

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-300455

(P2005-300455A)

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005.10.27)

(51) Int. Cl.⁷

GO1N 23/227
HO1J 49/44

F I

GO1N 23/227
HO1J 49/44

テーマコード(参考)

2G001
5C038

審査請求 有 請求項の数 22 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2004-120336 (P2004-120336)
(22) 出願日 平成16年4月15日(2004.4.15)

(71) 出願人 504151365
大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構
茨城県つくば市大穂1番地1
(74) 代理人 100072051
弁理士 杉村 興作
(72) 発明者 間瀬 一彦
茨城県つくば市吾妻2-10-1 819
棟103号
(72) 発明者 小林 英一
茨城県つくば市吾妻3-16-2-203
Fターム(参考) 2G001 AA03 BA09 CA03 DA01 DA02
EA04 GA05 GA09 GA13 JA05
KA01 PA07 PA15 QA01 SA01
SA05 SA10 SA29
5C038 KK08

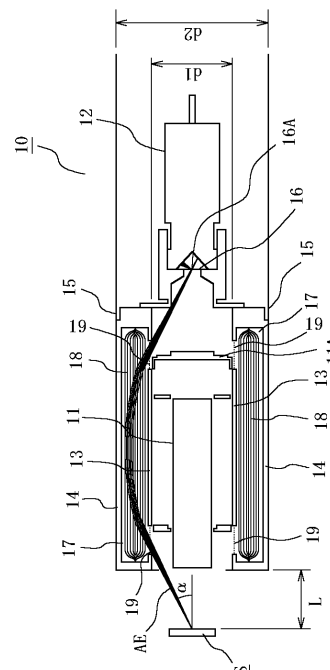
(54) 【発明の名称】 オージェ電子分光器、及びオージェ電子分光法

(57) 【要約】

【課題】 外径70mmのコンフラットフランジに設けられた内径35mmのパイプに対して十分に取り付けることが可能な、特に外径において小型化されたオージェ電子分光器及びこの分光器を用いたオージェ電子分光法を提供する。

【解決手段】 電子銃11から分析すべき試料Sに対して電子線を照射し、試料Sからオージェ電子を放出させる。次いで、前記オージェ電子の内、放出極角が 26 ± 2 度の範囲にあるオージェ電子AEのみを、電子銃11を囲むようにして設けられた内円筒電極13及び外円筒電極14間に導入し、偏向電場により偏向させて分析に供する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

分析すべき試料に対して電子線を照射し、前記試料からオージェ電子を放出させるための電子銃と、

前記電子銃の後方に設けられた、前記オージェ電子を検出するための検出器と、

前記電子銃を囲むようにして設けられ、放出された前記オージェ電子を前記検出器に導入するための偏向電場を形成すべき内円筒電極及び外円筒電極とを具備し、

放出極角が 26 ± 2 度の範囲にある前記オージェ電子のみを前記内円筒電極及び前記外円筒電極間に導入し、前記偏向電場により偏向させて分析に供するようにしたことを特徴とする、オージェ電子分光器。

10

【請求項 2】

前記外円筒電極の外径が 3.2 mm 以下であることを特徴とする、請求項 1 に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 3】

前記内円筒電極の内径が 1.8 mm 以上であることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 4】

前記試料との距離（ワークディスタンス）が 1.2 mm 以上であることを特徴とする、請求項 3 に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 5】

前記内円筒電極の内側の少なくとも一部にメッシュ電極を有し、前記オージェ電子は前記メッシュ電極を介して前記内円筒電極及び前記外円筒電極間に導入されて、前記偏向電場により偏向されることを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれか一に記載のオージェ電子分光器。

20

【請求項 6】

前記電子銃と前記検出器との間にピンホールを有するシールド板を具備し、前記オージェ電子は前記シールド板の前記ピンホールを介して前記検出器に導入されることを特徴とする、請求項 1 ~ 5 のいずれか一に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 7】

分解能が 1 % 以下であることを特徴とする、請求項 6 に記載のオージェ電子分光器。

30

【請求項 8】

前記オージェ電子分光器の、前記試料に対する位置合わせを行うための、傾き調整機構を具備することを特徴とする、請求項 1 ~ 7 のいずれか一に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 9】

前記オージェ電子分光器の、前記試料に対する位置合わせを行うとともに、前記オージェ電子分光器を前記試料に対して直線可動にするための、直線導入器を具備することを特徴とする、請求項 1 ~ 8 のいずれか一に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 10】

前記内円筒電極及び前記外円筒電極の少なくとも一方を、インコネル及びステンレス鋼の少なくとも一方から構成することを特徴とする、請求項 1 ~ 9 のいずれか一に記載のオージェ電子分光器。

40

【請求項 11】

前記検出器は電子増倍管であることを特徴とする、請求項 1 ~ 10 のいずれか一に記載のオージェ電子分光器。

【請求項 12】

電子銃から分析すべき試料に対して電子線を照射し、前記試料からオージェ電子を放出させる工程と、

放出された前記オージェ電子を、前記電子銃を囲むようにして設けられた内円筒電極及び外円筒電極間に導入し、偏向電場を印加することによって、検出器へ向けて偏向させる工程と、

50

前記オージェ電子を前記検出器で検出する工程とを具え、

放出極角が 26 ± 2 度の範囲にある前記オージェ電子のみを前記内円筒電極及び前記外円筒電極間に導入し、前記偏向電場により偏向させて分析に供するようにしたことを特徴とする、オージェ電子分光法。

【請求項 13】

前記外円筒電極の外径を32mm以下に設定することを特徴とする、請求項12に記載のオージェ電子分光法。

【請求項 14】

前記内円筒電極の内径を18mm以上に設定することを特徴とする、請求項12又は13に記載のオージェ電子分光法。

10

【請求項 15】

前記試料との距離（ワークディスタンス）を12mm以上に設定することを特徴とする、請求項14に記載のオージェ電子分光法。

【請求項 16】

前記内円筒電極の内側の少なくとも一部にメッシュ電極を形成し、前記オージェ電子を前記メッシュ電極を介して前記内円筒電極及び前記外円筒電極間に導入し、前記偏向電場により偏向することを特徴とする、請求項12～15のいずれか一に記載のオージェ電子分光法。

【請求項 17】

前記電子銃と前記検出器との間にピンホールを有するシールド板を設け、前記オージェ電子を前記シールド板の、前記ピンホールを介して前記検出器に導入することを特徴とする、請求項12～16のいずれか一に記載のオージェ電子分光法。

20

【請求項 18】

分解能が1%以下であることを特徴とする、請求項17に記載のオージェ電子分光法。

【請求項 19】

傾き調整機構を設け、前記電子銃、前記内円筒電極、前記外円筒電極及び前記検出器を含むオージェ電子分光器の、前記試料に対する位置合わせを行う工程を具えることを特徴とする、請求項12～18のいずれか一に記載のオージェ電子分光法。

【請求項 20】

直線導入器を設け、前記電子銃、前記内円筒電極、前記外円筒電極及び前記検出器を含むオージェ電子分光器の、前記試料に対する位置合わせを行うとともに、前記オージェ電子分光器を前記試料に対して直線可動にする工程を具えることを特徴とする、請求項12～19のいずれか一に記載のオージェ電子分光法。

30

【請求項 21】

前記内円筒電極及び前記外円筒電極の少なくとも一方を、インコネル及びステンレス鋼の少なくとも一方から構成することを特徴とする、請求項12～20のいずれか一に記載のオージェ電子分光法。

【請求項 22】

前記検出器は電子増倍管であることを特徴とする、請求項12～21のいずれか一に記載のオージェ電子分光法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、オージェ電子分光器、及びオージェ電子分光法に関する。

【背景技術】

【0002】

オージェ電子分光法は、表面基礎研究、表面分析手法として広く利用されている。しかしながら、市販のオージェ電子分光器の外径は、通常80mm以上であるため、外径114mm以下のフランジポートしか空いていない超高真空槽には取り付けることができない。特に、試料作製用超高真空槽、走査プローブ顕微鏡装置、学生実験用表面分析装置など

50

の小型装置では、上述したフランジポートの大きさの問題から、市販のオージェ電子分光器を取り付けられない場合が多い。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

本発明は、外径70mmのコンフラットフランジに設けられた内径35mmのパイプに対して十分にに取り付けることが可能な、特に外径において小型化されたオージェ電子分光器及びこの分光器を用いたオージェ電子分光法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0004】

上記目的を達成すべく、本発明は、

分析すべき試料に対して電子線を照射し、前記試料からオージェ電子を放出させるための電子銃と、

前記電子銃の後方に設けられた、前記オージェ電子を検出するための検出器と、

前記電子銃を囲むようにして設けられ、放出された前記オージェ電子を前記検出器に導入するための偏向電場を形成すべき内円筒電極及び外円筒電極とを具備、

放出極角が 26 ± 2 度の範囲にある前記オージェ電子のみを前記内円筒電極及び前記外円筒電極間に導入し、前記偏向電場により偏向させて分析に供するようにしたことを特徴とする、オージェ電子分光器に関する。

【0005】

また、本発明は、

電子銃から分析すべき試料に対して電子線を照射し、前記試料からオージェ電子を放出させる工程と、

放出された前記オージェ電子を、前記電子銃を囲むようにして設けられた内円筒電極及び外円筒電極間に導入し、偏向電場を印加することによって、検出器へ向けて偏向させる工程と、

前記オージェ電子を前記検出器で検出する工程とを具備、

放出極角が 26 ± 2 度の範囲にある前記オージェ電子のみを前記内円筒電極及び前記外円筒電極間に導入し、前記偏向電場により偏向させて分析に供するようにしたことを特徴とする、オージェ電子分光法に関する。

【0006】

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討を実施した。従来のオージェ電子分光器及び分光法においては、オージェ電子の検出量が大きく、分解能を向上できるという観点から、試料から放出されたオージェ電子の内、放出極角（極角） $42.3 \pm 5 \sim 6$ 度の範囲にあるものを分析に供するようにしていた。一方、分析すべきオージェ電子に対して放出極角の範囲を前記以外に設定しようとする、オージェ電子の検出量が著しく減少し、感度が減少し、結果として十分な分解能を得ることができなくなる。したがって、従来のオージェ電子分光器及び分光法においては、マジックアングル 42.3 度を中心として $\pm 5 \sim 6$ 度の範囲にほぼ固定していた。

【0007】

しかしながら、本発明者らは、オージェ電子分光器を、特に外径に関して小型化するために、従来ほとんど検討されていなかった前記放出極角に対して詳細な検討を行い、前記放出極角を 26 ± 2 度の範囲に設定した場合においても、電子銃から試料に向けて照射する電子線の強度を増大させることによって、前記試料から放出されるオージェ電子自体の量が増大するので、前記範囲内における前記オージェ電子の検出量の減少を十分に補って高い分解能でオージェ電子の分析ができることを見出した。

【0008】

換言すれば、本発明に従って、前記放出極角を 26 ± 2 度の範囲に設定することにより、オージェ電子の分解能を十分に保持したまま、オージェ電子分光器の外径を縮小できる。具体的には、以下に詳述するように、前記外円筒電極の外径を32mm以下とすること

10

20

30

40

50

ができ、前記外円筒電極の外方に磁気シールド板を設けた場合においても、全体の外径を34mm以下とすることができる。したがって、本発明のオージェ電子分光器は、外径70mmのコンフラットフランジに設けられた内径35mmのパイプに対して十分に取付けることができる。

【0009】

また、前記放出極角を26度を中心として±2度の範囲内に設定しているため、オージェ電子を取り込んで偏向電場を印加すべき前記内円筒電極及び前記外円筒電極の間隙を縮小することができ、前記外円筒電極の外径を縮小させてオージェ電子分光器の外径を縮小させた場合においても、前記内円筒電極の内径を十分に保持することができるようになる。この結果、試料とオージェ電子分光器との距離（ワークディスタンス）を増大させることができ、例えば、試料ホルダーなどが複雑な形状をしており、その試料ホルダーを傾斜させて使用するような場合においても、前記試料ホルダーと前記オージェ電子分光器との接触を防止することができ、分析の自由度を向上させることができる。

10

【0010】

具体的には、以下に詳述するように、前記内円筒電極の内径を18mm以上とすることができ、その結果、前記ワークディスタンスを12mm以上とすることができる。

【0011】

なお、本発明の好ましい態様においては、前記電子銃と前記検出器との間にピンホールを有するシールド板を設け、前記オージェ電子を前記シールド板の、前記ピンホールを介して前記検出器に導入する。この場合、前記ピンホールを通過したオージェ電子のみを分析するようになるので、前記オージェ電子の分解能をより向上させることができる。具体的には、以下に詳述するように、前記ピンホールの大きさを0.2mmまで縮小することによって、前記オージェ電子の分解能を1%まで向上させることができる。

20

【発明の効果】

【0012】

以上説明したように、本発明によれば、外径70mmのコンフラットフランジに設けられた内径35mmのパイプに対して十分に取付けることが可能な、特に外径において小型化されたオージェ電子分光器及びこの分光器を用いたオージェ電子分光法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

30

【0013】

以下、本発明のその他の特徴及び利点について、発明を実施するための最良の形態に基づいて詳細に説明する。

【0014】

図1は、本発明のオージェ電子分光器の一例を概略的に示す構成図である。図1に示すオージェ電子分光器10は、電子銃11と、この電子銃11の後方に設けられたオージェ電子検出器としての電子増倍管12と、電子銃11を囲むようにして設けられた内円筒電極13及び外円筒電極14とを具えている。また、外円筒電極14の外方には磁気シールド板15が設けられ、オージェ電子分光器10の、外部磁場からの影響を除去するようにしている。また、電子銃11の前方には、分析に供すべき試料Sが配置されている。さらに、電子銃11及び電子増倍管12の間には、シールド板16が設けられ、その略中心にはピンホール16Aが形成されている。電子銃11は電子銃支持板11Aによって支持されている。

40

【0015】

なお、電子銃11及び電子増倍管12などについては、市販のものを用いることができる。例えば、電子銃11は、市販のミニチュア電子銃（OCI Vacuum Microengineering, EG10-30）などを用いることができ、電子増倍管12は、市販の電子増倍管（BURLE INDUSTRIES INC, 5901, MAGNUM）などを用いることができる。

【0016】

内円筒電極13及び外円筒電極14間の空隙17には、内円筒電極13から外円筒電極

50

14へ向けて偏向電場が形成されている。なお、図中においては、前記偏向電場に起因した等位面18が描かれている。また、内円筒電極13の前方部分及び後方部分には試料Sから放出されたオージェ電子を前記偏向電場が形成された、内円筒電極13及び外円筒電極14間の空隙17内に導入し、または電子増倍管12に向けて放出するためのメッシュ電極19が形成されている。

【0017】

なお、内円筒電極13の前記前方部分及び/又は前記後方部分は、メッシュ電極19を設けることなく、単なる開口部としておくこともできるが、メッシュ電極19を設けることによって、空隙17内に生成した前記偏向電場を安定的に保持することができる。メッシュ電極19の格子間隔は前記オージェ電子が十分に透過できるような大きさに設定する。

10

【0018】

電子銃11から発射された電子線は試料Sの表面に照射され、その表面からはオージェ電子が放出される。放出されたオージェ電子の内、放出極角(極角)が 26 ± 2 度の範囲にあるオージェ電子AEのみが、メッシュ電極19を介して内円筒電極13及び外円筒電極14間の空隙17内に導入される。そして、空隙17内に生成した偏向電場によって偏向され、擬似放物線形状の軌道を描き、メッシュ電極19を介してシールド板16に至り、ピンホール16Aを通過した後、電子増倍管12に至って検出され、分析に供せられる。

【0019】

図1に示すオージェ電子分光器10では、放出極角が 26 ± 2 度の範囲にあるもののみを分析に供するようにしているので、放出極角を 42.3 ± 5 度のマジックアングルに設定し、偏向電場で偏向させて分析に供していた従来のオージェ電子分光器と比較して、外円筒電極14の外径d1を小さくすることができる。具体的には、外径d1を32mm以下とすることができ、その結果、磁気シールド板15を含めたオージェ電子分光器10全体の外径を34mm以下とすることができ、したがって、オージェ電子分光器10は、外径70mmのコンフラットフランジに設けられた内径35mmのパイプに対して十分に取り付けることができる。

20

【0020】

なお、放出極角を 26 ± 2 度の範囲に設定することによって、分析に供することのできるオージェ電子量が減少するので、分析に係わる感度が低下する。しかしながら、電子銃11から試料Sに向けて照射する電子線の強度を増大させることによって、試料Sから放出されるオージェ電子自体の量を増大させることができるので、前記範囲内における前記オージェ電子の検出量の減少を十分に補い、感度の低下を抑制することができる。

30

【0021】

また、放出極角を26度を中心として ± 2 度の範囲内に設定しているので、オージェ電子を取り込んで偏向電場を印加すべき内円筒電極13及び外円筒電極14の間隙17を縮小することができ、外円筒電極14の外径d1を縮小させてオージェ電子分光器の外径を縮小させた場合においても、内円筒電極の内径d2を十分に保持することができるようになる。この結果、試料Sとオージェ電子分光器10との距離(ワークディスタンス)Lを増大させることができ、例えば、試料ホルダーなどが複雑な形状をしており、その試料ホルダーを傾斜させて使用するような場合においても、前記試料ホルダーとオージェ電子分光器10との接触を防止することができ、分析の自由度を向上させることができる。

40

【0022】

具体的には、内円筒電極13の内径を18mm以上とすることができ、その結果、前記ワークディスタンスを12mm以上とすることができる。

【0023】

図2は、偏向されたオージェ電子AEがシールド板16に到達した際の状態を示す図である。シールド板16では、その中心にピンホール16Aが設けられている。したがって、シールド板16では、オージェ電子AEの内、所定のエネルギー範囲にあるオージェ電

50

子 A E 2 のみがピンホール 1 6 A 内を通過でき、その他のエネルギー範囲にあるオージェ電子 A E 1 及び A E 3 についてはピンホール 1 6 A を通過することができず、シールド板 1 6 で遮蔽されてしまう。この結果、電子増倍管 1 2 では、オージェ電子 A E 2 のみが分析に供せられるようになり、分析に係わる分解能を向上できる。

【 0 0 2 4 】

なお、上述した説明から明らかなように、前記分解能はピンホール 1 6 A の大きさを調整することによって、適宜に制御できる。また、ピンホール 1 6 A の位置及び / 又はシールド板 1 6 の位置を適宜に制御することにより、分析に供するオージェ電子の種類 (エネルギー範囲) を適宜に選択することができる。同様に、試料 S に照射すべき電子線のエネルギーを調整することによってオージェ電子 A E の信号 / 雑音比を改善できる。空隙 1 7 における偏向電場の強度を制御することにより、分析に供するオージェ電子の種類 (エネルギー範囲) を適宜に選択することができる。

10

【 0 0 2 5 】

例えば、ピンホール 1 6 A の大きさを 0 . 2 mm とすると、4 4 9 e V のエネルギーを有するオージェ電子 A E 2 のみがピンホール 1 6 A 内を通過し、4 5 3 . 4 9 e V のエネルギーを有するオージェ電子 A E 1 及び 4 4 4 . 5 1 e V のエネルギーを有するオージェ電子 A E 3 はピンホール 1 6 A を通過しなくなる。分解能は E / E の半値幅で表すことができるので、ピンホール 1 6 A の大きさを 0 . 2 mm とした場合、前記分解能は $(4 5 3 . 4 9 - 4 4 4 . 5 1) / 4 4 9 \times 1 / 2 \times 1 0 0 = 1 \%$ となる。すなわち、シールド板 1 6 におけるピンホール 1 6 A の大きさを 0 . 2 mm とすれば、約 1 % の分解能を実現

20

【 0 0 2 6 】

また、本発明においては、図 1 に示すオージェ電子分光器 1 0 に対して傾き調整機構及び / 又は直線導入器を設けることができる。前記傾き調整機構及び前記直線導入器としては市販のものを用いることができる。この場合、図 1 に示すオージェ電子分光器 1 0 の、電子銃 1 1 などから構成されるアセンブリを、前記傾き調整機構及び / 又は前記直線導入器に接続し、前記アセンブリの全体の傾き及び直線移動を制御する。

【 0 0 2 7 】

前記傾き調整機構を設けることにより、試料 S に対する前記アセンブリの位置合わせを簡易に行うことができるようになる。また、前記直線導入器を設けることにより、試料 S に対する前記アセンブリの位置合わせを簡易に行うことができるとともに、前記アセンブリを試料 S に対して直線的に可動とすることができる。後者の場合、分析のために試料 S を試料ホルダーなどに設置する際において、前記アセンブリを試料 S から後方に移動させて配置することができ、前記アセンブリが前記設置作業の邪魔にならないようにすることができる。

30

【 0 0 2 8 】

また、本発明においては、内円筒電極 1 3 及び外円筒電極 1 4 の少なくとも一方を、インコネル及びステンレス鋼の少なくとも一方から構成する。前記材料は、放出ガス量が小さいので、使用に際して試料 S の表面を汚染することなく、また、オージェ電子分光器 1 0 を取り付ける真空槽の真空状態を悪化させることがない。

40

【 0 0 2 9 】

以上、具体例を挙げながら発明の実施の形態に基づいて本発明を詳細に説明してきたが、本発明は上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない限りにおいてあらゆる変形や変更が可能である。例えば、上記具体例では、検出器として電子増倍管を用いているが、その他の汎用の検出器を用いることができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 3 0 】

【 図 1 】 本発明のオージェ電子分光器の一例を概略的に示す構成図である。

【 図 2 】 図 1 に示すオージェ電子分光器において、偏向されたオージェ電子 A E がシールド板 1 6 に到達した際の状態を示す図である。

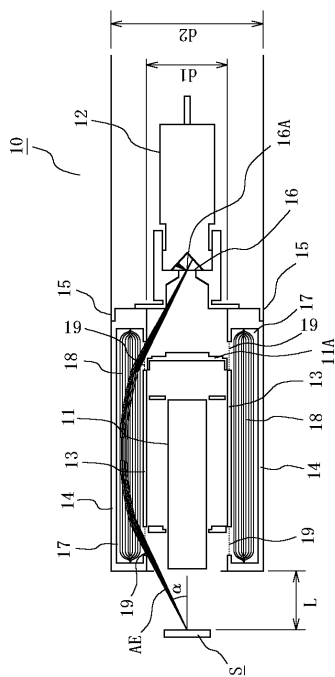
50

【符号の説明】

【0031】

- 10 オージェ電子分光器
- 11 電子銃
- 11A 電子銃支持板
- 12 電子増倍管
- 13 内円筒電極
- 14 外円筒電極
- 15 磁気シールド板
- 16 シールド板
- 16A ピンホール
- 17 空隙
- 18 等位面
- 19 メッシュ電極

【図1】



【図2】

