表面構造の形成および その場断層解析用真空装置の試作*

黒河 明**・一村 信吾**・鄭 在 仁***,*****・J. TOTH***

吉原 一紘***・斉藤 芳男****・佐藤 吉博****

(受理1995年1月14日, 掲載決定1995年3月4日)

Instrument for Creating Surface Layer Structure and for
in-situ Layer Observation with Surface Electron Spectroscopic Tomography

Akira KUROKAWA**, Shingo ICHIMURA**, Jae In JEONG***,*****, Joseph TOTH***
Kazuhiro YOSHIHARA***, Yoshio SAITOH**** and Yoshihiro SATOH

** (Electrotechnical Laboratory, Umezono, Tsukuba 305)

*** (National Research Institute for Metals, Sengen, Tsukuba 305)

**** (National Laboratory for High Energy Physics, Tsukuba 305)

(Received January 14, 1995, Accepted March 4, 1995)

1. はじめに

固体表面に原子層レベルで制御しながら結晶構造と組成の定義された結晶を人工的に創製していくことは究極の夢である。そのためには作成膜の評価のための表面分析の進展が欠かせない。近年の表面分析技術は、表面最上層の原子構造の観察や、表面近傍の平均組成の高感度分析を可能にしている。しかし表面最上層から数層にわたって各層ごとの原子の配置を得るといった断層的な解析法は開発されていないのが現状である。

我々は、固体内で励起され放出された電子のエネルギーと角度の分布を測定し解析することで、非破壊的に断層的な情報を得る表面電子分光断層解析法 (Surface Electron Spectroscopic Tomography: SET) を開発するこ

とを目指している。これは電子が表層内を通過して抜け出る際に被る弾性散乱および非弾性散乱現象が、表層に存在する元素やその構造配列に依存することを利用して、表層の原子の組成や配列の分布を決定しようとするものである。

本報告ではこの目的のために試作した装置の概要を示し、また分析器の基本的な性能についての結果を示す。

2. 装置概要

装置の構成要素として必要なものは、試料上の微小面積を励起するための励起源、試料から放出される二次電子の角度情報を各エネルギー毎に捕集する分析器、長時間に分析が及んでも試料汚染を引き起こさないための超高真空環境、また各層ごとの原子の分布と組成が定義された層構造を持つ結晶試料を作成する方法である。

Fig. 1 に装置の概要を示す。全体は XHV 仕様のチャンバー内に納められている。層構造を持つ試料を作成するために MBE によるその場薄膜作成を行える仕様となっている。また断層解析用の分光器として半球型角度分解エネルギー分析器を用いている。この分光器は成膜中

* 平成6年10月27日 第35回真空に関する連合講演会で講演 (27Ap-4)

** 電子技術総合研究所 (〒305 つくば市梅園 1-1-4)

*** 金属材料技術研究所 (〒305 つくば市千現 1-2-1)

**** 高エネルギー物理学研究所 (〒305 つくば市大穂 1-1)

***** On leave from Research Institute of Industrial Science & Technology (RIST), Phoang 790-330, Korea

Fig. 1 Schematic illustration of experimental setup.

は移動できるようになっている。

3. 真空装置の制作と基本特性

チャンバーは $\phi 500 \times 500$ のSUS316L製である。表面積が大きい内壁面の表面荒さ低減をねらって、溶接加工後電解複合研磨を前処理として施した。さらに壁面吸蔵ガスの脱処理として高温脱ガス用二重真空大型排気炉（高エネ研）¹⁾でブリベークを行った。ブリベークの方式はチャンバーを脱脂後全体を真空炉に置いて加熱しさらにチャンバー内部を炉とは独立に排気するものである。急激な温度の上昇下降によるフランジのひずみをさけ加工精度を維持するため、チャンバー温度は毎時50度以下で上昇下降するようにヒータ制御を行った。ベークは450°Cで72時間行い、ベーク中の真空度はチャンバー外部で 10^{-6} Pa、チャンバー内部で 10^{-7} Paであった。これによってチャンバー単体ではXHV仕様に耐えるものとなっている。

排気系はMBE源からのアウトガスを考慮して系外へ排気する開放型で、ターボ分子ポンプ2基（1500 L/S, 150 L/S）をタンデムに接続して用いている。超高真空以上での残留ガスの主成分が水素であることからこれを排気するために初段の水素圧縮率が 10^5 以上のものを使用した。

Fig. 2 Typical pump-down curve for the outgassed vacuum chamber.

Fig. 3 Cross sectional view of spherical analyzer. R: retarding grids, I: inner hemispherical mesh, O and F: outer grids, C: potential correction rings, M: micro channel plate, P: phosphorous screen, K: grids for hi-pass filter, H: magnetic shield, V: CCD camera, S: sample.

ベーク時の典型的な排気特性をFig. 2に示す。各種分析器（二次元分光器、電子銃、RHEED電子銃、マニピュレータ等）を内蔵しているためベーク温度は150°Cと低めに設定した。この条件でも装置の真空度は定常値で 2×10^{-8} Paを維持できた。この値はターボ分子ポンプ単体の到達真空度（カタログ値）と一致している。より低い圧力にするため、チタンサブリメーションポンプの増設を予定している。

Fig. 3に分光器の概要を示す。これは球面鏡型分析器

Fig. 4 Resolution according to the electron energy with constant resolution mode.

(島津：SAREES)を基本としている。試料面から放出される二次電子のうち特定のエネルギーのものが出力アパーチャーに集光されるが試料面からの電子放出角度は保存されたままアパーチャーを抜ける特性を持つ²⁾。検出器は蛍光スクリーンつきマイクロチャンネルプレート(有効径 $\phi 105$)でありスクリーンの二次元画像からそのエネルギーの二次電子の角度分布が得られる。検出角度範囲は ± 60 度である。画像はCCDカメラで取り込まれ画像処理によって輝度から二次電子強度に変換する。またビデオにも録画保存される。

分析器の構造材料はすべて非磁性材料でありアルミニウム合金と消磁後選別したネジで構成される。各構成部品は組立て前に真空炉内で 250°C のブリベーク処理を行っている。

励起源はマイクロオージェ用の電子銃(JEOL: AP-7100EOS)であり層構造解析用線源・二次電子像観測用線源として数百 eV から 25 keV の電子線を供給する。電子線はアナライザーの内部を貫通しサンプルに垂直に分析点に入射する。

角度分解測定を広い範囲のエネルギーに対して定量的に測定するためには分析点と分光器内での残留磁場を低く抑える必要がある。そのため磁気シールドはチャンパー内壁部(パーマロイ 1 mm 厚)および分光器部(同 1.5 mm 厚)の二重構造とした。またもっとも大きな磁場発生源となりうる電子銃の対物レンズやイオンポンプには、シールド対策を別途施した。その結果チャンパー内壁に設置したシールドのみで、分析点での残留磁場は 20 mG まで減少した。分光器内部はこれよりさらに低い残留磁場であると期待される。

Fig. 4 に分光器単体でのエネルギー分解能の特性結果を示す。これは RHEED 用電子銃を用いてエネルギー E の電子線による弾性散乱ピークスベクトルを測定し、その半値幅 (dE) から分解能 dE/E を求めたものであ

Fig. 5 Schematic illustration of a pair of retarding grids. R1 and R2 are a pair of retarding grids. Electrons are coming from analysis point and all electrons which pass through R1 can pass through R2.

Fig. 6 Elastic peak spectra with constant pass mode. Primary beam energy was 1560 eV. Pass energy was 100 eV.

る。この実験では阻止電極はすべて接地した。図のように分解能は 700 eV 以上で 1% 得られている。700 eV 以下で分解能の低下がみられるが、これは電子銃の特性によりこのエネルギー領域でビーム径が広がったためと思われる。

SET を行うにはこの分解能では不十分と予想される。そこで分光器の総合的な分解能の向上を目指し、阻止電位印加用の半球状電極を新たに作りつけた。電極材料は通常半球電極を作成するとき用いられる金属メッシュではなく、金属半球を機械加工で穿孔し作成した。これは、すべてのグリッド穴の位置を極角と方位角ともにそろえることで (Fig. 5)、分光器の透過率減少の軽減と、阻止電位印加時のレンズ効果による電子軌道のゆがみの除去をねらっている³⁾。

Fig. 6 にこの球状阻止電極を使用したときの弾性散乱ピークスペクトルを示す。これは分光器の内部グリッドと外部グリッドの間の電位差を一定にし阻止電極間電位を掃引するコンスタントパスモードで測定したものである。このときパスエネルギーは100 eVである。スペクトルの半値全幅より分析器の総合分解能は0.3%となり、分解能の向上が得られた。

4. ま と め

表面電子分光断層解析を行うための装置を試作した。この装置ではマイクロビーム電子線による二次電子の角度分布測定を行うことと、層構造を持つ試料のその場作成を行うことを目的としている。装置の基本特性としての分析器のエネルギー分解能を確認し、設置した阻止電

極により高分解能での測定が行えることを確認した。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり佐藤憲二氏、東伸一氏（日造精密研磨㈱）の両氏には多大なるご助力をいただいた。ここに感謝の意を表します。

〔文 献〕

- 1) 斉藤芳男, 成島勝也, 佐藤吉博, 久松広美, 松田七美尾, 水野 元, 福田茂樹, 竹内保直, 堀越源一: 真空, 33 (1990) 536.
- 2) H. Daimon: Rev. Sci. Instrum. 59 (1988) 45.
- 3) 黒河 明, 一村信吾, 吉原一紘: 平成6年 特願第196110号「高透過率球状電極およびエネルギー分析装置」