

# 小型スパッタ収率測定系の開発

○和田元, 剣持貴弘 (同志社生命)

## 1. 序論

イオンエンジンの炭素グリッド損耗を適切に評価するためには、低エネルギー領域でのスパッタリング損傷に関する詳細なデータを整理しておく必要がある。我々はこれまでに Doerner らのプラズマ装置を用いた Xe イオンによる炭素損耗データ[1]が、炭素中の Xe の蓄積を考慮することにより説明できることを明らかにしてきた[2]。これと平行して低エネルギー領域でのスパッタリング収率の角度分布特性を明らかにするべく、小型のスパッタリング収率測定装置を構築中である。現在までにほぼすべての要素の開発を終わり、初期データについては本講演会などにおいて、一部報告を行ってきた。今回は平成 24 年度に行った装置系の改善点について報告する。

## 2. 装置系の改良

本スパッタリング装置系のイオン源には、残留ガスを低下させる目的で Duo-Plasmatron を用いている。1 keV 以下の低エネルギーでの引出を可能とするため、引出部に透過性の高い金属メッシュグリッドを用いているが、空間電荷による発散のため、質量分析部に到達するまでに大きなビーム損失が生じる。特に磁場偏向により質量分離を行っていることから、偏向軸と偏向垂直軸とでレンズ焦点が異なる問題が生じていた。そこで、2 軸に対して異なる焦点距離が得られるように、トリプレットの静電四重極レンズを製作し、イオン源出口から質量分析部までの間に設置した。その結果図 1 に示すように、ビーム電流密度の改善が行えた。ただし、特に重要な低エネルギー領域でのビーム強度は 2 倍程度の改善にとどまっており、やはり空間電荷の効果が大いことが分かる。レンズ系による改善により、300 eV までの低エネルギー Xe<sup>+</sup> に対して、一日程度の時間の照射試験によって損耗率を評価できるようになった。

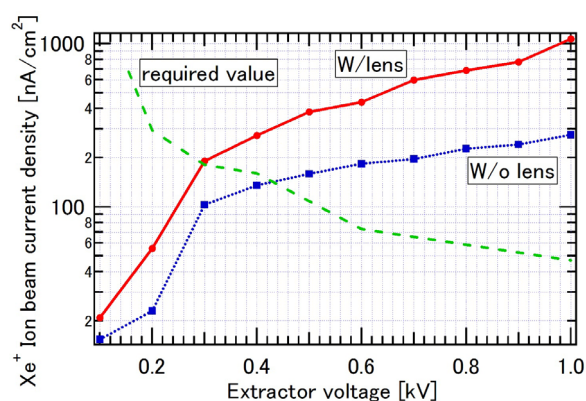


Fig. 1. Improvement of Xe<sup>+</sup> ion beam intensity at the target.

装置改良によって、実験が行えるようになり、新たな問題点も浮き彫りになりつつある。当初 QCM (Quartz Crystal Microbalance) 上に、PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) 過程により炭素膜を形成し、サンプルとしていたが、QCM 振動子の周波数シフトが大きく、十分な再現性を有するデータが取れなかったために、炭素材のコーティングから真空乾燥を行う手法に切り替えたところ、大きな損耗率が観測されることが分かった。そこで現在は室温の基板にスパッタリングによって炭素蒸着を行い、炭素薄膜形成を行っている。この結果、700 eV 以上のエネルギー領域において、概ね他の実験データや ACAT 計算結果と比較できる測定結果が得られるようになった。しかしながら、特に低エネルギーにおいて、スパッタ収率が異常に大きく測定されることがあり、測定再現性に問題がある。Fig. 2 は現在のスパッタ収率計測の現状を示したもので、700 eV, 1 keV においては妥当な値が得られているものの、300 eV のデータは逸脱して高い。このように高いスパッタリング収率が観測される場合には、QCM の周波数が不連続的に変化し、急激な質量変化の発生を示唆する。

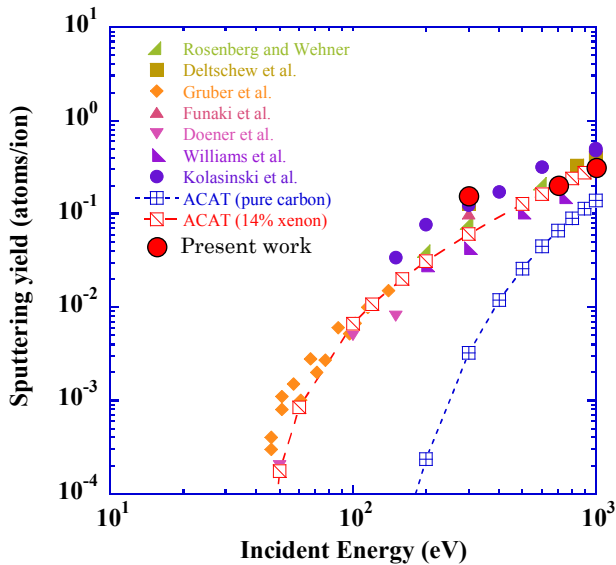


Fig. 2. Measured sputtering yields at 300, 700 and 1 keV.

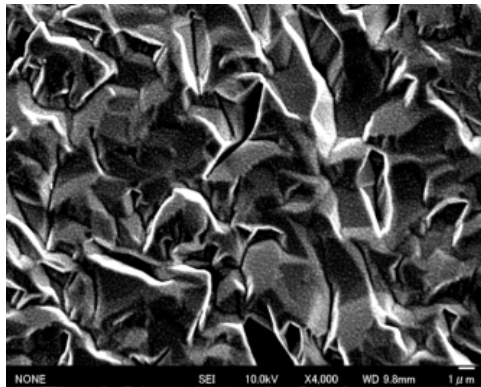


Fig. 3. Scanning Electron Micrograph of carbon layer deposited on QCM sensor crystal.

スパッタ蒸着炭素表面を走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy: SEM)で観察すると、Fig. 3 に示すように表面構造はナノウォール形状であって、このような表面の凹凸具合が、計測されるスパッタ収率に何らかの影響を与えるものと考えられる。あくまでも常温での蒸着であり、表面構造の制御を温度管理で行うことはできないので、弱いイオンビームアシストなどによって表面状態の制御が必要と考えられる。

炭素蒸着層に含まれる不純物についても調査を行った。PIXE(Proton Induced X-ray Emission)を用いて微量不純物元素を調査した

ところ、スパッタ蒸着に用いている Ar などが検出されている。量自体は ppm オーダーと微量であり、測定データに大きな影響は与えないものと考えられるが、サンプル形成時の不純物管理が重要であることが分かった。

### 3. グリッド損耗メカニズム解明に向けて

ACAT などのモデル計算やスパッタ収率を計算するための半理論-半実験式と比較するため、理想的な状態でのスパッタ収率測定は重要であるが、実際のグリッドには c/c コンポジットなど、構造炭素となっている場合もあるので、表面状態のみならず、全体としての損耗率と、損耗パターンを調査する必要があるものと考えられる。損耗パターンについてはビームやプラズマを照射したうえで、定期的に容器から取り出して SEM 観察を行う必要がある。構造体からの全体的な炭素放出率は、Doerner らの実験で用いられた分光学的手法が一つの方法となる。何れにせよ、実際のグリッド材料に対する評価を行うには現状装置からの改善が必要となる。

### 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. Instrum. Methods, **B267**, 1717(2009).