

## C<sub>60</sub>スパッタイオン銃システム

工藤 正博<sup>\*1</sup>, 加藤 信彦<sup>\*2</sup>, 青柳 里果<sup>\*3</sup>

### C<sub>60</sub> Sputter Ion Gun System

Masahiro KUDO<sup>\*1</sup>, Nobuhiko KATO<sup>\*2</sup> and Satoka AOYAGI<sup>\*3</sup>

**ABSTRACT** : A new type of C<sub>60</sub> ion sputtering gun system was installed as a component of the Time of Flight Secondary Ion Mass Spectrometer (TOF-SIMS). The system was designed to provide a stable current of C<sub>60</sub> ion beam, which can be used as a new pulsed ion source for the measurement of TOF-SIMS spectra from biomaterials. It can also be used as a new ion sputtering gun for depth profiling of so called “soft materials” because it can remove the surface layers of materials with the least damage caused by ion- solid interaction. In this article, the performance of the system is reported with some preliminary results paying special attention to its capability for the characterization of soft materials.

**Keyword** : C<sub>60</sub>, TOF-SIMS, Sputtering, Depth Profiling, Primary Ion Source

(Received September 28, 2006)

### 1. はじめに

Ga<sup>+</sup>やCs<sup>+</sup>などの単原子一次イオン源を備えたTOF-SIMS装置は、高い感度と高い空間分解能を有しているため、様々な試料最表面の評価に応用されてきた。しかしながら、固体表面に高い加速エネルギーの一次イオンを照射すると試料表面が損傷されるため、試料表面の分子を大きな質量を持つ二次イオンとして高感度に検出することは非常に困難である。近年この問題解決への効果的なアプローチとして、従来から用いられてきた単原子一次イオン源に替え、SF<sub>5</sub><sup>+ 1)~4)</sup>, Au<sub>3</sub><sup>+</sup>, Bi<sub>3</sub><sup>+</sup>, C<sub>60</sub><sup>+ 5)~6)</sup>などのクラスター一次イオン源を用いる試みが行われはじめた。クラスター一次イオン源を使用する利点としては、クラスター一次イオンを構成する原子一個あたりの試料表面への衝突エネルギーが減少するため、試料表面へのダメージの減少が期待できる。また、一次イオンを構成する原子が試料表面の極く浅い領域に同時に衝突するため、試料表面への一次イオン照射エネルギー密度が増加し、その結果二次イオンの放出強度の増加が期待される<sup>4)~6)</sup>。

一方、イオンを物質表面に照射し、イオンスパッタリングで表面を剥ぎ取りながら原子、分子の深さ方向の分布を計測するデプスプロファイル測定においてもクラスターイオンの利用は新たな展開を可能にすると考えられる。すなわち、表面の損傷を大きく抑制することができるため、従来では困難とされていた化学構造を保持したままの有機分子のスパッタリングが可能となり、従来は不可能であった高分子材料<sup>7)</sup>や生体関連試料などの化学状態深さ方向分析の可能性を著しく高めると期待されている。

本稿では、新たに導入したC<sub>60</sub>スパッタイオン銃システムの基本性能を紹介し、これを用いて新たに構築するクラスターTOF-SIMS装置を用いて行う研究予定の概要を紹介することにする。

### 2. 導入設備の概要

導入したシステムはアルバック・ファイ社製のC<sub>60</sub>スパッタイオン銃システム (IOC-C60-10S) であり、C<sub>60</sub>銃本体とその制御システムから成っている。制御システムはイオン銃本体の動作に必要な諸条件のコントロールに加えて、既存のTOF-SIMS装置に接続し、一次イオン源若しくは試料スパッタリング用のイオン銃として用いるためのイオンカラム制御システムおよびTOF

<sup>\*1</sup>: 物質生命理工学科教授(Professor, Dept. of Materials and Life Science),

<sup>\*2</sup>: 物質生命理工学科助手(Research Associate, Dept. of Materials and Life Science),

<sup>\*3</sup>: 島根大生物資源科学部助教

- SIMSとのインターフェースとしての機能も併せ持っている。このシステムの特徴としては、(1)  $C_{60}$  スパッタイオン銃としてのDCイオンビームによる試料スパッタに加えて、従来のGa-TOF-SIMSから新たに $C_{60}$ -TOF-SIMSへの変更を可能にするパルス化一次イオン源としての使用が可能なこと、(2) 加速電圧を1~10kVの領域で変化させることが可能であり、最大イオン電流として100nAを安定して得ることができること、(3) ビーム径を1mm以下とすることが可能である、等をあげることができる。

### 3. 導入システムの基本性能

$C_{60}$  銃から得られるイオン電流量は、 $C_{60}$  を封入して過熱・気化し、電子衝撃でイオン化する際のリザーバー温度に大きく依存する。図1は横軸にリザーバーの温度、縦軸に試料に到達した全電流量として検出したイオン電流量の関係を示したものである。イオンビームのエネルギーは10keVを用いた。

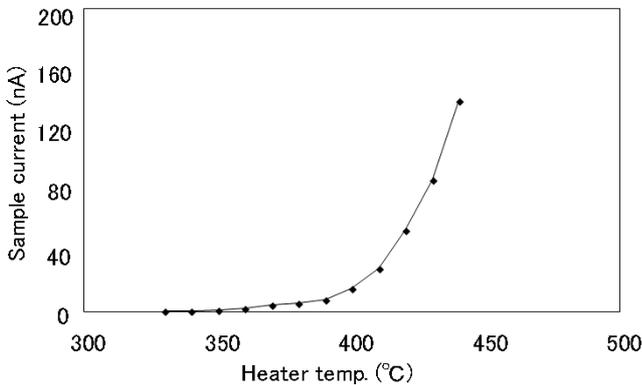


図1.  $C_{60}$  銃システムにおける全電流量のリザーバー温度依存性

この図から明らかなように、全イオン電流は350近辺から検出され始め、400以上で急激に増加することがわかる。

イオン源の安定性を評価するために、同じく10keVのビームを用いて約3.5時間にわたる電流量変化を検証した結果を図2に示す。この図から見て取れるように、約3時間での電流値のばらつきは1.17パーセントであり、TOF-SIMS測定ならびにスパッタ銃としての使用に十分見合う性能を有していることが明らかになった。イオン源としての寿命も考慮して、加熱温度としては410~430程度がふさわしいことがわかった。

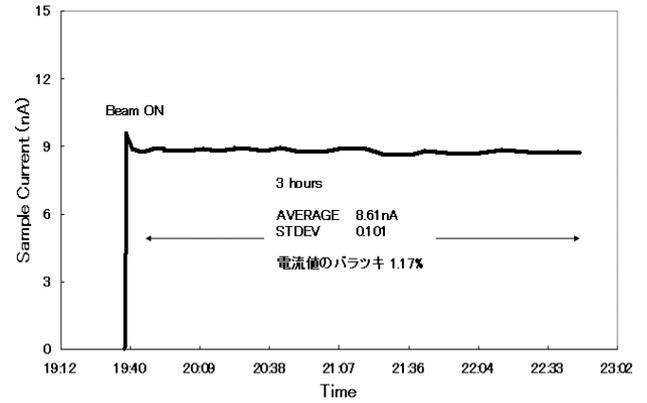


図2.  $C_{60}$  イオン銃システムにおける電流量の時間変化

スパッタビームの性状を評価するために、10keVでビーム径1mm以下の場合と2mm以上の場合について、シリコン基板のスパッタリングによって形成されるクレーターの観察を行った。表面プロフィロメーターを用いた評価では、ビーム径が1mm以下の場合4mm角のラスタ領域においてクレーターの底部分は1mm角以上の、十分に広い領域において平坦性を示し、デプスプロファイル測定において深さ分解能を十分高めたデータを得ることが可能であることが確かめられた。

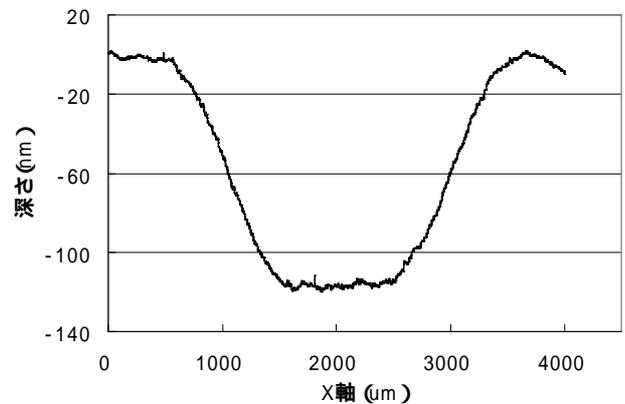


図3.  $C_{60}$  イオン銃によるスパッタクレーター底部の形状測定

### 4. 今後の展開

新たに導入したイオン銃システムはTOF-SIMS用パルス一次イオン源および有機・生物関連試料のスパッタリングに対して、得られる電流量、安定性および寿命、ビームの収束性のいずれにおいても十分対応できる性能を有することが確認できた。今後はクラスター一次イオンの持つ特異な性能としての、TOF-SIMSにおける高感度化、高質量領域で顕著に顕れる分子イオンの高い強度での生成、フラグメンテーションの抑制<sup>8),9)</sup>、表面敏感

性の向上等について，より具体的な系での検証を行う予定である。

本研究設備は私学助成研究設備補助金を受けて導入されたものである。

#### 引用文献

- 1) F.Kotter, E.Niehuis and A.Benninghoven, Secondary Ion Mass Spectrometry XI (SIMS-XI) (1998) 459.
- 2) F.Kotter and A.Benninghoven, Appl. Surface Sci.,133, 47 (1998).
- 3) B.Hagenhoff, P.L.Cobben, C.Bendel, E. Niehuis and A. Benninghoven Secondary Ion Mass Spectrometry XI (SIMS-XI) (1998) 585.
- 4) Greg Gillen and Albert Fahey, Appl. Surf. Sci. 203-204, 209 (2003).
- 5) F. Kollmer, Appl. Surf. Sci. 231-232, 153(2004).
- 6) D.E.Weibel, N.Lockyer and J.C.Vickerman, Appl. Surface Sci., 231-232, 146(2004).
- 7) D. Briggs and E.J. Hearn, Int. J. Mass Spectrom. Ion proc. 6747 (1985).
- 8) N. Davies, D.E. Weidel, P. Blenkinsopp, N. Lockyer, R. Hill and J.C. Vickerman, Appl. Surf. Sci. 203-204, 223 (2003).
- 9) M.J.van Stipdonk, "ToF-SIMS:Surface Analysis by Mass Spectrometry", p334(I M Publications,Chichester, 2001) .