

1 keV 以下の Xe<sup>+</sup>イオン照射による炭素グリッド損耗Carbon Grid Erosion by Xe<sup>+</sup> ions below 1 keV Energy

○北川 道啓・翠 俊紀・E. M. Dumayaca・剣持 貴弘・粕谷 俊郎・和田 元(同志社大)

○Michihiro Kitagawa・Toshiki Misu・E. M. Dumayaca・Takahiro Kenmotsu  
Toshiro Kasuya・Motoi Wada (Doshisha University)

## Abstract

A low energy ion beam transport system that mass-selects Xe<sup>+</sup> ions was designed to measure carbon sputtering yield below 1 keV beam energy. The intensities of the beam at a carbon target obtained by a monoplasmatron ion source coupled to a magnetic quadrupole lens system was 190 nA/cm<sup>2</sup> at 200 eV and 1.3 μA/cm<sup>2</sup> at 1 keV. At more than 400 eV incident energy, the sputtering yields of the target against 8 hours irradiation were measured with the system. The measured yields were comparable to those experimentally measured by Kolasinski *et al* and Doerner *et al*. Characteristic mass change of the target with the clear sign of Xe retention succeeding to sputtering weight loss was observed for 200 and 300 eV Xe<sup>+</sup> beam energy, after the target was exposed to the beam bombardment from 100 to 900 eV energy. However, the sputtering yield simulated by Kenmotsu *et al* predicts about half the yields obtained in this study. Some possible reasons for observing these higher sputtering yields are: the enhanced chemical sputtering due to surface adsorbates on the carbon target, and change in Young's modulus of QCM due to temperature rise by ion beam bombardment.

## 記号

- ΔF: 水晶天秤周波数変化量 [Hz]  
 F<sub>0</sub>: 水晶天秤基本周波数 [Hz]  
 A: 電極面積 [m<sup>2</sup>]  
 μ: 水晶のせん断応力 (2.947×10<sup>13</sup> g/ms<sup>2</sup>)  
 ρ: 水晶の比重 (2648×10<sup>3</sup> g/m<sup>3</sup>)  
 Δm: 質量変化量 [g]  
 Y: スパッタ収率 [atom/ion]  
 C: 炭素の原子量  
 N<sub>a</sub>: アボガドロ数 (6.022×10<sup>23</sup> atoms/mol)  
 I<sub>i</sub>: イオンビーム電流 [A]  
 q: 電荷素量 [C]  
 ΔT: 照射時間 [s]

## 1. はじめに

μ10 等のイオンエンジンでは、エンジンの寿命短縮化に繋がると予測される Xe イオン照射による炭素グリッド損耗を正確に予測する必要がある。Xe イオンによる炭素固体表面でのスパッタリング現象は、Xe イオンの入射エネルギーがスパッタリング閾値以下の低エネルギー領域の場合、理論的には起こらないとされていた。この閾値は純粋な炭素材に対して計算されたものであるのに対し、Xe プラズマ照射後、炭素固体表面には 14% の Xe 蓄積が生じたと

Doerner 等より報告されている<sup>1)</sup>。そのため、実際の炭素表面でのスパッタリング現象は純粋な炭素に Xe が入射した場合と異なり、Xe が蓄積した炭素に Xe が入射する状況下で生じていると予測される。報告された 14% の蓄積効果を考慮すると、炭素スパッタリングの閾値エネルギーは純粋な炭素の場合の 160.84 eV と比較して、36.5 eV となること Kenmotsu 等の ACAT シミュレーション結果より得られた<sup>2)</sup>。したがって Xe 蓄積の影響により、本来予測されていた閾値エネルギー(160.84 eV)以下の領域においてもスパッタリング損耗が一定量生じると考えられる。そこで本研究では、質量分離された低エネルギーXe<sup>+</sup>イオンビームを炭素ターゲットに照射し、Xe 蓄積によるスパッタ効果拡大の定量的な評価を目的とする。

本論文では、1 keV 以下の Xe<sup>+</sup>イオン照射による炭素スパッタ収率の測定結果に加え、モノプラズマトロン型イオン源及び磁気四重極レンズの開発による低エネルギーイオン輸送系の改良、炭素ターゲット作製について報告する。

## 2. 実験原理

2.1 蓄積効果によるスパッタ現象への影響<sup>2)</sup> あるエネルギーを持ったイオンが固体材料に入射すると、基本的には固体表面からの弾き出し現象が起こる。Xe イオンと炭素材料の組み合わせでは、弾き出し現象に加えて Xe が炭素表面に蓄積する。この蓄積効果によりスパッタリングの閾値エネルギーは大きく減少することがわかっており、全

体的にスパッタリング効果が拡大されると考えられている。

この基本的なモデルを図1に示す。ターゲット原子より蓄積する粒子が重い場合、入射粒子からエネルギーを受けたターゲット原子が蓄積粒子と衝突する際、式(1)に示す弾性衝突の運動エネルギー移行因子 $\gamma$ が小さくなる。そのため、比較的少ない運動エネルギー損失でターゲット内を運動することができる。

$$\gamma = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} \quad (1)$$

また、エネルギーを受けて反跳した粒子(ターゲット原子)は蓄積粒子より軽い場合、蓄積粒子との衝突により容易に散乱されて固体表面から飛び出す。したがって、スパッタリング現象が拡大する。本研究でのXeと炭素の組み合わせはこの場合に相当してスパッタ率は低エネルギーで大きくなる。

一方、蓄積粒子がターゲット粒子より軽い場合、弾性衝突により反跳したターゲット原子は、蓄積粒子との衝突でも散乱されにくい。その結果、固体表面近傍で衝突カスケードが十分起こらないため、スパッタ率の減少効果が生じる。

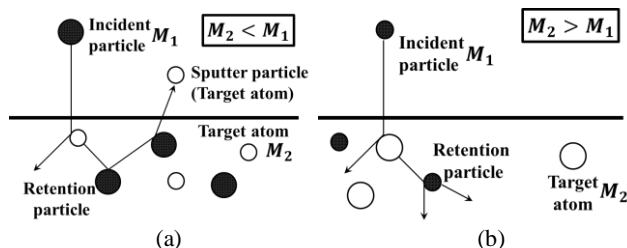


図1 蓄積効果によるスパッタリング現象への影響(a)入射粒子がターゲット原子より重い場合、(b)入射粒子がターゲット原子より軽い場合

蓄積効果によるスパッタリング拡大効果は、Xeと炭素の組み合わせだけでなく、入射粒子の質量がターゲット質量に対して大きい場合に起こるものであり、入射粒子とターゲット原子の質量比 $M_1/M_2$ が大きいほどその効果は大きくなる。また、入射粒子のエネルギーにより材料中での蓄積深さが異なり、低エネルギーであるほど表面近傍により多く蓄積する。そのため、蓄積効果によるスパッタリング拡大効果は低エネルギーであるほど顕著となると予測されている。

**2.2 スパッタリング収率の算出** 本研究では、水晶振動子微量天秤(QCM)で測定した周波数変化幅 $\Delta F$ から以下のSauerbyの式(1)より質量変化 $\Delta m$ に変換する。

$$\Delta F = \frac{2F_0^2}{A\sqrt{\mu\rho}} \Delta m \quad (2)$$

スパッタ収率 $Y$ は以下の式(3)を用いて算出する。分母はターゲットに入射する粒子数、分子はスパッタリングにより飛び出す粒子数を表す。

$$Y = \frac{\frac{\Delta m}{C} N_a}{\frac{I_i}{q} \Delta T} \quad (3)$$

本研究でのスパッタ率算出は、(2)(3)を合わせた(4)式に炭素ターゲットの周波数時間特性の傾き $\Delta F/\Delta T$ を代入する。

$$Y = \frac{qN_a A \sqrt{\mu\rho}}{2F_0^2 C I_i} \frac{\Delta F}{\Delta T} \quad (4)$$

### 3. 実験装置

#### 3.1 実験装置構成

本実験装置の概略図を図2に示す。イオン源より引き出されたイオンビームは磁界偏向型質量分析装置により $30^\circ$ 偏向されて炭素ターゲットもしくはファラデーカップに入射する。その際、質量偏向軸と質量偏向直交軸のイオンビームの焦点がターゲット位置で一致しない。また、低エネルギービームは空間電化効果の影響が強く、輸送中に大きく発散してしまう問題がある。これらの理由より、イオン源と質量分析装置の間に焦点調整レンズ挿入することでイオンビームの焦点調整を行っている。測定系では、水晶振動子微量天秤(QCM)を用いてターゲットの質量損失を測定する。ターゲットに照射するイオンビーム電流量はターゲット前後に移動可能なファラデーカップにより測定する。

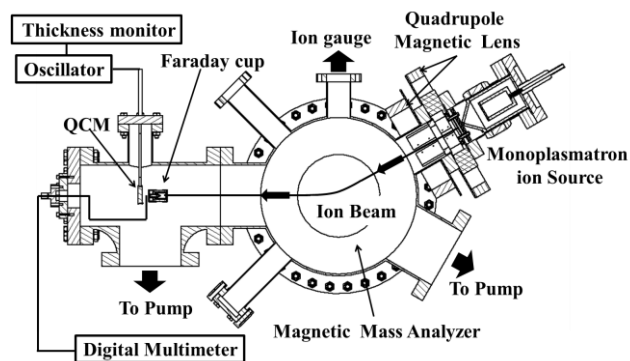


図2 実験装置概略図

**3.2 イオン輸送系の改良** 本装置ではできるだけ多くの低エネルギーXeイオンをターゲット位置まで輸送するため、イオン源及びビーム輸送系での焦点調整レンズの改良を行ってきた。本研究初期段階ではイオン源にデュオプラズマトロン型、焦点調整レンズには静電四重極レンズを用いていた。しかし、静電四重極レンズのチャージアップや絶縁不良等の問題が起こったため、磁気四重極レンズの設計を行った。磁気四重極レンズの設計により、静電レンズ系に比べて約7.7倍のビーム量の大幅な増加が得られたが、デュオプラズマトロン型イオン源の持つ磁場との干渉が新たな問題点となった<sup>4)</sup>。そこで新たに閉じ込め磁場構造を持たないモノプラズマトロン型イオン源の設計を行った。また、デュオプラズマトロン型イオン源にはタングステン(W)フィラメントによる熱陰極放電方式を採用していたため、ビーム中にWイオンが混入している可能性が疑われた。Wの質量数が183.84であることから、炭素に照射さ

れた場合には2.1節に示したようなWの蓄積現象が起こる恐れがある。そのため、設計したモノプラズマトロン型イオン源のカソードには、炭素のホローカソードを採用した。ホローカソードにしたことでフィラメントカソードに比べてメンテナンス間隔を長期に取ることが可能となった。改良後のモノプラズマトロン型イオン源、及び磁気四重極レンズ部分の装置概略図を図3に示す。

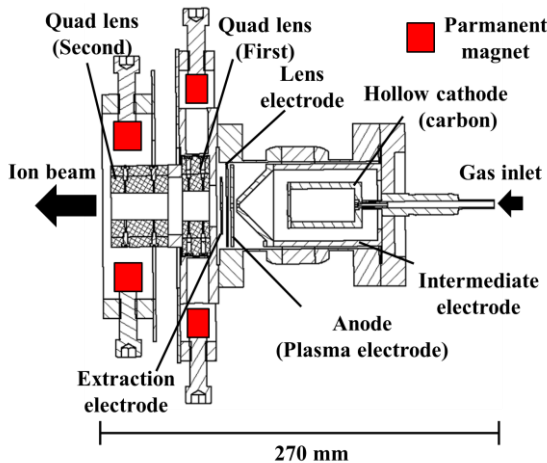


図3 モノプラズマトロン型イオン源及び磁気四重極レンズ装置概略図

今回設計したモノプラズマトロン型イオン源におけるプラズマ生成室は、炭素製のホローカソード、ニッケル製の中間電極、モリブデン製のアノード電極で構成される。高密度プラズマを輸送するため、中間電極の形状はカソード電極側がΦ50 mm、アノード電極側がΦ2 mm、高さ 102 mm のノズル状であり、アーク放電路の断面積がカソードからアノードに向けて減少するプラズマ圧縮構造となっている。イオンビーム引き出し系は、プラズマ電極、レンズ電極、引き出し電極の3枚で構成され、1枚目のプラズマ電極はアノード電極として配置されている。モリブデン製の各電極は、中心にΦ3 mmの引き出し孔を持つ。

#### 4. 装置改良によるXeイオンビーム電流量比較

装置改良ごとのターゲット位置に輸送されるイオンビーム電流量の引き出し電圧特性を図4に示す。磁気レンズ設計により、静電レンズ系に比べてターゲット位置に輸送されるイオンビーム電流量は全体的に7.7倍ほどの増加が得られ、空間電荷効果が顕著に表れる低エネルギー領域でのビーム輸送に有効であることが確認された<sup>3)</sup>。しかし磁場干渉問題、及びWイオン混入の可能性を受けてモノプラズマトロン型イオン源に改良したところ、ビーム電流量はデュオプラズマ磁気レンズ系に比べて減少した。それでも本研究初期段階のデュオプラズマ静電レンズ系に対しては大幅な増加が得られた。現段階で得られているビーム電流量は引き出し電圧 1000 V で約 1.3  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 、200 V で約 190  $\text{nA}/\text{cm}^2$  となっている。また、図4における1 kV時のビーム量を100%とした時の900 V以下のビーム量の減衰率を図5に

示す。図5から、現在のモノプラズマ磁気レンズ系が最もビーム量の減衰率が低く、低エネルギー領域での輸送効率が高いと考えられる。

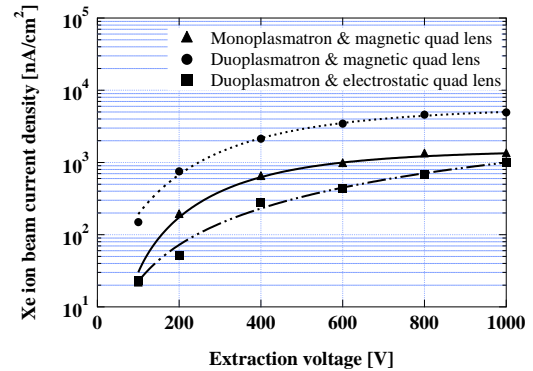


図4 装置改良ごとのXeイオンビーム電流密度の引き出し特性

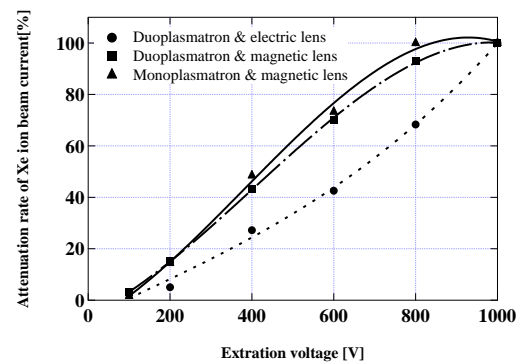


図5 装置改良ごとのXeイオンビーム電流密度の減衰率比較

### 5. 炭素ターゲット作製

スパッタリング率を測定するための炭素ターゲットの作製には、PVD (Physical Vapor Deposition) による水晶振動子板表面に直接成膜する方法と工業用炭素スプレーを用いた方法の2方式により行った。以下にそれぞれの成膜方法及び成膜結果、問題点を述べる。

**5.1 PVDによる炭素成膜** PVDによる成膜を行うため、図6に示す小型マグネトロンスパッタイオン源を構築した。

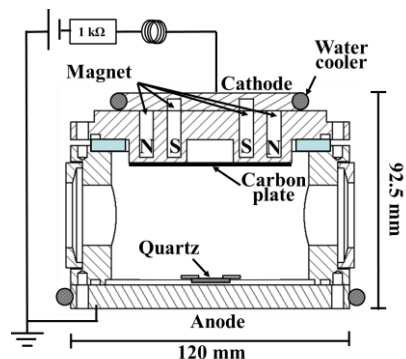


図6 小型マグネトロンスパッタ成膜装置  
供給するガスはArを使用し、マグネトロノカソードには

炭素板を加工して取り付け、スパッタターゲットとする。成膜基盤である水晶板は、 $\Phi 8$  mm の穴が開いた固定具により設置し、QCM センサー接触領域に炭素が付着しないように保護する。

成膜したサンプルの写真及び炭素膜表面の SEM 画像を図 7 に示す。成膜条件は、Ar ガス圧 2.0 Pa、放電電流 250 mA、成膜時間 4 時間とした。SEM 画像より結晶化された炭素膜が確認できる。しかし、QCM センサーに取り付けたところ「Crystal Error」となり、水晶の周波数は約 7MHz と異常値を示した。可能性の高い原因として、成膜時の水晶板の温度履歴による水晶の物理定数の変化が挙げられる。

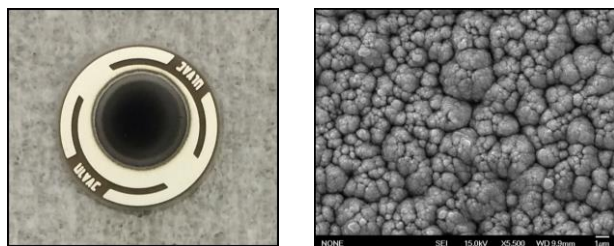


図 7 冷却無し状態でのスパッタ蒸着による炭素膜  
(a) 写真, (b) SEM 画像

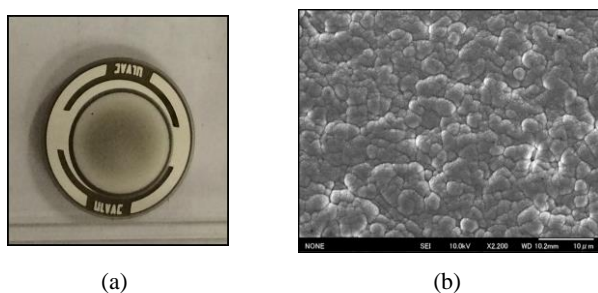


図 8 冷却有り状態でのスパッタ蒸着による炭素膜  
(a) 写真, (b) SEM 画像

上記の問題を受けて、水晶板固定フランジに冷却システムを設置し、成膜を行った。その際の実験条件は、Ar ガス圧 2.0 Pa、放電電流 250 mA、成膜時間 4 時間で成膜したサンプルの写真及び SEM 画像を図 8 に示す。冷却を施した上でも、冷却無しの場合同様「Crystal Error」となった。冷却無しの場合に比べて目視での炭素膜の濃さが薄く、冷却を行うことにより成膜工程に影響が及ぼされたと思われる。また、炭素膜外側に黒色のリング状痕跡が確認された。このリング状痕跡部分の SEM 画像 (図 9) と無加工の水晶板電極表面 (図 10) 及び炭素膜部分 (図 7) を比較すると、リング跡の表面状態は本来の水晶板電極表面がプラズマにより損耗していると考えられる痕跡が観測された。対策として、プラズマ損耗が起きにくい成膜成膜構造への変更が必要とされる。また現在の装置では図 6 のように水晶をフランジに固定して成膜しているが、QCM センサーに水晶板を装着した状態で冷却を行い成膜できる構造に変更することで、常時水晶板の認証状態及び炭素膜厚をモニターす

ることが可能となる。

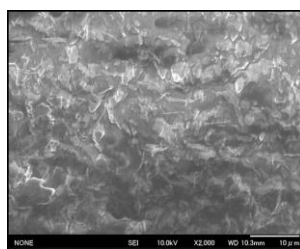


図 9 スパッタ部分  
SEM 画像

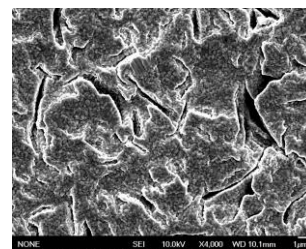


図 10 水晶板電極表面  
SEM 画像

**5.2 工業用炭素スプレー法による炭素成膜** スパッタ蒸着法では QCM センサーでのエラー問題が起こるため、ターゲット作製に炭素スプレー (Aerodag G) を用いる方法に切り替えた。5.1 節と同様に水晶のセンサー周辺部に炭素が付着しないように  $\phi 8$  mm の穴が開いた固定具を上に乗せた状態で工業用炭素スプレーにより大気中で成膜を行う。その後、1 時間程度 Ar プラズマによるアニーリングを行い、炭素膜表面の不純物除去及び凹凸部分のプラズマ研磨を行う。プラズマ照射条件は、ガス圧 2.0 Pa、放電電流 200 mA で行った。作製した Target 1, 2 の写真を図 11 に、膜厚・周波数・質量を表 1 に示す。

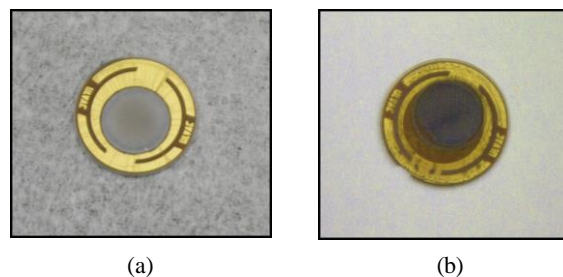


図 11 スプレー成膜及びプラズマアニーリングを用いて作製した炭素ターゲット写真 (a) Target 1, (b) Target 2

表 1 Target1, 2 の膜厚, 周波数, 質量

| Target number | Thickness [μm] | Frequency [MHz] |       | Mass [mg] |
|---------------|----------------|-----------------|-------|-----------|
|               |                | before          | after |           |
| 1             | 2.544          | 5.001           | 4.969 | 0.5       |
| 2             | 1.280          | 5.000           | 4.983 | —         |

## 6. Xe イオン照射による炭素スパッタリング実験

QCM に Target 1, 2 を装着し、Xe イオンを照射して炭素スパッタ実験を行う。照射エネルギーを固定し、そのエネルギーでの最大ビーム量となるような最適値に各パラメータ (ガス圧、放電電流、レンズ電圧、質量分離磁場、四重極レンズ磁場) を調整する。照射時間は 8 時間程度で、照射角度は炭素ターゲットに対して垂直方向とする。

Target 1 では Xe イオンの照射エネルギーを 200, 400, 600, 800, 1000 eV の順に照射した。Xe の蓄積効果の影響を低減するため、この照射順序でスパッタ実験を行った。Target 1 における Xe イオン照射によるスパッタ実験の例と

して、600 eV の Xe イオンを照射した際の周波数変化及び質量損失を図 12 に示す。各照射エネルギーの実験において、照射実験時の照射イオンビーム電流密度及び式 (4) を用いて算出したスパッタ収率を表 2、スパッタ収率をプロットしたグラフを図 13 に示す。8 時間の照射実験において、照射開始時に比べて終了時のイオンビーム電流量は温度変化に伴う磁気レンズの非焦点化等の影響により減少してしまう。そのため、開始後と終了前のそれぞれのビーム電流量と周波数の時間変化量（傾き）①、②を用いて 2 通りのスパッタ収率を計算した。

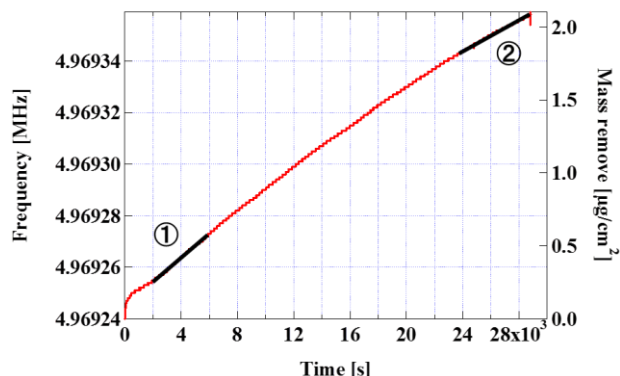


図 12 質量損失－時間特性 (Target 1, 600 eV)

表 2 照射ビーム電流密度及びスパッタ収率 (Target 1)

| Xe ion beam energy [eV] | Xe ion beam current density [nA/cm²] | Spttering yield [atom/ion] |
|-------------------------|--------------------------------------|----------------------------|
| 200                     | 200                                  | 0.05                       |
| 400                     | ① 630                                | 0.11                       |
|                         | ② 400                                | 0.35                       |
| 600                     | ① 900                                | 0.74                       |
|                         | ② 550                                | 0.79                       |
| 800                     | ① 1060                               | 0.48                       |
|                         | ② 780                                | 0.59                       |
| 1000                    | ① 1240                               | 0.72                       |
|                         | ② 1100                               | 0.61                       |

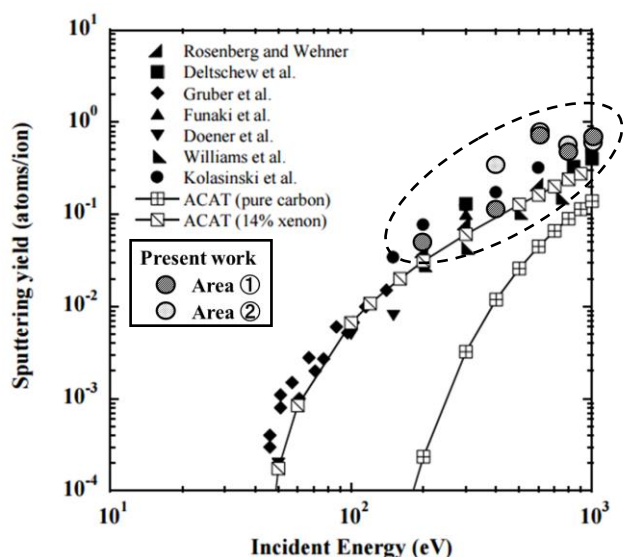


図 13 スパッタ収率測定結果 (Target 1)

次に、炭素ターゲットを Target2 に変更し、100, 300, 500, 700, 900 eV の照射実験を行った。その際の照射ビーム電流密度及びスパッタ収率を表 3、スパッタ収率をプロットしたグラフを図 14 に示す。500 eV 以上では Target 1 と同様に照射時間に伴った質量損失が確認された。ただし、これに対してスパッタ率の小さな 100, 300 eV での実験では不規則な周波数変化応答が観測され、スパッタ収率の算出が不可能であった。温度に伴う水晶板のヤング率変化に伴う共振周波数の変化が原因と考えられている。

Target 1, 2 それぞれで測定されたスパッタ収率は、Kolasinski 等や Doerner 等の結果と比較できる程度のスパッタ収率が得られた。ただし、Kenmotsu 等による ACAT シミュレーションより全体的に 2 倍ほど高い値をとった。

表 3 照射ビーム電流密度及びスパッタ収率 (Target 2)

| Xe ion beam energy [eV] | Xe ion beam current density [nA/cm²] | Spttering yield [atom/ion] |
|-------------------------|--------------------------------------|----------------------------|
| 100                     | 21                                   | —                          |
| 300                     | ① 358                                | —                          |
|                         | ② 206                                | —                          |
| 500                     | ① 746                                | 0.47                       |
|                         | ② 522                                | 0.62                       |
| 700                     | ① 871                                | 0.78                       |
|                         | ② 687                                | 0.83                       |
| 900                     | ① 986                                | 0.92                       |
|                         | ② 735                                | 0.94                       |

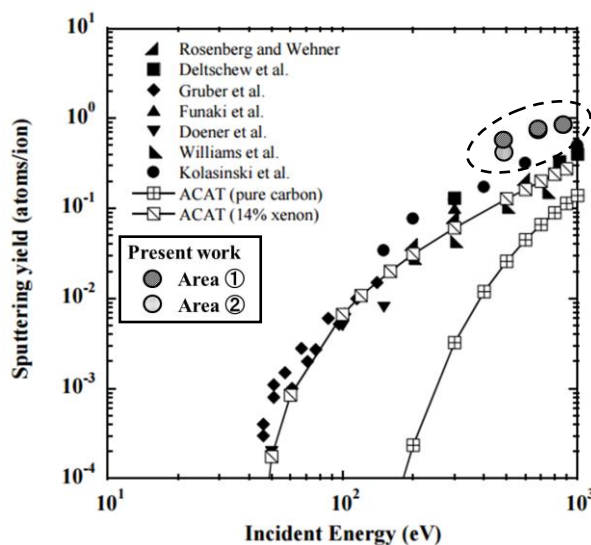


図 14 スパッタ収率測定結果 (Target 2)

## 7. 考 察

本実験系により、8 時間程度の照射により 400 eV 以上のビームエネルギー領域でのスパッタ収率が測定可能となった。しかし、先行研究の実験値や ACAT によるシミュレーション結果の値と比べると全体的に予想される値に対して高い。この原因として、1) Xe イオンビーム照射による水晶が持つヤング率の温度変化、2) 炭素表面での吸着残留ガスや凹凸状況の影響が挙げられる。また、Xe 蓄積によるス

パッタ現象の拡大も原因の1つとして予測される。

**7.1 Xeイオン照射による水晶の温度変化の影響** QCMの温度依存を調査するため、イオンビーム照射無し状態で水冷を流して冷却しつつ周波数測定を行った。その際、共振周波数は冷却されるに伴い減少することが確認された。他研究においても、成膜無しの水晶板にイオンビームを照射した際、水晶板の内部と表面の温度勾配によって熱応力が生じ、ヤング率が変化することで共振周波数の上昇が起こることが報告されている<sup>5)</sup>。本研究で用いているATカットの水晶板の場合、参考文献5の実験で照射直後に急激な共振周波数の上昇が起こり、その後は緩やかな上昇となることが報告されている。本研究では、スパッタ収率算出に周波数の時間変化に対する傾きを用いているため、少なからず影響を除去できていると考えられる。また、本実験の結果を踏まえ、このヤング率の温度依存性による周波数変動は、400 eV以上の周波数変化幅が大きい領域においては影響が少ないが、300 eV以下の周波数変化幅が小さい領域においては比較的大きな影響があると考えられる。

**7.2 炭素表面での吸着残留ガスや凹凸状況の影響** スパッタ収率への炭素ターゲットの表面状態による影響として、a)炭素表面での残留ガス吸着の影響、b)炭素表面の凹凸状況による影響の2点が挙げられる。まずa)の炭素表面での吸着残留ガスによる影響については、ターゲットに吸着するガスの種類と量が重要となる。炭素表面に残留ガスとして酸素等が吸着している場合、イオンビームを照射すると一酸化炭素(CO)や二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)等の形で化学スパッタが起こることがVietzke等より報告されている<sup>6)</sup>。この化学スパッタが加わることで、スパッタ粒子が炭素のみの場合に比べて全体のスパッタ収率が上昇する。本実験系においても図15に示すような化学スパッタが起こっている可能性があるため、スパッタ収率が高くなる原因の一つとして考えられる。

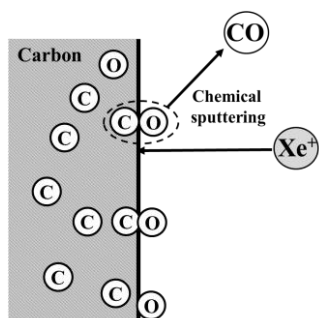
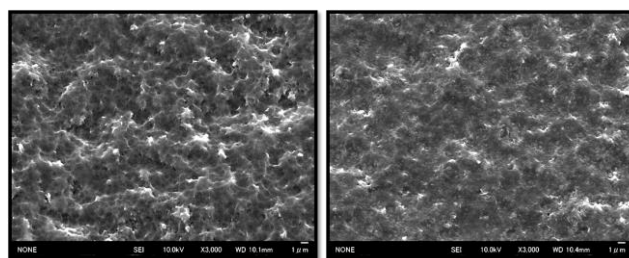


図15 炭素表面での吸着残留ガスによる化学スパッタ

次にb)炭素表面の凹凸状況による影響については、炭素材料をどのように形成するのが重要となる。図16にスプレー成膜による炭素ターゲット表面のイオンビーム照射前後のSEM画像を示す。炭素表面は、不純物除去及び凹凸部分を除去するためにプラズマアニーリングを行っているが、SEM画像より凹凸がまだ見られる。また、照射前に比

べて照射後の方が若干ではあるが凹凸が滑らかになっていることが確認される。図12に示した質量損失-時間特性を見ると、照射直後に急激な質量損失が観測され、その後Xe蓄積(後述)、更に一定の損耗率へと質量変化が進んでいるように見える。照射直後に現れる急激な損失の一部は、表面の凹凸やa)に述べた吸着残留ガス等が除去される影響が含まれていると予測される。この急激な質量損失は6章に示した各エネルギーでの測定において全体的に見られた現象であった。



(a) Xeイオン照射前 (b)Xeイオン照射後  
図16 Xeイオン照射前後の炭素表面 SEM画像

そこでターゲット表面の吸着残留ガス及び凹凸による影響を低減した状態でのスパッタ収率測定を行うため、Target 2において100 eVから900 eVまで照射した後、照射ビームエネルギーを下げて500, 300, 200 eVでのスパッタ実験を行った。その際の一例として300 eVでの周波数及び質量損失の時間特性を図17に示す。今回の測定では、照射直後の大きな質量損失は観測されなかった。これは900 eVまで照射したことにより、照射前後のSEM画像が示すように表面の凹凸が滑らかになったため、吸着ガスや表面凹凸の影響が低減されたためと考えられる。また今回の結果では、照射開始直後に、7.3節に後述するXe蓄積を示す質量増加が観測された。この質量増加後、12000 s 辺りまでは照射時間に伴い一定の傾き①で質量損失が起こっているが、12000 s から18000 s の区間に下にくぼむ変化が見られる。この原因としては、照射ビーム電流量の変化や炭素表面の大きな塊がスパッタされて剥がれた等による影響が挙げられる。

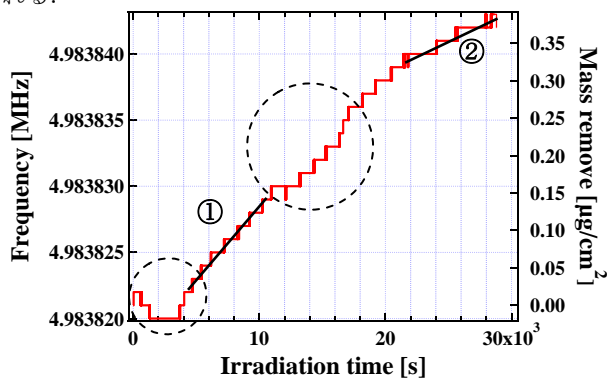


図17 質量損失-時間特性 (Target2, 300 eV)

500, 300, 200 eV のそれぞれの測定結果におけるスパッ

タ収率を表 4 に、プロット図を図 18 に示す。これらのスパッタ収率も ACAT 等に比べてやや高い結果となった。表面の凹凸や酸素付着による影響が低減されることでスパッタ収率は少し低くなると予測していたが、実際にはスパッタ収率は高くなった。おそらく数回の照射実験により炭素表面には相当量 Xe が蓄積していることが考えられるため、吸着ガスや凹凸状態の影響の低減よりも Xe 蓄積によるスパッタリング拡大効果の方が顕在化したものと予測される。

表 4 照射ビーム電流密度及びスパッタ収率  
(Target 2, 500 eV, 300 eV, 200 eV)

| Xe ion beam energy [eV] |   | Xe ion beam current density [nA/cm <sup>2</sup> ] | Sputtering yield [atom/ion] |
|-------------------------|---|---|-----------------------------|
| 200                     |   | 243   | 0.21                        |
| 300                     | ① | 469   | 0.32                        |
|                         | ② | 271   | 0.24                        |
| 500                     | ① | 800   | 0.74                        |
|                         | ② | 604   | 0.51                        |

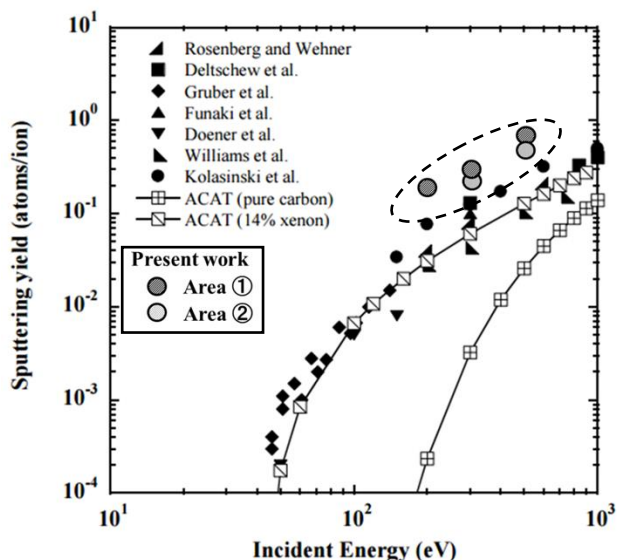


図 18 スパッタ収率測定結果  
(Target 2, 500 eV, 300 eV, 200 eV)

**7.3 Xe 蓄積効果** 7.2 節での 300 eV での実験結果 (図 17) において照射直後に質量増加が観測された。この質量増加は低エネルギーXe の炭素蓄積を表すものであると考えられる。この現象は Kolasinski 等の照射実験においても観測されているものであり、本来照射直後には観測されると予測される現象とされている。はっきりと Xe 蓄積が確認できる 300 eV での蓄積量は約 40 ng/cm<sup>2</sup>であった。

また、Target 2 において 300 eV での実験を 2 度行っているが、1 度目は 6 章で述べたように照射時間に伴う周波数変動が不規則であり、スパッタ収率の算出が不可能であった。しかし 900 eV 程度まで照射した後の 2 回目ではスパッタ収率が算出可能な程度のスパッタによる質量損失が測定された。したがって、1 keV 程度までの数回の照射実験に

より炭素表面での Xe 蓄積が起こり、2.1 節で述べた蓄積粒子によるスパッタ率の拡大が起こっていることで、質量損失の小さい管である 300, 200 eV 程度でもスパッタ収率が算出できる程度の質量損失が起こったと考えられる。

## 8. 結 論

**8.1 低エネルギーイオン輸送系の改良** 本研究初期段階での静電四重極レンズにおけるチャージアップ等の問題を受け、磁気四重極レンズの設計を行った。その結果、ターゲット位置に輸送されるイオンビーム量は全体的に 7.7 倍ほどの増加が得られ、空間電荷効果が顕著に表れる低エネルギー輸送に有効であることが確認された。また、デュオプラズマトロン型イオン源のプラズマ圧縮磁場との干渉が生じていたため、磁場圧縮を持たないモノプラズマトロン型イオン源に改良した。ビーム電流量の違いからターゲット位置まで輸送されるイオンビーム量はデュオプラズマ磁気レンズ系に比べて減少したが、それでもデュオプラズマ静電レンズ系に対しては大幅な増加が得られた。デュオプラズマトロンイオン源ではフィラメントからのタングステンイオンがビーム中に混入している可能性が疑われたことから、モノプラズマトロン型イオン源では炭素のホローカソードを採用した。これらの改良の結果、ビームエネルギー減少に伴うビーム量の減衰率が最も少なく、不純物混入の可能性が低いビーム輸送系が実現された。

**8.2 炭素スパッタリング収率** 低エネルギー輸送系の改良により、400 eV 以上の照射エネルギーにおいて照射時間に伴った質量損失が観測され、Doerner 等及び Kolasinski 等の測定結果と比較できる程度のスパッタ収率の算出が可能となった。しかし、得られたスパッタ収率は Kenmotsu 等の ACAT によるシミュレーション結果に比べて 2 倍程度高い。また、900 eV 程度まで数回照射実験を行った後、そのままのターゲットでエネルギーを下げて行くと、200 eV, 300 eV の照射エネルギーでもスパッタ収率が測定できた。照射直後に生じる質量増加の観測結果と併せ、Xe 蓄積現象を観測できたと考えている。

**8.3 Xe 蓄積及び残留ガス吸着が測定に及ぼす影響** 100 から 900 eV 程度まで照射後、エネルギーを下げて照射実験を行うと 300, 200 eV 程度でもスパッタ収率が算出可能な程度の質量損失が確認され、Xe 蓄積によるスパッタ率の拡大が確認されていると考えられる。また、Target 1, 2 で基本的に測定されていなかった Xe 蓄積を示す質量増加が 200, 300 eV 程度でも起こることが確認された。しかし、全体的にスパッタ収率が高い点に対しては、Xe 蓄積以外に炭素表面吸着した残留ガス (O<sub>2</sub> 等) による化学スパッタや表面の凹凸状態による影響が大きいのと考えられる。これらの影響を低減するため、真空中でのスパッタ蒸着や照射実験前の装置排気時間を長く取るなど、炭素表面の不純物管理を行う必要がある。

## 参考文献

- 1) R.P. Doerner, D.G. Whyte, D.M. Goebel, J. Appl. Phys. **93**, 5816 (2003).
- 2) T. Kenmotsu, M. Wada, T. Hyakutake, T. Muramoto, M. Nishida, Nucl. Instr. Methods. **B267**, 1717 (2009).
- 3) R.D. Kolasinski, J.E. Polk, D. Goebel, L.K. Johnson, Appl. Surf. Sci. **254**, 2506 (2008).
- 4) M. Kitagawa, T. Kasuya, T. Kenmotsu, M. Wada “Carbon Grid Erosion by  $\text{Xe}^+$  Ions below 100 eV”, Proceedings of Space Transportation Symposium, Institute of Space and Astronautical Science, STEP-2014-006 (2014).
- 5) 塩野忠久, 長田祐介, 中川恭彦, “イオンビームエッチングによる水晶振動子の周波数変動”, IEICE, Vol.J91-C, No.3, pp. 194-203 (2008).
- 6) E. Vietzke, T. Tanabe, V. Philipps, M. Erdweg, K. Flaskamp, J. Nucl.Mater., **145-147**, 425-428 (1987).
- 7) M. Wada, T. Kenmotsu, “Development of a small sputtering yield measurement system”, Proceedings of Space Transportation Symposium, Institute of Space and Astronautical Science, STEP-2012-049 (2013).
- 8) T. Kalvas, “Beam Extraction and Transport”, CERN-2013-007, pp. 537-564.
- 9) J.J. Blandino, D.G. Goodwin, C.E. Garner, Diam. Relat. Mat. **9**, 1992-2001 (2000).
- 10) Y. Wang, J. Zhang, G. Zhu, E. Wang, J. Electroanal. Chem., **419** (1996).
- 11) S. Bruchenstein, M. Shay, Elrctrochimica Acta, Vol. 30, No. **10**, pp. 1295-1300 (1985).
- 12) 石川順三, イオン源工学, アイオニクス株式会社, 1986.
- 13) 石川順三, 荷電粒子ビーム工学, コロナ社, 2001.
- 14) 電気学会, 電気学会大学講座, 電子・イオンビーム工学, オーム社, 1995.
- 15) 上條 榮治, プラズマ・イオンビームとナノテクノロジー, 株式会社シーエムシー, 2002.