

## 多チャンネル QCM を用いたディファレンシャル・スパッタリングの計測

西村 太一郎\*, 小泉 宏之\*\*, 國中 均\*\*, 山極 芳樹\*

### Measurements of Differential Sputtering Yields Using Multi Channel Quartz Crystal Microbalance

By

Taichiro NISHIMURA\*, Hiroyuki KOIZUMI \*\*, Hitoshi KUNINAKA \*\* and Yoshiki Yamagiwa

**Abstract** : Life time assessment of an ion engine needs sputtering characteristics on grid material. Sputter yield on molybdenum due to xenon ion impingement was measured by a conventional weight loss technique using a miniature ion engine. New multiple Quartz crystal Microbalance (QCM) system, positioned in hemispherical on the target plane, revealed the differential sputtering yields. The resulted sputtering yields agreed with the data given by the other conventional methods.

**Key words** : Ion engine, Ion optics, Grid life time, Sputtering, QCM

### 1. はじめに

イオンスラストの寿命を制限する要素にはイオン加速グリッドの損耗がある。その耐久認定には実時間での数万時間級の耐久試験を行なう現状があり、今後の耐久性認定には数千時間級の実時間耐久試験と数値寿命予測とを合わせた耐久認定方式が提案されている。しかしながら、このようなグリッド耐久性評価用数値解析ツールの開発では、適正な物理モデル及びアルゴリズムの使用や計算の高速化など、コード開発上の様々な問題を克服する必要があるのに加え、各種実験データ取得も重要となる。特に、スパッタリング特性に関する情報はグリッド劣化評価には重要な物性値であり、単にグリッドが削れる量だけでなく、スパッタリングによって放出されたグリッド材料原子の射出方向および再付着現象も考慮する必要がある。

本研究ではスパッタリング特性解明のために、スパッタ率及び微分スパッタ率の実験的測定を行った。スパッタ率は一入射粒子あたりのスパッタ原子数であり weight loss 法により求められた。これは、実験中に照射したイオン粒子数および実験前後の被照射材の質量差から得られたスパッタ粒子数より算出する方法であり、これまでに多くの測定事例がある。一方で、微分スパッタ率はある方向への単位立体角あたりの射出数であり、再付着現象を考慮する上で必要不可欠なパラメータである。多くの測定手法は、1つの水晶振動子微小天秤 (QCM) を挿引することで全方向の微分スパッタ率を取得する方法である。しかしながら、1つの QCM を挿引する実験では、実験時間の長期化やそれに伴う環境変化による誤差、さらには挿引装置や QCM 設備のコスト面といった懸念事項がある。そこで、本研究では安価な QCM を複数同時に用いることにより、全方向の微分スパッタ率を同時に取得する手法を提案した。この手法を用いることにより、実験時間の短縮や測定の同時性が期待できる。

---

\*Shizuoka University

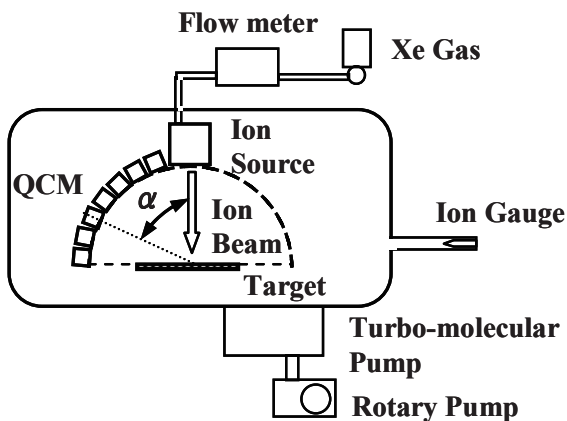
\*\*ISAS/JAXA

最終的にはC-C複合材におけるスパッタ特性取得を目標としているが、今回の実験においては、本手法：多チャンネルQCMによる測定システム（Multiple QCM System）の妥当性を評価するために、比較データの多いモリブデンをターゲット材料として用いて検証実験を行った。

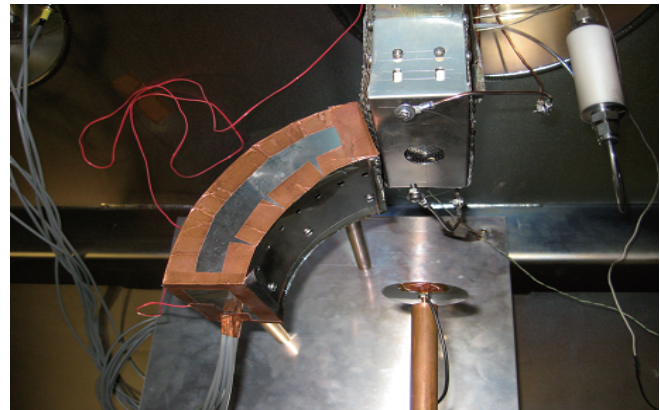
## 2. 実験方法

### 2.1. 実験装置

本実験に用いた実験装置を図1に示す。イオン源には小型マイクロ波放電式イオンエンジン（ $\mu 1$ ）<sup>[1]</sup>、ビーム源にはキセノンガスを用い、ターゲットにはモリブデン板を使用した。ターゲット板からスパッタされた粒子は7つの水晶振動子微小天秤からなる測定装置（Multiple QCM System）により測定される。また、本実験は真空槽（直径1 m×長さ1.4 m）内でターボ分子ポンプとロータリーポンプにより $1 \times 10^{-3} \sim 7 \times 10^{-3}$  Paの真空度にて行われた。装置の詳細は後に説明する。



(a) 実験装置全体の模式図



(b) 実験装置図

図1 実験装置

#### 2.1.1. イオン源及び標的材料

イオン源に用いる $\mu 1$ は放電室直径20 mmの小型イオンエンジンである。イオンビームの中和は $\mu 1$ 下流10 mmに設置されたタングステンフィラメントにより行なった。ターゲット材料となるモリブデン円板（ $\phi 40$  mm, 厚さ1 mm）は $\mu 1$ 下流100 mmに配置され、イオンビームはターゲット表面に対して垂直に入射した。また、ターゲット平面（ $\mu 1$ 下流100 mm）でのビームプロファイルは、ラングミュアプローブ（ $\phi 3$  mm, W）にて、ビーム中心高さ、中心から半径100 mmの範囲を挿引することで取得した（図2）。図3には1000 eVでの典型的なイオンビーム電流密度分布を示す（このとき、流量0.4 sccm、マイクロ波投入電力10 W、スクリーン電極1000 V、アクセル電極-300 V、ビーム電流5 mA）。異なるビームエネルギーにおいてもほぼ同様な分布形状を得た。

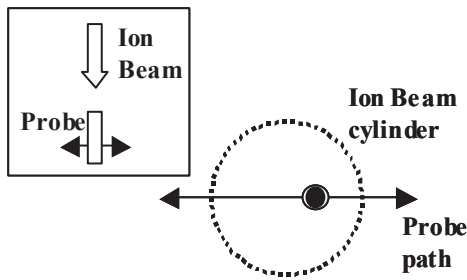


図 2 プロブ計測手法

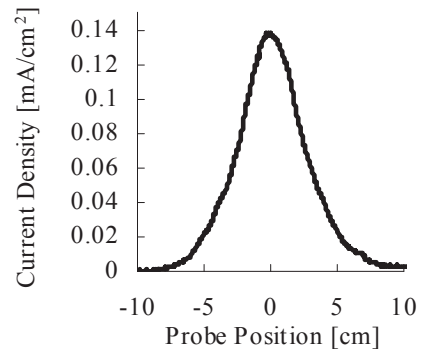


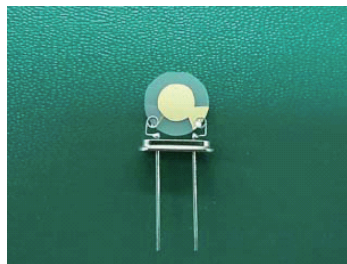
図 3 電流密度分布 (1000 eV,  $\mu$  1 下流 100 mm)

### 2.1.2. 測定系

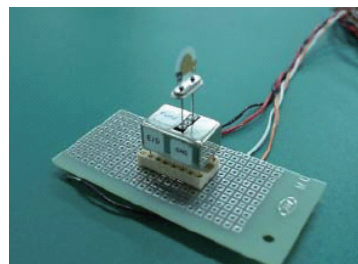
本実験に測定装置として用いた水晶振動子微小天秤 (QCM) を図 4 に示す。QCM は水晶振動子の電極に付着する物質の質量に応じて共振周波数が変動 (減少) する性質を利用し、水晶に着した物質質量を計測するセンサーである。今回用いる QCM では以下の換算式<sup>2)</sup>により、測定した QCM 電極の周波数変化量 [Hz/min] をスパッタ物付着量 [ng/min] に換算することで単位時間あたりの QCM 電極への付着率が求められる。

$$\Delta F = -\frac{8 \times F_0^2}{\pi r^2 \sqrt{\mu \times P}} \Delta m \quad (1)$$

ここで、 $F_0$  は QCM センサーの周波数、 $r$  は QCM 電極直径 (=5[mm]) であり、 $\mu$  および  $P$  についてはそれぞれ水晶振動子のせん断応力と比重であり、式 (1) から QCM 電極は周波数変化量 1 [Hz] あたり 1.07 [ng] 付着している換算になる。



(a) QCM 電極



(b) QCM 全体図

図 4 本実験に用いた QCM 図

本実験にて新たに作製した Multiple QCM System は 7 つの QCM から構成され、図 1 に示すようにターゲット中心から半径 100 mm の円弧上をターゲット表面と垂直に対してなす角  $\alpha$  (=検出角) がそれぞれ 20 ~ 80 deg となるようにそれぞれ設置される (図 5(a))。先立って行った予備実験から、本実験に用いる QCM のまわりに静電カバーを設置する必要があることがわかった。これは熱的又は電氣的な影響を遮断する役割をもつ。この静電カバーは二重構造となっており、内側のカバーはそれぞれの QCM を覆い (図 5(b))、外側のカバーは QCM システム全体を覆っている (図 5(c))。なお、両方のカバーは QCM 電極正面のみ  $\phi$  4 mm の穴が開いている。

これらの穴はターゲットからスパッタされた物質の放出方向を限定させるための、コリメータとしての役割も併せ持つ。

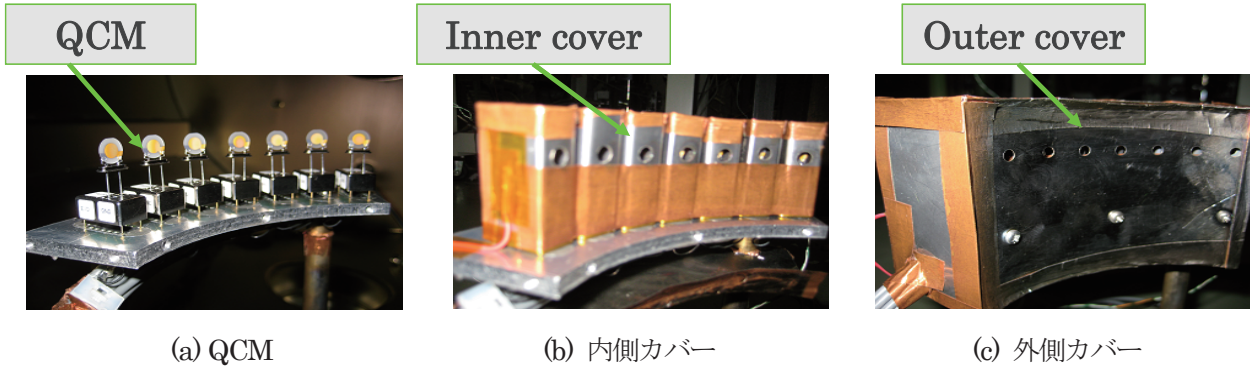


図 5 QCM 及び静電シールドの構造

## 2.2. 実験手順

ここでは、本研究において行った2種類の実験についての説明を行う。まず、Weight Loss 法を用いたスパッタ率測定について説明した、Multiple QCM System を用いた微分スパッタ率測定について述べる。キセノンビームはモリブデンターゲットに対して垂直に入射し、ビームエネルギーは 500, 750, 1000, 1500 eV と変えてそれぞれの実験を行った。また、実験中には、ターゲットに入射される電流量、ターゲット温度及び QCM 温度を測定している。ここで、これらの実験にて固定した動作条件を表 1 に示す。

表 1 固定動作条件

推進剤 (ビーム源)	Xe
推進剤流量	0.4sccm
ターゲット材料	Mo
ターゲット電圧	-30V

### 2.2.1. スパッタ率測定

スパッタ率は実験前後のターゲット質量差及び実験中のイオン照射量より求められる。各実験において、照射時間は1時間に固定して行った。実験中にスパッタされた原子数 ( $N_a$ ) とターゲットに入射したイオン数 ( $N_i$ ) より以下の式を用いてスパッタ率 ( $Y$ ) [atoms/ion] は算出される。

$$Y = \frac{N_a}{N_i} = \frac{\frac{M_a - M_b}{M_{Mo}}}{\frac{(1 + \gamma)I_T}{e}} \quad (2)$$

ここで、 $M_a$  及び  $M_b$  は実験前後のターゲット質量を示し、 $I_T$  は実験中の全ターゲット電流を示している。スパッタ原子数は電子天秤により測定した実験前後のターゲットの質量差を原子質量  $M_{Mo}$  で除すことにより算出した。また、ターゲットへの入射イオン数はターゲット電流から算出した (キセノンイオンはすべて1価である

と仮定). なお,  $\gamma$  は二次電子放出係数であるが今回の算出においては考慮していない.

### 2.2.2. 微分スパッタ率測定

スパッタ物の放出方向を示す微分スパッタ率は QCM を用いたリアルタイム計測により求められる. 単位時間あたりに検出角  $\alpha$  方向へ放出したスパッタ原子数 ( $n(\alpha)$ ) とその間にターゲットに入射したイオン数 ( $n_i$ ) 及び QCM の立体角 ( $sr$ ) より以下の式を用いて微分スパッタ率 ( $y(\alpha)$ ) [atoms/ion/steradian] は算出される.

$$y(\alpha) = \frac{n(\alpha)}{n_i} / sr = \frac{\frac{m(\alpha)}{M_{Mo}}}{\frac{(1+\gamma)i_i}{e}} / \frac{S}{L^2} \tag{3}$$

ここで,  $S$  は QCM 電極の面積,  $L$  はターゲット中心から QCM 電極までの距離を示し,  $i_i$  はターゲット電流を示している. また, 検出角  $\alpha = 20 \sim 80 \text{ deg}$  に位置する 7 つの QCM 電極のそれぞれの周波数変動率を前述の式 (1) により付着率へと換算することにより, 単位時間あたりの  $\alpha$  方向へのスパッタ質量  $m(\alpha)$  が求められる. なお先程と同様, 二次電子放出係数は考慮しておらず, キセノンイオンはすべて 1 価であると仮定している.

## 3. 実験結果・考察

### 3.1. スパッタ率測定結果

各ビームエネルギーにおいて, 1 時間照射実験前後の質量差よりモリブデンのキセノンによるスパッタ量を見積もって得られたスパッタ率を比較した他の文献値<sup>[3][4][5][6]</sup>と共に図 6 に示す.

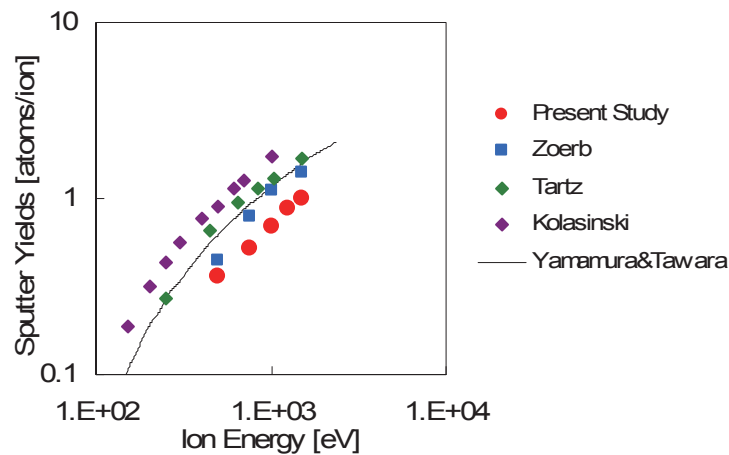


図 6 スパッタ率

図 6 のデータを比べると, 本実験にて得られたスパッタ率は他の実験結果及び山村モデルでのスパッタ率よりも少し小さい値を示している傾向があるが, 分布はよく似ていることがわかる. ここで, スパッタ率が小さくなった要因としては, 前述の式 (2) において, 二次電子放出の影響を考慮していないことが挙げられる. 二次電子放出を考慮していない現状では, ターゲットへの流入イオン数を過剰に見積もっていることになる. したがって, 二次電子放出を考慮するとスパッタ率は今回の見積もりよりも大きくなる.

### 3.2. 微分スパッタ率測定

Multiple QCM System によるリアルタイム計測により得られた微分スパッタ率を図7に示し、ビームエネルギーが 500 eV のときの微分スパッタ率を他の文献値<sup>[3]</sup>と比較した結果を図8に示す。また、どちらの図も極座標で表示しており、緑の矢印の向きからイオンビームが入射したときのターゲット面に対して垂直から QCM 検出角  $\alpha$  方向への微分スパッタ率を示している。

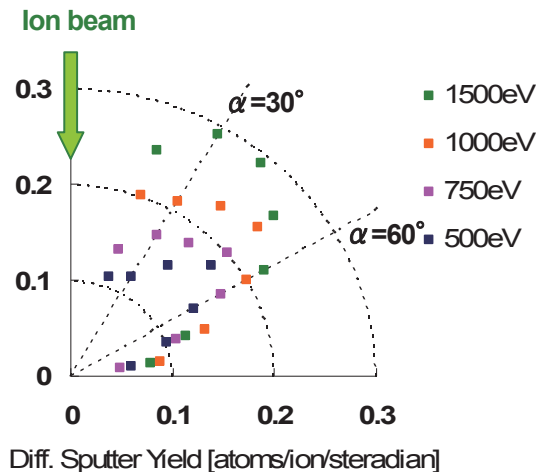


図7 微分スパッタ率

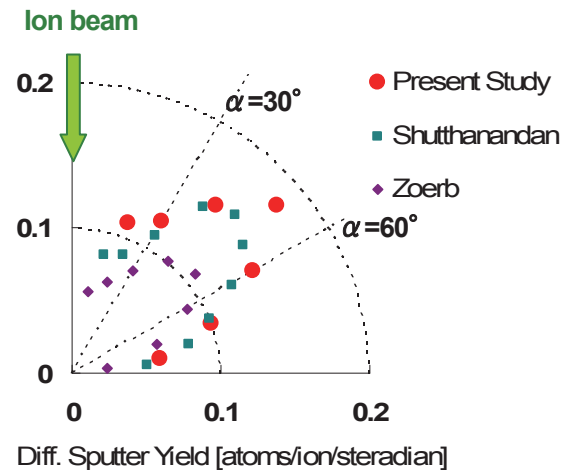


図8 500eVにおける微分スパッタ率の文献値との比較

得られた図7の結果から、本実験で得られた微分スパッタ率の最大値は $\alpha$ が 40~50 deg のときであった。また、図8における他の文献値との比較結果より、本実験にて Multiple QCM System で取得した分布は他の実験により得られている分布と同様の傾向を示しており、特に Shuttanandan とはほぼ同様の値を得た。これらの結果より、今回の実験にて新たに試みた測定方法の有効性が確認された。

## 4. おわりに

本研究では、多チャンネルでの計測の先駆けとして新たに Multiple QCM System を作製し、その妥当性評価のためにキセノンイオンビームをモリブデンターゲットに照射し、スパッタ率及び微分スパッタ率の測定を行なった。その結果、スパッタ率及び微分スパッタ率はそれぞれ他の文献値と同様の傾向を得た。したがって、今回行った実験手法における実験の妥当性と Multiple QCM System の有効性を示すことができたと言える。

今後は、ターゲットへのビームの入射角を変更した実験、より低エネルギー領域におけるスパッタリング特性の測定、モリブデンからイオンエンジングリッド材料である C-C 複合材を用いた実験、等を行う予定である。

## 参考文献

- [1] Koizumi, H., Kuninaka, H., "Antenna Design Method and Performance Improvement of a Micro-Ion Engine Using Microwave Discharge", *26<sup>th</sup> International Symposium on Space Technology and Science, ISTS 2008-b-29*, 2008.
- [2] 明星電気株式会社, "平成18年度 宇宙用 QCM の検討及び試作 成果報告書", JX-PSPC-211868, 2007.
- [3] Kirk A. Zoerb, John D. Williams, Desiree D. Williams, and Azer P. Yalin "Differential Sputtering

Yields of Refractory Metals by Xenon, Krypton, and Argon Ion Bombardment at Normal and Oblique Incidences”, IEPC-2005-293, 2005.

- [4] Tartz, M., Neumann, H., Fritsche, B., Leiter, H., and Esch, J., “Investigation of Sputter Behavior of Ion Thruster Grid Materials,” *40<sup>th</sup> Joint Propulsion Conference*, AIAA - 2004-4114, 2004.
- [5] Kolasinski, R.D., “Oblique Angle Sputtering Yield Measurements for Ion Thruster Grid Materials”, *41<sup>st</sup> Joint Propulsion Conference*, AIAA -2005-3526, 2005.
- [6] Yamamura, Y., Tawara, H., “Energy Dependence of Ion-induced Sputtering Yields from Monatomic Solid at Normal Incidence,” *Atomic Data and Nuclear Tables*, Vol.62, No.2, pp.149-253, 1996.
- [7] Shutthanan, V., Ray, P., Shivaparan, N., Smith, R., Thevuthasan, T., and Manteniek, M., “On the Measurement of Low-energy Sputtering Yield Using Rutherford Backscattering Spectrometry”, *25<sup>th</sup> International Electric Propulsion Conference*, IEPC paper 97-069.