

<연구논문>

XPS와 SIMS에 의한 Co-Ni과 Au-Cu 합금표면 정량분석 연구

김경중 · 문대원 · 이광우

한국표준과학연구원 표면분석실
(1991년 11월 23일 접수)

Quantitative Surface Analysis of Co-Ni and Au-Cu alloys by XPS and SIMS

Kyung-Joong Kim, Dae-Won Moon and Kwang-Woo Lee

*Korea Research Institute of Standards and Science, Surface Analysis Laboratory,
Taejeon Taeduck Science Town P. O. 3 305-606*

(Received November 23, 1991)

요 약—여러 조성의 Co-Ni 합금과 Au-Cu 합금에 대하여 XPS와 SIMS 분석방법을 사용하여 표면분석의 정량화 연구를 수행하였다. XPS의 경우 Co-Ni 합금에 대하여는 수정없이 고순도 시료만으로 1~2% 상대오차 범위내에서 정량분석이 가능하였고, Au-Cu 합금의 경우에는 고순도 시료만을 표준시료로 사용하여서는 정량 분석이 불가능하였고 실험적인 수정인자를 사용한 경우 1~2% 상대오차로 정량분석이 가능하였다. Au-Cu 합금의 경우 여러 조성이 표준시료가 없는 경우 이론적인 수정인자를 사용하는 경우 10%의 상대오차로 정량분석이 가능하였다. Co-Ni 합금을 SIMS 분석하였을 때 Co와 Ni의 이차이온 세기의 비가 넓은 농도 범위에서 각 성분의 농도의 비와 직선관계를 가져 SIMS에 의한 합금의 정량분석이 가능하였다. 또한 VAMAS-SCA Japan Project의 XPS 공동분석의 예비 결과도 주어져 있다.

Abstract—Quantitative surface analysis of Co-Ni and Au-Cu alloys by XPS and SIMS was studied. For Co-Ni alloy, quantitative XPS analysis could be done within 1~2% relative error with pure element standards without any correction. For Au-Cu, quantitative XPS analysis was not possible without any correction. But it could be done with standard alloys of various composition within 1~2% relative error. Without standard alloys, Au-Cu alloys could be analyzed by XPS within 10% relative error with pure element standards. For SIMS analysis of Co-Ni alloys, the relative secondary ion yields of Co^+/Ni^+ has linear relation with ratio of each composition so that quantitative SIMS analysis was possible for Co-Ni alloys. Preliminary results of XPS round robin test of VAMAS-SCA Japan Project are given.

1. 서 론

표면과 계면의 조성의 정량 분석에 대한 요구도는 표면분석법이 여러 산업분야에 널리 사용되면서 급격히 높아졌다. 표면조성의 정량분석을 위하여 흔히 사용되는 X-ray Photoelectron Spectroscopy(XPS)와

Auger Electron Spectroscopy(AES)의 경우, 먼저 전자에너지 스펙트럼을 정확히 측정하여야 한다. 이를 위하여 Au나 혹은 Cu와 같은 고순도 표준시편을 사용하여 전자분광기의 에너지를 정확히 교정해야 하며 이를 위한 표준방법과 기준값이 ASTM E-42 위원회에 의한 round robin 시험에 의하여 알려져 있다

[1, 2].

정확히 교정된 전자분광기를 이용하여 측정된 XPS와 AES 결과로부터 정량적인 표면조성에 관한 정보를 얻기위한 표면 정량분석법에 대한 많은 국제 공동연구가 Versailles Project on Advanced Materials and Standards-Surface Chemical Analysis(VAMAS-SCA) Project와 the Working Group on Surface Analysis of the International Union of Pure and Applied Chemistry(IUPAC)을 통하여 진행되고 있다[3].

모든 정량분석에서와 같이 표면 정량분석에서도 표준시료의 개발이 가장 중요하다. 표면분석용 표준시료는 표면을 깨끗하게 하기가 용이해야 하고, 알려진 조성의 표면을 쉽게 만들 수 있어야 하며 또한 안정한 물질이어야 한다. 알려진 조성의 깨끗한 시료 표면을 고진공 표면분석 장치 내에서 얻기 위한 방법으로 시료를 가열하는 방법, 시료를 초고진공 내에서 쪼개는 방법, 시료표면을 초고진공 내에서 긁어내는 방법, 가속이온빔에 의하여 스퍼터링하는 방법이 있지만, 현실적으로 여러 시료에 적용할 수 있는 방법은 고진공내에서 가속이온빔에 의하여 스퍼터링하는 방법이다.

그러나 가속이온빔에 의한 스퍼터링은 근본적으로 파괴적인 방법이므로 스퍼터링에 의한 시료의 변화를 피할 수 없다. 특히 시료의 구성 원소의 sputtering yield가 각각 다르기 때문에 시료표면의 화학조성이 본래의 조성과 달라지는 현상(preferential sputtering)은 표면화학 조성의 정량분석에 큰 문제점이다 [4].

더구나 최근 합금시료의 경우 가속이온빔에 의한 스퍼터링에 의하여 binding energy가 낮은 원소가 표면으로 편석되어 최외각 원자층에 이 원소의 농도가 증가하는 ion-induced surface segregation이 보고되어, 표면 분석용 표준시료는 가속이온빔에 의한 스퍼터링에 의하여 preferential sputtering이나 ion-induced surface segregation이 일어나지 않아야 한다 [5, 6].

이러한 조건을 만족하는 합금시료로 Au-Cu와 Co-Ni가 많은 연구자에 의하여 검토되었다[7-9]. Au-Cu 합금시료는 가속이온빔에 의하여 조성이 거의 변하지 않는 것으로 알려져 있었으며 ASTM E-42 위원회에

의하여 표면분석용 표준시료로 사용할 수 있는지 round robin test를 통하여 시험되기도 하였다. 그러나 ISS 실험에 의하면, Au-Cu 합금 표면층은 가속이온에 의한 스퍼터링에 의하여 Au가 표면층에 석출되어 최외각 원자층은 Au 농도가 증가하고 그 다음층들은 Au 농도가 감소된 표면조성의 변화를 보여준다[10].

따라서 스퍼터링에 의한 이러한 표면조성 변화가 없는 표준시료가 요구되어 Co-Ni 합금시료에 대한 검토가 진행되고 있다. Co-Ni 합금은 Co와 Ni의 물리적 및 화학적 성질이 매우 비슷하고 regular solution의 성질을 보인다. 이 Co-Ni 합금시료에 대한 ISS-AES 분석에 의하면, 이 Co-Ni 합금시료의 표면은 surface segregation이나 preferential sputtering에 의해 그 조성이 변화하지 않는다는 것이 보고되어 있다[9]. 국내에서는 XPS를 이용하여 GaAs 표면의 정량분석에 대한 연구결과가 발표되어 있다[11].

본 실험에서는 VAMAS-SCA Japan Project에 의하여 제조된 Au-Cu와 Co-Ni 합금 표준시료에 대하여 XPS와 SIMS를 사용하여 표면조성을 분석하여 이들이 표면 분석용 표준시료로서 어떻게 사용될 수 있는지, 또한 흔히 사용되고 있는 고순도 소재의 XPS 세기를 상대감도 인자(relative sensitivity factor)로 사용하여 표면조성을 분석하는 경우의 정확도에 대하여 알아보고자 하였다. 특히 시료 조성의 변화에 따라 심한 이차이온 세기의 변화를 보여주는 SIMS 분석에 있어, 이 매질효과가 어느 정도 이 합금시료에 대해 나타나는지 알아 보았다.

2. 실험

본 실험에 사용된 시료는 VAMAS-SCA Japan Project를 위하여 제작된 시료로서 일본의 National Research Institute for Metals으로부터 제공된 것들이다. Au-Cu 합금시료는 arc melt 후 Ar 분위기에서 1100 K 온도로 anneal한 후 얼음물로 quenching하고 0.3~0.4 mm로 cold roll하여 균질한 합금으로 만든 것이다. Co-Ni 합금시료는 electric arc melting하고 진공하에서 1200 K 온도에서 24시간 균질화한 후 cold roll하고 1200 K에서 48시간 anneal하여 만든 것이다. XPS 실험을 하기 전의 시료의 cleaning은 표면의 탄소와 산소가 검출되지 않을 때까지 500 eV의 Ar⁺

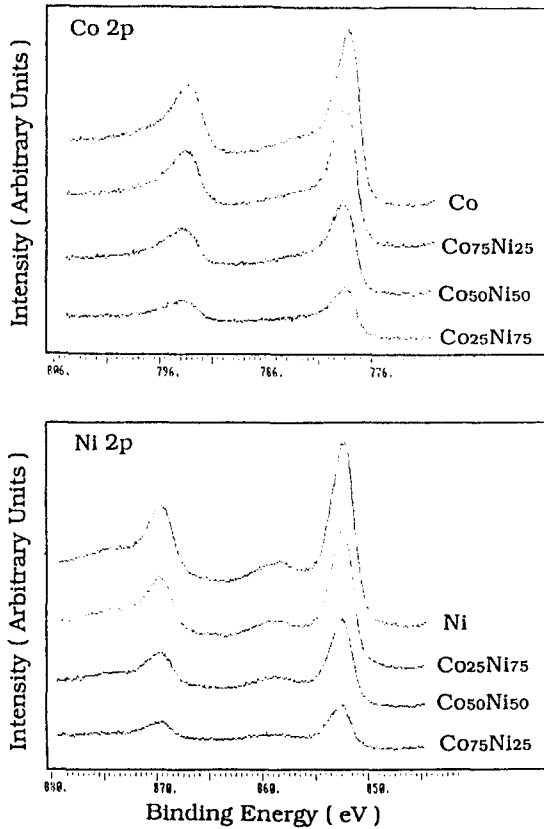


Fig. 1. Co-Ni 합금시료의 XPS 스펙트럼

이온빔으로 스퍼터링하여 수행하였다.

본 실험에 사용된 표면 분석기기는 영국의 Vacuum Science Workshop에서 제작한 XPS/AES/SIMS 등의 여러 표면 분석방법이 가능한 다목적 표면 분석기기이다. Turbomolecular pump, ion pump, 그리고 Ti sublimation pump를 사용하여 5×10^{-10} torr의 base pressure를 유지하고 있고 SIMS 실험의 경우 이온총으로부터의 가스에 의하여 진공용기내의 압력이 5×10^{-8} torr로 증가하였다. XPS 실험을 위하여 10kV, 25mA 출력의 Al과 Mg X-선관이 사용되었고 전자 에너지 분석기는 concentric hemispherical analyzer로서 통과에너지를 22 eV로 일정하게 하여 사용하였다.

SIMS 분석을 위한 이온총은 아르곤과 산소이온을 발생시킬 수 있는 duoplasmatron ion gun으로 SIMS 분석시 5keV로 가속된 이온을 수십 마이크로미터로 집속하여 $1 \times 2 \text{ mm}^2$ 의 면적에 주사하며 50% gating

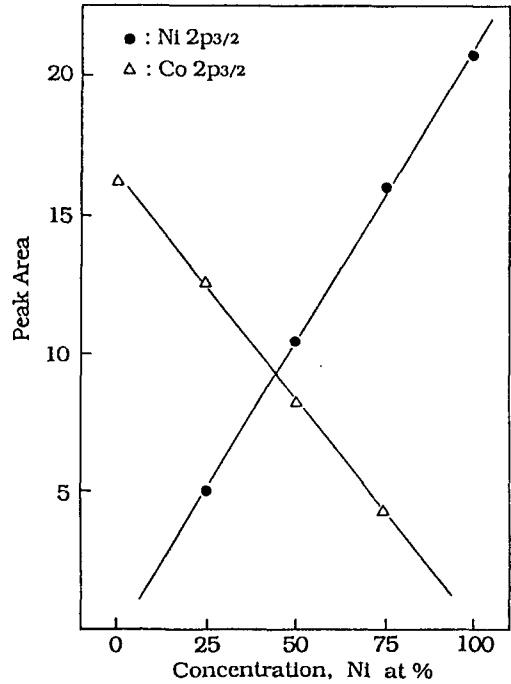


Fig. 2. Co 2p_{3/2} 피이크와 Ni 2p_{3/2} 피이크의 면적과 합금조성과의 관계

function을 사용하여 이차이온의 세기를 측정하였다. 이차이온의 입사각은 표면수직으로부터 60°로 모든 시료에 대하여 사용하였다. 이차이온의 측정을 위한 질량분석기는 사중극자 질량분석기로 cylindrical mirror analyzer 형태의 이온 에너지 분석기가 사중 질량분석기 앞에 부착되어 있다.

3. 결 과

3.1. XPS에 의한 Co-Ni 및 Au-Cu 합금의 표면 분석

본 실험에 사용된 Co-Ni 시료는 원자분율로 Co 75%-Ni 25%, Co 50%-Ni 50%, Co 25%-Ni 75%의 Co-Ni 합금시료와 Co와 Ni 고순도 시료로 되어 있다. XPS 분석시에 Al X선을 이용하는 경우 Co 2p_{3/2} 피이크와 Ni Auger 피이크가 겹치기 때문에 Mg X선을 이용하여 얻은 Co 2p와 Ni 2p XPS 스펙트럼이며, 이 스펙트럼으로부터 얻은 각 XPS 피이크의 면적을 각 합금에 대하여 Fig.2에 나타내었다. 피이크의 면적은 각 2p_{3/2} 피이크의 binding energy - +4 eV 범

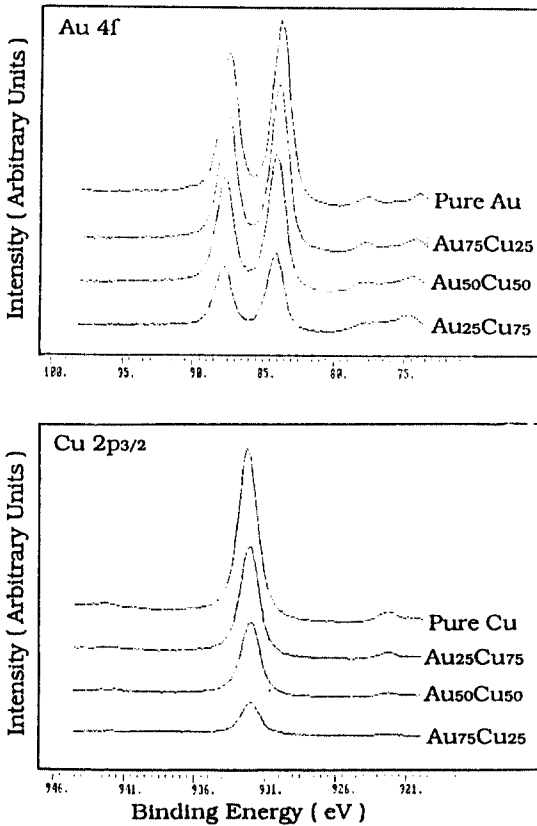


Fig. 3. Au-Cu 합금시료의 XPS 스펙트럼

위에 걸쳐 적분하여 구했다. Fig.2에서 볼 수 있는 바와 같이 Co-Ni 합금의 경우 각 XPS피이크의 면적이 합금조성에 일차적으로 비례하는 직선 경향선을 얻을 수 있었다.

Au-Cu 시료는 원자분율로 Au 75%-Cu 25%, Au 50%-Cu 50%, Au 25%-Cu 75%의 합금 시료와 Au와 Cu의 고순도 시료이었다. Al X선을 사용하여 측정한 Au-Cu 시료의 Au 4f와 Cu 2p_{3/2} XPS 스펙트럼이 Fig. 3에 주어져 있다. 각 XPS 피이크의 면적을 적분하여 Fig.4에 주어져 있다. Au 피이크의 면적은 4f_{7/2} 피이크의 binding energy +9 eV에서 -3 eV까지의 4f_{7/2}와 4f_{5/2} 피이크들을 적분하여 구했고 Cu 피이크의 면적은 2p_{3/2} 피이크의 binding energy + -4 eV 범위의 면적으로부터 구했다. Co-Ni 합금시료와는 달리 합금시료의 각 성분의 XPS 세기가 각 성분의 농도에 일차적으로 비례하지 않고 Au의 경우 Au의 농도가 증가할수록 Au의 XPS의 증가율이 감소하고, Cu의

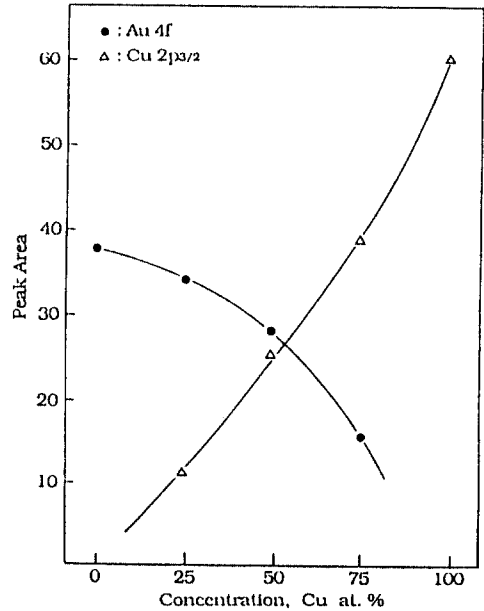


Fig. 4. Au 4f 피이크와 Cu 2p_{3/2} 피이크의 면적과 합금조성과의 관계

경우 이와는 반대로 Cu의 경우 이와는 반대로 Cu의 농도가 증가할수록 그 증가율이 커진다.

Au-Cu 합금시료와 Co-Ni 합금시료의 경우 합금의 농도에 따라 각 성분의 XPS 피이크의 chemical shift와 satellite 피이크에 변화가 있다. 이에 대한 자세한 보고는 추후에 별도로 할 예정이다[12].

3.2. SIMS에 의한 Co-Ni 합금의 표면분석

Au-Cu 합금시료의 경우 Au⁺ 이차이온의 이온 효율이 워낙 낮아, 본 SIMS 장비로는 Au⁺ 이차이온 세기를 측정할 수가 없었다. Cs⁺ 이온총을 사용하면서 Au⁻ 이차이온을 측정하는 방법이 가장 좋은 방법이지만 본 실험 장비에는 Cs⁺ 이온총이 설치되어 있지 않다. Co-Ni 합금시료의 경우 Ar⁺ 이온을 이용하여 측정한 Co⁺ 이차이온과 Ni⁺ 이차이온 세기의 비가 각 성분의 조성비에 대하여 Fig.5에 나타내어져 있다. SIMS가 가지고 있는 심한 매질 효과를 고려하면 매우 좋은 직선관계를 보여준다고 하겠다. 또한 이차이온의 세기를 증가시키기 위하여 흔히 사용하는 산소 분압 하에서의 Co⁺/Ni⁺ 이차이온 세기의 비는 Fig.5에 나타나 있는 바와 같이 산소 분압 1×10⁻⁸ mbar, 1×10⁻⁷ mbar, 그리고 3×10⁻⁷ mbar에 대하여 모두 좋은

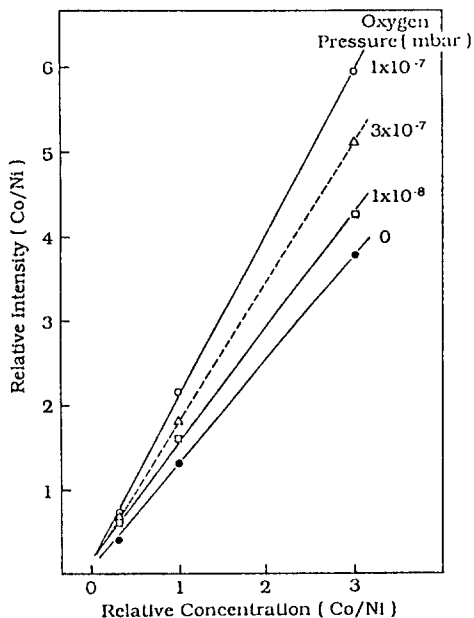


Fig. 5. 여러 산소분압하에서의 Ar⁺ 가속이온에 의한 Co⁺/Ni⁺ 이차이온세기의 비와 합금조성비의 관계

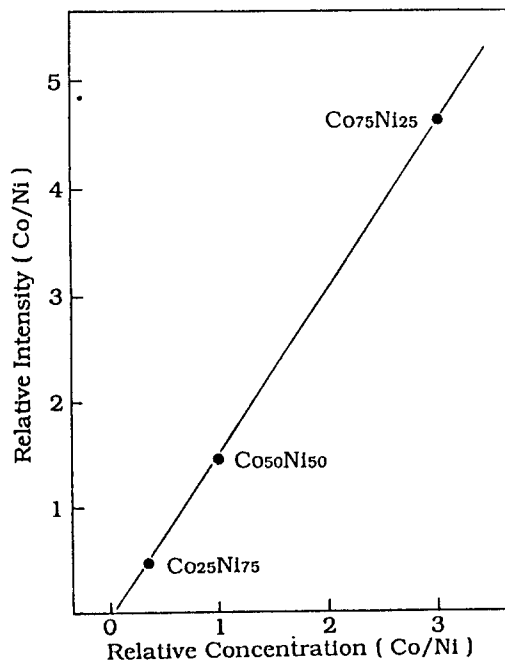


Fig. 6. 산소 O⁺ 가속이온빔에 의한 Co⁺/Ni⁺ 이차이온 세기의 비와 합금조성비의 관계

직선관계를 보여주었다. 산소이온빔을 사용한 경우도 전 농도 범위에 걸쳐 Co⁺/Ni⁺ 이차이온 세기의 비가 Fig. 6에서와 같이 좋은 직선관계를 보여주었다.

4. 토 의

XPS 분석에 있어서 가장 간단한 방법은 각 성분의 XPS 세기가 각 성분의 농도 C에 일차적으로 비례한다는 가정하에서 아래 식으로 주어진다.

$$C_A = \frac{I_A}{I_A^0} \tag{1}$$

I_A, I_B는 합금성분 A, B의 XPS 세기이고 I_A⁰, I_B⁰는 고순도 시료의 XPS 세기이다. 이성분 계인 경우, C_A는 아래와 같이 주어진다.

$$C_A = \frac{C_A}{C_A + C_B} = \frac{I_A/I_A^0}{I_A/I_A^0 + I_B/I_B^0} \tag{2}$$

실제로 XPS 세기는 이온화단면적, inelastic mean free path, 에너지 분석기의 투과율 및 검출 효율 등 여러 인자들에 의하여 영향을 받는다. 이러한 인자

들을 고려하여 XPS 세기에 대한 식을 유도하여 균 질한 이원합금에 적용하면 각 성분의 XPS 세기는 다음 식으로 주어진다[13].

$$\frac{I_A/I_A^0}{I_B/I_B^0} = \frac{(\lambda_{AB}(E_A)\lambda_B(E_B))R_B^0(N_A N_B^0)}{(\lambda_{AB}(E_B)\lambda_A(E_A))R_A^0(N_A^0 N_B)} \tag{3}$$

λ_{AB}는 합금에서의 inelastic mean free path이고, R_A⁰와 R_B⁰는 시료표면의 거칠기에 관한 인자이다. (3) 식에서 합금시료와 고순도 시료는 동일한 장비에 의해 동일한 조건에서 측정되어야 한다. N_A⁰와 N_B⁰는 고순도 시료의 원자 밀도이다. 여기에서 거칠기 인자를 무시하고, 합금에서의 inelastic mean free path가 순수 시료에서의 inelastic mean free path와 같다는 가정을 하면 (3)식은 (4)식과 같이 간소화된다.

$$\begin{aligned} C_A &= \frac{N_A}{N_B} \\ &= \frac{N_A^0}{N_B^0} \cdot \frac{I_A/I_A^0}{I_B/I_B^0} = \left(\frac{a_B}{a_A}\right)^3 \cdot \frac{I_A/I_A^0}{I_B/I_B^0} \\ &= \left(\frac{a_B}{a_A}\right)^3 \cdot \frac{I_B^0}{I_A^0} \cdot \frac{I_A}{I_B} \end{aligned} \tag{4}$$

정리하면 아래의 (5)식이 된다.

Table 1. Co-Ni 합금시료의 XPS 면적 및 분석치(● : without correction, △ : with theoretical correction, □ : with empirical correction)

합금시료	XPS 면적		분석치 C		
	Co	Ni	without correction	with theoretical correction	with empirical correction
Co	16.21	-	1.0	1.0	1.0
Co ₇₅ Ni ₂₅	12.52	5.01	0.761	0.758	0.750
Co ₅₀ Ni ₅₀	8.41	10.35	0.508	0.508	0.493
Co ₂₅ Ni ₇₅	4.27	16.01	0.253	0.253	0.243
Ni	-	20.60	0.0	0.0	0.0

$$\frac{I_A}{I_B} = \left(\frac{a_A}{a_B} \right)^3 \cdot \frac{I_A^O}{I_B^O} \cdot \frac{N_A}{N_B} \quad (5)$$

(4), (5)식에서 a는 원자크기이다.

Fig. 2와 Fig. 4에 주어저 있는 각 성분의 XPS 세기를 (2)식에 대입하여 합금의 조성을 구한 결과가 Table 1에 C(without correction)으로 주어저 있다. Co-Ni 합금시료의 경우 Fig. 1에서 볼 수 있는 바와 같이 합금시료의 각 성분의 XPS 세기가 각각의 농도에 일차적으로 비례하므로 수정없이도 각 성분의 XPS 세기로부터 합금시료의 각 성분 농도를 구해낼 수 있었다. (5)식의 유효성을 검토하기 위하여 Co와 Ni 성분의 XPS 세기의 비를 농도의 비에 대해 나타내보면 Fig. 7에서와 같이 직선을 보여주며 기울기는 0.83이다. (5)식에서 이론적으로 계산된 기울기는 0.80이어서 Co-Ni 합금의 경우 이론식이 비교적 실험결과를 잘 설명해줄 수 있다.

Au-Cu 합금시료의 경우는 Fig. 4에서 볼 수 있는 바와 같이 각 성분의 XPS 세기가 각 성분의 농도에 일차적으로 비례하지 않고 따라서 (2)식을 이용하는 경우 Table 2에서 볼 수 있는 바와 같이 합금시료의 평균 농도를 구해낼 수 없었다. Au-Cu 합금시료에 대하여 (5)식을 적용하여 Au와 Cu의 XPS 세기의 비를 농도의 비에 대해 나타내 보면 Fig. 8에서와 같이 직선을 보여주며 기울기는 1.01이다. 따라서 Au-Cu 합금을 XPS로 분석할 때 여러 조성의 표준시료가 있는 경우 실험적으로 검량선을 작성하여 사용하는 경우는 Table 2의 C(With empirical correction) 및 Fig. 8에서와 같이 상대오차 1~2% 이내에서 시료의 조성을 잘 분석할 수 있다. 그러나 여러 조성의 표준시료가 없는 경우 고순도 Au 및 Cu 시료를 이용하여

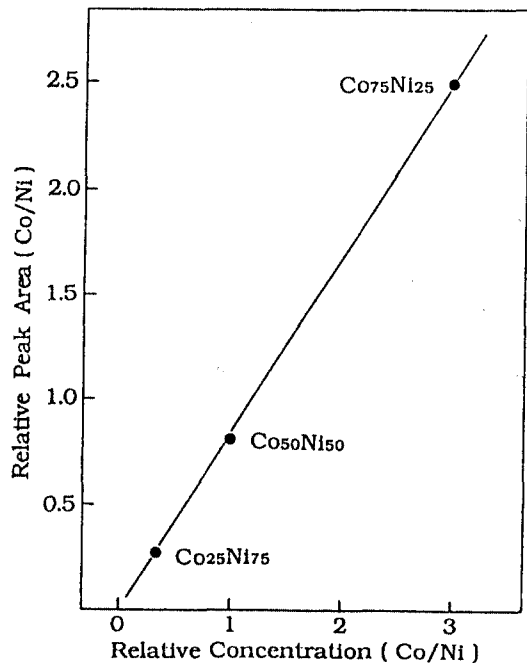


Fig. 7. Co 2p_{3/2} 피이크와 Ni 2p_{3/2} 피이크의 면적의 비와 합금조성비와의 관계

수정없이 (2)식을 이용하면 Table 2의 C(with theoretical correction)에서 볼 수 있는 바와 같이 상대오차 10~20%의 결과를 준다.

Au-Cu 합금에 대하여 (5)식을 적용해보면 계산된 기울기는 0.90이다. 이는 Co-Ni 합금시료의 경우와 달리 실험적으로 구한 값 1.01과 상당히 다른 값이다. Co-Ni 합금과 달리 각 성분의 원자밀도와 전자구조 등 물리적 화학적 성질이 다른 성분으로 된 Au-Cu와 같은 합금의 경우 여러 조성의 표준시료가 없이 고순도 시료만을 표준시료로 사용하여 수정없이 (2)식

Table 2. Au-Cu 합금시료의 XPS 면적 및 분석치(● : without correction, △ : with theoretical correction, □ : with empirical correction)

합금시료	XPS 면적		분석치 C		
	Au	Cu	without correction	with theoretical correction	with empirical correction
Au	37.77	-	1.0	1.0	1.0
Au ₇₅ Cu ₂₅	34.14	11.28	0.829	0.771	0.747
Au ₅₀ Cu ₅₀	27.88	25.67	0.635	0.547	0.505
Au ₂₅ Cu ₇₅	15.57	39.08	0.389	0.310	0.248
Cu	-	60.49	0.0	0.0	0.0

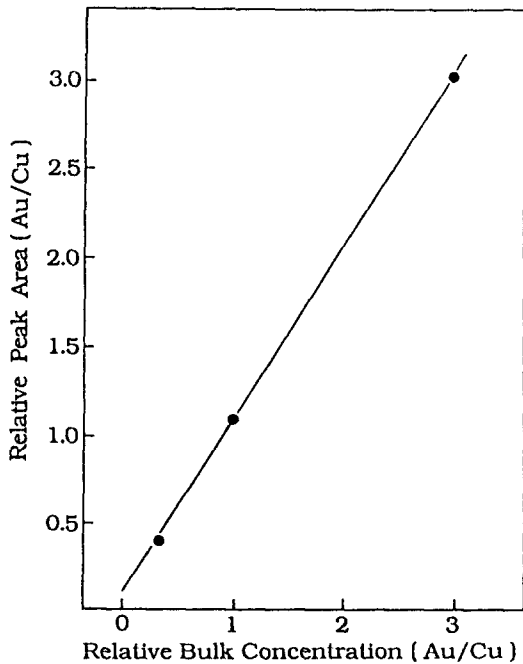


Fig. 8. Au 4f 피이크와 Cu 2p_{3/2} 피이크 면적비와 합금 조성비와의 관계

을 사용하거나 (5)식과 같은 근사적인 이론적인 수정방법을 사용하는 경우 상당한 분석오차를 가짐을 알 수 있다. Table 1과 Table 2의 분석결과값을 합금조성에 대해 나타내보면 Fig.9와 Fig.10에서와 같다. Au-Cu 합금의 경우 가속이온에 의한 스퍼터링에 의하여 표면조성이 변하는 것이 ISS에 의하여 보고 되었으나[10] XPS의 경우 분석깊이가 ISS보다 깊어서 그러한 변화를 측정할 수는 없다.

SIMS에 있어 이차이온의 세기 Y⁺는 아래 식 (6)으로 주어진다.

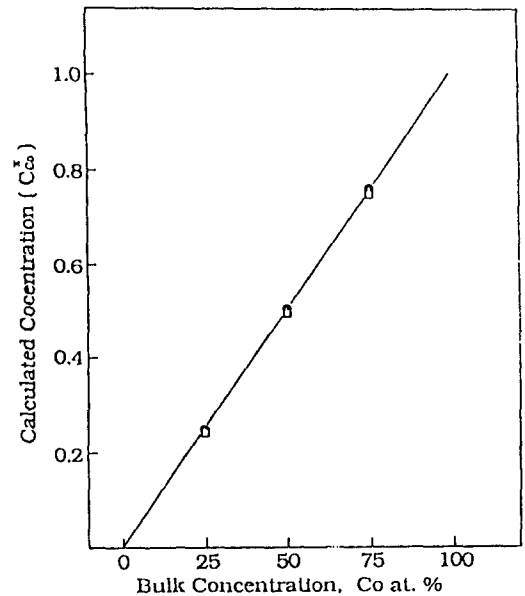


Fig. 9. Co-Ni 합금에 대한 XPS 분석결과와 합금조성과의 관계

$$Y^+ = \beta C F S I_p P^+ \tag{6}$$

β는 기기의 감도인자, C는 농도, F는 동위원소 비율, S는 스퍼터링 효율, I_p는 일차이온 전류, P⁺는 이차이온화 확률이다. 이차이온화 확률은 electron tunneling model에 의하면 다음 식으로 주어진다[14].

$$P^+ = \exp[(\phi - I)/\epsilon] \tag{7}$$

(6)식에서 φ는 금속표면의 일함수, I는 원소의 이온화에너지, ε는 이차이온의 속도 및 이차이온과 시료표면의 상호작용에 관한 파라미터이다. Co와 Ni의 경우에는 Co와 Ni의 일함수는 각각 5.0 eV와 5.15 eV이며, 이온화에너지는 각각 7.86 eV와 7.635 eV이

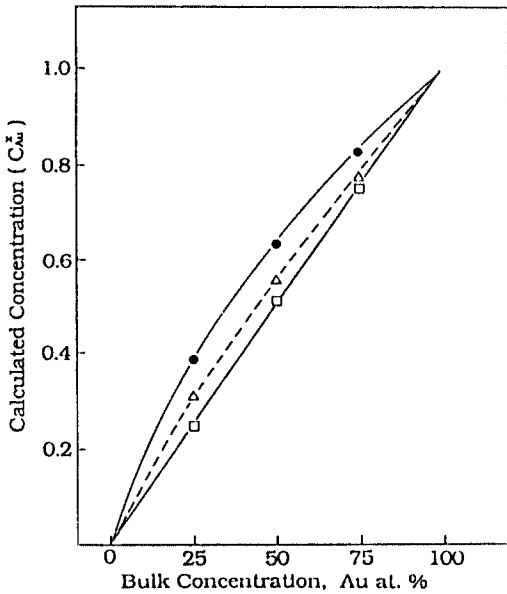


Fig. 10. Au-Cu 합금에 대한 XPS 분석결과와 합금조성과의 관계

다. Fig. 5와 Fig. 6에서 Co와 Ni의 이차이온 세기의 비와 농도의 비가 직선관계를 보여주는 것은 (6)식에서 가장 변화가 심한 Co^+ 와 Ni^+ 의 이차이온화 확률이 합금조성에 따라 큰 변화가 없다는 의미가 된다. Cr-Ni, Re-Ni, Cu-Ni, Pd-Ni, 그리고 Ag-Pd 합금의 경우 Ar^+ 가속이온 혹은 산소 분위기하에서의 Ar^+ 이온에 의한 SIMS 분석과 O_2^+ 가속이온에 의한 SIMS 분석시에 각 합금의 조성이 변함에 따라 이온화 확률이 변한다는 것이 보고되었다[15,16].

Co와 Ni의 경우 합금조성의 변화에 대해 각 이차이온의 이온화 확률이 변하지 않는 것은 이차이온화 확률을 정해주는 Co와 Ni의 일함수와 이온화에너지가 거의 비슷하고 전자구조도 비슷하기 때문이라 생각된다. 이러한 예는 특수한 경우에 해당되고 일반적으로 대부분의 합금에서 각 성분의 일함수와 이온화 에너지가 다르기 때문에 Co-Ni 합금과 같이 이차이온 세기의 비가 농도의 비와 넓은 농도범위에 걸쳐 비례하는 것은 아니다.

본 실험실에서 Au-Cu 합금시료에 대하여 VAMAS-SCA Japan Project에 참여하여 얻은 결과를 소개하면 Fig. 11과 같다. 본 실험실을 포함하여 13개의 다른 분석기관에서 같은 균질한 Au-Cu 표준 합금시료를 사용하여 측정된 결과로 (2)식을 사용하여 분석한

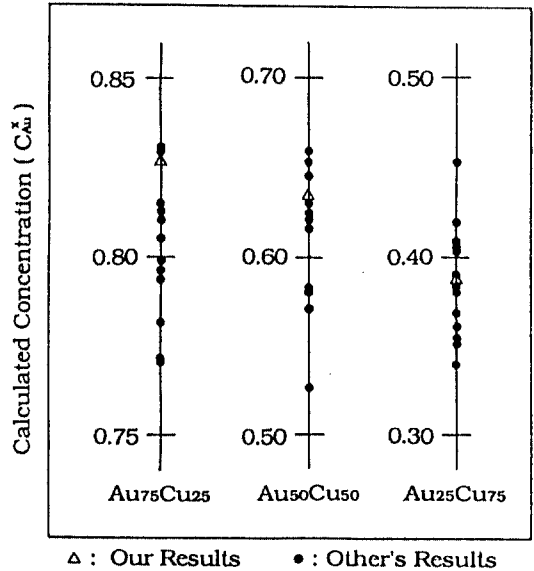


Fig. 11. VAMAS-SCA Japan Project의 Au-Cu 합금시료에 대한 XPS round robin test의 결과. Δ 가 본실험실의 결과임.

결과를 보여준다. 합금 각 성분의 XPS 세기의 비에 관한 실험실간의 XPS측정 결과와 상대오차가 거의 10%에 이르는 것을 알 수 있다. 상대적으로 정량적인 분석법으로 알려진 XPS의 분석결과가 이 정도의 실험실간 분산을 보여 준다는 것은 표면분석의 정량화를 위해 매우 깊은 주의를 기울여야 한다는 것을 볼 수 있다. 본 실험실의 결과는 Δ 로 나타나 있는데 Au의 농도가 높아지면서 상대적으로 높은 분석치를 줄 수 있다. 이에 대한 원인 규명은 진행 중이다.

5. 결 론

Co-Ni과 Au-Cu 합금시료를 XPS와 SIMS로 표면 분석을 어느 정도 정량화할 수 있는지를 조사해 보았다. Co-Ni 합금과 같이 각 성분의 원자특성이 비슷한 경우는 XPS 분석시 각 성분의 XPS세기가 농도에 일차적으로 비례하여 수정 인자없이도 정량 분석이 가능하였고 SIMS 분석의 경우도 각 성분의 이차이온 세기의 비가 농도의 비에 일차적으로 비례하여 정량분석이 가능하였다. Au-Cu 합금과 같이 각 성분의 원자 특성이 다른 경우 실험적으로 구한 수정인자로는 정량 분석이 가능했으나 이론적으로 구한 수정인자로는 정확한 정량분석이 곤란했다. 일반적으로

고순도 시료만을 표준 시료로 이용한 XPS 및 SIMS 분석의 경우 정확한 정량 분석에 한계가 있음을 알 수 있다.

감사의 글

본 실험은 과학기술처와 분자과학센터의 연구비 지원으로 이루어졌고 VAMAS-SCA Japan Project의 Au-Cu와 Co-Ni 합금 표준시료를 제공하여 준 일본 National Research Institute for Metals의 Dr. K. Yoshihara에게 감사를 드린다.

참고문헌

1. M. T. Anthony, in Practical surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy, edited by D. Briggs and M. P. Seah (Wiley, Chichester, 1983), p. 429.
2. C. J. Powell, N. E. Erickson and T. E. Madey, J. Electron Spectrosc., **17**, 361 (1979).
3. C. J. Powell, Surf. Interface Anal., **11**, 103 (1988).
4. G. Betz and G. K. Wehner, in Sputtering by Particle Bombardment II, ed. by R. Behrisch, Chapt. 2. Springer-Verlag, Heidelberg (1983).
5. R. Shimizu, Nucl. Instrum. Methods **B18**, 486 (1987).
6. H. J. Kang, J. H. Kim, K. S. Kim, D. W. Moon and R. Shimizu, Surf. Sci., **226**, 93 (1990).
7. D. Fujita, A. Tanaka, K. Goto and T. Homma, Surf. and Interface Anal., **16**, * * (1990).
8. C. Jansson and P. Morgen, Surf. and Interface Anal., **15**, 1 (1990).
9. A. Kurokawa, R. Shimizu, Y. Kubota and H. J. Kang, Surf. and Interface Anal., **14**, 388 (1989).
10. H. J. Kang, R. Shimizu and T. Okutani, Surf. Sci. **155**, L173 (1982).
11. 이덕형, 오세정, 김득녕, 강태원 새물리 **29**, 345 (1989).
12. 황찬용, 문대원, 김선미, 김차연, 김성태 (to be published).
13. Practical surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy, edited by D. Briggs and M. P. Seah (Wiley, Chichester, 1983) p.198.
14. M. L. Yu, Phys. Rev. Lett., **47**, 1325 (1981).
15. M. L. Yu and W. Reuter, J. Appl. Phys. **52**, 1478 (1981).
16. M. L. Yu and W. Reuter, J. Appl. Phys. **52**, 1489 (1981).