

1P063

高出カインパルスマグネトロンスパッタリング法を用いた 金属クラスターイオン源の開発

— クラスター生成条件およびパルスイオンビームの特性

(1. 東北大院理、2. アヤボ(株)) ○秋元健吾¹、水内勇¹、山本宏晃²、戸名正英²、塚本恵三^{1,2}、
中野元善¹、大下慶次郎¹、美齊津文典¹

Development of metal cluster ion source using high power impulse magnetron sputtering - Cluster formation conditions and characterization of pulsed ion beams

(1.Tohoku Univ., 2.Ayabo Corporation) ○Kengo Akimoto¹, Isamu Mizuuchi¹, Hiroaki Yamamoto²,
Masahide Tona², Keizo Tsukamoto^{1,2}, Motoyoshi Nakano¹, Keijiro Ohshimo¹, Fuminori Misaizu¹

【序】

金属クラスターはバルクと異なり、幾何構造、電子状態、反応性といった性質が構成原子数（サイズ）によって大きく変化することが知られている。そのため、将来、クラスターを工業的に利用する場合には、サイズ選択されたクラスターを大量に生成する技術が必要と考えられる。近年ではクラスターイオン源としてスパッタリング法とガスセル（成長セル）を用いた装置が開発され、従来よりも高強度のクラスターイオンビームが得られるようになった[1]。しかし、クラスターイオン源に多く用いられている直流マグネトロンスパッタリング法（DCMS, Direct Current Magnetron Sputtering）はスパッタ原子のイオン化率が低く、生成されるクラスターイオン量が制限される。これに対して、近年開発された高出力カインパルスマグネトロンスパッタリング法（HIPIMS, High Power Impulse Magnetron Sputtering）は、瞬間的に高電力でスパッタリングを行う（Fig. 1）ことにより、高密度のプラズマとスパッタ原子の高いイオン化率が得られる[2]。

本研究では金属クラスターイオンを大量に生成することを目的として、HIPIMSを用いた金属クラスターイオン源の開発を行った。HIPIMSを用いたクラスターイオン源の先行研究では、イオンの検出に四重極質量分析計が用いられていた[3]。この分析方法は特定のイオンを選択しながら電圧を掃引するため測定に時間を要する。本研究では短時間で広い質量範囲を測定可能であり、クラスター生成条件を最適化しやすいことから、飛行時間(TOF)質量分析計を用いて観測を行った。クラスターイオンのサイズ分布に寄与するパラメーターを操作し、クラスター生成条件の最適化を行った。また、パルスイオンビームの特性について評価した。

【実験・装置】

製作した金属クラスターイオン源は液体窒素で冷却した成長セル内に2インチのマグネトロンスパッタ源（Gencoa 社）を配置した装置である（Fig. 2）。クラスターイオンは次のような過程で生成される。まず、Ti ターゲット付近にスパッタガスである Ar を導入し、スパッタリングを行うことによって Ti 原子・イオンを生成する。ここで得られた Ti 原子・イオンを Ar、ま

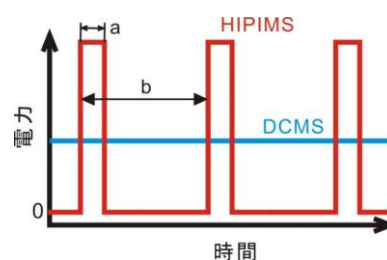


Fig. 1. HIPIMS と DCMS のターゲットに投入される電力の模式図。a. パルス幅（1 ms 程度）、b. 繰り返し周波数（10-200 Hz）。

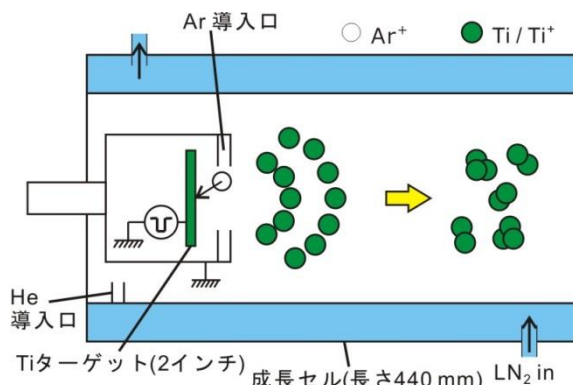


Fig. 2. クラスターイオン源の概略図。

たは冷却された緩衝ガス (He) と衝突させ、冷却することで Ti クラスターイオンへと成長させる。生成したイオンは反射型 TOF 質量分析計を用いて検出し、クラスターイオンのサイズ分布を測定した。HIPIMS の電源には Zpulsar 社 Axia150 を使用した。

【結果と考察】

[クラスター生成条件]

製作したクラスターイオン源では Ar 流量、He 流量、ターゲットから成長セル出口までの距離 (成長距離)、ターゲットに印加する電圧、パルスの繰り返し周波数を変化させることによって、得られるクラスターイオンのサイズ分布が変化することがわかった。一例として、Ar 流量を変化させた時に得られた TOF 質量スペクトルを Fig. 3 に示す。Ti_n⁺ 系列が主として観測されており、Ar 流量を 200 sccm から 280 sccm まで増加させた時に、生成されるクラスターイオンの平均サイズ \bar{n} が 3.9 から 10.2 まで大きくなるのが観測された (\bar{n} は Ti_n⁺ の $n \geq 2$ について計算した)。これは Ti および Ti⁺ と Ar との衝突回数が増加し、より大きなクラスターイオンへと成長したためと考えられる。

[パルスイオンビームの評価]

スパッタリングのパルス放電が生じた時刻から、TOF 質量分析計の加速電極にパルス電圧を印加する時刻までの時間差 Δt を変化させてイオンの観測を行った。70 Hz 以下の低い繰り返し周波数でパルススパッタリングを行った場合に得られた質量スペクトルでは、 Δt への依存性が顕著に見られた。一方で、100 Hz 程度の高い繰り返し周波数では得られた質量スペクトルは Δt への依存は小さく、生成されたイオンビームは連続的なビームに近づいていることがわかった。今後は、低周波数での実験で得られたサイズ分布の Δt に対する依存性から、イオンの速度分布を計算する予定である。

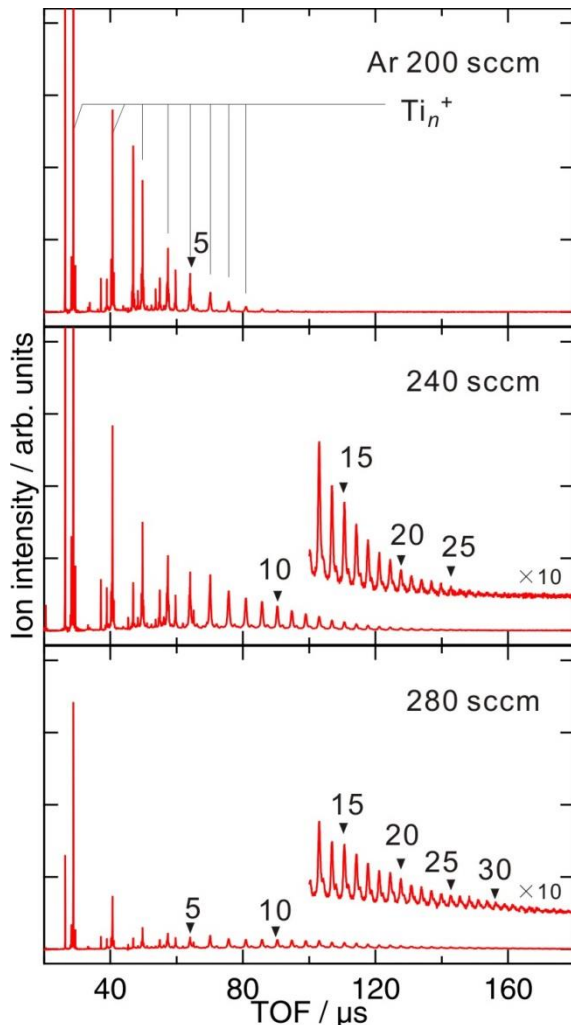


Fig. 3. クラスターサイズ分布の Ar 流量依存性。生成されたクラスターイオンの平均サイズ \bar{n} はそれぞれの Ar 流量において 3.9、7.0、10.2。(He 流量 100 sccm、成長距離 260 mm、パルスの繰り返し周波数 100 Hz、パルス幅 1.5 ms、パルス中の電力 450 W、平均の電力 67 W)

- [1] H. Haberland et al., *J. Vac. Sci. Technol. A* **10**, 3266 (1992).
- [2] U. Helmersson et al., *J. Vac. Sci. Technol. A* **30**, 030801 (2012).
- [3] A. Nakajima et al., *Chem. Lett.* **42**, 857 (2013).