

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 5 月 2 日現在

機関番号：24506

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2009～2011

課題番号：21604005

研究課題名（和文） キャピラリーを用いたクラスターイオンの収束

研究課題名（英文） Converging of cluster ions by using a capillary

研究代表者

持地 広造 (MOCHIJI KOZO)

兵庫県立大学・大学院工学研究科

研究者番号：40347521

研究成果の概要（和文）：

ガラスキャピラリー（出口径：10~140 μm ）を用いてアルゴンクラスターイオンビームの収束特性を調べ、イオンビームの収束率（入口と出口におけるイオン密度の比率）、キャピラリー通過によるイオンの速度およびクラスターサイズ（構成原子数）の変化を明らかにした。

研究成果の概要（英文）：

Converging characteristics of argon cluster ion beam by passing through glass capillaries (outlet diameter: 10~140 μm) was investigated. Converging factor (ratio of ion density at outlet to one at inlet), the change of the velocity and cluster size (the number of constituent atoms) of incident cluster ions by passing through the capillary were clarified.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2010年度	600,000	180,000	780,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：時限付き

科研費の分科・細目：量子ビーム科学

キーワード：表面分析、二次イオン質量分析、クラスターイオン

1. 研究開始当初の背景

二次イオン質量分析(SIMS)は高感度な表面分析として広く利用されているが、有機系試料に応用する際、一次イオンによる有機分子の解離が問題とされていた。研究代表者らは、一次イオンにアルゴン(Ar)クラスターイオンを利用するSIMS装置を開発し、分子量1万を越えるたんぱく質の非解離状態の二次イオン検出に成功した。このSIMSを局所分析に応用するためには、Arクラスターイオンビームを1 μm 以下まで集束させる必要がある。最近、ガラスやポリマーなどの絶縁材料のキャピラリーを用いたイオンの集束に関

する研究が活発化している。これまでキャピラリーを用いてヘリウムイオンやアルゴン(Ar)多価イオンなどの単原子イオンビームの集束効果については報告されているが、クラスターイオンについては未だ事例が無い。

2. 研究の目的

- (1)Ar クラスターイオンビームを直径 1 μm まで収束させる。
- (2)キャピラリー通過前後におけるイオン電流密度およびクラスター構成原子数の変化を明らかにする。
- (3)Ar クラスターSIMS の一次イオンビーム

収束に応用し、ターゲット試料の二次元、三次元分布計測を行う。

3. 研究の方法

(1) ガラスキャピラリー作製方法

ガラスキャピラリーは、材質がボロシリケート系のガラス管(外径:2mm、内径:0.8 μ m、長さ:90mm)をより作成した。ボロシリケートの組成は、SiO₂:80.9%、B₂O₃:12.7%、Al₂O₃:2.3%、Na₂O:4.0%、K₂O:0.04%などとなっている。キャピラリー作製用プーラーを利用してガラス管中央部を加熱しながら両端に張力をかけて切れるまで引き伸ばした。次に、キャピラリー先端加工用マイクロフォージを利用して、キャピラリー切断箇所に加熱されたガラス玉を接触させ、冷却させることで任意のサイズにキャピラリーを切断した。出口径10~140 μ mまでのキャピラリーを作製した。出口径調整後のキャピラリーの長さは50mmとした。

(2) キャピラリー出射イオンの電流測定

研究代表者らが開発した Ar クラスターイオン生成・照射装置に、図1に示すようなキャピラリー利用実験装置を接続した。5keVに加速したクラスターサイズ500~3000 atoms/clusterの Ar クラスターイオンが内径0.5mmのスリット(接地電位)を通過後、キャピラリーに入射される。出射イオン電流はアノード板付 Micro Channel Plate (MCP) で検出し、出射イオンビームの可視化には蛍光板付 MCP を用いた。

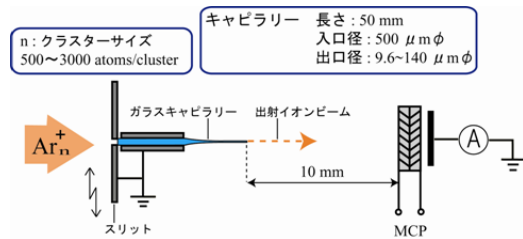


図1 キャピラリー利用実験装置

まず、キャピラリーに Ar クラスターイオンビームを入射させながら、キャピラリー位置を変化させたときの出射イオン電流変化を測定した。次に、クラスターイオンをキャピラリーに入射したときの出射イオン電流の経時変化を測定した。さらに、出射イオン電流の値からイオンの収束率(F_c)を算出した。ここでは $F_c = (I_{out}/I_{in}) \div (S_{out}/S_{in})$ と定義した。ただし、 I_{out} 及び I_{in} はキャピラリー出射イオン電流及び入射イオン電流、 S_{out} 及び S_{in} はそれぞれキャピラリー出口及び入口の面積を表す。

(3) キャピラリー出射イオンの速度計測

キャピラリー通過によるイオンの速度変化を調べるために、入射イオンとキャピラリー出射イオンの飛行時間(TOF)計測を行った。5keVのクラスターサイズ1500atoms/clusterの Ar クラスターイオンを出口径48 μ mのキャピラリーに入射した。キャピラリー直下に偏向電極を設置し、イオンビームをパルス化して飛行時間計測(TOF法)を行った。

(4) キャピラリー出射イオンの運動エネルギー計測

キャピラリーから出射されたイオンビームを偏向させ、その偏向量から出射イオンの運動エネルギーを計測した。静電偏向であるため出射イオンビームの偏向量は運動エネルギーのみで決定される。キャピラリーの直下に設置した偏向電極に電圧を印加し、イオンビームを偏向させた。偏向量の測定は蛍光板付きMCPを利用し、光学顕微鏡で記録した。運動エネルギーの算出はイオン軌道計算用ソフトSIMIONを用いた。

4. 研究成果

(1) キャピラリー出射イオンの電流測定結果

図2はArクラスターイオンビームを入射させながらキャピラリーの位置を変化させたときの出射イオン電流の変化である。横軸はキャピラリー位置であり、縦軸はMCPで検出した出射イオン電流である。同図の写真はポリマレジスト(PMMA)に照射した入射イオンビームの照射痕である。この照射痕の中心付近でキャピラリーを移動させると、出射イオン電流が変化した。X, Y方向共に出射イオン電流変化の半値幅と入射イオンビームのサイズがほぼ一致したことから、イオンがキャピラリーを通過したことを確認した。

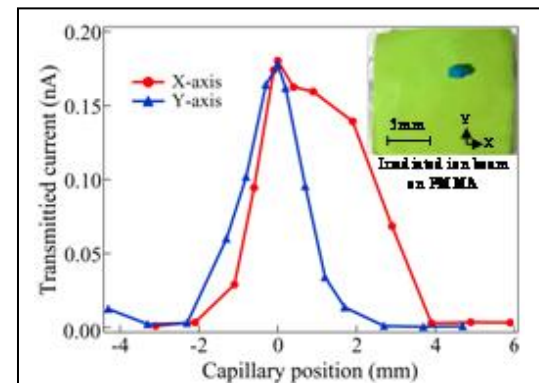


図2 キャピラリー位置の移動による出射イオン電流の変化

図3は出射イオン電流の経時変化である。横軸はキャピラリーにイオンビームが入射された時刻をゼロとしている。縦軸はMCPで検出した出射イオン電流である。入射イオン

電流が高い(1.1nA)と出射イオン電流も高くなるが、入射時間の経過とともに大きく変動した。このときの入射イオン電流の揺らぎは4%以内であり、この出射イオン電流の変動の主原因ではない。一方、入射イオン電流を下げる(0.36nA)と出射イオン電流も減少するが、より安定した出射イオン電流が得られた。以上の結果より、出射イオン電流の変動の主原因はキャピラリー内部の帯電であると考えられる。すなわち、入射イオンとの衝突によりキャピラリー内壁は帯電し、電荷密度の増加により内壁のポテンシャルが入射エネルギーより高くなると後続イオンは通過できなくなる。しかし、ある時間経過後には再びイオンの通過が確認されていることから、表面に蓄積された電荷は放電されると考えられる。したがって、この帯電と放電をうまく制御してイオンが通過しやすいポテンシャル空間を作り出すことが肝要である。ここまでの結果から収束率 F_c を算出した。入射イオン電流が1.1nA及び0.36nAのとき、それぞれ F_c は5~17、及び3~4の値が得られた。

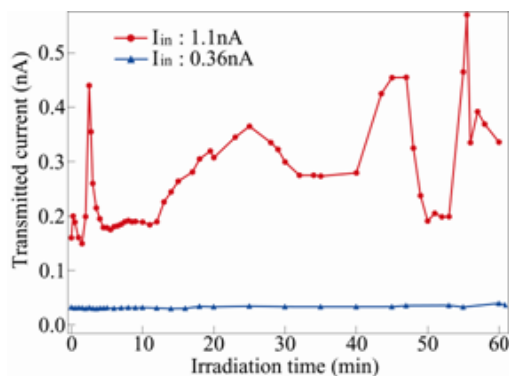


図3 イオン入射時間の経過による出射イオン電流の変化

(2) 出射イオンの速度および運動エネルギーの計測結果

図4は入射イオン及びキャピラリーから出射されたイオンのTOF計測の結果である。この結果より飛行時間に変化は見られず、従ってキャピラリー通過による速度変化は無いことが判明した。次に、図5はキャピラリーから出射されたイオンについての静電偏向量の結果である。同図にはキャピラリーを通さないときの入射イオンの偏向量及びSIMIONにより、エネルギー損失を想定した場合の偏向量の計算値を示す。この結果、入射イオンの運動エネルギーはキャピラリー通過によって約20~30%程度損失することがわかった。図4の結果からキャピラリー通過によってイオンの速度は変わらないことが判っているので、この運動エネルギー損失の原因は、クラスターイ

オンの質量、すなわち構成原子数の減少によるものである。キャピラリー内部の圧力を計算により見積もると 10^{-2} Pa程度であり、このクラスターの質量減少は、キャピラリー内部の残留ガスとの衝突が主な原因だと考えられる。

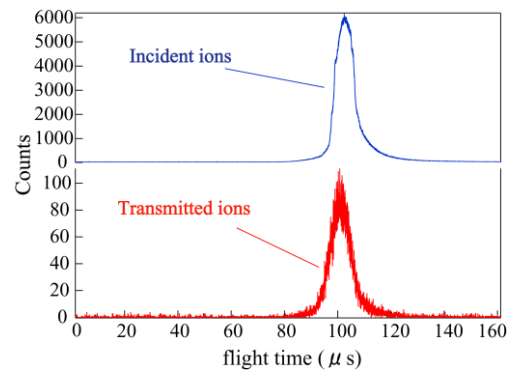


図4 入射イオンとキャピラリー通過イオンの飛行時間計測結果

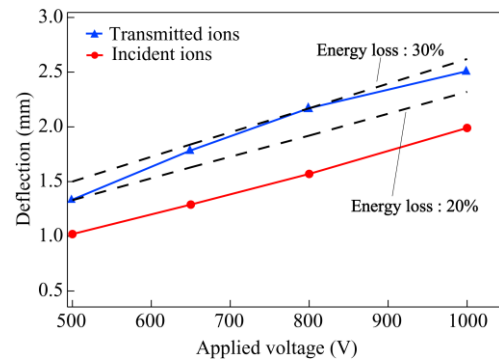


図5 偏向電圧とイオンビーム偏向量の関係

(3) 研究成果のインパクト、今後の展望

これまでキャピラリーを用いて単原子イオンの収束特性については報告があるが、クラスターイオンについては本研究課題が初めてである。今回、Arクラスターイオンが出口径 $10\mu\text{m}$ までのガラスキャピラリーを通過すること、キャピラリー内壁の帯電効果により出射イオン電流が変動すること、さらに、キャピラリー通過によりクラスターイオンの速度は変わらないが、クラスターのサイズ(質量)が減少することが明らかとなった。

今後、キャピラリー内壁の帯電、放電現象を制御することにより出射イオンの強度および安定性を向上させることができれば、本方法をSIMS用ガスクラスターイオンビームの収束に実用化できる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計1件)

- ① K. Shoji, K. Iuchi, M. Izumi, K. Moritani, N. Inui, and K. Mochiji, Converging of argon cluster ion beams with a glass capillary, J. Vac. Soc. Jpn., 55, 2012, 118-120, <http://www.jstage.jst.go.jp/browse/jvsj2/-char/ja/>

[学会発表] (計3件)

- ① K. Shoji, K. Iuchi, K. Moritani, N. Inui, and K. Mochiji, Converging of argon cluster ion beams with a glass capillary, The International Symposium on SIMS and Related Techniques on Ion-Solid Interactions at Seikei University (SISS-13), June 23, 2011, Aichi.
- ② 正司和大、井内健輔、盛谷浩右、乾 徳夫、持地広造、ガラスキャピラリーを用いたアルゴンクラスターイオンビームの集束、第72回応用物理学学術講演会、2011年8月30日、山形。
- ③ 正司和大、出水元基、井内健輔、盛谷浩右、乾 徳夫、持地広造、ガラスキャピラリーを用いたアルゴンクラスターイオンビームの集束、第52回真空に関する連合講演会、2011年11月18日、東京。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

持地 広造 (MOCHIJ I KOZO)

兵庫県立大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：40347521

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

盛谷 浩右 (MORITANI KOUSUKE)

兵庫県立大学・大学院工学研究科・准教授
研究者番号：20391279