

多価イオンと固体表面との相互作用観測の為の予備実験

電子物性工学科 大谷・山田研究室 塚原卓朗

[実験背景・目的]

本研究室では、多価イオンと呼ばれる2価以上の高価数の陽イオンが持つ大きな内部エネルギーによって生じる現象に注目し研究を行っている。

多価イオンと固体表面との相互作用では、照射する多価イオンが運動エネルギーを持たなくても、多価イオンの持つ大きな内部エネルギーにより、ターゲットの物質に大きな変化を与える。その為、通常では表面状態に変化を与えにくいダイヤモンドなども相互作用を起こす事ができる。これらの事から、表面へ変化を与える事が難しい物質への多価イオンを用いた微細加工などへの応用が考えられている。これまで、多価イオンが固体表面にどのような変化を引き起こすか STM などを用いて実験を行ってきたが、今回新たな実験テーマとして多価イオン照射によって、どのような粒子が放出されるかを観測する為に四重極型質量分析器 (QMS) を導入した。本装置は、多価イオン照射によって生成されると思われる、正負の二次放出イオンや中性粒子、それらのクラスターを測定する為に最大測定質量/電荷比が 2000 まで、更にレンズ系や四重極の印加電圧などにより測定粒子の入射エネルギーを制御する事により最大 1keV 程度までの高エネルギー粒子の質量スペクトル測定も可能となっている。

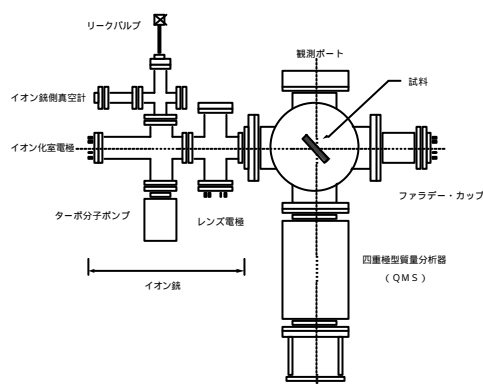
今回行った実験は、新規導入した質量分析器の立上げと、多価イオン生成装置 (EBIT) を用いた照射実験の予備段階とし

てアルゴン (Ar) 一価イオンを n 形のガリウム砒素 (GaAs) に照射する実験装置を製作し、本測定器によって質量スペクトルの測定を行った。

[実験装置概要]

今回製作した実験装置の配置は、図のようになっている。イオン源として希ガスイオン銃を用い、QMS はイオン銃と直角に取り付けてある。試料の GaAs を固定する試料台は稼動式で前後・左右・上下に移動し左右に回転させる事ができる。それとイオン流測定のためにイオン銃正面と試料台直下にファラデーカップが取り付けられている。また固体表面との衝突実験のために真空度を上げる必要があるため、衝突用真空チャンバーとイオン銃のそれぞれに、ターボ分子ポンプと補助ポンプとしてロータリーポンプが取り付けられている。これによって、通常実験装置内は $10e-9$ 、実験中は $10e-8 \sim 10e-6$ 程度の真空度が保たれている。

実験装置概要図



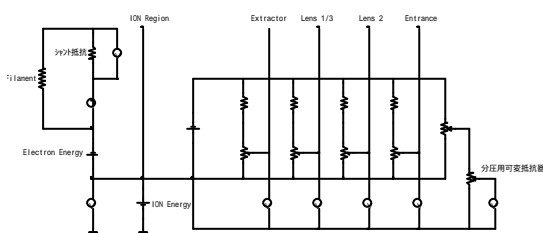
[QMS の動作原理]

QMS の動作原理は、その名の由来となっている四重極に直流と交流電圧を印加すると、この四重極が形成する電場が印加電圧に比例した特定の質量のイオンのみを通過させ、それ以外の質量のイオンを発散させる事を利用している。通過するイオンの運動方程式はマシューの微分方程式として示されており、安定解となる直流と交流の電圧比を一定に保ったまま電圧を掃引し、その時の通過イオンの数をカウントする事によって質量スペクトルが得られる。

[QMS 装置概要]

今回導入した QMS の構成は、イオン化室・静電レンズ系・四重極・増幅部で構成される検出部、別筐体の四重極に印加する直流と交流の電源と制御装置、装置全体のコントロールとデータ処理用の PC から成っている。装置立上げに際し検出部の電源の製作と検出部からの測定信号を PC に送る為のアンプ・A/D 変換などの装置類のセットアップも行った。

検出部電源回路図

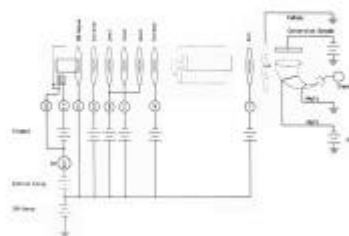


[検出部概要]

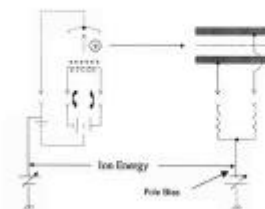
検出部は概略図の様に、イオン化室・静電レンズ・四重極・増幅部の 4 つの部分から構成されている。中性粒子の測定の場合、イオン化室で粒子をイオン化し、それを静電レンズで収束、四重極で質量選別し、増

幅部で通過して来たイオンを Conversion Dynode に衝突させて電子を放出させ、その電子を電子増倍管で増幅、後段の外部アンプに信号を送り PC で処理を行う、という過程を経る。実際の測定において重要となるのは、四重極を通過する際のイオンの運動エネルギーで、これは検出部に入射する粒子が元々持つ運動に加え、概念図に示す四重極への直流印加電圧の Pole Bias とそれ以外の部分を四重極から浮かせた電圧の差である Ion Energy によって、四重極に入射するイオンの運動エネルギーが定まる。また、レンズがアインツェルレンズとして構成されている事から、これを加速モードにするか減速モードにするか、その他の電極がプリ・フィルターとしてどの様に働かせるかによっても、質量分解能や得られる質量スペクトルが大きく変化する。

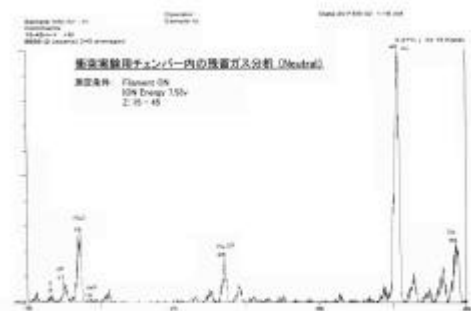
四重極型質量分析器(QMS)概略図



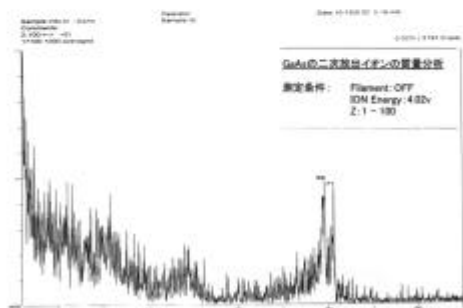
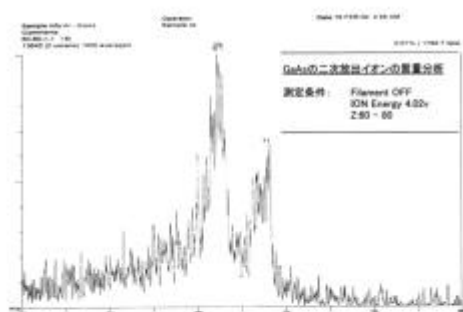
四重極型質量分析器(QMS)概念図



[測定結果]



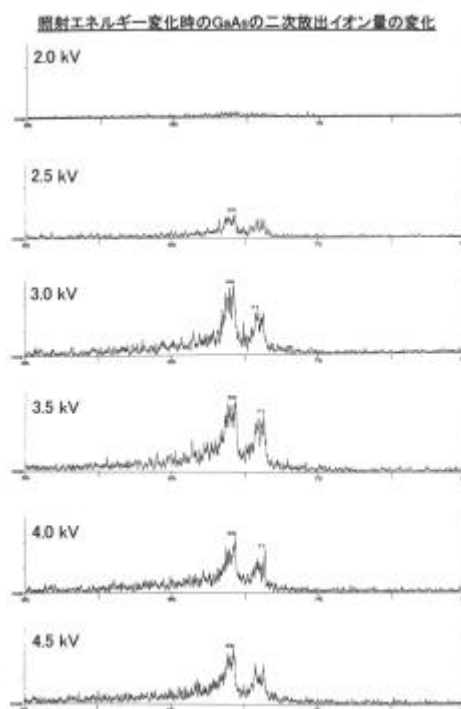
装置立上げを確認する為に行った残留ガス分析の質量スペクトルは上図の様になった。測定条件はイオン化室を点けた状態で Ion Energy 7.53v ・測定質量レンジ 15-45。質量数 16 : O、17 : OH、18 : H₂O、28 : N₂・CO、40 : Ar、44 : CO₂ が同定できる。検証用にチャンバー内に吹いた Ar が最大ピークを示している事から、立上げた装置が正常に動作している事が確認できた。



GaAs に Ar⁺を照射した時の、二次放出イオンの質量スペクトルは上図の様になった。

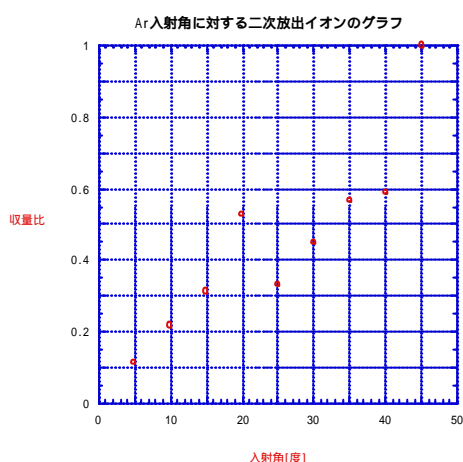
測定条件は、GaAs と Ar の衝突角度 45 °、イオン化室 OFF、Ion Energy 4.02v 測定レンジは上図が 60-80 下図が 1-100。

上図、下図共に質量数 69 と 71 にピークが出ている。これらのピークは、ピークの比が Ga の同位体の存在比の 3 : 2 に近い事から、69 : Ga と 71 : Ga と同定した。両図に見られる特徴として得られたスペクトルのピークに左裾広がり傾向が見られる。これはイオンの入射エネルギーが高い時に見られる現象で、下図の低質量側が持ち上がっているのは、これらのピークの広がりによってピークが加算されスペクトルが持ち上げられた為だと思われる。



この質量スペクトルは、上記測定と同一条件の時に、イオン銃の加速電圧を変化させた時の質量スペクトルの変化である。収量を比較する為に、縦軸のカウント数を 10e7 個に固定してある。この図より分かる通り、2kv の時は殆ど Ga のピークを観測

する事はできないが、エネルギーを上げるにつれて収量は増えている。3.5kv で最大となり、後は徐々に減少している。今回の実験装置では、イオンビーム径が測定できなかった事もあり、何故このような事が起きたのか原因は特定できていない。



このグラフは、Ar と GaAs の衝突角度を変化させた時の収量を最大収量を得た 45 ° の時の値を 1 とした表したもので、測定条件は、イオン銃加速電圧 3kv、イオン化室 OFF、Ion Energy 0v 測定レンジ 35-85、測定角度 = 衝突角度 + 90 ° で測定を行った。本実験は、実験装置の制限によりイオン銃と QMS の角度が 90 ° に固定されている事から、衝突角を変化させると同時に測定角も変化してしまう為、厳密な意味での角度依存性の測定とはなっていない。現状の実験装置構成においては、衝突角 45 ° 近辺において二次放出イオンは最大値となることが確認できた。

[まとめ・展望]

今回の一連実験により QMS 装置の立上げと、動作確認をする事ができた。また得

られたデータより本装置の質量分解能のは、 $2.5e-2$ となった。多価イオンを用いた衝突実験の予備実験として行った Ar⁺ と GaAs の衝突実験では、衝突エネルギー変化・衝突角度依存性の両実験において、装置上の制限により十分な測定を行う事が出来なかった。エネルギー変化ではビーム径や形状、衝突イオン流の強度など、角度依存性については、衝突角または測定角を固定できなかった為に十分な実験データとはいえないものとなり、それ以降の解析などの議論をする事が出来なかった。

測定を通じて得られた本質量分析器の問題点として、調整パラメータの多さが挙げられる。検出部だけでも 10 箇所以上設定項目があり、また検出部以降のアンプ・A/D 変換部などの調整も含めればかなりの数となる事と、測定対象によって装置設定が異なる為に装置のチューニングが非常に難しいものとなっている。今後の課題として、これらの調整の自動化や簡易化、設定データの蓄積などが必要と思われる。

また、QMS 装置の測定原理により、測定データは測定粒子のイオン化効率、レンズ系や四重極を通過する際のイオンの透過率なども考慮する必要がある、定性・定量的な議論をする為には、これらの基礎データの測定が必要だと思われる。

[参考文献]

- [1] 電子・イオンビームハンドブック第2版
日本学術振興会第132委員会編
- [2] イオンビーム工学 イオン・固体相互作用編
藤本文範・小牧研一郎 共著
- [3] 真空技術とその物理
T.A.Delcahr 著 石川和雄訳
- [4] 真空技術 [第3版]
堀越源一著
- [5] 電子・原子・分子の衝突
高柳和夫著