

## 表面分析研究会活動経過報告

### スパッタしながらの Fe のオージェスペクトル測定

小泉光生\*・金属材料分科会

\*三菱マテリアル(株)総合研究所 〒330 埼玉県大宮市北袋町 1-297

### Fe Auger Spectrum Measurement while Ion Sputtering

Mitsuo Koizumi\* and Metal Materials Group

\*Central Research Institute, Mitsubishi Materials Corporation 1-297 Kitabukuro-cho, Omiya, Saitama 330

コンタミネーションの存在しないスペクトルを取得する手法の一つとして、スパッタを行いながらの AES スペクトル測定を Fe について検討した。イオンスパッタを併用することで、コンタミネーションの無いスペクトルが得られるが、今回の測定条件では、僅かなスパッタリングにおいてもスペクトルに影響が現れる。また、通常のスパッタ条件では、イオンの加速電圧に対応して AES スペクトルのバックグラウンドに影響を及ぼしているが、ピーク強度には顕著な影響は見られない。

#### はじめに

AES や XPS の測定中に装置内の残留ガスが試料表面上に堆積する事によりスペクトル上に C, O が増加する現象(いわゆるコンタミネーション)が問題となる場合が多い。金属材料分科会に於ける第一回目の標準スペクトルの測定でも、スパッタクリーニングした清浄試料面の測定中にコンタミネーションが生じるため、C, O の存在しないきれいなスペクトルの取得は非常に難しいという結果が得られている。コンタミネーションの無いスペクトル測定方法の一つとして、スパッタリングを行いながらのスペクトルの測定があげられる。ここでは、金属材料分科会の活動の一つとして、Fe の AES 測定にこの手法を用いた場合、スパッタリングが測定スペクトルへ及ぼす影響について調査した。

#### 測定方法

金属材料分科会にて標準スペクトル測定用に配布された Fe を測定対象物とした。Physical Electronics 製 Model 670xi を用いて一連の測定を行った。本装置には標準品のイオン銃(Model 04-303A)とイオン銃コントロール(Model 11-065)が装

着されている。イオン種は Ar である。イオン銃はエミッション電流を 25mA に、ラスター幅は 4mmx4mm に固定し、イオン銃への導入ガス圧と加速電圧を変化させた場合について、ワイド(サーベイ)スペクトルの測定を行い、イオンエッチングが AES スペクトルへ及ぼす影響について調べた。なお、1次電子の加速電圧は 5kV、測定領域は 30  $\mu\text{m}^2$  に固定し、入射電子量は試料吸収電流で 3 から 10nA である。

#### 結果

図 1 に 1 次電子を 5kV-3nA の条件の下、イオン銃の加速電圧を 1kV に固定し、イオン銃への Ar ガスを微量導入させてスパッタしながら AES 測定を行った場合の AES スペクトルへの影響を示す。(a)はサーベイスpekトルを、(b)は 100eV 以下の運動エネルギー領域を拡大したものである。イオン照射量はイオン化室の圧力を変化させる事でコントロールした。導入ガス圧は 0~ $0.5 \times 10^{-3}$ Pa まで変化させた。イオンスパッタしながら AES 測定する事で C, O のピークは認められない。しかし、イオン照射量を少しずつ増加させると、スペクトルのうち

20eV 以下の領域で強度が大幅に増加する事がわかる。イオン励起による真の 2 次電子量が増えた事が原因と考える。その後の実験では検出器の劣化を避けるため、この領域を除いて測定を進めた。800eV 以下の領域においてもバックグラウンドの上昇が認められるため、この領域へのスパッタリングの影響についてより詳しく調べる目的で、図 1 の条件よりイオン照射量が多い場合について、AES スペクトルへの影響を調査した。その結果を図 2 に示す。Ar 導入量は  $1.5 \times 10^{-2} \text{Pa}$  まで変化させた。通常は  $1.5 \times 10^{-2} \text{Pa}$  の条件でスパッタを行っている。導入イオン量を増加させるに従い、1200eV 以下の領域でバックグラウンドの上昇が見られ、特に 400eV 付近の強度が強くなっている事がわかる。1500eV 以上の領域では、1 次電子量設定の不正確さもあるため、変化しているかは否かは不明であるが、変化したとしてもその量は少ない。

次に、1 次電子が 5kV-10nA の条件のもと、イオンの加速電圧を 0.5, 1.0, 2.0keV と変化させた場合のスペクトルへの影響を調べた。図 3 にその結果を示す。イオン銃への Ar 導入圧力は  $1.5 \times 10^{-2} \text{Pa}$  に固定した。イオン電流量をモニターしていないため、各加速電圧でのイオン量は不明であり、このため、スパッタリングの影響については定性的な事柄に限定する。図 3 よりイオンの加速電圧によりスパッタリングの影響の出る範囲に違いが生じている事がわかる。イオンの加速電圧が 0.5keV では 900eV 以下の領域にバックグラウンドの上昇が認められ、特に 250eV 付近にこぶを生じ最も影響が現れている。1.0keV では 1200eV 以下にバックグラウンドの上昇が見られ、350eV 付近が最もスパッタリングの影響を受けている。2.0keV では、2300eV 以下の領域でバックグラウンドの上昇が見られる。こぶそのものは見受けられないが、FeLMM 領域のバックグラウンドが非常に高いため FeLMM ピークの周辺でスパッタリングの影響が最も大きく現れている。前に述べたように、1 次電子照射量に不正確さがあるため、スパッタリングの影響範囲を正確に決定する事がで

きず、若干の任意性が残る。スパッタイオンの加速電圧に対応してバックグラウンドの上昇が生じていることより、イオン励起の 2 次電子が発生していると考えられる。しかし、最も影響を及ぼしているエネルギー範囲がイオンエネルギーと比較して低いので、単純なイオン励起の電子以外に何か他の原因も影響も及ぼしている可能性は高い。

表 1 に種々の条件でスパッタしながら測定した Fe の MVV と LMM の微分ピーク強度比を示すが、その比は誤差範囲内で一定であり、スパッタ条件には依存していない。この事はイオンスパッタリングによりバックグラウンドの上昇を生じさせるだけで、ピークそのものには影響を及ぼさない事を示している。

#### まとめ

コンタミネーションの存在しないスペクトルを取得する手法の一つとしてスパッタを行いながらの AES スペクトル測定を Fe について検討した。今回の測定条件では、僅かなスパッタリングにおいても真の 2 次電子領域に影響が現れる。通常のスパッタ条件では、イオンの加速電圧に依存して、AES スペクトルのバックグラウンドに影響を及ぼす事がわかった。しかし、ピーク強度には顕著な影響は見られない。

#### 今後

AES スペクトルへの影響について、1 次電子照射量とイオン照射量との関係から調査する。スペクトル形状の影響が無視できるスパッタ条件が得られる可能性がある。また、Ar イオン励起による 2 次電子の生成について検討する。

#### 参考文献

- 1) 名越正泰, 金属材料分科会, J., Surf., Anal. 2(2)

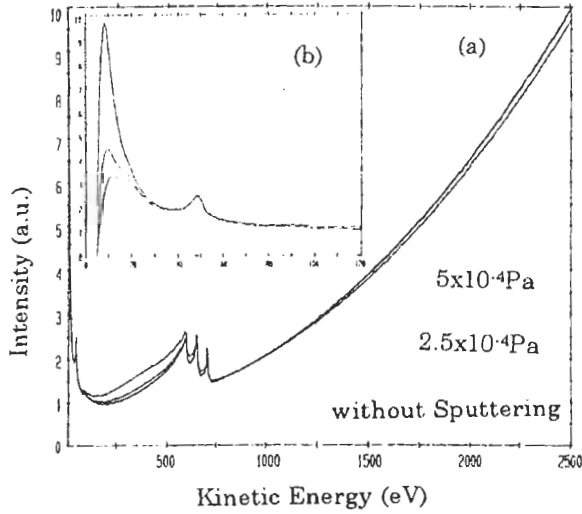


図1 イオン照射量を変えて測定した Fe の AES スペクトル 1

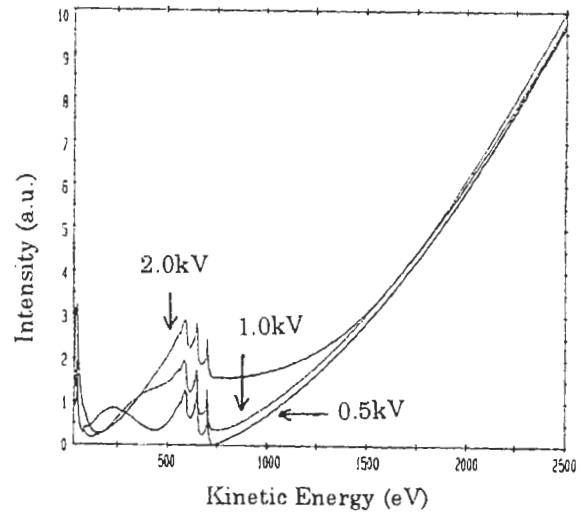


図3 イオン加速電圧を変えた場合の Fe の AES スペクトル

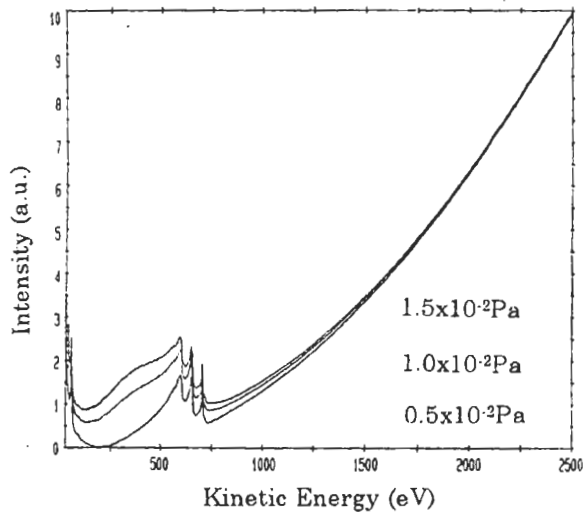


図2 イオン照射量を変えて測定した Fe の AES スペクトル 2

表1 種々の条件でスパッタしながら求めた FeMVV と FeLVV との微分強度比

イオン加速電圧 (kV)	Ar導入圧力 ( $\times 10^{-2}$ Pa)	MVV/LMM
0.0	0.0	1.64
0.5	0.5	1.64
0.5	1.0	1.64
0.5	1.5	1.63
1.0	0.5	1.46
1.0	1.0	1.73
1.0	1.5	1.71
2.0	0.5	1.66
2.0	1.0	1.67
2.0	1.5	1.66