

話題

装置の状態がオージェスペクトルのエネルギー軸, 強度軸に及ぼす影響
Effects of Vacuum Conditions on Energy and Intensity Scales of Auger Electron Spectra

○加藤 美紀子 名越 正泰
Mikiko Kato Masayasu Nagoshi

鋼管計測 (株) 分析センター 210 川崎市川崎区南渡田町 1-1
Analytical Center, Kokan Keisoku K.K., 1-1 Minamiwatarida, Kawasaki-ku, Kawasaki 210
e-mail : YU1M-KTU@asahi-net.or.jp (加藤), 67767020@people.or.jp (名越)

1. はじめに

オージェ電子スペクトルのエネルギー軸と強度軸の較正法を確立するために, 表面分析研究会材料別幹事会を中心にラウンドロビンテスト (Calibration Procedure Round Robin: CPR) を行った (1996年) [1]。当機関においてはイオンポンプの動作不良を押しつけて測定を実施したが, 他機関と比較して強度軸の再現性が著しく悪い結果となった。我々は, イオンポンプのオーバーホール後十分時間の経過した1997年6月に再度同一の測定を行った。二度の測定結果を比較することにより, 装置の状態 (特に真空不良) がスペクトルのエネルギー軸と強度軸に及ぼす影響を調べた結果を報告する。

2. 実験方法および装置の状態

測定はCPRの測定手順に従って行った [1]。即ち, Au, Ag, Cuについてそれぞれ, [スパッタリング→ワイドスペクトルa→ナロースペクトル→ワイドスペクトルb→試料ホルダーを試料ステージから外す] を1サイクルとしてこれを三回繰り返した。加速電圧は5 kV, 測定面積は $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$, 電流量は $5 \times 10^{-8} \text{A}$ である。

1996年の測定時は, イオンポンプが時折ガスを放出し, 真空度が一時的に 10^{-7}Torr 台まで上昇することがあった。今回の測定は $5 \times 10^{-10} \text{Torr}$ 以下の安定した真空下で測定を行った。以下, 便宜上1996年の測定を「不良時」, 今回の再測定を「良好時」と記す。なお二度の測定の間でチャンネルト

ロンの交換あるいはCMAのクリーニング等を行っていない。

3. エネルギー軸への影響

表1にナロースペクトルから読み取ったオージェピークのエネルギー, およびその平均値と標準偏差を示す。真空不良時と良好時の結果に大きな差は見られないことから, 真空不良はスペクトルのエネルギー軸およびその再現性へ影響を及ぼさないことがわかった。

4. 強度軸への影響

表2に, ワイドスペクトルaをサイクル間で割って得られた「割算スペクトル」の変動量を示す。不良時では, 割算スペクトルの変動量がAuで最大20.5%, Agで最大16.6%と再現性が著しく悪い場合がある。一方, 良好時では, 割算スペクトルの変動量はすべて3.4%以内に収まっている。

表3に, 不良時の各サイクルのワイドスペクトルaを, 良好時の1サイクル目のスペクトルaで割算をしたものの変動量を示す。変動量はすべて10%以上であることから, 二度の測定間でスペクトルの強度軸がかなり違っていると考えられる。特に, Auでは3サイクル目の, Agでは1および3サイクル目の割算スペクトルの変動量が大きい。

図1にAuについて, ワイドスペクトルaの不良時の装置感度曲線と良好時の1サイクル目から得られた装置感度曲線を示した。不良時の装置感度曲線は, 良好時のスペクトルから求めたものよりも, 高エネル

ギー側に極大値を有している。特に割算スペクトルの変動量が大きかった3サイクル目のスペクトルでこの傾向が強い。この結果から、1996年測定時の真空不良はチャンネルトロン増幅効率を低下させており、その結果としてスペクトルの強度軸に影響

を与えていたものと考えられる。

本実験の考察にあたり有益な御助言を賜りましたアルバック・ファイ (株) の田中彰博氏に感謝の意を表します。

参考文献： [1] 小泉ら, 鈴木ら, JSA 3 (3), (1997) 掲載予定

表1 オージェピークのエネルギーおよびその平均値と標準偏差

オージェ遷移		1 st	2 nd	3 rd	平均	標準偏差
Au N67NVVLOW	不良時	66.3	66.3	66.4	66.33	0.058
	良好時	66.2	66.3	66.4	66.30	0.100
Au N67VV HIGH	不良時	68.5	68.7	68.7	68.63	0.115
	良好時	68.5	68.6	68.5	68.53	0.058
Ag M4NN	不良時	354.4	354.4	354.5	354.43	0.058
	良好時	354.2	354.2	354.2	354.20	0.000
Cu L3VV	不良時	916.8	916.8	916.8	916.80	0.000
	良好時	916.4	916.5	916.4	916.43	0.058

表2 ワイドスペクトル a の再現性 (割算スペクトルの変動量：%)

試料		2 nd /1 st	3 rd /1 st	3 rd /2 nd
Au	不良時	1.7	20.5	19.4
	良好時	3.4	1.1	2.8
Ag	不良時	14.0	4.1	16.5
	良好時	2.7	2.5	1.4
Cu	不良時	3.8	4.5	1.9
	良好時	1.7	2.4	1.6

表3 ワイドスペクトル a の不良時と良好時の比* (割算スペクトルの変動量：%)

試料	1 st	2 nd	3 rd
Au	25.8	27.3	42.5
Ag	43.1	29.0	43.1
Cu	11.0	16.3	14.1

* 良好時は1サイクル目のスペクトルaを使用

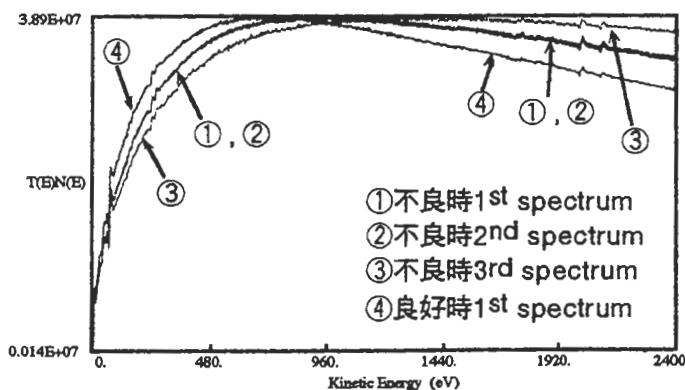


図1 ワイドスペクトル a の不良時と良好時から得られた装置感度曲線