

話題

弾性散乱背面電子による AES エネルギー校正法 : 10-1200eV/15meV (改良した CMA を用いて)

後藤敬典

466-8555 名古屋市昭和区御器町, 名古屋工業大学

Energy Calibration by using elastically backscattered primary Electrons in AES: 10~1200 eV (with improved CMA)

Keisuke Goto

Nagoya Institute of Technology, Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya 466-8555, Japan

A metrological energy calibration in AES has been studied by using elastically backscattered primary electrons with an accuracy of 15meV (σ) for the energy range 10eV through 1200 eV, in which an improved version of our CMA has been used. The electron gun was operated in a constant emission current mode and this mode presented the well defined characteristics of the primary electrons. Thus correction for the relativity, recoil-losses, and the work-functions can be performed. An iteration method was used to obtain a transfer coefficient of the CMA, i.e., self consistent method. It was found the broader primary electron beams can be used in the calibration as well.

オージェ電子分光法に於るエネルギー校正法は計量学的にはまだ確立されていない。Seah¹⁾が XPS より導いてきた値が発表されているが、基準に取ったフェルミ端の値につき不明な点が解決されていない。彼は X 線のエネルギーをそのまま校正値として使っているが、X 線-光電子の変換時のなんらかの補正が必要と思われる。我々は SI で校正法が確立されている電圧 (V) を用いることを試みてきた。この方法では弾性散乱背面電子を計測してそのピーク位置でエネルギーを決定するので、用いる 1 次電子加速電圧とこの熱電子の関係が分かっている必要はない。既に分かっているのは相対論効果²⁾とリコイル損失³⁾であるが、熱電子のエネルギー分布が如何に現れるかは個々の機器によりあるいは使用する条件により異なってくるので一概に決まらない。我々はこの問題につき解決法を実験的に試みたのでここに問題提議する。

CMA で見かけ上計測される弾性散乱電子のエネルギー E_m は真のエネルギー E とし、1 次加速電圧を V_p とすると、

$$E_m = eV_p - 4.24 \times 10^{-7} E^2 - 1.91 \times 10^{-3} E / M + E_{th}(T) + E_{tr}(E) + \Delta\phi \quad (1)$$

で近似できるが、第 1 項は加速エネルギー、第 2 項は相対論効果、第 3 項はリコイルロスで M は試料ターゲットの原子量、第 4 項は試料に入射する 1 次電子の熱電子エネルギー分布のピーク値、第 5 項は CMA と真のエネルギー分布とのコンボリューション効果、第 6 項は 1 次電子源と試料との仕事関数の差である。前 3 項はいずれも計算できる量であるが、後の 3 項はせいぜい 1 eV のオーダーと予測されるが正確には分からない。ただ第 5 項は熱電子のエネルギー分布及びプラズマロスとのコンボリューションによるピークの移動であるが、今回用いた電子銃と CMA の組み合わせでは 1000 eV あたりまでは、PC によるシミュレーションによると、せいぜい 10 meV と見積もられ無視した。残りの 2 項の項にエネルギー依存性がなく一定値で近似できれば式は決定できる。この値は 0.414 eV あたりが適当であることが後の実験からわかる。

E_{th} が一定になるように Fig. 1 に示すような電子銃を試作した。“坊主”型のタングステン陰極 (2100K) からの熱電子は引き出し電極 (陰極に対して 80V) で E_p に関係なく一定条件で電子を引き出す (40~3000V; 4~5%)。 $E_p = 20$ eV の弾性背面散乱 1 次電子のエネルギー分布をウェーネルトのバイアスを変えて観測したのが Fig. 2 であるが、この傾向は他の E_p でも同様であった。図からウェーネルトは一種のバンドパスフィルタでありピークの位置も形も変えてしまうことがわかる。したがって、この分布を実験範囲に亘って一定に保たなければならない。ここでは分布の高さが最大になるような条件を選んだ。

次に相対論効果を試料位置 (z : CMA の軸方向) と検出強度の関係を E_p をパラメータとして求めたのが

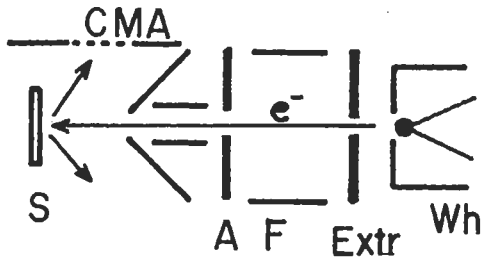


Fig.1. Electron gun used.

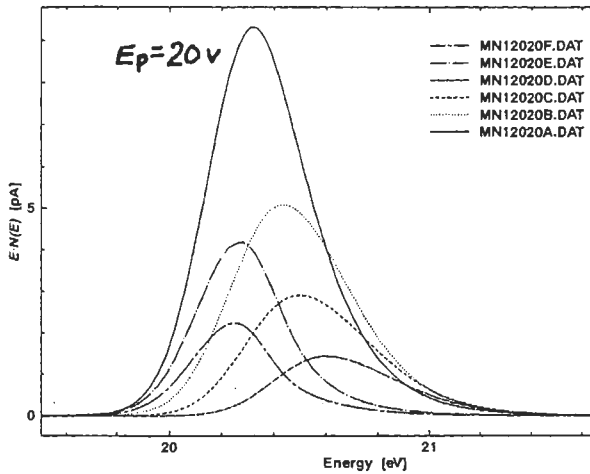


Fig. 2. Energy distribution of backscattered primary electron for the various Wehnelt biases.

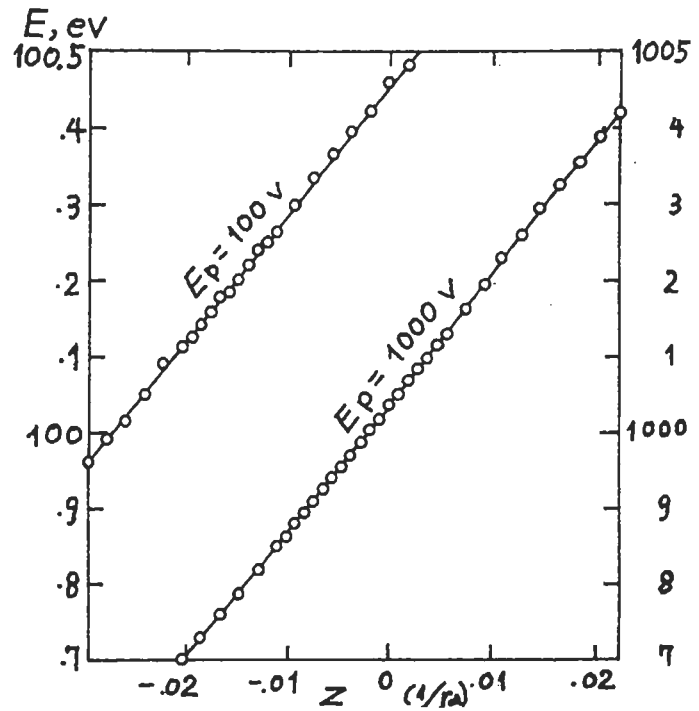


Fig.4. Peak energy vs sample position for E_p 's 100 and 1000eV.

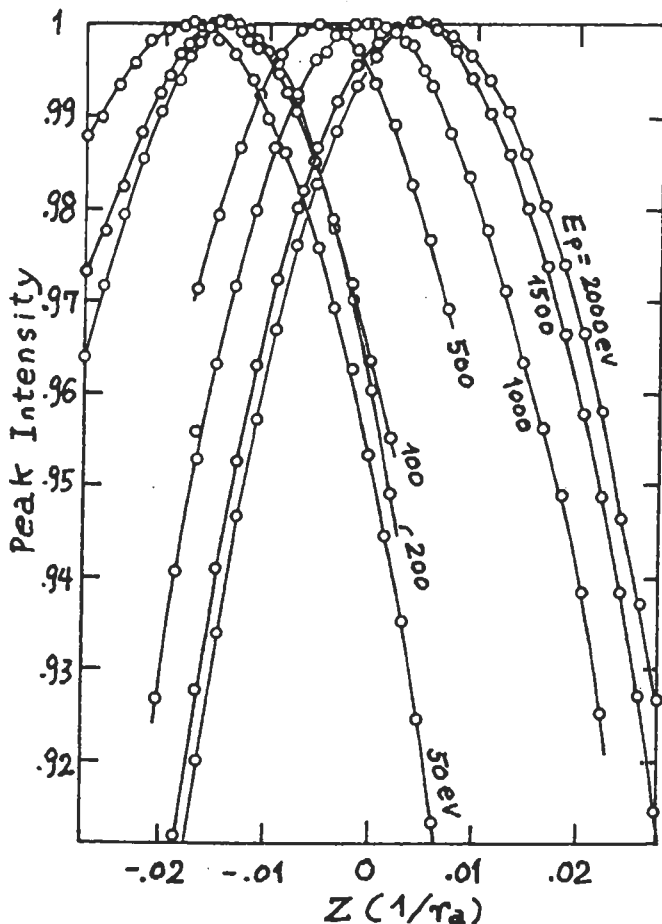


Fig.3. Peak intensity vs sample position for E_p 's; 50-2000eV.

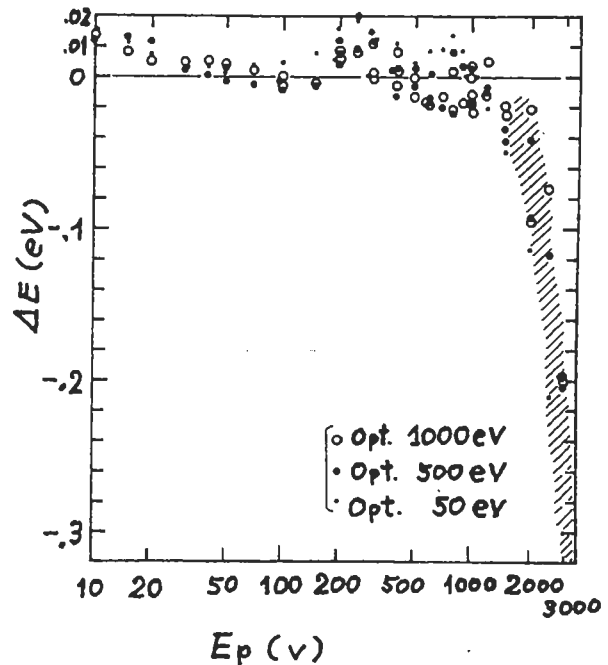


Fig. 5. Calibration results for the optimized sample positions at for E_p 's of 50, 500, and 1000 eV.

Fig. 3であるが、 E_p によりスペクトルの強度の最適値（最大強度）を示す位置が異なるのがわかる。しかしながらこの効果は $E_p=200$ eVあたりで実質的に見られなくなると思われるが、特性はなをまだ変化を続ける。これは1次電子ビームのブロードニングと弾性背面散乱1次電子の放出角度分布を考えると定性的には説明できる。このような特性を示すものに対してもエネルギーの校正が可能かどうか疑問になる。Fig. 3の特性に対してこのときのスペクトルの見かけのエネルギーを位置の関数として、 $E_p=100$ と1000Vについて、示したのがFig. 4である。エネルギーのスケールはそれぞれの E_p について1対10であるが、ほぼ完全な平行線であるように見える（詳しく見ると曲がっている）。 $E_p=20\sim 2000$ Vで計測した38本の特性の平均は $2.302 (\sigma=0.035) \times 10^{-4} r_s^{-1}$ 、 r_s はCMAの内円筒の半径、で校正を行うには十分に直線的で平行である。これがこの「話題」の最も肝要な点である。即ちFig. 3のような特性を示していてもエネルギーには線形性が保たれているということである。

最後に、上の結果を用いてエネルギー軸を校正する。まず、1. 仮に E_p をそのままEとして、例えば $E_p=1000$ Vのとき弾性背面散乱1次電子のピークは1000eVに現れると、CMAの変換係数を決める。2. E_p を十分下げて、例えば50V（相対論、リコイルの効果が無視できる）にてピーク位置を計測すると、50eVより高い地に観測される（例えば50.4eV）。即ち（1）式の定数項は0.4eVとなる。3. この0.4eVを先程の1000eVに加えて1000.4eVに修正し、新しい変換係数を求める。4. この操作を繰り返す。この一連の操作を2, 3回繰り返すと値は収束してきて校正ができる状態になる。このような操作を $E_p=1000$ V, 500V, 50Vの最適位置（Fig. 3）にて校正を試み、式（1）との差を求めたのがFig. 5である。図から10~1200eVの範囲に亘り試料位置によらずに15meV（ σ ）の校正ができることがわかる。エネルギー1500eV以上に対しては実験値の方が低くなるが、これはCMAのエネルギー分解能が0.25%であることを考えると、弾性背面散乱1次電子とプラズマロスとが重なってしまい、低エネルギー側にピークが引きずられてしまう効果である。

結論として、試料位置の最適化は任意の E_p に対して行っても、その位置についてCMAの変換係数を求めてエネルギー軸の校正ができるが、スペクトル強度はそれぞれについて異なってくる。従ってそれぞれの目的に合った試料位置で校正を行うのがいいと思われる。詳細はいずれ報告する。

1. M. P. Seah, I. S. Gilmore, and G. Beamson, Surface Int. Anal. 26, 642 (1998).
2. O. Keski-Rahkonen, J. Electrosc. Relat. Phenom. 13, 113 (1978).
3. H. Boersch, R. Wolter, and H. Schoenebeck, Z. Phys., 199, 124 (1967).