

オージェ電子分光測定 of 空間分解能評価

○神野貴昭, 高井章治

名古屋大学全学技術センター工学系支援室分析・物質技術系

概要

加熱型電界放出電子銃を用いたオージェ電子分光測定 of 空間分解能を評価するために、電子線の加速電圧とビーム電流、ビーム径、検出感度の関係を調べた。加速電圧を大きく、ビーム電流を小さくすることにより、ビーム径を小さくできることを確認した。ただし、検出感度はビーム電流値に比例するため、ビーム電流はある程度確保する必要がある。

1. はじめに

オージェ電子分光法 (AES: Auger electron spectroscopy) は、オージェ電子のエネルギーと強度を測定することにより、物質の状態を調べる手法である。オージェ電子は、電子線などによって励起された原子から放出される電子の一種であり、原子の種類によってほぼ決まったエネルギーを持つ。そのため、AES は元素分析法の一つとして近年よく利用されている。

表面元素分析手法には、蛍光エックス線分析法 (XRF)、エネルギー分散型 X 線分光法 (EDX)、X 線光電子分光法 (XPS)、オージェ電子分光法 (AES) などある。AES は、これらの分析法の中でも特に空間分解能が優れている。空間分解能が優れている理由として、ビームに電子線を用いている点と、オージェ電子の物質からの脱出深さが短い点が挙げられる。上に挙げた分析手法は、測定用のビームと検出信号の違いによって分類できる。測定用ビームには、X 線を利用したもの (XRF, XPS) と、電子線を利用したもの (EDX, AES) があり、検出信号は、X 線を利用したもの (XRF, EDX) と、電子線を利用したもの (XPS, AES) がある。一般的に、電子線は、X 線よりもビーム径を小さくすることが容易であるため、電子線をビームとしたものの方が空間分解能は優れている。空間分解能を悪くする主な要因として、入射電子線・X 線が物質中で散乱することにより、検出信号の発生領域が広がることが挙げられる。しかし、オージェ電子の物質からの脱出深さは特性 X 線などに比べ非常に短いために、AES は他の手法よりも原理的には高い空間分解能を有している。

本報告では、AES の空間分解能を評価するために、電子線の加速電圧とビーム電流、ビーム径、検出感度の関係を調べた結果を報告する。

2. 実験

今回の実験で使用する AES 測定装置は、アルバック・ファイ社製の PHI700Xi を用いた。PHI700Xi の電子銃は加熱型電界放出電子銃である。

2.1 ファラデーカップによるビーム電流測定

試料に照射されるビーム電流を測るためには、試料からアースへと流れる電流を測定すればよい。しかし、電流の一部は二次電子や反射電子として、真空中に放射されてしまう。ファラデーカップは二次電子などを逃がさずにビーム電流を測定するための治具である。今回の実験に用いる電子線は、加速電圧を 3,5,10,15,20kV とし、ビーム電流をファラデーカップにより校正し、0.5,1,5,10nA とした。

2.2 特殊ホルダーによるビーム径の測定

電子線のビーム径を評価するために図 1(a)に示す特殊ホルダーを用いた。図 1(b)は特殊ホルダー内部の二次電子像であり、内部のメッシュに電子線が遮られない部分のみ二次電子が観測できる。このメッシュのエッジを高倍率で観察することにより、ビーム径を評価した。

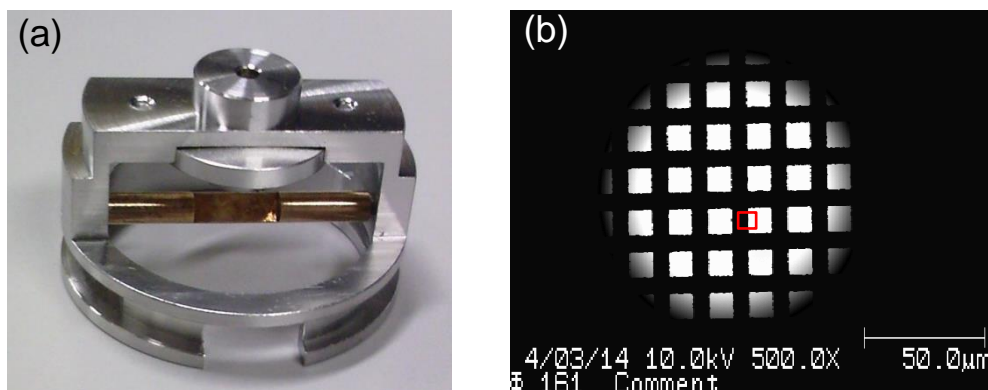


図 1 (a)ビーム径評価用ホルダー

(b)ホルダー内のメッシュ (赤色の四角はビーム径測定時の観察領域のイメージ)

図 2(a)にビーム電流 $I_b=10\text{nA}$ の条件で、メッシュのエッジを横切るように観察した際の二次電子強度を示す。二次電子強度が 0 であることは電子線がメッシュ部分を照射していることを示しており、1 であることは電子線がメッシュのない部分を照射していることを示している。二次電子強度の 0 から 1 への立ち上がりは、ビーム径が小さいほど鋭くなるので、図 2(a)は加速電圧が大きいほど電子線のビーム径は小さくなることを示している。

ビーム径 ϕ_b を「二次電子強度が 0.2 から 0.8 まで立ち上がる幅」とすると、各条件でのビーム径は図 2(b)のようになる。加速電圧の影響よりも小さな影響であるが、ビーム電流が小さい方がビーム径も小さい傾向がある。

今回のビーム径測定を行い、ビーム径は、Focus および Stigma の調整に対して非常に敏感であることがわかった。実際の AES 測定時のビーム径は、ビーム電流値よりも Focus および Stigma に大きく依存する可能性がある。

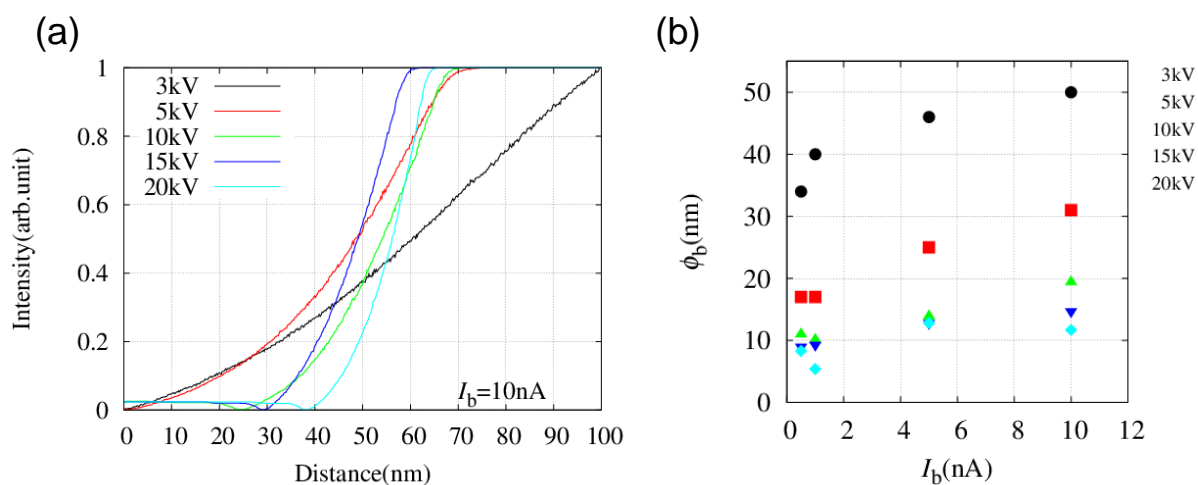


図 2 (a)メッシュのエッジにおける二次電子強度、(b)ビーム径(ϕ_b)の加速電圧・ビーム電流依(I_b)存性

2.3 AES 測定

オージェ電子の検出感度を評価するため、銅板の AES 測定を行った。図 3(a)に電子線加速電圧 10kV で測定したオージェスペクトルを示す。 E_k (検出電子の運動エネルギー)=916eV 付近のピークが銅によるものであり、ビーム電流値が大きいほどピーク強度は大きい。AES 測定のピーク強度を評価する際は、バックグラウンドの影響を小さくするためにオージェスペクトルを微分したものをよく用いる。図 3(b)は図 3(a)のスペクトルを微分したものであり、912eV のピークと 920eV のピークの強度差をピーク強度(peak-peak 強度)とした場合も、ビーム電流値が大きいほどピーク強度は大きいことがわかる。

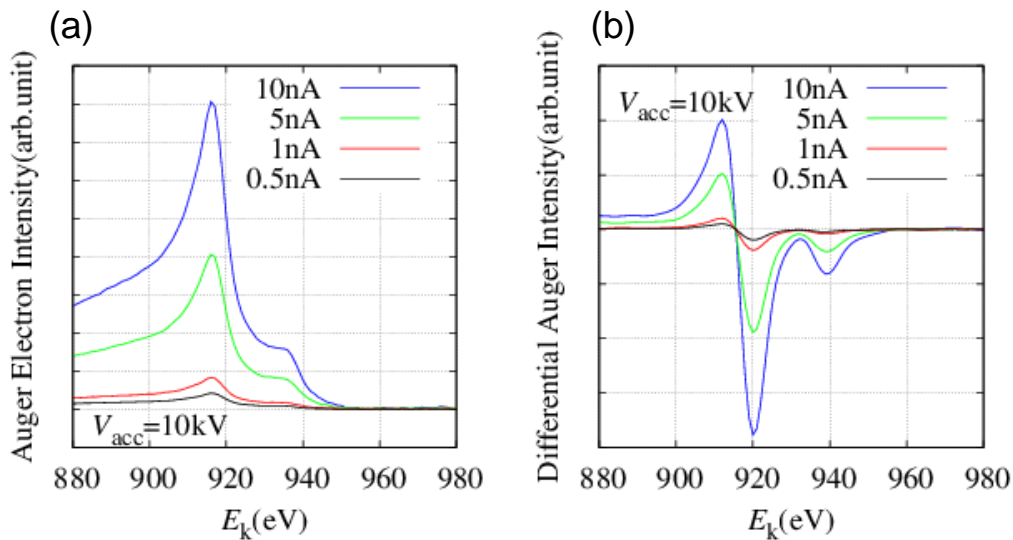


図 3 (a)オージェ電子スペクトル、(b)微分したオージェ電子スペクトルのビーム電流依存性

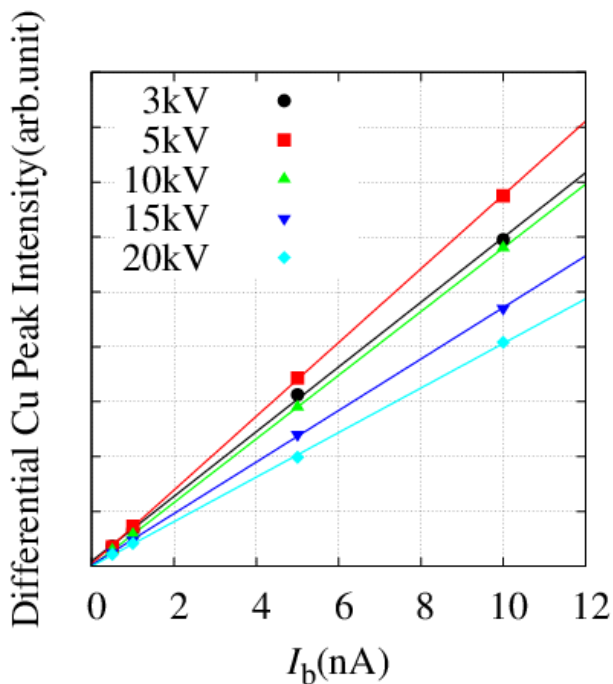


図 4 Peak-Peak 強度のビーム電流(I_b)依存性

図 4 は Peak-Peak 強度の加速電圧・ビーム電流(I_b)依存性を示したものであり、各加速電圧において Peak-Peak 強度は、ビーム電流に比例していることがわかる。比例係数は、加速電圧ごとに異なっており、加速電圧に対して単調に増加するわけではなく、今回測定した中では 5kV のものが最も大きかった。

3. まとめ

AES の空間分解能を評価するために、電子線の加速電圧 V_{acc} 、ビーム電流 I_b 、ビーム径 ϕ_b 、検出感度の関係を調べた。空間分解能の限界を決める ϕ_b は、 V_{acc} が大きいほど小さくなることを確認した。 ϕ_b の I_b 依存性は、 V_{acc} 依存性よりも小さい点と、検出感度が I_b に比例する点から、 I_b はある程度確保しておいた方が良いと考えられる。

当日の発表では、AES のマップ測定と深さ方向測定を行った結果と合わせて報告する予定である。