

話題

XPS における X 線量の絶対的計測の試み：カロリメトリー

後藤敬典、縣洋樹：〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町名古屋工業大学
 境悠治：〒196-8558 東京都昭島市武蔵野 3-1-2, Jeol.
 (2001年1月25日受付)

A study on absolute measurements of number of X-ray quanta in XPS: calorimetry

K.Goto and Y.Agata: Nagoya Institute of Technology, Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya 466-8555
 Y.Sakai: Jeol, Musashino 3-1-2, Akishima 196-8558, Tokyo
 (Received: January 25, 2001)

Number of X-ray quanta have been measured absolutely by using a calorimetric method in a conventional XPS with an Al-monochromated source of 300W (10keV, 30mA). The difference of the temperatures of two floating similar samples (one is a dummy) was measured by a thermocouple and nano-voltmeter. The energy of the X-rays has been accumulated in the sample as heat which corresponds to the number of absorbed quanta in the sample. Tentative result of 6.4×10^{11} photons per second was obtained.

因果関係を正しく理解することは科学の基礎であり、分析においても例外ではない。ところが、表面分析では必ずしもこの関係、即ちプローブとそれによる出力信号、が確立されていない。電子線をプローブとして用いる AES などでは測定の容易さ（ファラデーカップなどで）により比較的簡単であるが、X-線を用いる XPS では、この研究会でも初期の段階よりかなり議論されてきたが、適当な手法がなく現在に至っている。この問題はプローブによる試料損傷などを扱う時には直接問題となる。

我々は XPS の試料入射 X-線の絶対計測を J.J.Thomson(Phil.Mag.S5,44,No.269, 293, (1897))が m/e の歴史的計測を行ったのと類似の熱計測として試みおおよそその値を得たのでここに報告する。市販の装置とほぼ同じ装置 (Al- $k\alpha$ 、モノクロ線源、10 kV,30mA)を用いた実験の概略を Fig. 1 に示す。原理は試料に入射した X-線が試料に完全吸収されたとしてそのエネルギーを温度上昇として nV メータ (Keithley, 1801 型) で計測する。実際には図からわかるようにあらゆる方向から (に) 微妙な熱の流入 (出) が有り極めて複雑な現象である。予想される熱の“雑音”の効果を可能な限り抑えるために、試料は Fig. 2 に示す如く、熱浴の純銅のブロック (10×20×5mm) 中に水晶ファイバー (φ20~25 μm) でブロックから機械的・電気的に浮かしてある。二つの試料 (Al、φ5×2 mm、アクアダッグ焼きつけ) はほぼ同じ物と同じ条件になるように配置しており、片方が試料のときもう一方はダミーとし

て働く。熱電対には φ25 μm の Cu-Constantan を使った。両試料は Constantan でつなわれ、差動接続、もう片方の Cu 線は Cu のフィードスルーを介して真空外に導かれ、差動熱起電力はそこで直接 nV メータで増幅される。これは即ち試料温度の絶対値ではなく差を検出して X-線に因る効果のみを検出しようとする方法である。このシステムでは 1 nV の検出が出来る。

実験により得られた結果の一部を Fig. 3 に示す。図の“R”と“L”はそれぞれ Fig. 2 で“右”と“左”の試料に X-線を入射したことを示す。入射線量の推定は X-線を照射開始した時 (ON) の特性の立ち上がりがほぼ直線である部分の傾きを求めて行った。即ち、入射エネルギーを時間に対して直線的に積分している領域であり、 $\mu V/s$ を試料の比熱、質量、X-線量子のエネルギーを用いて Photons/s に換算出来る事を使った。別の方法としてシュテファン-ボルツマンの法則による算出も試みている。試料位置を入れ替えて特性を取ると“L”の様に特性は逆 (熱電対の接続が逆になる) になり、また大きさは倍近く大きくなっている。この原因の一つとして、場所による熱環境の違いが大きくそれぞれの試料が感じる熱の雑音が異なるためと思われる。これはそれぞれの特性の立ち上(下)がり前の特性からも推測できる。しかしいずれの特性も再現性はよく数%の変動であった。両者の立ち上(下)がり特性から、入射 X-線量は、平均すると 6.4×10^{11} Photons/s となったが、不確かさは恐らく 50% くらいと思われる。装置の熱的なフィルターや遮蔽に工夫を施せ

この研究は科学技術振興調整費 (金属材料研究所) のご援助を受けて行なわれた。

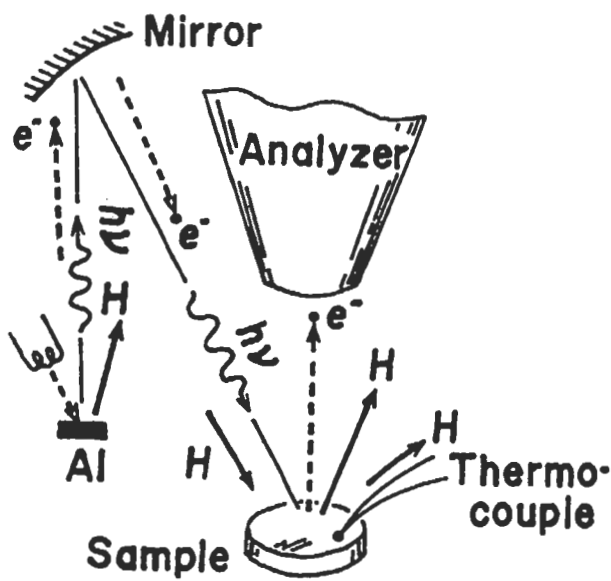


Fig. 1 Schematic experimental arrangement.

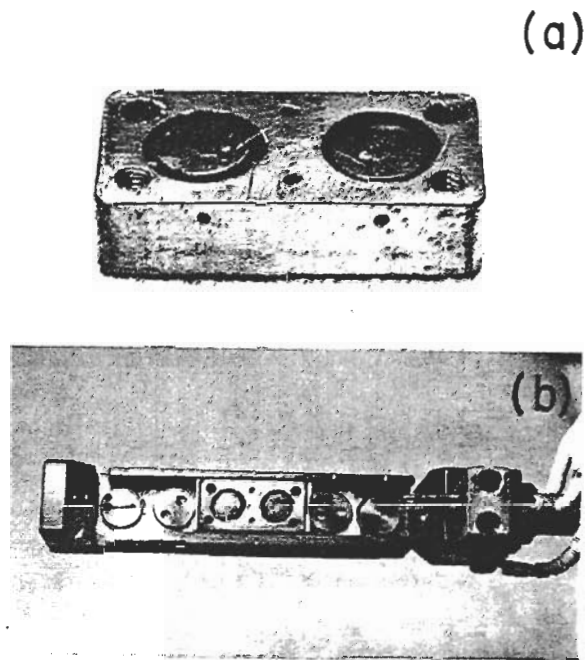


Fig. 2 Sample holder: (a) Two Al samples (coated with aquadag) floated in Cu-block and (b) the Cu-block with samples mounted in the holder. The thermocouple wires(Cu-Constantan of $\phi 25 \mu\text{m}$) are hardly visible.

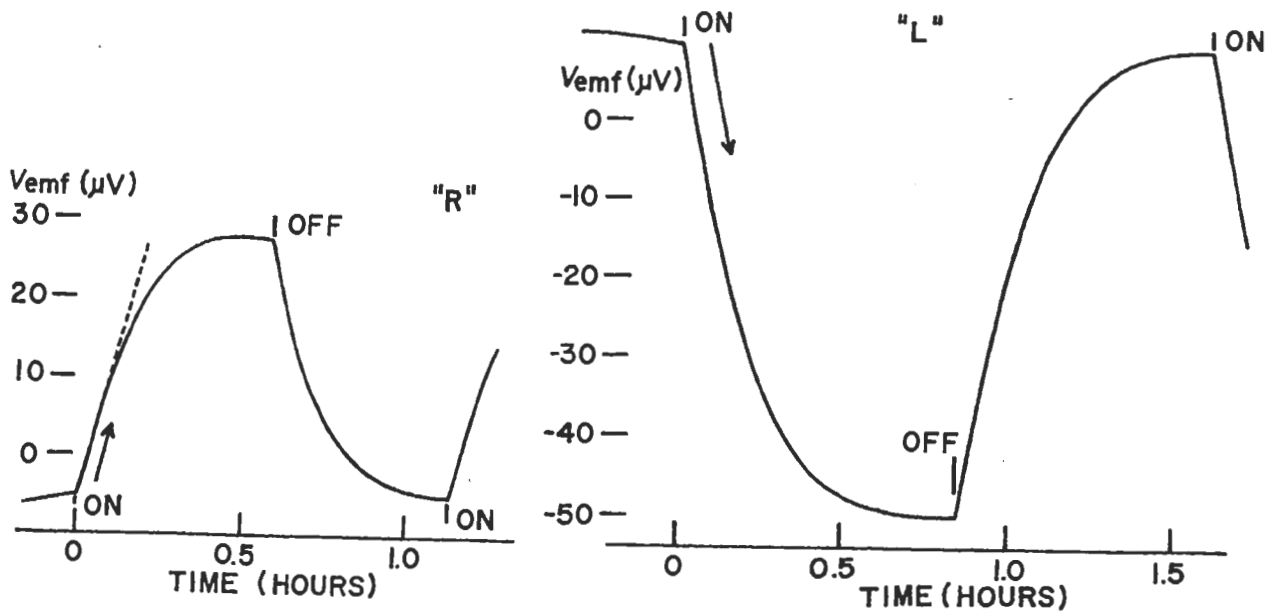


Fig. 3 Differential temperature characteristics: "R" being right and "L" being left samples in the Fig. 2 are irradiated by X-rays. Broken line shows a linear accumulation of energy.