

当センターのX線光電子分光分析装置で材料表面の深さ方向分析や表面汚染層を除去するためにイオンビームスパッタリングが用いられます。単原子のアルゴンイオンビームによるスパッタリング(機器名:イオン銃)が一般的ですが、当センターの装置にはアルゴン原子の塊(クラスター)がイオン化したガスクラスターイオンビーム銃(機器名:ガスクラスターイオン銃)が備えられており、材料表面の低損傷スパッタリングが可能です。

はじめに

多元素系の膜や表面近傍の元素の分布状態や層構造などを調べるために、X線光電子分光分析装置でアルゴンイオンビームによるスパッタリングがよく用いられています。スパッタリングでは数kVで加速されたイオンを材料表面に衝突させて表面の原子を弾き飛ばすため、酸化物の還元や有機物の構造が壊れてしまう場合もあります。当センターの装置にはガスクラスターイオンビーム(GCIB)銃が別途備えられており、構造破壊の少ないマイルドなスパッタリングが行えます。

なお本号では硬X線光電子分光分析の紹介も掲載していますが、スパッタリングではこれより深い数十～数百nmの領域を調べる場合に用いられています。

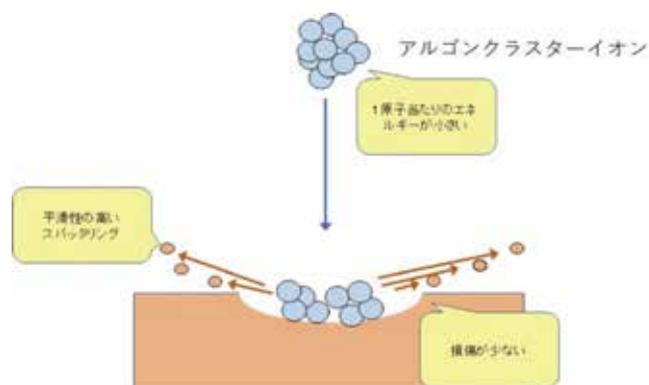


図1 ガスクラスターイオンの概念図

GCIBについて

図1に示すようにアルゴンガスクラスターイオンは数千個のアルゴン原子の塊全体に対して荷電しているため、個々の原子単位では数eV程度の非常に小さなエネルギーとなっています。このようなGCIBを材料表面に照射すると1原子当たりのエネルギーが小さいことにより材料内部へは侵入せず、表面近傍のみのスパッタが可能で、また化学状態を変化させることなく、損傷の少ないスパッタリングが可能です。クラスターイオンが表面に衝突すると、表面原子が水平方向に弾き飛ばされるため、平滑性が高いスパッタリングが行える特徴もあります。

GCIBによる低損傷なチタン表面酸化層スパッタリング

チタン表面は薄い酸化物層が形成されています。この層を通常の単原子アルゴンイオンビーム(加速電圧2kV)とGCIB(加速電圧20kV)で0分、0.5分、1分とスパッタリングした結果を図2(a)および(b)に示します。なおスパッタリング速度はそれぞれSiO₂に対し6.2nm/min、4.6nm/minと近い値に設定し

ています。図2(a)の単原子イオンではスパッタリング前ではチタンが酸化したTi⁴⁺を示すTi2pの主ピークおよびサブピークがはっきり分かれています。スパッタリングにより形状が低結合エネルギー側に崩れていき1分では両ピークが一体となっています。これはイオン照射によりTi⁴⁺がTi³⁺やTi²⁺に還元されたことを示します。一方図2(b)のGCIBの場合は照射前のピーク形状が1分後も基本的に保たれておりTi⁴⁺の還元が抑制されていることを示しています。このようにGCIBにより表面の低損傷なスパッタリングが可能です。

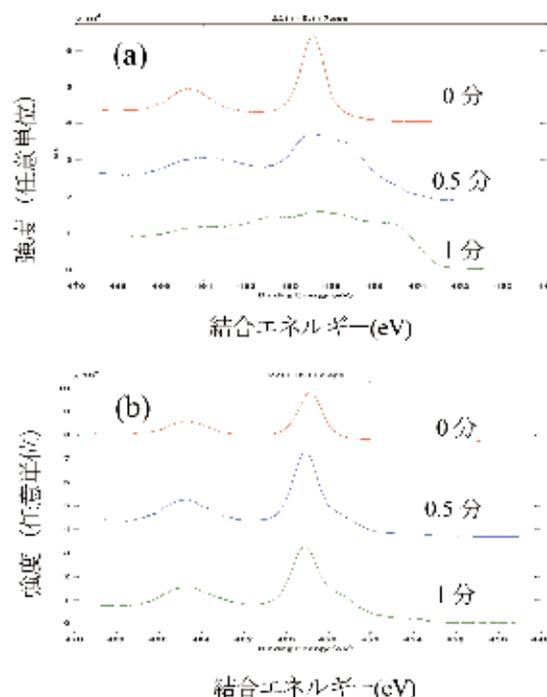


図2 単原子アルゴンイオン(a)およびアルゴンガスクラスターイオン(b)によるスパッタリングによるTi2pスペクトルの変化

おわりに

GCIBを利用してポリイミド薄膜などの有機物、リチウムイオン電池電極、ステンレス表面などの無機物や金属などの解析にも用いられています。ご利用の際は表面構造係までご連絡下さい。