

これぞ電子分光！

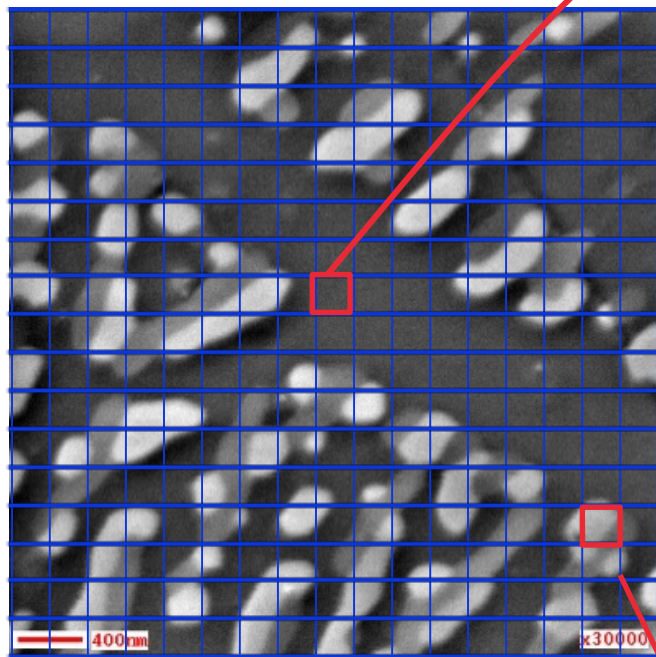
二次電子から反射電子までくまなく使用
～ Spectrum Imageによるオージェの新たな活用事例 ～

1.日本電子株式会社 2.国立研究開発法人 産業技術総合研究所

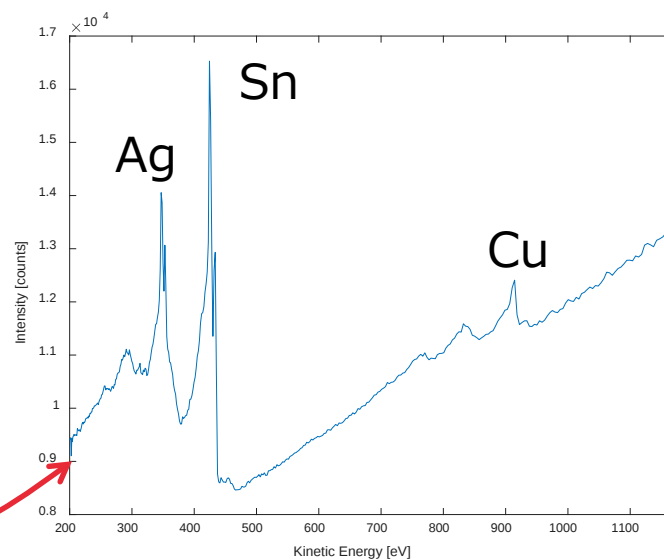
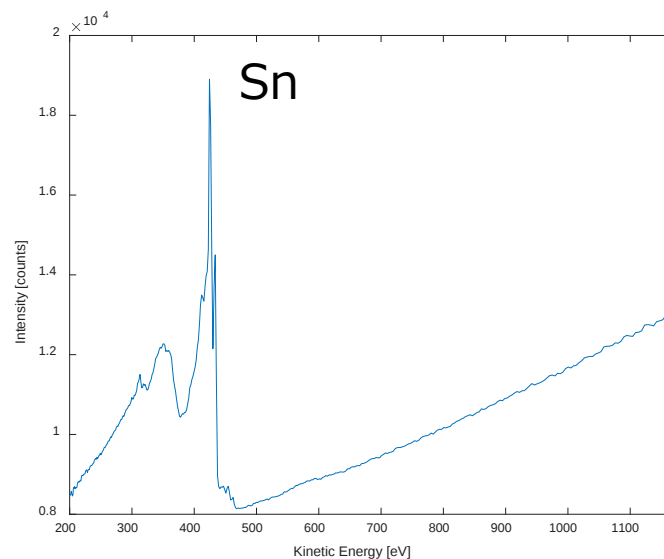
伊木田 木の実¹, 内田 達也¹, 横内 和城¹, 堤 建一¹, 池尾 信行¹, 田口 昇²

新測定方式 Spectrum Imageについて

Spectrum Imageとは

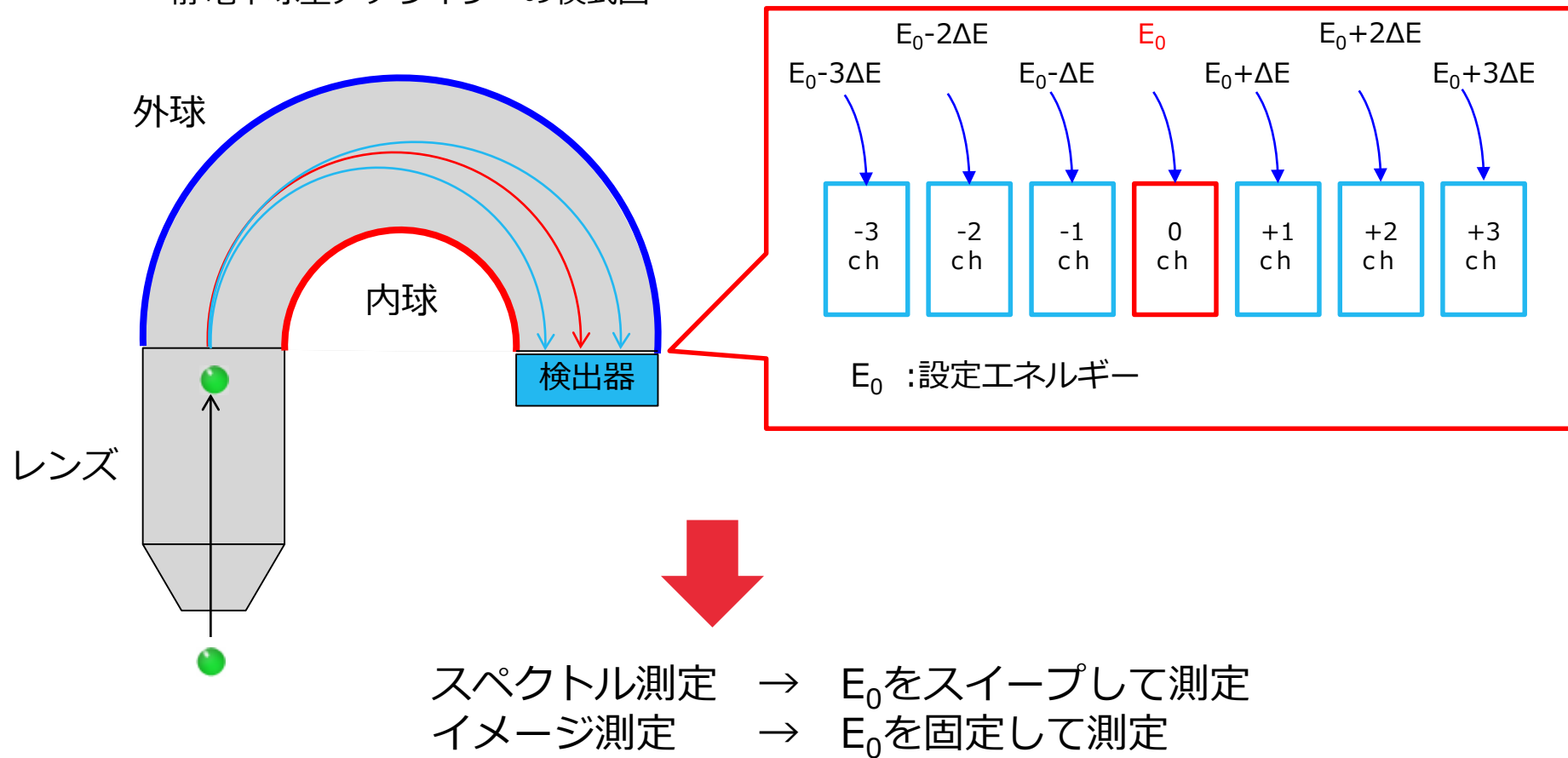


各ピクセルにスペクトルが
格納された“キューブデータ”



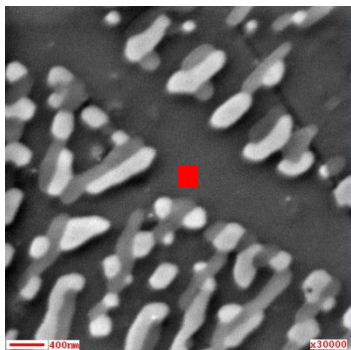
いままでのオージェ分析方法

静電半球型アナライザーの模式図

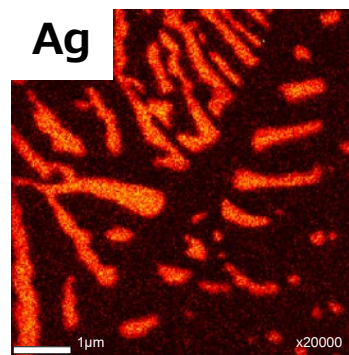


今までのオージェ分析方法

スペクトル分析



Auger Image



長所

- ・測定エネルギー範囲は広い (0 ~ 2500 eV)
- ・スペクトルの強度・形状などを利用した幅広い解析が可能

- ・スイープを行わないため Dwell timeは小さく設定可能 (< 5 ms)
→ 高速な元素マッピング

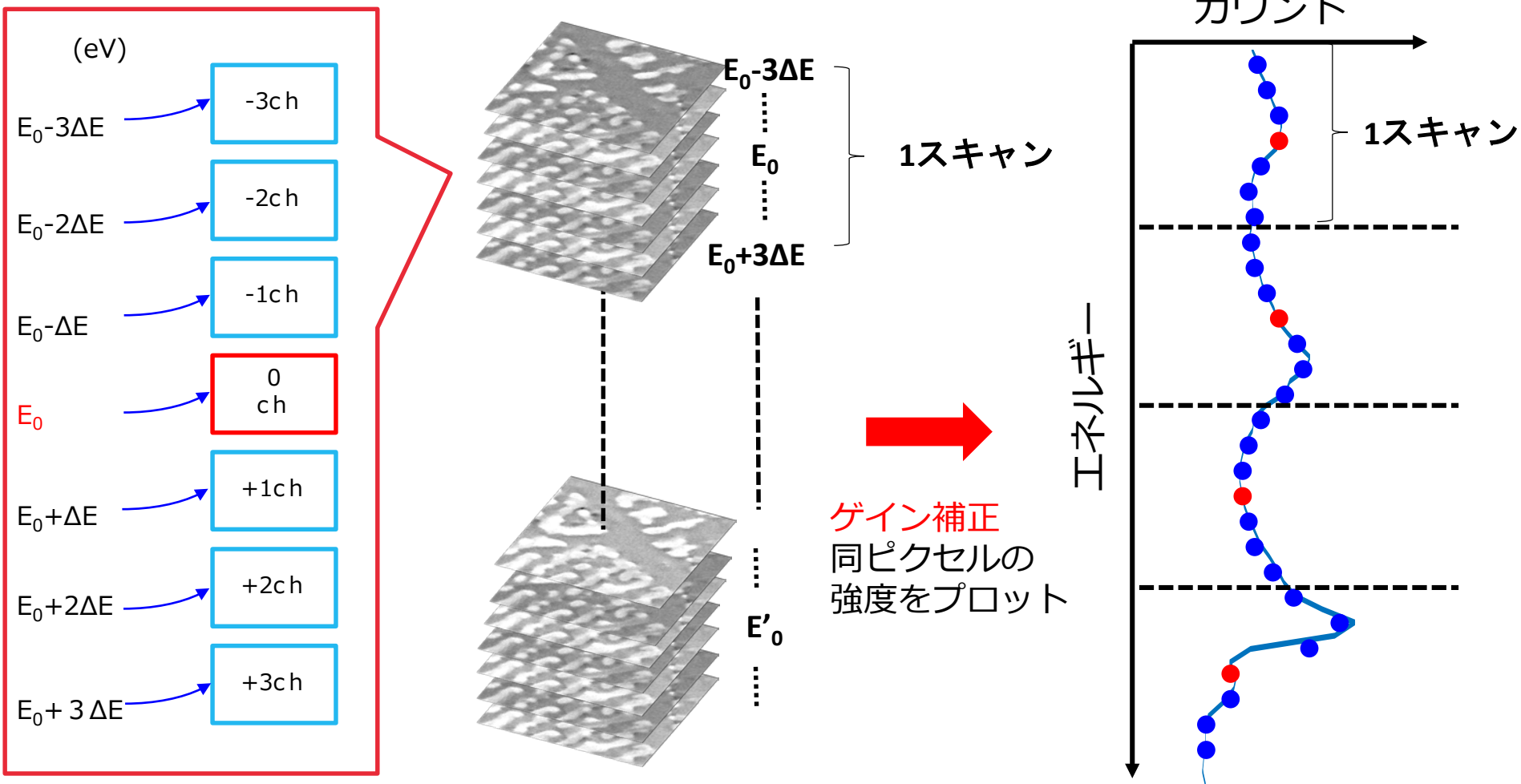
短所

- ・スイープに伴う時定数により Dwell timeは大きく設定(>10 ms)
→ トータル測定時間の増大

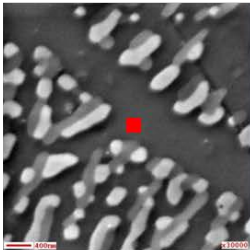
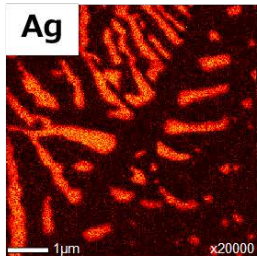
- ・測定エネルギー範囲は狭い (< 100 eV)

➡ 短所を補うことで広いエネルギー帯を短時間で取得できる手法を実現

Spectrum Imageの取得スキーム



新方式で解決したこと

	スペクトル分析	Auger Image
		
長所	・測定エネルギー範囲は広い (0 ~ 2500 eV) ・スペクトルの強度・形状などを利用した幅広い解析が可能	・スイープを行わないため Dwell timeは小さく設定可能 (< 5 ms) → 高速な元素マッピング
短所	・スイープに伴う時定数により Dwell timeは大きく設定(>10 ms) → トータル測定時間の増大	・測定エネルギー範囲は狭い (< 100 eV)

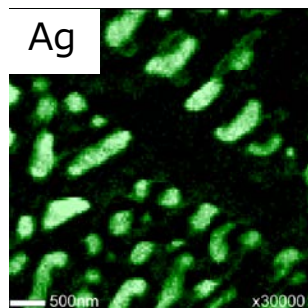
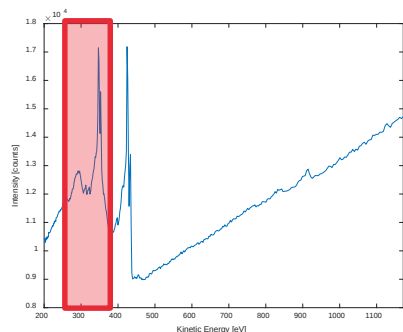
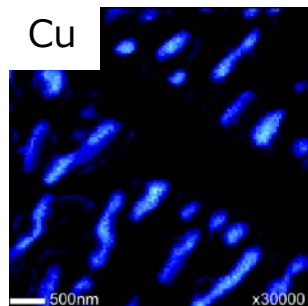
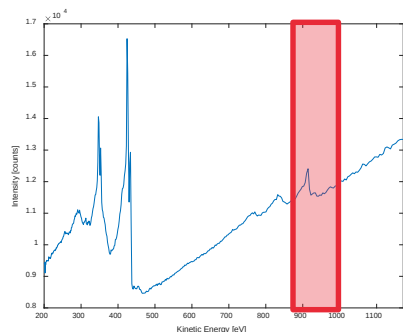
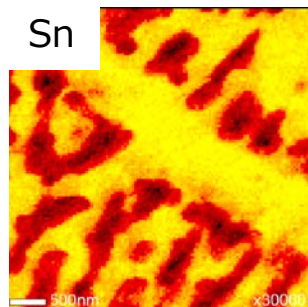
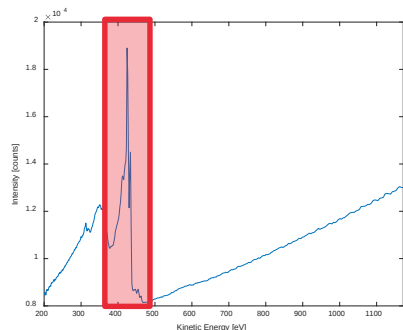
Dwell timeの短縮と、マルチチャンネル検出を組み合わせることで測定時間をさらに短縮した。

イメージ測定を繰り返すことで任意のエネルギー範囲での Spectrum Image測定を可能にした。

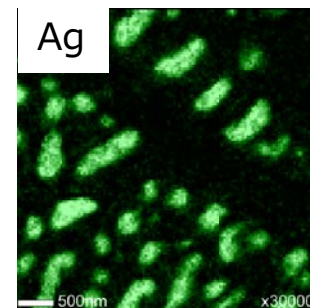
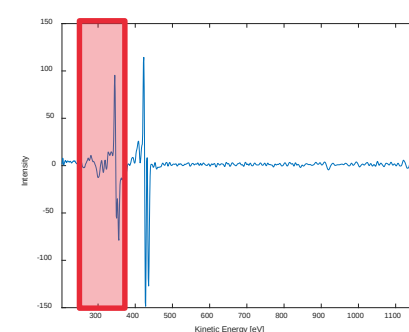
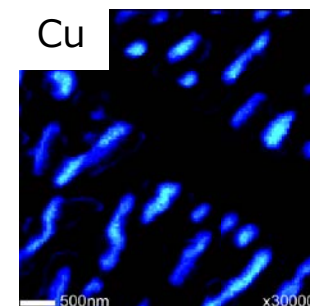
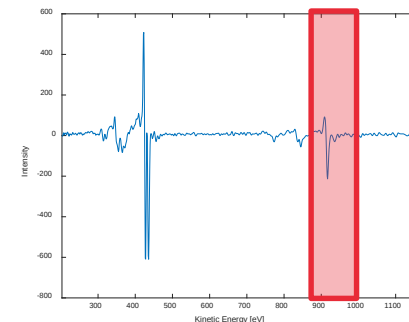
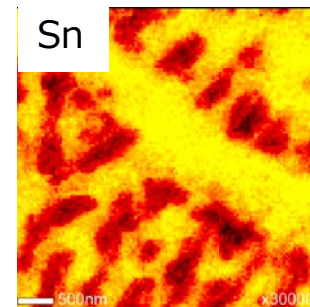
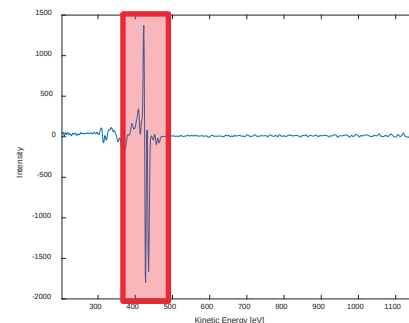
Spectrum Image測定例

Spectrum Imageによる元素マップ

積分スペクトル



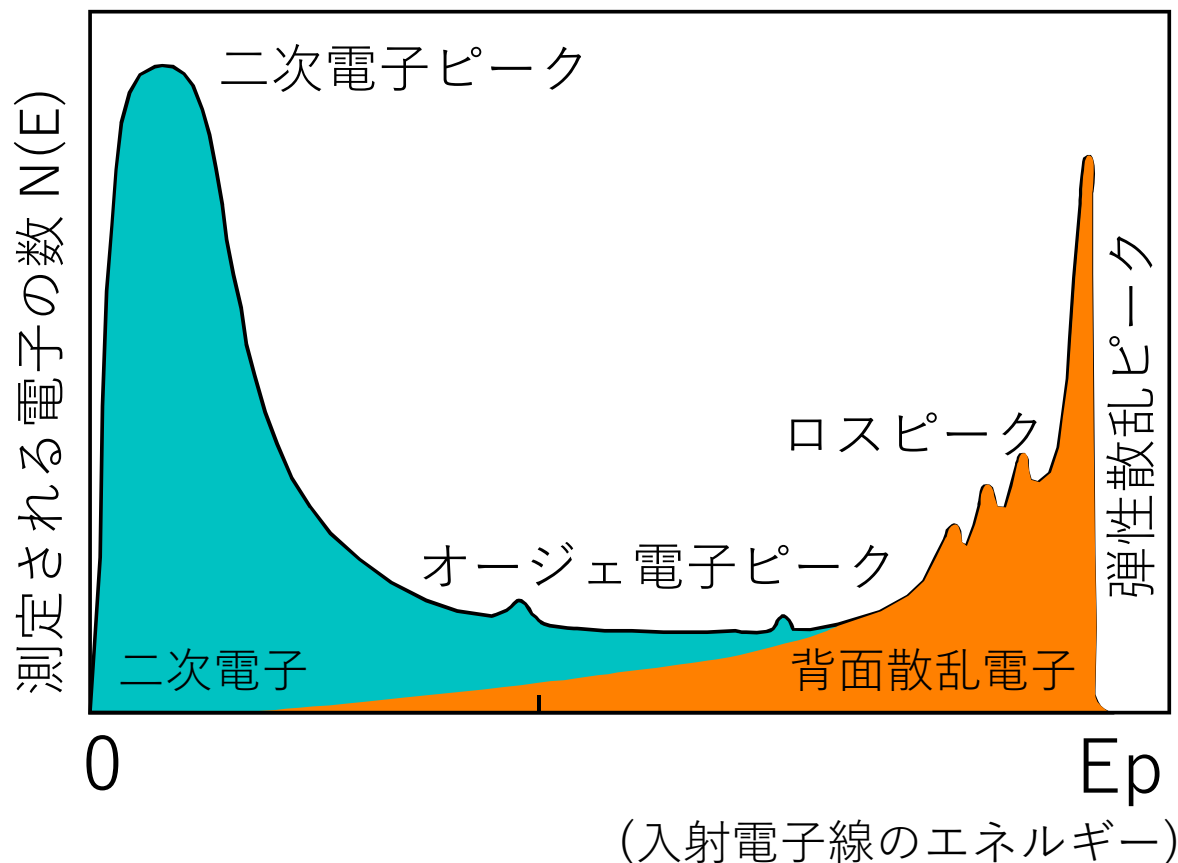
微分スペクトル



高空間分解能・高エネルギー分解能で全エネルギー帯を一度で測定行える

分光できる電子

電子線照射で固体表面から発生する電子のスペクトル

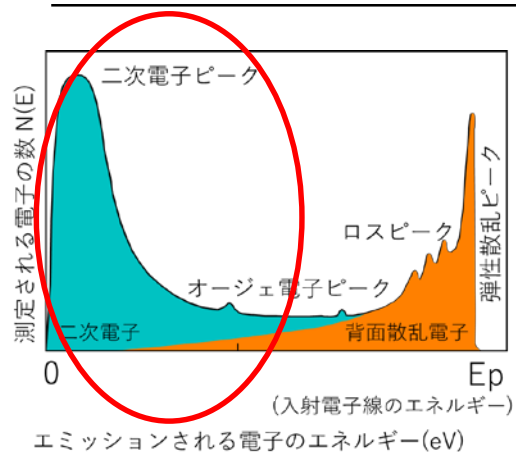


エミッションされる電子のエネルギー (eV)

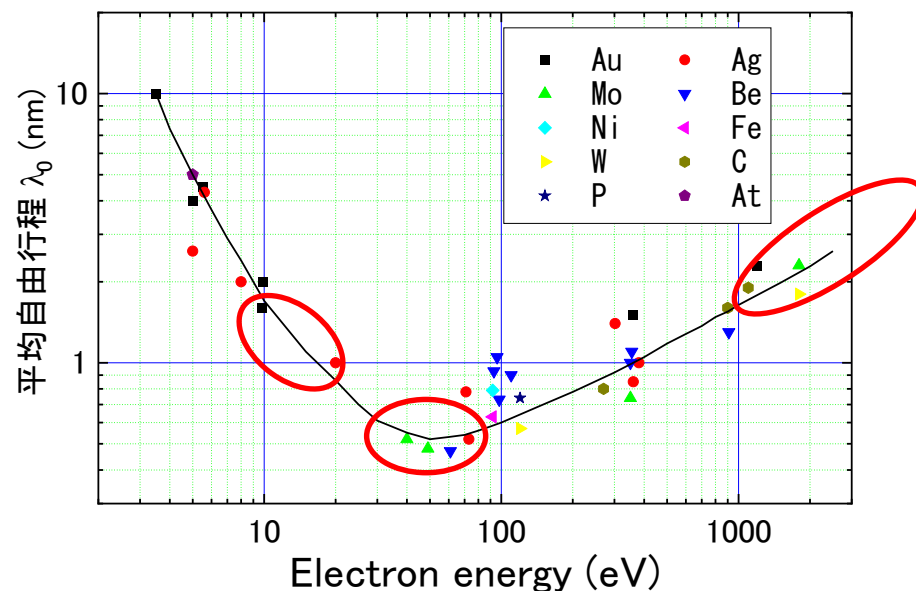
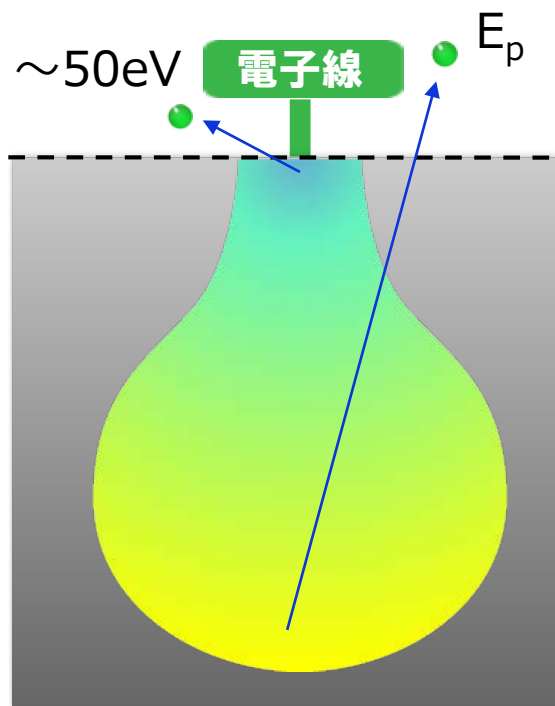
JAMP-9510Fでは 0~2500 eVの電子を分光可能
Spectrum Imageを用いてオージェピークに限らず
様々なスペクトルの信号から情報を引き出せる。

電子の脱出深さを利用したSEM像の違い

二次電子領域の電子のエネルギーと脱出深さ

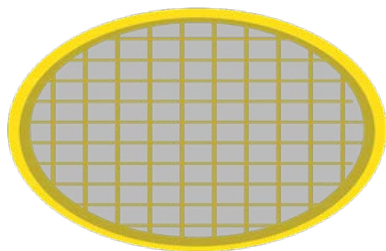


電子の侵入深さは加速電圧に依存
電子の脱出深さは電子のエネルギーに依存
→ 電子のエネルギーを取り分けることで
加速電圧によらないSEM像を得ることが可能

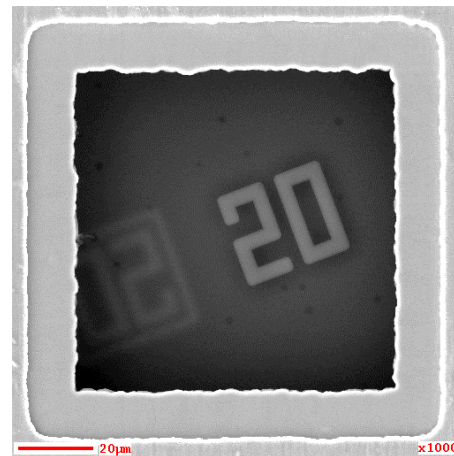


基板上の有機薄膜の観察

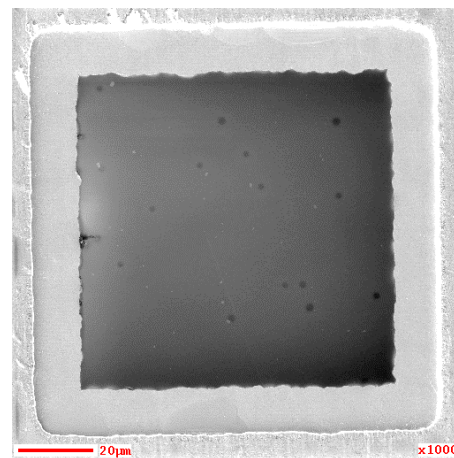
支持膜付きTEM用グリッド



半導体パターン

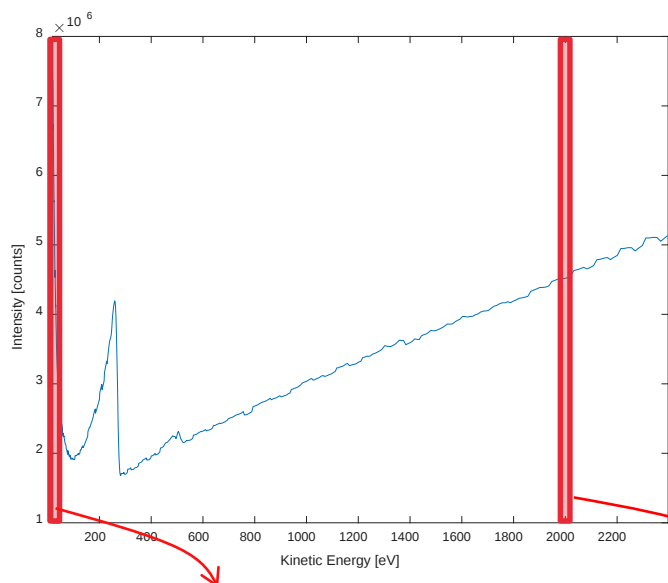


加速電圧30 kV

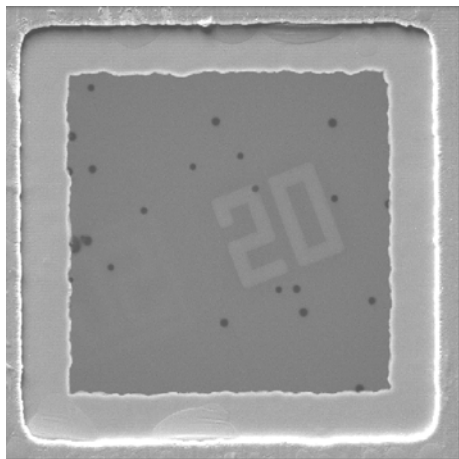


加速電圧5 kV

エネルギーフィルター処理したSEM像



加速電圧：30 kV
分析エリアの平均的なスペクトル

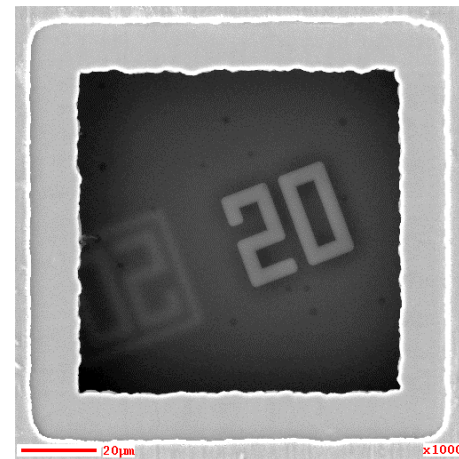


支持膜の情報



下地の情報

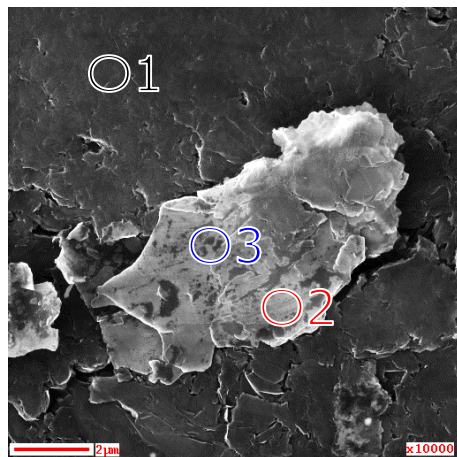
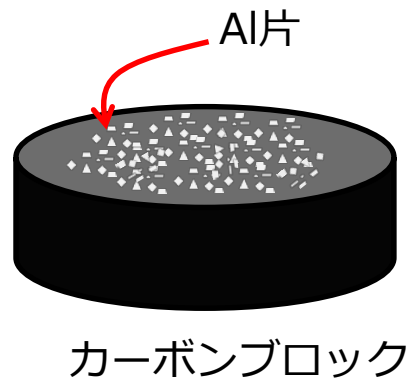
全エネルギー領域の
電子を積算



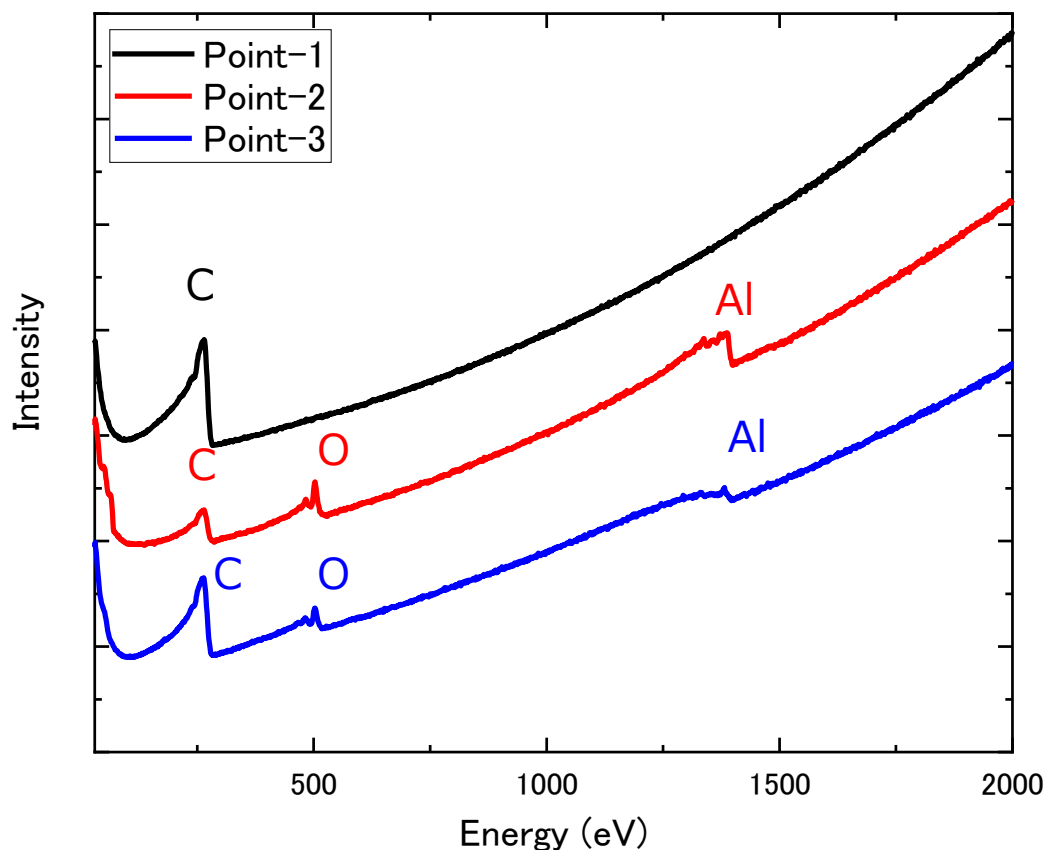
一般的な二次電子像

エネルギーフィルター処理したSEM像による表面観察

表面の汚れの観察 -カーボンプロック上に分散したAl片-

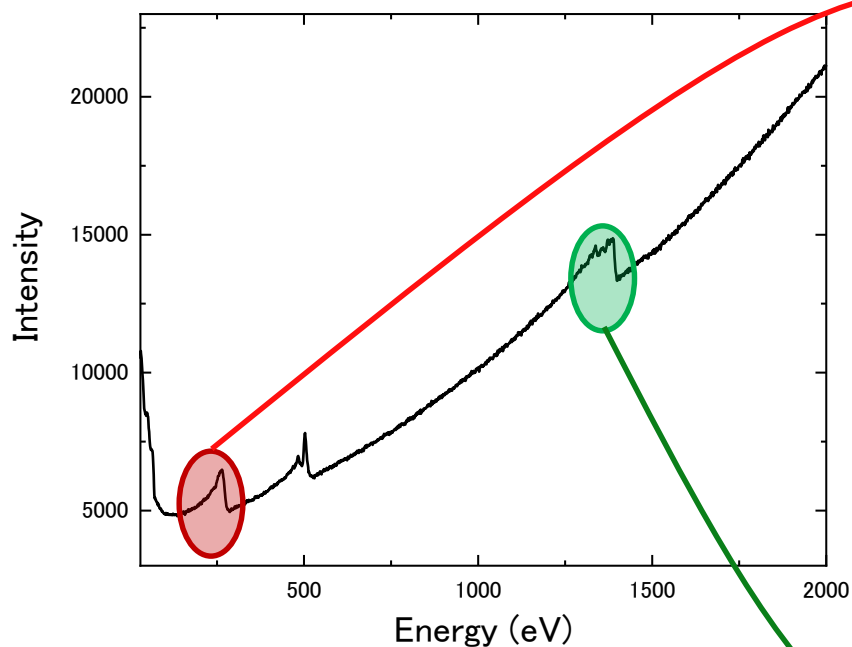


30 kV, 10 nA

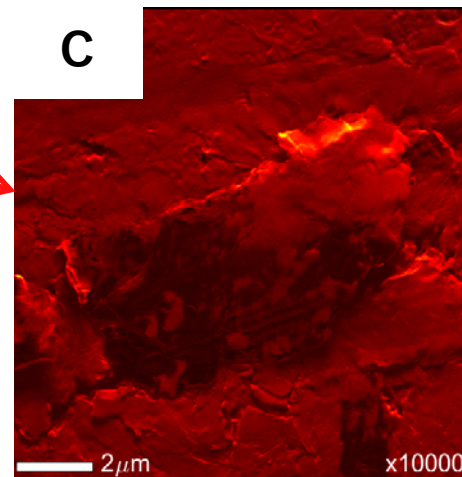


エネルギーフィルターによる元素マップ再構築

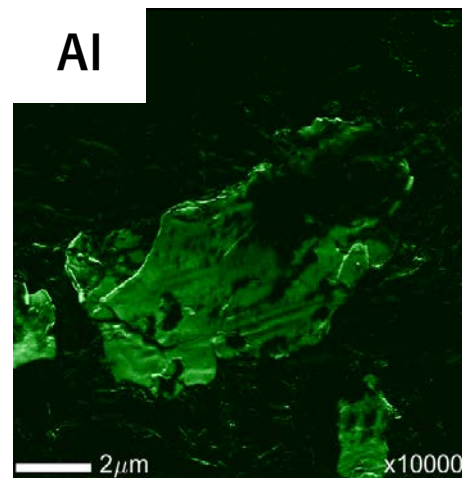
加速電圧30 kV
分析エリアの平均的なスペクトル



C

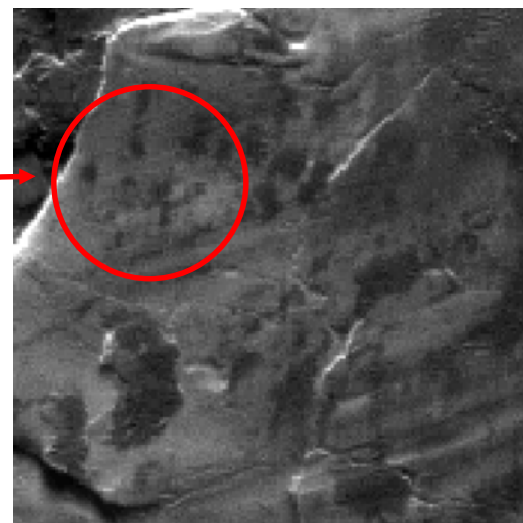
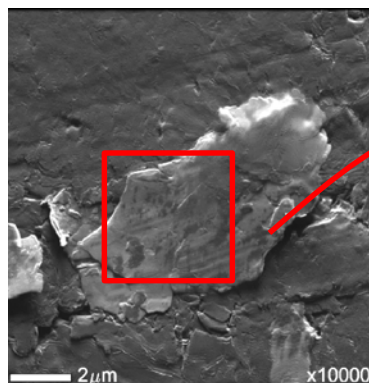


Al

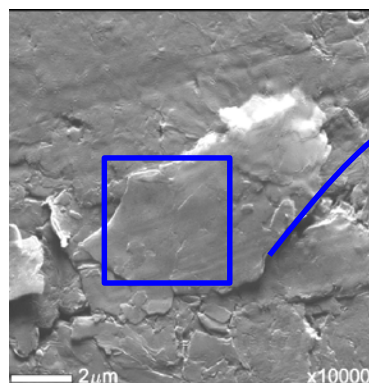


エネルギーフィルターSEM像

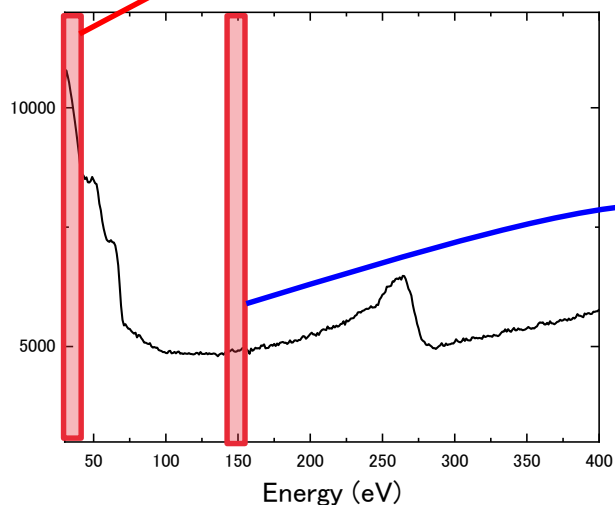
二次電子ピークの像



バックグラウンドの像



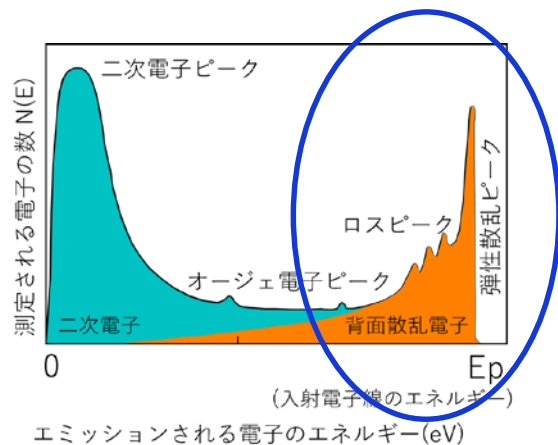
表面形状を反映した像



加速電圧30 kV
分析エリアの平均的なスペクトル

反射電子の分光を用いた測定例

反射電子を利用した測定

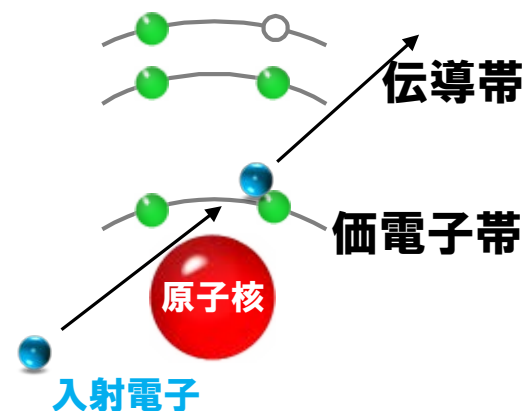


EELS

Electron
Energy-**L**oss
Spectroscopy

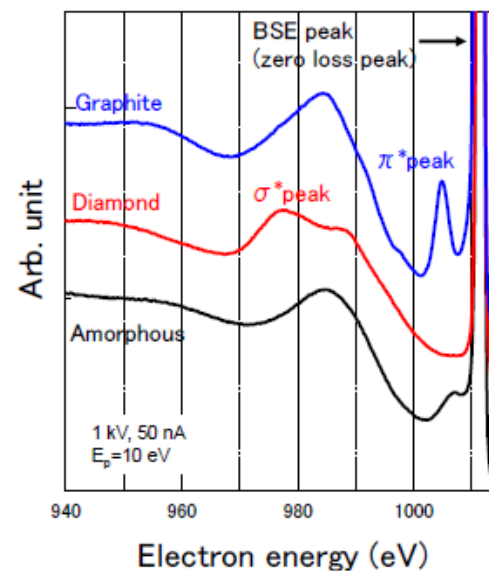
入射プローブ: 電子

検出信号: 電子

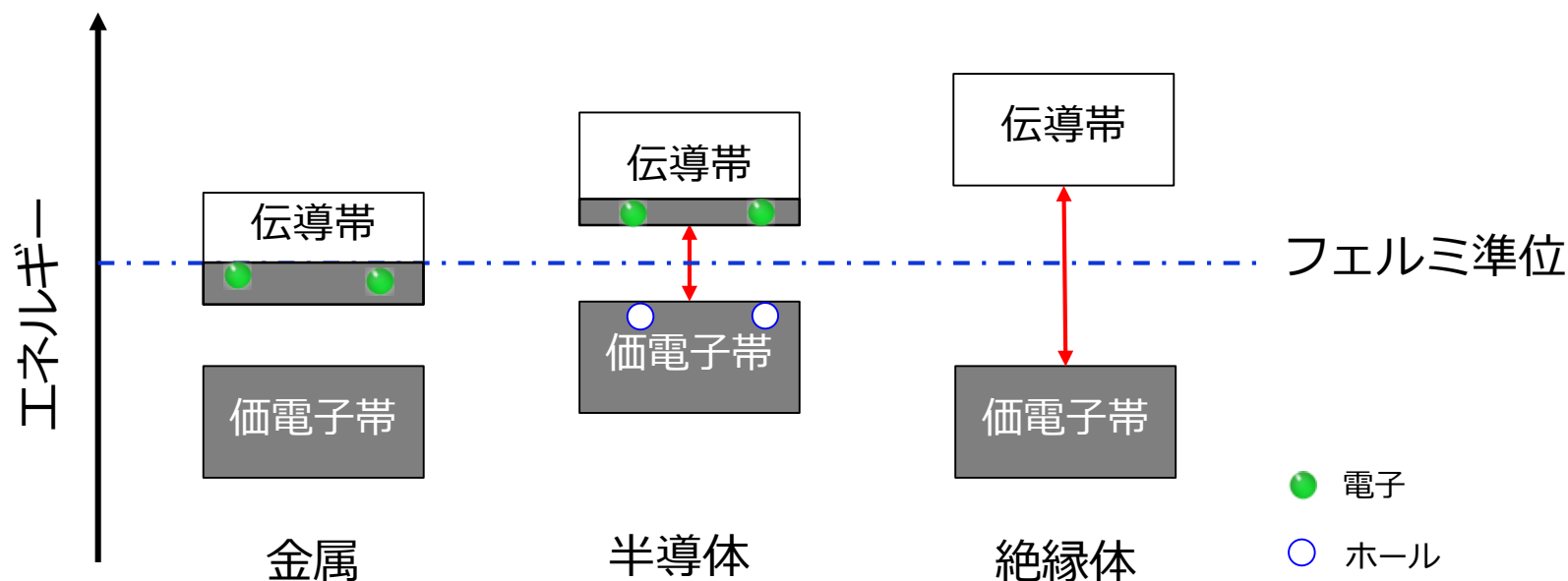


入射電子のエネルギー E_p
励起に使われたエネルギー ΔE
検出する電子のエネルギー E_{loss}

$$E_{loss} = E_p - \Delta E$$



バンドギャップとは



結晶	0 K	300 K
Diamond	5.4 eV	-
Si	1.17 eV	1.11 eV
GaP	2.32 eV	2.25 eV
SiO ₂		8.9 eV
TiO ₂		3.5 eV

キッテル 固体物理入門 第8版

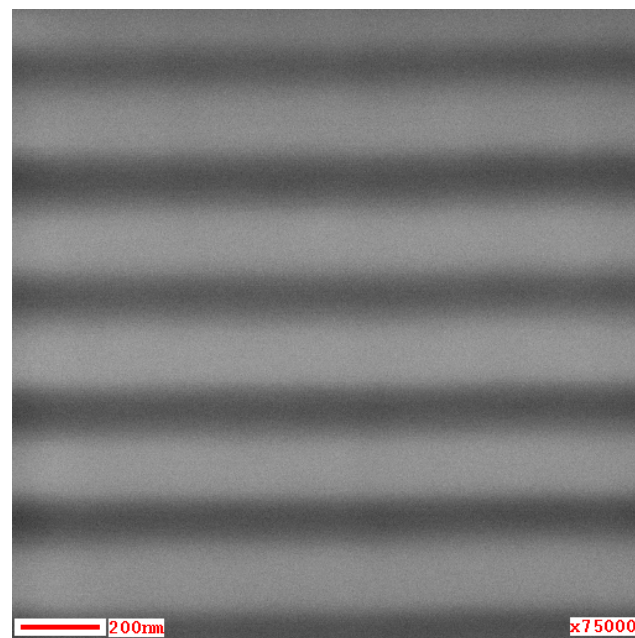
固体のバンドギャップエネルギー: E_g

サンプルの概要

積層膜の模式図



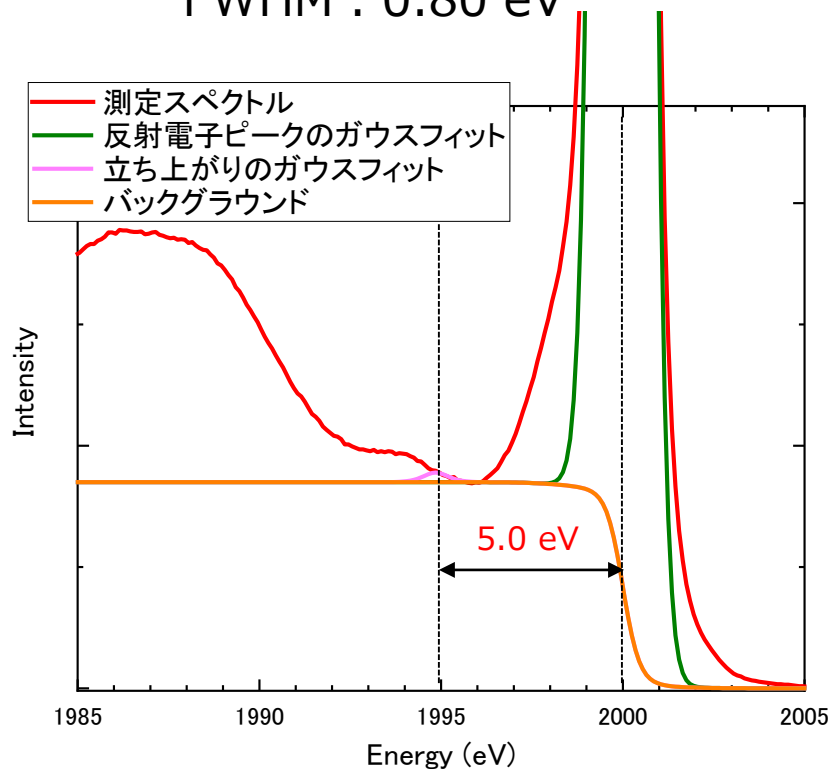
加速電圧 2 kV
二次電子像



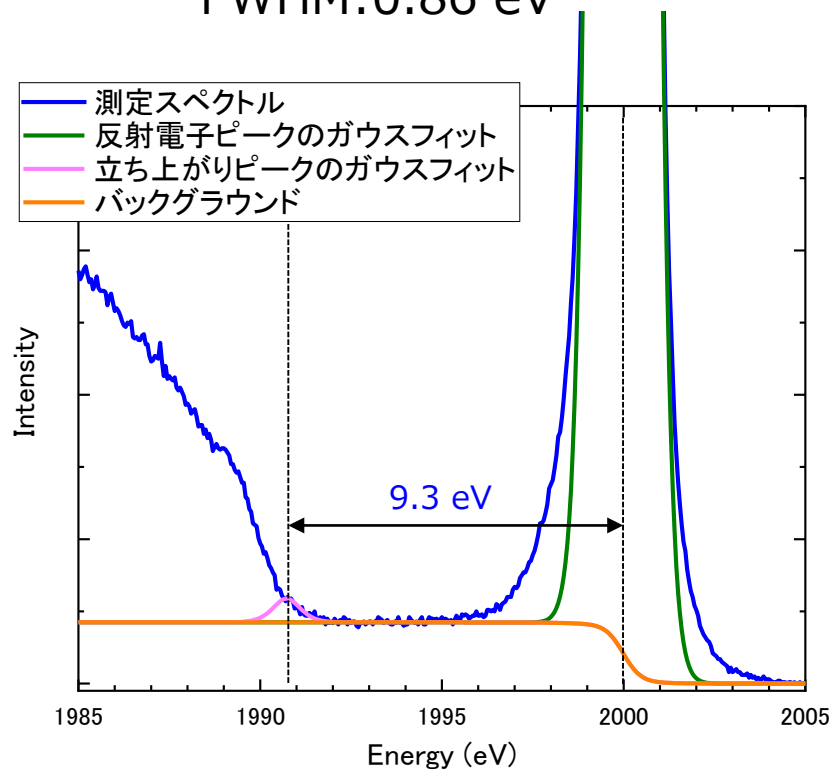
TiO₂とSiO₂のEELSスペクトル

加速電圧2 kV

TiO₂のEELSスペクトル
FWHM : 0.80 eV

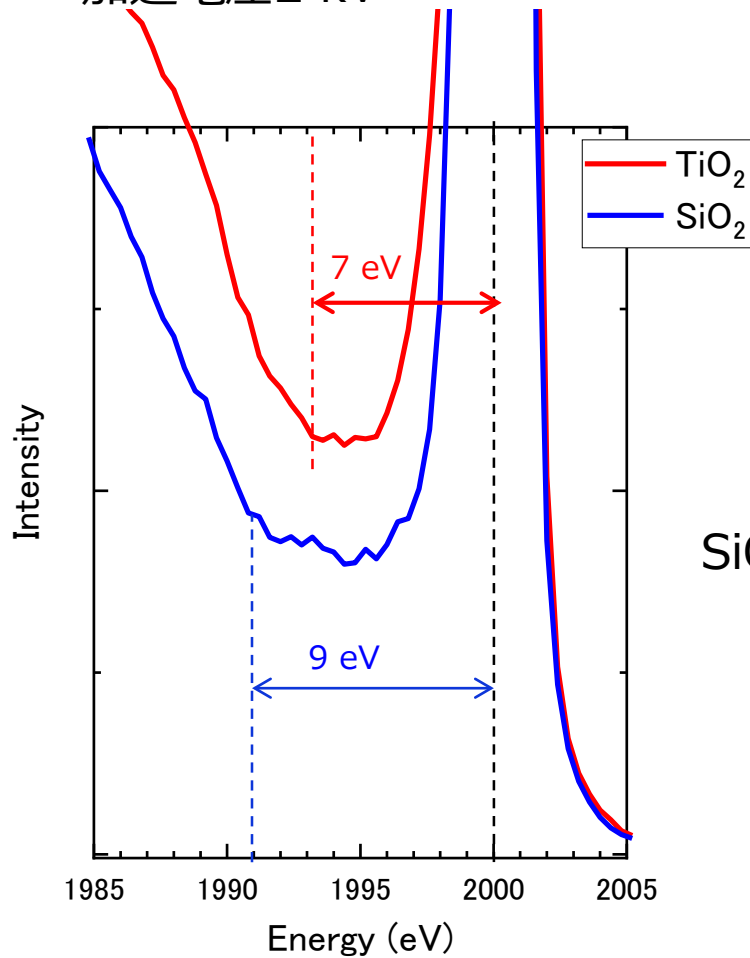


SiO₂のEELSスペクトル
FWHM:0.86 eV

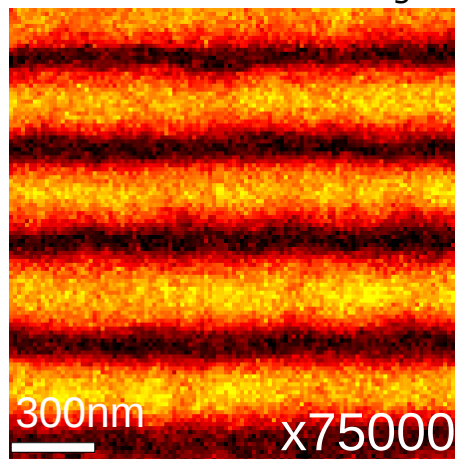


バンドギャップマッピング

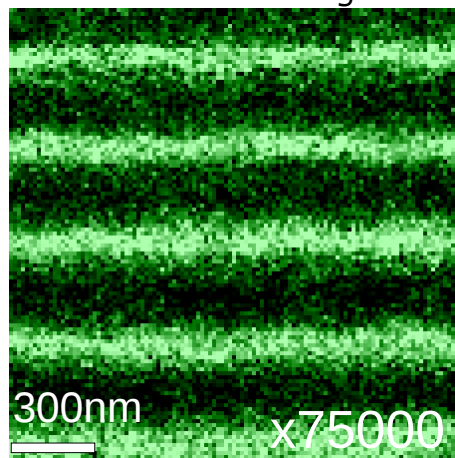
加速電圧2 kV



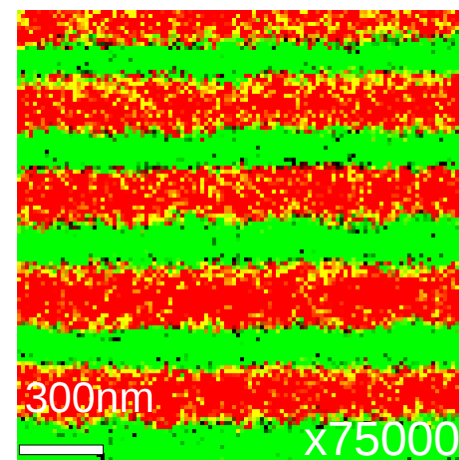
TiO_2 (1993 eV : E_g 7 eV)



SiO_2 (1991 eV : E_g 9 eV)



合成



まとめ

- ☆ 新規測定方法として、Spectrum Imageが可能となった。
AESのデータについてもより幅広い解析実施が期待できる。
- ☆ Spectrum Imageの活用として測定結果を紹介した。
 - ・ バックグラウンド除去や微分処理などを施した
元素マップを構築することが可能。
 - ・ 取得する電子のエネルギーを選択することで
表面敏感な像やコンタミレスな像を取得することが可能。
 - ・ 反射電子を用いたEELS測定で
バンドギャップの面分布を可視化することが可能。