

多層コーティング法における BN スパッタリング特性の研究

○細田誠也^{*1}、張 科寅^{*1}、シヨーンヘル トニー^{*1}、小泉宏之^{*2}、小紫公也^{*3}、小林 明^{*4}、荒川義博^{*1}

^{*1} 東京大学大学院工学系研究科

^{*2} 東京大学先端科学技術研究センター

^{*3} 東京大学大学院新領域創成科学研究科

^{*4} 大阪大学接合科学研究所

1. 背景と目的

ホールスラスタは電気推進の一つであり、高比推力、高推進効率、高推力密度、小型軽量といった特長を持つ、今後の実用化が期待されている推進機である¹⁾。

図1にホールスラスタの作動原理を示す。チャンネル内部には軸方向電場 E と半径方向磁場 B が印加されており、カソードから放出された電子が磁場によりトラップされ推進剤であるキセノン原子と衝突することで、キセノンイオンが生成、静電加速によりチャンネル外に排出され、反力として推力を得る。

チャンネル内部の空間電位分布は下流に凸であり、加速されたイオンはこれに従って拡散するため、一部のイオンは壁面に衝突し損耗を引き起こす。壁面損耗によりチャンネル内部のプラズマ状態が変化し性能低下が懸念される。最終的には内部の磁気回路が露出した段階でホールスラスタは作動停止する。

このことから、壁面損耗抑制と並び、推進機の寿命評価は非常に重要である。寿命評価には大きく分けて二つの手法がある。一つは実際に推進機を長時間作動させ試験前後の質量変化や形状変化から損耗の絶対量を測定する方法である²⁾。この方法では、非常に長い作動時間と莫大な運用コストが要求され、損耗の時間経過を測定することは

できない。他方は、スパッタされた壁面材料原子が発するスペクトルを観測する分光法を用いた評価方法である³⁻⁴⁾。リアルタイム観測が可能で、実験時間も短い比較の容易だが、損耗の相対値しか測定できず、空間分布を得られないことが短所として挙げられる。

そこで本研究室では多層コーティング法による寿命評価が研究されてきた⁵⁻⁷⁾。詳しい説明は後述するが、本法により、短時間でほぼリアルタイムに壁面損耗の空間分布、絶対量の測定が可能となり、上記評価法に代わる新たな手法として期待される。また、短時間での寿命評価は設計への迅速なフィードバックを可能にするため、最適化設計にも貢献する。

しかし、ホールスラスタチャンネル壁面に用いられている窒化ホウ素 (BN; Boron Nitride) と本法に用いられるスパッタリング成膜で製作した BN では結晶構造に違いがあり⁸⁾、この二種類の BN のスパッタリング特性は異なると予想される。本研究では工業製品である前者を製品 BN (Standard BN)、後者を成膜 BN (Coated BN) と呼ぶ。具体的には、製品 BN は立方晶または六方晶の結晶構造を持ち、層間に働くファンデルワールス力により結合しているが、成膜 BN の場合、一度スパッタリングされ対象物上に成膜されているため結晶構造が無秩序な乱層構造になりやすく、通常よりも層間の結合が弱くなっていると考えられる。もし成膜 BN の方が製品 BN よりもスパッタされやすいならば本法による予測寿命は実際よりも短く評価されてしまうため、校正が必要となる。

本実験では多層コーティング法の寿命評価高精度化を目標とし、成膜 BN と製品 BN のスパッタリング特性を検証し、成膜 BN への校正係数を求めることで、これを実現する。本実験は材料的観点からも BN スパッタリング特性解明に寄与する。

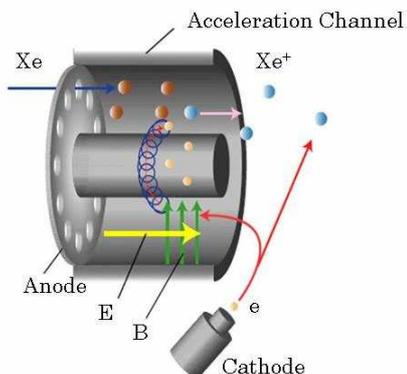


図1 ホールスラスタの作動原理

2. 実験

2.1 多層コーティング法

図 2 に多層コーティング法概念図を示す。BN とマーカーとなる金属を交互に薄く多層成膜したチップ(多層コーティングチップと呼ぶ)をチャンネル壁に埋め込む。ホールスラスト作動中、ここにイオンが衝突することで BN 層、金属層が交互に表面に現れてはスパッタされていく。この時スパッタされた金属原子は電子との衝突によって励起し、脱励起放射によりその金属固有のスペクトルの発光をする。これを発光分光法により解析することで、観測された発光スペクトルの時間間隔と二層の金属薄膜に挟まれた BN の膜厚から、損耗率が算出されホールスラストの寿命評価が可能になる。

このため、マーカー金属は推進剤イオンに対しスパッタリング率が高く、固有スペクトルが推進機本体、推進剤と干渉せず、発光が観測しやすい波長域にあるものが望ましい。また、多層コーティングチップを埋め込むことによる作動への影響を抑えるため、チップ外径は小さい方が好ましい。

2.2 実験装置

実験は大阪大学接合科学研究所小林研究室にて行った。イオンビームスパッタリング成膜装置は直径 30 cm、長さ 50 cm の真空チャンバ内にイオン源、10 cm 四方のターゲット固定台、基板固定台を備えており、ターゲット固定台に被スパッタ部材を、基板固定台に被成膜部材を設置する。イオン源はフィラメントカソードとアーク放電によりプラズマを生成し、加速と減速の二枚グリッドによりイオンビームを引き出している。中和は別のフィラメントカソードにより行なっている。基板固定台には回転機構が備わっており、基板を低速回転させることで、位置による成膜の不均一さを軽減している。図 3 にこの実験装置の真空チャンバ内の全体図を載せる。中央に位置するのがターゲット固定台であり、右側上方 45 度にイオン源、左側上方 45 度に基板固定台がある。

2.3 実験手法

本研究では多層コーティングチップを模擬した直径 4 mm の製品 BN チップと SUS 製チップを用意する。BN チップがスパッタされ、SUS チップ上に薄く BN が成膜される。BN 成膜中に不純物が混ざらないよう、ターゲット固定台に載せる部材は全て BN N1 という六方晶窒化ホウ素で統一した。BN は多孔質部材でありラップ剤などの不純物混入を防ぐため、ラップ加工による鏡面処理を行うことができ

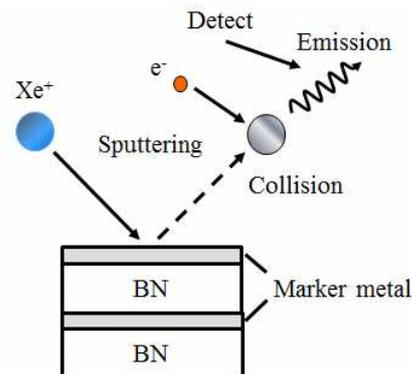


図 2 多層コーティング法概念図

ない。SUS チップには表面粗さが Ra 0.02 μ m 以内となるよう鏡面処理がされている。

まず、体積スパッタリング率を算出するために、ターゲット面に入射するイオンビームの電流密度分布を測定する必要がある。これは図 4 のようにイオンコレクタに入射するイオンビーム電流をオシロスコープで測定した。

BN スパッタリング特性は入射イオンエネルギー依存性及び入射角度依存性について検証する。

実験は二段階で行う。まずターゲット固定台上の土台に BN チップをはめ込み、上面の約半分を覆うようにカバーを被せる。上から見てイオン源のある方向を 0 度とすると、180 度方向に成膜を施される SUS チップ(全 19 本)が取り付けられている。この状態でキセノンイオンを衝突させることで、チップ上面は損耗を受け、弾かれた BN が SUS チップ上に成膜される。

次に成膜が十分になされた SUS チップを先と同様、土台にはめ込み、カバーを被せる。この状態でキセノンイオンを照射し成膜 BN の露出部をスパッタする。

以上二段階の実験により得られた製品 BN と成膜 BN の体積スパッタリング率を比較することで校正係数を求める。測定にはレーザー長深度形状測定顕微鏡(KEYENCE 社製 VK-8550)を使用し、各チップ 3 ヶ所ずつ測定を行った。

ここで、成膜 BN を膜厚以上に削ってはならないため、膜厚測定が必要になる。成膜前の SUS チップ 1 本に対し半面にカプトンテープを貼った状態で成膜を行った。成膜後剥がし、SUS 表面と BN 成膜面の段差から膜厚を測定した。膜厚は約 1.8 μ m であった。

イオン源にはキセノンガスを流量 1 sccm で流した。イオンビーム電流は 15 mA になるよう電源を操作した。

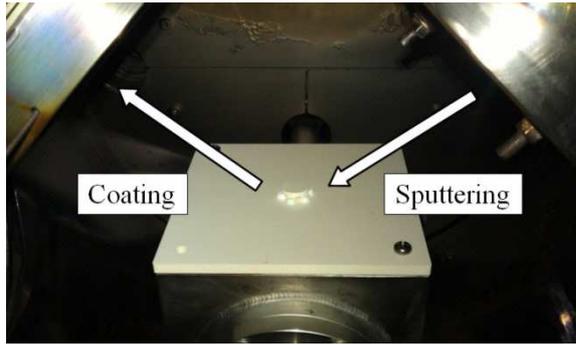


図3 実験装置内部の全体図

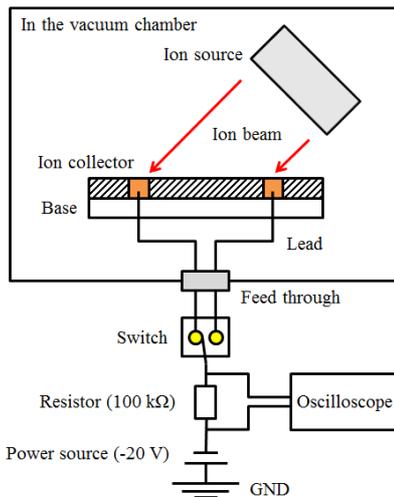


図4 イオンビーム電流密度測定系

3. 結果と考察

3.1 イオンビーム電流密度分布

結果を図5に示す。250 eVにおいて高密度領域は測定範囲(直径 80 mm)外にあり、測定範囲内の電流積分値は作動条件の 26.8%に留まっている。また750 eVにおいては電流密度の最高値が1000 eVより大きい、積分値では1000 eVの方が大きく、イオンビーム形状が異なるためと考えられる。つまり、イオン源の作動パラメータがイオンビーム形状へ与える影響は大きく、イオン源の最適作動が重要となることがわかった。

3.2 体積スパッタリング率のエネルギー依存性

次に BN のスパッタリング特性としてエネルギー依存性を調べる。測定したイオンビーム電流密度を用いて製品 BN、成膜 BN の体積スパッタリング率を求めた。このとき入射イオンエネルギーは 250, 500, 750, 1000 eV で変化させた。入射角は45度で一定である。結果を図6に示す。エラーバーは±標準偏差である。

製品 BN について Yamamura ら⁹⁾によるモデル、Garnier ら¹⁰⁾、Yalin ら¹¹⁾、Rubin ら¹²⁾との比較を行

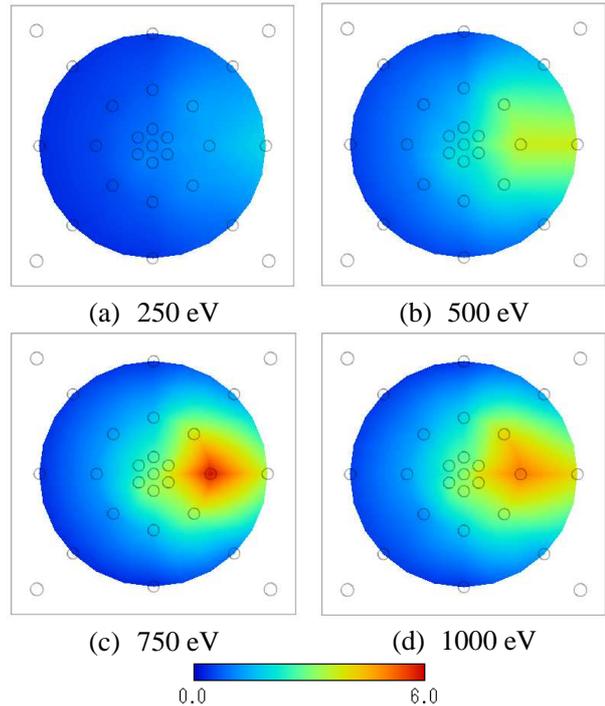


図5 イオンビーム電流密度分布, $\times 10^{-3}$ mA/mm²

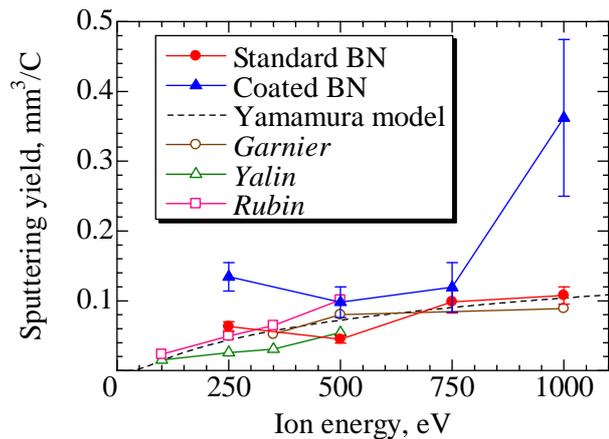


図6 体積スパッタリング率のエネルギー依存性

った。こちらも図6に載せる。

製品 BN は他のデータと非常に近い値を取っており、同様の傾向を示していることから、実験結果は妥当性を有すると判断する。そして成膜 BN はこれらとは明らかに異なる特性を持っており、両者には有意な差があると言える。250 eV において値が上昇に転じているのは、他のイオンエネルギーの結果よりイオンビーム電流密度が低いためだと推測される。これより、エネルギー依存性における BN の校正係数 CF_E は

$$CF_E = 2.22 \pm 0.684$$

と求まる。今後この値を用いることで多層コーティング法はより高精度に測定可能となる。

3.3 体積スパッタリング率の角度依存性

同様に、イオンエネルギーを 1000 eV に固定し、入射角を 0, 15, 30, 45, 60, 75 度に変化させることで体積スパッタリング率の角度依存性を検証した。結果を図 7 に示す。Garnier ら¹⁰⁾との比較を行なっているが、本実験結果においても同様に、ある程度入射角が大きいほうが BN は損耗しやすいことがわかる。

4. 結論

本研究により以下のことが示された。

- (1) 成膜 BN は製品 BN に比べ 2.22 倍損耗しやすく、多層コーティング法を用いる際には較正係数 CF_E を適用する必要がある。
- (2) エネルギー依存性検証実験において、製品 BN は他のデータと近い値を示しており、本実験結果の妥当性を保証する。また、成膜 BN の特性はこれらとは異なり有意な差を確認できる。
- (3) 角度依存性検証実験において、製品 BN、成膜 BN 共に他のデータ同様、ある程度入射角が大きい時に損耗されやすい。

イオン源の作動による影響が大きいことが予想されるため今後は、イオン源の最適作動等イオンビームプロファイルを極力統一した上でスパッタリング実験を行う必要がある。

5. 謝辞

本実験は大阪大学接合科学研究所との共同研究として行われました。

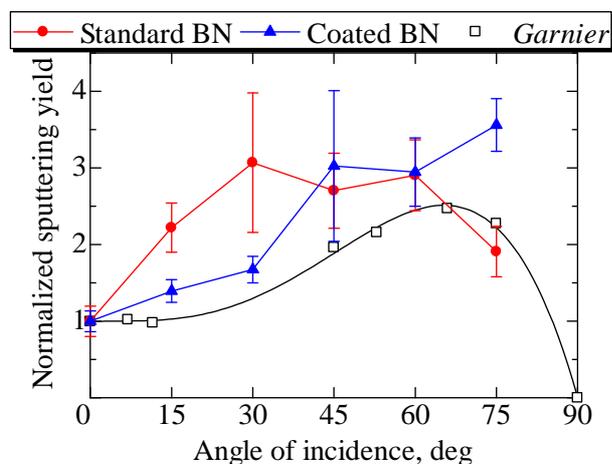


図 7 体積スパッタリング率の角度依存性

参考文献

- 1) K. Kuriki, Y. Arakawa, Introduction of Electric Propulsion, University of Tokyo Press, 2008.
- 2) Peter Y. Peterson, David H. Manzella, Investigation of the Erosion Characteristics of a Laboratory Hall Thruster, AIAA-2003-5005, 2003.
- 3) D. Pagnon, M. Touzeau, P. Lasgorceix, Control of the Ceramic Erosion by Optical Emission Spectroscopy: parametric studies of SPT100-ML, AIAA-2004-3773, 2004.
- 4) N. Yamamoto, S. Yokota, S. Yasui, K. Komurasaki, Y. Arakawa, Lifetime Evaluation of Hall Thrusters Using Absorption Spectroscopy, Space Transportation Symposium, 2005.
- 5) S. Yokota, Y. Fukushima, D. Sakoh, K. Komurasaki, Y. Arakawa, A. Kobayashi, Lifetime measurement method for hall thrusters using a multi-layer coating, Journal of IAPS Vol.15-1, 2007.
- 6) S. Yokota, Y. Fukushima, R. Tsukizaki, K. Komurasaki, Y. Arakawa, A. Kobayashi, Development of Hall Thruster Life Time Measurement Method Using Multilayer Coated Chip, Plasma Application and Hybrid Functionally Materials Vol.17, 2008.
- 7) S. Cho, Research for Hall Thruster Channel Wall Erosion Measurement Method, University of Tokyo Master Thesis, 2010.
- 8) H. Kohzuki, M. Motoyama, Characterization of Ion-Plated BN Films from X-ray Emission Spectra of Boron, J. Japan Inst. Metals Vol.56 No.2, 1992.
- 9) Y. Yamamura, Energy Dependence of Ion-Induced Sputtering Yields from Monatomic Solids at Normal Incidence, Atomic Data and Nuclear Data Tables, Vol.62, No.2, pp.149-253, 1996.
- 10) Y. Garnier, V. Viel, J.-F. Roussel, J. Bernard, Low-energy xenon ion sputtering of ceramics investigated for stationary plasma thrusters, J. Vac. Sci. Technol. A 17, 3246, 1999.
- 11) Yalin A. P., Rubin B., Domingue S. R., Glueckert Z., Williams J. D., Differential Sputter Yields of Boron Nitride, Quartz, and Kapton Due to Low Energy Xe+ Bombardment, 43rd AIAA/SAE/ASME/ASEE Joint Propulsion Conference and Exhibit, AIAA 2007-5314, 2007.
- 12) Rubin B., Topper J. L., Yalin A. P., Total and Differential sputter yields of boron nitride measured by quartz crystal microbalance, Journal of Physics D: Applied Physics 2009.