オージェ電子利得の絶対測定 ——スペクトルと真空系——

後藤 敬典*・榊原 伸義*・磯兼 雄一郎*・境 悠治**

(受付1991年11月18日, 掲載決定1992年1月11日)

Measurements of Absolute Auger Electron Yield ——Spectra and Vacuum System——

Keisuke GOTO*, Nobuyoshi SAKAKIBARA*,
Yuichiro ISOGANE* and Yuji SAKAI**

(*Nagoya Institute of Technology, Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya 466)

(**JEOL, Musashino 3-1-2, Akishima, Tokyo 196)

(Received November 18, 1991, Accepted January 11, 1992)

1. はじめに

この研究はオージェ電子分光法の定量化の向上のために VAMAS-SCA Japan (VAMAS の表面化学分析部門, 日本) の詳細な検討結果¹⁾に基づいて行っている。この研究はオージェ電子分光における考えられる誤差となる要因を根本的に取除いてオージェ電子利得の絶対測定が可能な分析器を作り, これより得られる標準スペクトルを研究者に提供するところにその目的がある。分析器としてはその機構が理論的に細部に至るまで解明されており, またオージェ電子の捕集効率とエネルギー分解能のよさの両方を併せ持っている同心円筒型エネルギー分析器(CMA)を選び本来の性能を示すように設計した^{2,3)}。なおこのCMAのデザインについては我々のものとはほぼ類似の発想によりほぼ同一の結果が既に発表されている⁴⁾が, どのようなスペクトルが得られているかについてはわからない。本研究のCMAには高い機械的精度(総合的に50- μ m)が要求されるので真空槽の焼出し温度は150°Cに抑えられる。一方試料表面を清浄に保つには 10^{-8} Pa 領域かそれ以下の UHV が必要である。このためには低温で長時間の焼出しが不可欠であり, これを

可能にするために特製のソーブションポンプも開発した。

2. 実 験

2.1 装置

製作した実験装置を図式的に Fig. 1 に示す。この VAMAS-Type CMA は本来無限長の二重円筒間に形成される対数的電位分布を実用的な長さに納めるためにその両端のギャップ(終端)の位置を調整することにより

Fig. 1 Schematic experimental set up of the VAMAS-Type CMA.

* 名古屋工業大学 (〒466 名古屋市昭和区御器所町)

** 日本電子株式会社 (〒196 東京都昭島市武蔵野 3-1-2)

Fig. 2 Elastically reflected primary electrons. For the discrepancy of the energy, see text.

分析空間にて0.1%の誤差となるように最適設計がなされた。分析空間の残留磁場は真空槽の内と外側に置かれた2重の厚さ1-mmのミューメタルにより磁気シールドされている。電子銃もミューメタルで被われている。大きな電流が流れる電子銃とイオンガンのヒータとフィラメントへの配線はそれぞれ同軸ケーブルおよび4重極配置³⁾として外部への磁場の洩れを小さくしている。ビス・ナットの部品に至るまで残留磁気を点検し消磁器にて消磁した。このようにして分析空間にて1-mG以下の残留磁場とすることができた。

CMAへの入射角は最も一般的な $42.3^\circ \pm 6^\circ$ を採用した。なおCMAの内・外円筒および電子線が当たりそうなところは、メッシュ部を除いて、すべてアクアダグ塗布、煤付、あるいは両者を併用して散乱電子を吸収しその効果が小さくなるようにした。

試料はエアロックにより出入れし、図の中央部の試料ホルダーに受渡しされる。この後試料は同軸型イオンガンの中央を通り抜けて測定位置まで持上げられる。イオンガンは簡単なかご状のグリッドの周りにリング状のタングステンを配したもののだがBAゲージとはほぼ同一の感度がある。図には示していないが試料から放出された2次電子は2次電子コレクターにて捕集されCMAへ入射する分を補償した後試料電流に加算され、1次電子流の推定値を与える。この値をもとに1次電子流の安定化を行うが未だこゝまで至っていない。

ファラデーカップで捕集された電子は特製のアダプタを通してエレクトロメータで直接検出されアナログ出力あるいはGP-IBを通してデジタルとして出力される。

2.2 スペクトル

加速電圧1400 Vの反射電子のスペクトルをFig. 2に示す。このスペクトルをFWHMにてエネルギー分解能を求めてみると約0.4%である。この値は同種のCMAの典型値(0.6%)より既に秀れているが理論的に可能

Fig. 3 Energy distribution from silver, for the primary energy 1500-eV and the currents ~ 10 -nA.

な0.25%には達していない。更に実際の1次電子エネルギーは1400-eVであるが図では1426-eVに位置している。これらの原因として、現在使用中のTV用の電子銃の焦点が絞り込めない($\sim \phi 0.2$ -mm)こと、CMAの入・出射口に張ってあるメッシュ(線幅50- μ m, 25メッシュ)が粗いことの2点が考えられる。このCMAが本来の分解能を示すには1次電子のビーム径は試料上で50- μ m, またメッシュについては最低100メッシュが必要ことがわかってきた。

銀について得られたエネルギースペクトルをFig. 3に示す。1次電子流の安定化を行っていないので特性はかなり揺らいでいるが大きなスペクトルは認められる。特に350-eVあたりの2連オージェピークはきれいに分離されておりこのCMAの特性がわかる。真の2次電子は“0”eVから立ち上っており、またいくつかの構造が認められる。反射電子のエネルギーより高い側にわずかな(反射電子の1%以下)分布が見られるがこれは反射電子が金メッキされたまゝのメッシュ枠に衝突しそこで散乱したものがファラデーカップに入射したもので常に見られる。これはメッシュ部分もアクアダグなどの炭素塗布を施すことにより半分以下に減らすことができよう。全体に下向きのパルス状の雑音はエレクトロメータの入力部のMOSFET中で発生する α -線によるもので避け得ないがコンピュータで除去できるようである。なお1次電子流は酸化物陰極を劣化させてしまい予定の1- μ Aの百分の1しか得られていないが、本来の1- μ Aが得られればスペクトルの雑音特性は約10倍改善されるはずである。

銀とはほぼ同一条件(試料ホルダーにはそれぞれ $\phi 1$ -mmの銀、銅、金が埋め込まれている)にて銅と金について得られたスペクトルをFig. 4に示す。スペクトルの大きさや形などに差異が見られるが未だ議論の段階で

Fig. 4 Energy distribution from Cu (left) and Au (right).

はない。

2.3 真空系

清浄な UHV を得るには通常高温による焼出しが必須である。特に最初の排気時および大気導入後の排気にはこれを欠かせない。しかしながら本 CMA は機械的精度を維持するために焼出し温度を 150°C に抑えてある。従って焼出し時には真空内の CMA に設けられている白金線の温度モニターにより常に温度を監視しながら長時間 (最低 3 日間) の焼出しを行っている。焼出しは部分的な焼出しが必要なとき以外は真空槽の上部と下部に設けたタングステン線を通電加熱 (全体で 150-W 以下) して行っている。このとき系全体の保温の為に二重のガラス繊維 (いわゆる消防士の服) で金属バルブ、ガス導入系、エアロックなども含めて全体を緩く包んでいる。

焼出し時の排気には最初 2 台のソーブションポンプ (日電アネルパ製と自作, Fig. 5) を、その後平常時の排気に備えて 50 l/s のターボ分子ポンプ (大阪真空製) と Fig. 5 のソーブションポンプを組合せて使っている。ターボ分子ポンプなどの電力を要するものは停電や故障することを常に考えておかねばならず終夜の無人運転は危険であり単独では使い難い。そこで Fig. 5 に示すようなソーブションポンプを開発した。このポンプは長時間に亘る連続排気が可能なように、冷却部と室温部をつなぐステンレスのパイプを $0.6\sim 0.7\text{-mm}$ の厚さまで削り更に鏡面に研いて、液体窒素の消耗を極力少なくするようにした。このポンプを特製のデュワー (約 3.5 l) に液体窒素を入れて開口部を発泡プラスチックで包んで排気すると、途中での液体窒素の補給なしに、約 80 時間の連続排気を行うことができる。液体窒素がデュワーに存在している間は平衡圧力を示しているが、空になると徐々に圧力が上昇してくる。ソーブションポンプは水素、ヘリウムに対してはほとんど排気能力がないので見かけの真

Fig. 5 Sorption pump that can continuously evacuate for 80-h.

空度は悪いが真空の質は極めて良好であり、残留している水素は真空槽内に高温に加熱されているベーク用のタングステンヒータにより活性化されこれが壁や CMA などに付着している汚れと反応して水や炭化水素となり排気される可能性も考えられる。なおターボ分子ポンプで排気するときもソーブションポンプを併用すると真空度は改善される。

焼出し後はメタルバルブを閉じ 4 台のスパッタイオンポンプ (バリアン社製, 8 l/s , 磁気シールド付) と非蒸発ゲッターポンプ (Sorb-AC 50 D) で排気し、現在 10^{-9} Pa 台に入っている。

3. まとめと謝辞

試作した CMA には、本来の性能を示すまでに、あと電子銃の改造とメッシュの張替の 2 つの問題が残されているがこの作業は近日中に終る。次の段階として標準試料となる物質とその処理法を検討し確立しなければならない。

この研究は VAMAS-SCA Japan の委員による結論を基に科学技術庁の科学技術振興調整費の援助を受けて行なわれており関係各位に謝意を表すと共に、部品加工に御協力いただいた豊栄工業の森部克明氏、名工大の岩船誠氏、ワールドエンジニアリングの梅宮伸夫氏らに、装置について御援助下さった日東工業の丹村郁郎氏にも感謝申し上げます。

【文 献】

- 1) 表面科学分析作業部会報告「オージェ電子分光法の定量化」1989年 3 月。
- 2) 後藤敬典, 岩田弘, 境悠治: 真空, 31 (1988) 906.
- 3) 後藤敬典, 吉田勝治, 境悠治: 真空, 33 (1990) 311.
- 4) D. Varga, Á. Kövér, L. Kövér, and L. Redler: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A238 (1985) 393.