などの条件設定をすべてソフトウェアで行っており、測定対象に応じて最適の条件を容易に定めることができる。さらにシステム全体を通じてソフトウェアに依存する部分が多いため、各実験に都合のよいシステムをソフトウェアによって製作することが可能である。

3. 測定例

本システムの性能評価をかねてオージェスペクトルの測定結果とその処理についてのべる。

Fig. 3 は V-F コンバータ方式を用いたシステムによる測定で、ゲートタイムによる S/N 比改善の効果を見ている。Lock-in-amp. の時定数を小さくして、悪い条件下で測定しているが、ゲートタイムの増加と共にランダムノイズは軽減され、スペクトルの質が向上していることがわかる。このシステムでは、lock-in-amp. の時定数は 1 ステップあたりの測定時間より短かくした方がオー

ェピークのなまりが少なく分解能のよいスペクトルが得られる。しかし、lock-in-amp.の時定数によるノイズ軽減の効果は大きいので、ある程度のピークのなまりを容認できる場合は、1ステップあたりの測定時間より大きいめの時定数にセットの方がS/N比と測定速度の点で有利である。この事情をFig. 4に示している。Lock-in-amp.の時定数と1ステップの測定時間が同じときのピークの高さを基準にして、時定数を3倍に選んだとき8%、10倍のとき約25%ピーク値になまりを生ずる。定量性の精度などを考慮して3倍程度の時定数を用いると良好な結果が得られる。

このように、lock-in-amp.の時定数あるいはゲートタイム、およびサンプリングの積算回数によってS/N比の改善を計ろうとすると、測定速度が犠牲になる。従って、測定速度とS/N比のどちらに重点を置くかによってこれらの設定値が異ってくる。

次に測定速度に主眼をおいた例を他のアナログ方式と比較してFig. 5に示す。測定条件は、いずれも、加速電圧2kV、モジュレーション振幅5V_{pp}であるが、ビーム電流はシリンドリカルミラー型の場合が15μAと減速電位の約2倍大きい。試料は同一のものではない。上の2本のスペクトルはそれぞれ、V-Fコンバータ方式を用いてゲートタイム10msと50msで測定している。1ステップが0.8Vで800Vの範囲を走査しており、測定時間はそれぞれ、11秒と51秒である。下に示した2本のスペクトルは、従来のアナログ方式で測定したものである。(a)はデジタル方式に使用した3枚グリッドLEED-AES装置によるもので、(b)はVarian社製のCMAによるものである。デジタル方式によるスペクトルはビーム電流を考慮してもCMAにはS/N比の点で劣っているが、測定時間では、LEED-AESが480秒、CMAが270秒を要し

ているので測定速度の向上という意味では良い結果を得ている。しかも、次にのべるカーブスムージングによってS/N比は一層改善される。

Fig. 6にデータの後処理の例として単純移動平均を行った結果を示す。オリジナルデータはA-Dコンバータ方式でサンプリング回数を少くして測定したのでS/N比は悪いが移動平均回数と共にS/N比が改善されているのがわかる。サンプルはモリブデンの汚染面である。

Fig. 5 A comparison of digital treatment of a fast AES to two kinds of analog treatment. Samples are flashed molibdenum surfaces. $E_p = 2$ keV, 8 μ A (15 μ A for CMA) and 5V_{pp}.

Fig. 4 Effect of a time constant of lock-in-amp. Noises are decreased with increasing a time constant, while Auger peaks are tailed for longer time constant.

Fig. 6 Curve smoothing treatments due to simple moving averages.

Fig. 7 に本システムを蒸着実験のモニターに使用した例を示す。ステンレス鋼の上にチタンを蒸着しているが⁸⁾、このような蒸着過程を AES でモニターする場合、測定回数が多くなり実験に長時間を要した。しかし本システムを用いることにより、1 回の AES 測定時間は約 1/10 に、全体では約半分に短縮された。データ転送をカセットテープの代りにフロッピーディスクに代えると実験の所要時間は 1/5 程度に短縮され得る。

4. 今後の問題点

本システムは試作段階にあり、種々の改良すべき点を残している。

現在測定中のモニターとして、CRT ディスプレイおよびシンクロスコープを用いているがモニター機能とし

Fig. 7 An example of application the micro-computer system to an evaporation process. In this experiment Ti is evaporated on the preheated stainless steel SUS 304. $E_p = 2 \text{ keV}$, $I_s = 8 \mu\text{A}$, $13 V_{pp}$, $\tau = 100 \text{ ms}$, 0.48 V/step . It took 27 s for one spectrum and the number of moving average was 4.

ては不十分であり、オーギュースペクトルを CRT 上にかかせてモニターするには、少なくとも 256×256 ドットのグラフィック機能は必要であり、目下 V-RAM 方式を用いたモニターを検討中である。

次に、メモリーの増設も必要だが、補助メモリーとしてのカセットの転送速度が遅いのが欠点である。これはオーディオカセットの代りにデジタルカセットかフロッピーディスクを導入することで容易に解決される。特にフロッピーディスクは測定システムにとって不可欠であるので、新しいシステムを設計する場合これを導入することを前提とする方が望ましい。

Fig. 4 と Fig. 5 のスペクトルには、D-A コンバータの下位ビットから上位ビットへの桁上げのときグリッチが入り、これがノイズとなって現われている。これはサンプルホールド回路によって改善すべきであるが、Fig. 7 にはソフト的に改良した例を示している。

5. あとがき

本システムは最初にのべたように、複合化装置のシステム化の第一歩として製作したものであり、現在はアナログマルチプレクサーを用いて、異った装置からのデータ集収システムを製作中である。

周辺装置も比較的よくそろった、はん用性のあるパーソナルコンピュータを用いることによって、安価に実験の能率化が計れるだけでなく、従来の測定では得られなかった新しい知見を得る可能性もあり、このような試みの意義は大きいと思われる。

本システムの製作にあたり有益な助言をいただいた阪大工の内田照雄博士、大阪電通大の生田孝助教授に感謝したい。

〔文 献〕

- 1) 恩地勝：応用物理 48 (1979) 477
- 2) 中西繁光，堀口哲男：昭和54年度第2回真空協会関西支部研究会資料
- 3) コモドル社：PET ユーザーズ マニュアル (1979)
- 4) 生田孝：私信
- 5) インターナショナル社：R6500 ファミリーハードウェアマニュアル (1979)
- 6) 平松啓二，斉藤剛：マイコンのインターフェイス (オーム社，1979)
- 7) モステクノロジー社，水島敏雄訳：CPU 6500 マイクロコンピュータファミリープログラミング マニュアル (1978) 耕文社
- 8) 上田一之，井上和之，石田正：1980年 第27回 応用物理学会 4PC8