

127° 静電界型電子エネルギー分析器の試作

小西亮介*・有元則幸*・花房 真*・宮井 登*・溜箭博一*・加藤 益*

(1972年10月31日 受理)

The Construction of A 127°-type Electrostatic Electron Energy Analyzer

by

Ryōsuke KONISHI, Noriyuki ARIMOTO, Makoto HANAFUSA,
Noboru MIYAI, Hirokazu TAMARUYA and Susumu KATO

(Received October 31, 1972)

Synopsis

A 127°-type electrostatic electron energy analyzer has been constructed for the study of low energy secondary electrons, Auger electrons and diffracted electrons. The measured resolution of the analyzer was about 0.4% ($V/dV=233$) at electron energy in the range of 200 to 1000 eV and the value coincided with theoretical one fairly well. As an application of the analyzer the secondary electron energy distributions emitted from MgO {100}, KCl {100} and polycrystalline Fe were presented.

1 はじめに

固体の表面、ないし表面から数原子層までの部分の構造と性質は半導体、薄膜、触媒などの分野で重要な意味をもっている。近年の実験技術の進歩にともなって固体表面に関する知見がもたらされるようになった。たとえば低速電子線回折 (LEED) によれば表面における原子配列の周期性を知ることができ、また低速電子散乱 (LEES) は表面に吸着された原子、分子の振動や固体の電子状態に関する情報を与える。また固体表面に吸着している原子、分子から放出されるオージェ電子を検出することによって表面の研究が更に発展している。

二次電子、回折電子、およびオージェ電子等のエネルギーを測定する方法としては阻止電位法、静電偏向法および磁場偏向法がある。中でも 127° 静電界型エネルギー分析器は LEES、オージェ電子分光等の研究によく使

用されている。⁽¹⁾ 我々は二次電子分光、オージェ電子分光に使用する目的で 127° 静電界型エネルギー分析器を試作し、その分解能を検討した。

2 装置の試作

装置の基本は真空容器、低速電子線をつくる電子銃、試料ホルダー、そして二次電子放射のエネルギー分析を行なう 127°型分析器からなる。試作した装置の概略図を Fig.1 に示す。

2-1. 真空容器および排気系

真空容器および排気系の様子を Fig.2 に示す。真空容器の材料は工作処理が簡単、ガス放出が少ない、磁気をおびない等の理由から黄銅にした。容器には試料回転機構、電子銃取付用、電極端子用、およびビューイングポート用フランジを取りつけ、排気系の振動が容器に伝

*電子工学科 Department of Electronics

わらないように排気系と容器をベローズで接続した。排気系は Fig. 2 に示すように油回転ポンプと油拡散ポンプからなっており、真空度はピラニー真空計および電離真空計を用いて測定した。到達真空度は 2×10^{-6} torr. であった。* 冷却トラップとしては寒剤に液体窒素を用いた。この装置の排気速度曲線を Fig. 3 に示す。容器の内容積は約11ℓである。

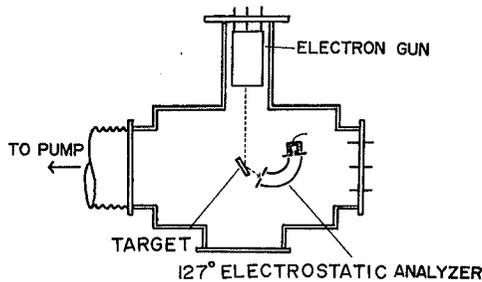


Fig. 1 Schematic diagram of the apparatus.

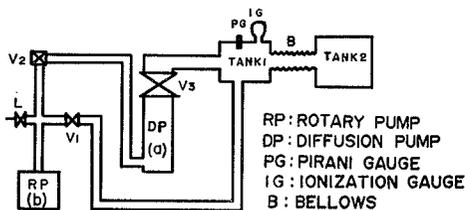


Fig. 2 Schematic diagram of evacuating system.

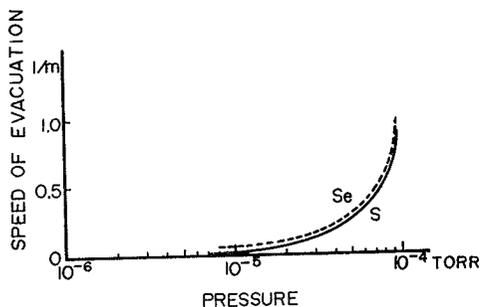


Fig. 3 Speed of evacuation, S: the measured speed, S_e : the effective speed.

2-2 低エネルギー用電子銃

電子銃はテレビ用ブラウン管の電子銃(松下電子製AW47-12型)を低エネルギー用電子銃に改造して使用した。(2) 電子銃の酸化陰極は空気に長時間さらしていると劣化し、試料の取りかえごとに空気にふれるところでは不向きなため陰極は直熱型トリウム・タングステンフィラメントに取りかえた。すなわち直径0.19mmのトリウムタングステン線をヘアピン型に曲げて、その先端部を用いる。陰極フィラメントを取り付けるときに最も注意しなければならないことは、陰極の先端をウエネルト円筒(第1グリッド)の円孔の中心に合わすようにすることである。この陰極の中心合わせの方法としては熱電対用ガイシにフィラメントを挿入し、ウエネルト円筒(第1グリッド)の直径(12mm)に合ったガイシによって熱電対用ガイシを固定する。この方法で行なえば陰極の先端はほぼ中心にくるが精密に中心にセッティングすることは難しい。このウエネルト円筒(第1グリッド)内面と陰極の先端との距離も電子ビームの特性に大きい影響をもっているが、実際に陰極フィラメントに電流を流した場合、陰極フィラメントの熱膨張により、陰極とグリッドとが接触する可能性がありウエネルト円筒(第1グリッド)と先端との距離を精密に調整することは問題点としてのこっている。

2-3 電子銃の印加電圧

電子銃の電圧印加法を Fig. 4 に示す。第1グリッド G_1 によってつくられるクロスオーバーポイントが第3グリッド G_3 、第4グリッド G_4 によって形成される電子レンズによりイメージを試料表面上に結ぶようにする。加速用電源として1000Vまで可変できる安定化電源(菊水電子工業製 DC104型安定度0.002%)を用いた。第1グリッド、第4グリッドの印加電圧は加速電圧(V_A)に重畳して使用し、アースに対して $V_A - 135(v)$ 、 $\sim V_A + 135(v)$ まで変化できる。270Vの電源としては90V電池(BL-160B)を直列に3個接続した。電子銃の特性の測定はターゲットとして銅板(30mm×30mm)を用いその上に蛍光物質を塗り、加速電圧と電子ビームの関係、グリッドと電子ビーム及び絞りの関係について行った。銅板と電子銃の距離は約15cmである。電子ビームは加速電圧を高くするにつれて単調に増加する。100V

* 現在この排気系をイオンゲッターポンプおよびサブリメーションポンプよりなる超高真空排気系(到達圧力 1×10^{-9} torr.)に置換する作業を実施している。

~700Vまで変化させたとき電子ビームは $1 \sim 7 \times 10^{-8}$ A程度に変化した。しかし同じ実験を数回くり返したが不安定で再現性がない。Fig. 5はその一例である。不安定性、非再現性の原因としては加熱されることによりフィラメントの位置が移動すること、またフィラメントに流す電流の変動などが考えられる。Fig. 6は第1グリッドの影響をしらべたもので第2グリッド、第4グリッド、陰極フィラメントの印加電圧を一定にして第1グリッドの電圧を変えたときの電子ビームとの強度を示す。これより第1グリッドの動作範囲は数Vであることがわかる。このことは印加電圧を変えても同じであることが確かめられた。第1グリッド、第2グリッド、陰極フィラメントの印加電圧を一定にして第4グリッドを変えたとき、第4グリッドは電子ビームにあまり関係なく、絞りにもっとも関係する。絞りの大きさは場合によっては2mmφ位のときがあったが多くの場合3mmφ程度であった。第2グリッドは電子ビームのエネルギーに影響を及ぼすことはないが検出電流に関しては第2グリッドを上げると電流が少し増加する程度であるので第2グリッドはアース電位とした。

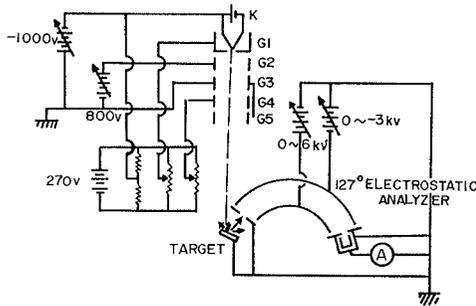


Fig. 4 Electronic circuits of electron gun and the analyzer.

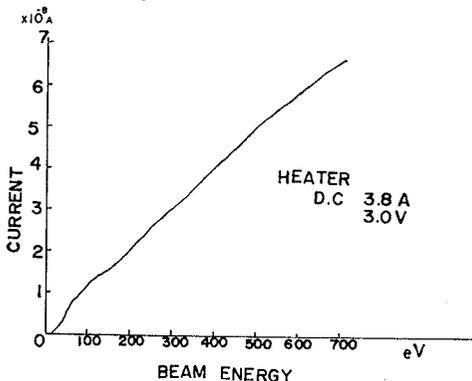


Fig. 5 Emission current of electron gun

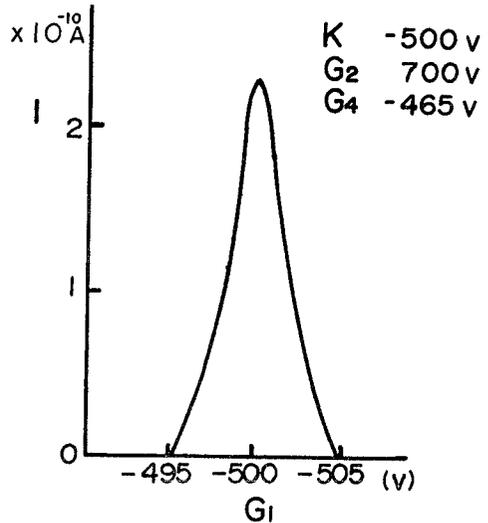


Fig. 6 Effect of first grid.

2-4 127° 静電界型エネルギー分析器の試作

127° 静電界型エネルギー分析器は製作が簡単でエネルギーを分析するための分析器印加電圧の値から電子のエネルギーを直接求め得るという利点をもっている。概略図をFig.7に示す。この分析器は Hughes と Rojansky⁽³⁾ によって報告されたものである。材料としては入手及び加工しやすいということで真空容器同様に黄銅を使用した。分析器は2枚の電極A, B, 2個のスリット S_1, S_2 , 電子をとらえるファラデーケージからなっている。 S_1 の電子光学的像を S_2 に結ばせる。即ち収束作用を行わせるためにはこの2枚のスリット面がA, B両円筒の中心軸上で $127^\circ 17'$ ($=\pi/\sqrt{2}$)の角度で交わらなければならないことが判っている。ここで S_1 から入射する電子のエネルギーを V_A , 両極に加える電位をそれぞれ $+\frac{V_D}{2}, -\frac{V_D}{2}$ とすればA, B両極の電位差は V_D となり

$$V_A = k V_D, \tag{1}$$

なる関係が成立する電子のみが S_2 から取りだされる。(1)式中の k は電極の幾何学的寸法から決定される定数であり, A, B両極の半径を R_1, R_2 とすれば

$$k = \frac{1}{2} \ln (R_2 / R_1), \tag{2}$$

で表わされる。したがって

$$\frac{1}{2} V_D = V_A \ln (R_1 / R_2), \quad (3)$$

となる。(4)

(3)式より V_D を測定することによって電子のエネルギーを直接求め得る。このように微分を行なう必要がないことに阻止電位法よりもすぐれている。しかし電子の経路が比較的長くなるので捕かくし得る電子数が少なくなり、また電極面から二次電子を放射する機会が多くなる。強度はファラデーケージによって捕らえられた電子電流であらわす。分析器の分解能はスリット巾を W 、 A B 両偏向板の半径を R_0 とすれば、電子が一樣なエネルギー分布で分析器に入るならば、平均エネルギー V_A を中心に半値巾 ΔV のエネルギーをもった電子が

$$\Delta V / V_A = W / R_0, \quad (4)$$

の関係で分析器を通りぬける。このとき分析器の分解能は次の式で与えられる。

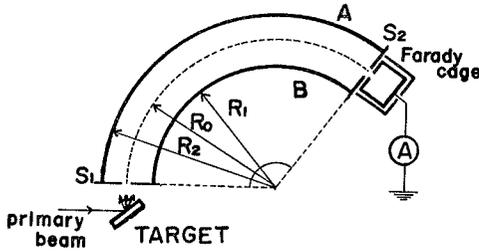


Fig. 7 Construction of a 127°-type electrostatic energy analyzer.

$$P = V_A / \Delta V, \quad (5)$$

2-5 実験による比例定数 k と分解能 P の決定

この実験では加速電圧を一定にしてそのエネルギーをもった一次ビームを直接分析器によって検出した。試作した分析器のスリット巾は0.15mm、 A 、 B 両極の半径は $R_1 = 30\text{mm}$ 、 $R_2 = 40\text{mm}$ であり平均半径は $R_0 = 35\text{mm}$ である。加速電圧を 100 V から 1000 V までの範囲で一次ビームのエネルギー分布を測定した。Fig. 8 にその分布を示す。(Fig. 8 では 600 V ~ 1000 V の結果のみを示した。) Fig. 8 の加速電圧と印加電圧の関係、加速電圧と半値巾の関係をそれぞれ書きなおして Fig. 9、Fig. 10 に示す。Fig. 9 において横軸は加速電圧、縦軸は印加電圧を示している。比例定数 k はこの直線の傾斜をあらわしている。比例定数 k は測定値と理論値とがよくあっている。Fig. 10 は横軸に加速電圧、縦軸は半値巾 ΔV を示す。分解能 P はこの直線の傾斜の逆数であ

らわされる。この図から測定値は多少のバラツキがみられるがほぼ直線上にあることがわかる。これらをまとめて Table 1 に示す。分解能 $V_A / \Delta V$ とスリット巾 W とは反比例する。従って分解能を大きくしようとするなら R_0 を大きく W を小さくすればよい。しかしその場合スリットを通り抜ける電子が少なくなり電子の飛行距離が

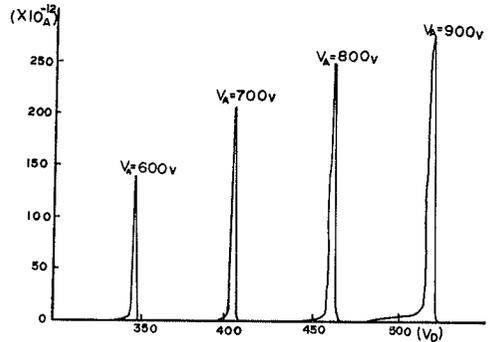


Fig. 8 Response of the analyzer for electrons at several fixed incident energies.

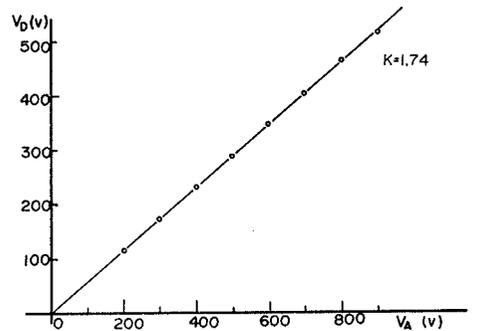


Fig. 9 Linearity of the analyzer showing the voltage applied to the deflection plate versus incident electron energies.

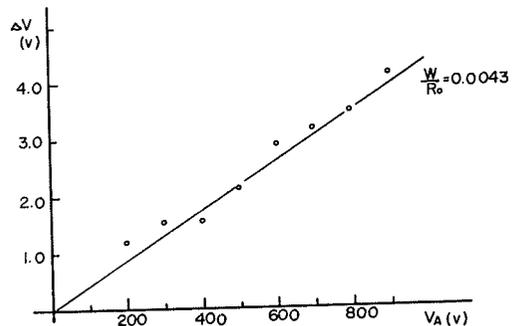


Fig. 10 The changes of ΔV (half width) of the measured peaks with the primary energies.

Table 1 The measured value of $K = V_A / V_D$ and resolution $P = V_A / \Delta V$.

Wmm	V_A (v)	V_D (v)	ΔV (v)	$K = V_A / V_D$	$P^{-1} = \Delta V / V_A$ (%)	$P^{-1} = W / R_o$ (%)
0.15	200	119.4	1.17	1.68	0.59	0.43
	300	176.4	1.53	1.70	0.51	
	400	232.8	1.55	1.72	0.39	
	500	290.0	2.14	1.72	0.43	
	600	347.0	2.87	1.73	0.48	
	700	404.4	3.12	1.73	0.45	
	800	461.0	3.44	1.74	0.43	
	900	517.8	4.10	1.74	0.46	

長くなるためフェラデーケージでとらえる電子数は少なくなるという欠点が出てくる。

3 二次電子分布測定の実例

固体表面を十分高いエネルギーをもつ電子で衝撃すると電子が放出される。固体表面を離れる電子は次のような種類に区別することができる。

- (a) 弾性的に反射された一次電子
- (b) 非弾性的に反射された一次電子
- (c) 真の二次電子
- (d) オージェ電子

我々は試作した 127° 型静電エネルギー分析器でこれらの電子を分析し、装置の性能を確かめるために、MgO {100} 壁開面、Fe 多結晶をもちいて二次電子分布の測定を行った。その後 KCl {100} 壁開面をもちいて真の二次電子の角度依存性、およびオージェ電子の検出を試みたが、後の実験は精度の点で難点があり、これからの問題として残されている。

3-1 MgO {100} 壁開面

MgO は NaCl 構造をなし、格子定数 $a_0 = 4.2\text{\AA}$ である。測定は加速電圧 $V_A = 300\text{V}$ 、入射角 $\alpha = 75^\circ$ 、 65° で行った。この角度はたまたまセッティングしやすい角度内にあったために選んだ。Fig. 11 にその結果を示す。この図から弾性的に散乱された一次ピークはみられない。これは分析器の位置がブラッグ条件を満足するような位置にセッティングされていなかったためで、加速電圧 300V では入射角は約 $4^\circ 50'$ で MgO {100} のピークが存在する。この角度は実験上セッティングが困難である。* つぎに実験を容易にするために Fe の多結晶をもちいて同様の測定を行った。

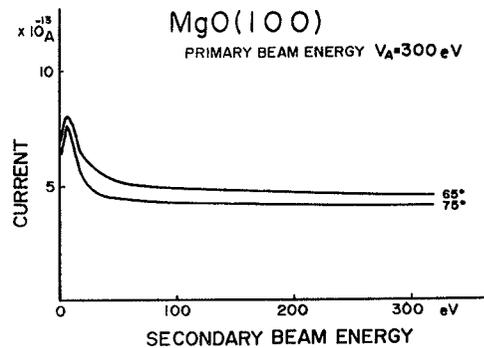


Fig. 11 Secondary electron distribution emitted from MgO {100}

3-2 Fe 多結晶

試料には多結晶、純度99.9%のFeを使用した。Fe は体心立方格子の結晶構造を有しており、格子定数は2.87 Å である。一次ビームエネルギーは300eV、400eV、入射角 $\theta = 10^\circ$ で二次電子分布の測定を行った。Fig. 12 はその結果を示す。測定に用いた Fe は単結晶でないから表面の格子面はあらゆる方向をもち、それ故あらゆる格子面が入射ビームを反射することができる。したがって入射角を変化させればブラッグ条件を満たした角度において弾性散乱による一次電子ピークがあらわれる。たとえば Fe の格子面 {110}, {200}, {211}, {200}, {310} についてブラッグの式よりビームエネルギーを 400eV、300eV としたときのブラッグ角 θ を求めれば次の Table 2 のようになる。測定によって一次ピークの観察された入射角は $\alpha \approx 10^\circ$ であるから表よりブラッグ反射は {110} 面によるものと考えられる。

* この角度を精密に調整するための装置を目下試作中である。

Table 2 Bragg conditions of diffracted electrons emitted from polycrystalline Fe.

{hkl}	d	$V_A = 400V$	$V_A = 300V$
110	2.022	8°41'	10°04'
200	1.430	12°22'	14°28'
211	1.168	15°11'	17°37'
220	1.011	17°38'	20°28'
310	0.904	19°49'	23°02'

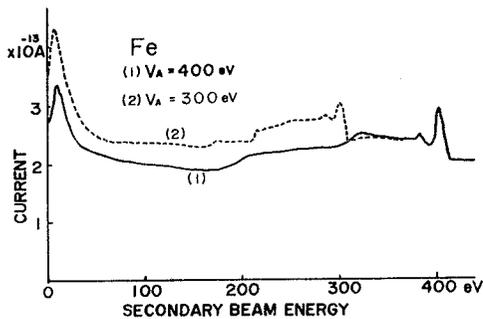


Fig. 12 Secondary electron distribution emitted from polycrystalline Fe.

3-3KCl {100} 壁開面

Fig. 13 は試料として KCl の単結晶をもちいた時のデータである。大気中で壁開し、壁開面は {100} 面である。入射ビームと試料の法線とのなす角 (θ) を 20°, 30°, 40°, 50° に変えて真の二次電子のみを精密に測定した。二次電子のピークのエネルギー値が角度に依存しているように思われる。この実験においては実験中の電

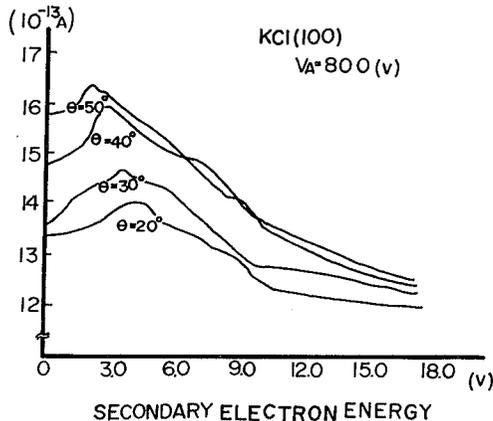


Fig. 13 Dependence on the incident angle for secondary electron emitted from KCl {100}

子ビームの不安定性などの要因のため、正確なことはいえないが二次電子の KCl 表面 (表面層に残留ガスが吸着しているが) 付近のメカニズムを知る手段として今後実験を進めるつもりである。

4 ま と め

エネルギー分析器として 127° 静電界型エネルギー分析器を試作した。ビームエネルギーを V_A , A , B 両極電の電位差を V_D とすれば

$$V = k V_D$$

が成立する。比例定数 k は幾何学的寸法から求めると $k = 1.7319$, 実験による k の値は $k = 1.72 \sim 1.74$ である。分解能 $V_A / \Delta V$ は 2.333 で実験値には多少のばらつきはあるがほぼ計算値と一致している。この際スリットを分析器の中心にセットすることが重要である。

電子銃は松下製ブラウン管 AW47-12 用の電子銃を低エネルギー用電子銃に改造したものである。電子銃の調整でもっとも難かしいところはフィラメントのセンタリングである。センタリングが悪い場合はビームは傾斜し、グリッド電圧を変えるにつれて、スポットの形が変わる。また電子銃の特性は安定性、再現性に問題がある。これからさらに実験を進める上において電子銃の特性を安定させることがもっとも重要な課題となる。

5 謝 辞

本研究のため安定化電源 (菊水電子工業製 DC104型) を電子工学科松浦講師からしばしば借用した。また、電子銃用電極は、松下電子工業株式会社から提供された。筆者らは、ここに深く感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) L. A. Harris : J. Appl. Phys., **39** (1968) 1419.
- 2) 小林 尚 : 学位論文 (大阪大学, 1969).
- 3) A. L. Hughes and V. Rojansky : Phys. Rev., **34** (1929) 284.
- 4) V. J. Taylor : Rev. Sci. Instr., **40** (1969) 792.