

レーザ蛍光法によるスパッタリング過程の研究 I : 鉄原子スパッタリングの放出角度分布

松田, 良信
九州大学大学院総合理工学研究科エネルギー変換工学専攻

浜本, 誠
大分大学工学部エネルギー工学科

前田, 三男
九州大学工学部電気工学教室

村岡, 克紀
九州大学大学院総合理工学研究科エネルギー変換工学専攻

他

<https://doi.org/10.15017/17582>

出版情報 : 九州大学大学院総合理工学報告. 5 (2), pp.153-161, 1983-12-01. 九州大学大学院総合理工学研究科
バージョン :
権利関係 :

レーザー蛍光法によるスパッタリング過程の研究 I

(鉄原子スパッタリングの放出角度分布)

松田良信・浜本 誠*・前田三男**

村岡克紀***・赤崎正則***

(昭和 58 年 9 月 30 日 受理)

Studies of Sputtering Processes by Laser Fluorescence Spectroscopy I.

— Angular distribution of sputtered iron-atoms —

Yoshinobu MATSUDA, Makoto HAMAMOTO,
Mitsuo MAEDA, Katsunori MURAOKA
and Masanori AKAZAKI

Sputtering by bombarding neutrals on the first wall of a controlled fusion reactor is believed to be the dominant among various processes of plasma-surface interactions, as an impurity-release to plasmas at one hand and as the reduction of the wall thickness at the other. In order to obtain basic insight into the process, laser fluorescence spectroscopy was applied to study temporal developments of angular distributions of sputtered atoms. The results supported the usefulness of the technique and were explained by oxidizations of the surface and/or formations of sputtering cones, the latter being confirmed by using a scanning electron microscopy. Future improvements of experiments were also described.

1. ま え が き

核融合炉の実現を目指し、世界各国で多方面から集中的な研究が行なわれているが、その中で、近年、プラズマと壁との相互作用 (Plasma-Surface Interaction: PSI) の問題が大きくクローズアップされている。すなわち、従来のプラズマの閉じ込めと加熱の問題が、主として磁界生成及び高エネルギー粒子源・電磁波源の技術開発により克服されて、数年内に臨界条件を満たすプラズマが実現できる目途がたてられた。従って、今後、中性子・荷電粒子の運動エネルギーとして発生する核融合出力エネルギーを、利用できる形にして取り出すための種々の炉工学的問題の解決が主研究課題になると考えられている。その中で、炉心ブ

ラズマに関して、以下の点で、PSI の解明が、重要な研究課題として注目されているのである¹⁾。

- (i) プラズマ中への不純物 (特に金属) の混入
- (ii) 燃料ガスのリサイクリング
- (iii) 第 1 壁の損傷・減耗

(i) は、スパッタリング (sputtering)、脱離 (desorption)、蒸発 (evaporation)、アーキング (arcing)、プリスタリング (blistering)、剝脱 (exfoliation) 等が原因となって生じ、大きな輻射損失をもたらす。その結果、周辺プラズマの冷却、安定性の劣化、閉じ込め特性の劣化をもたらす。(ii) は、燃料ガスである水素同位体が第 1 壁で反射し、あるいは捕捉・再放出される過程を通して、プラズマと第 1 壁との間を行き来する現象で、プラズマのエネルギーバランス・粒子バランスに直接影響を与える。(iii) は、スパッタリング、蒸発、剝脱、プリスタリングによる壁材料の減耗と、イオン植込み、選択スパッタリング、表面損傷等による壁材料の組成変化の問題であ

エネルギー変換工学専攻修士課程

* 大分大学工学部エネルギー工学科

** 工学部電気工学教室

*** エネルギー変換工学専攻

る。以上の (i), (ii), (iii) は互いに密接に関連し合っており複雑であるが、PSI 全体の解明には、個々の素過程の解明が必須である。

臨界を目指した大型トカマク炉における、プラズマ中への金属不純物混入、及び第 1 炉壁材料の減耗の最も支配的な過程は、スパッタリングであることが明らかにされている。スパッタリングは、物理スパッタリング (physical sputtering) と化学スパッタリング (chemical sputtering) に分けられる。前者は、固体表面に入射した粒子が、固体を形成する原子とカスケード衝突を続けていくうちに、反跳された原子のうち表面の方向への運動量を得たものが、表面結合エネルギーに打勝って固体表面から叩き出される現象である²⁾。これに対し後者は、入射粒子とターゲット材の間で化学反応が起こり、揮発性のガスが生成されるもので、例えば、グラファイトに水素イオンを照射すると、 CH_4 が生成するようなものである³⁾。化学スパッタリングは、輻射損失及び材料減耗への寄与という点で、物理スパッタリングに比べてずっと小さいと見積られている。従って以下では、主として物理スパッタリングを考え、これを単にスパッタリングと記すことにする。

スパッタリング現象の研究は、100 年以上も前に始まっており、その後、実用面からの必要性もあり、多くの実験及び理論的研究がなされている。Lindhard 等⁴⁾⁵⁾⁶⁾ が発展させた弾性衝突 (核的衝突) の断面積及び照射効果の一般理論に基づいて、1969 年に、Sigmund²⁾ が線型輸送理論を用いたスパッタリング理論を発表した。この理論は、入射イオンとターゲット物質のかなり多くの組合せについて、イオンの入射エネルギー依存性を統一的に説明できる点で、画期的なものである。その後、Sigmund 理論では説明できない偏析、拡散等の効果が効く、合金や化合物のスパッタリング⁷⁾、集束衝突 (focussing) やチャンネルリング (channeling) が起こるような、結晶構造を持った金属、アルカリハライド等のスパッタリング⁸⁾、半導体のスパッタリング等に関する研究が行なわれ、かなりの成果をあげている。また、核融合炉中で関係する、低エネルギー (\leq 数 keV) の軽入射粒子 (H, D, He 等) によるスパッタリング過程の研究⁹⁾¹⁰⁾¹¹⁾ も行なわれてきている。

スパッタリングにおける測定量としては、スパッタリング収量 (イールド)、放出粒子のエネルギー分布、

放出角度分布、等がある。スパッタリング収量はマイクロバランス法、後方散乱法を用いて標的物質の質量または厚さの減少を測定することにより、精度良く求められるので、従来から広く行なわれてきた。放出粒子のエネルギー分布の測定には、通常、粒子の飛行時間を測定する方法 (TOF 法) が、放出角度分布の測定には、コレクター法が用いられてきた。表面分析の進歩によりターゲット側の計測技術は既に確立された (AES, SIMS, LEED, RHEED) 感があるのに対し、放出された粒子の測定法は、情報の質と量の点から、まだ満足のゆくものではない。

このような中で、レーザー蛍光法¹²⁾¹³⁾¹⁴⁾ が、新たな計測手段として注目されている。レーザー蛍光法をスパッタリング過程へ適用することの利点は、i) 粒子選別測定が可能なので、合金、化合物で起こる選択スパッタリングに対して有効である、ii) 検出下限が 10^{12} m^{-3} と極めて低く、iii) 時間及び空間分解能が各々 $0.5 \mu\text{sec}$ 以下及び $2\sim 3 \text{ mm}$ と優れていて、iv) その場 (in situ) 計測が可能であるので、データの高速処理化とスパッタリング過程の照射量依存性の測定が可能であり、v) ドップラーシフトの測定から放出粒子のエネルギー分布の決定が可能である、等の点にある。このレーザー蛍光法をプラズマ・壁相互作用の研究に用いることは、1975 年頃から検討が行なわれて以来、1980 年 ISX-B 装置での成功¹⁵⁾¹⁶⁾ を経て、Doublet III, ASDEX¹⁷⁾, EBT-S¹⁸⁾、等大型装置での計測が進められ、有益なデータを提供している。プラズマ・壁相互作用過程としてのスパッタリングの計測に対しても、スパッタリングイールドの照射量への依存性¹³⁾、スパッタ粒子の各エネルギー単位密度及びエネルギー分布¹⁹⁾、酸素単原子層のスパッタリング過程への影響²⁰⁾ 等の、この方法の従来の方法に対する卓越性を生かした研究が行なわれている。

ところで、未照射材料の $10^{22}\sim 10^{23} \text{ ions/m}^2$ 以下の照射量における初期のスパッタリング過程は、大きく変化することが予想され、その時間進展について研究することは、核融合装置の運転開始後 1 年以下における不純物放出過程の経時変化を考える際には不可欠であると考えられる。しかしながら、これまで初期スパッタリングについては、SEM による表面観察等、定性的な議論がなされているのみで、諸量の定量的評価は、従来の測定法の検出感度が低いことから殆んどなされていない。

そこで、著者等は、クヌーセン・セルからの金属蒸気への適用²¹⁾²²⁾でその有効性を確認されたレーザー蛍光法技術を基に、初期スパッタリング過程の時間進展について系統的に明らかにすることを最終目標とした研究に着手した。

本論文では、アルゴンによりスパッタされた鉄原子の放出角度分布の測定結果、スパッタリングイールドの照射量依存性等について報告する。

2. 測定 の 原理

レーザー蛍光法の原理は、既に詳しく述べられている²³⁾ので、以下の議論に必要な基本的な点について示す。まず、測定対象となる鉄のエネルギー準位図を Fig. 1 に示す。対象とする励起準位の寿命 (~10 ns) は、粒子衝突時間 (≧10 ms) より十分短いので、散乱体積内での粒子間衝突を無視できる。また、鉄ターゲット表面から散乱体積に入るまでに要する時間 (~10 μs) は、励起準位の寿命よりずっと長いので、散乱体積内にあるほとんどの鉄原子は基底準位にあると考えられる。さらに、準安定状態の寿命 (≧10 ms) は、レーザーパルス幅 (≦1 μs) に比べて十分長い。以上を考慮して、三準位系のレート方程式を解くと、最終的に、中性鉄原子からの散乱信号の時間積分は次式で与えられる。

$$\int_0^{\infty} S_{re} dt = V(n_{Fe})_1 \alpha \eta \frac{A_{32}}{\sum_i A_{31} - A_{31}} \frac{d\Omega}{4\pi} T_{ir} Q e G R_L \quad (1)$$

ここで、 V は散乱体積、 $(n_{Fe})_1$ は鉄原子密度、 α は全鉄原子のうち a^5D_4 準位を占めるものの割合、 η は degree of pump over、 A_{31} と A_{32} は励起と観測線の遷移確率、 $\sum_i A_{31}$ は上位準位のすべての遷移確率の和、 $d\Omega$ は観測立体角、 T_{ir} 、 Q は各々、全ての光学系の観測波長 (382.043 nm) における透過率及び光電子増倍管の量子効率、 e は素電荷、 G は光電子増倍管の電流増幅率、 R_L は負荷抵抗である。したがって、 $(n_{Fe})_1$ は上式の右辺の $(n_{Fe})_1$ 以外の各項の値を個々に知ることができれば、測定値 $\int_0^{\infty} S_{re} dt$ から求めることができる。ただし、放出角度分布の測定等、相対的な値がわかれば良い場合は、較正の必要が無く、非常に簡単である。一方、絶対値較正にはアルゴン気体によるレーリー散乱が用いられる。アルゴン気体によるレーリー散乱信号 S_{RL} は次式で与えら

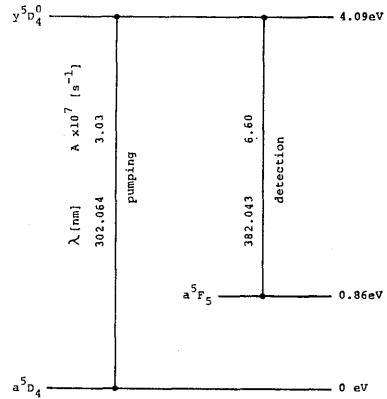


Fig. 1. Energy levels of an iron atom for pumping and detection.

る。

$$S_{RL} = \frac{I_L}{h\nu} \ln A_r \frac{3}{8\pi} \sigma_{Ar} d\Omega T'_{ir} Q' e G R_L \quad (2)$$

ただし、レーザーの偏向方向は、散乱光の観測方向に直角だとしている。ここで、 I_L はレーザーパワー、 l はレーザービームに沿った散乱体積の長さ、 n_{Ar} はアルゴン原子密度、 σ_{Ar} は励起波長 302.064 nm におけるアルゴン原子 1 個当たりの全レーリー散乱断面積、 T'_{ir} 、 Q' は各々 302.064 nm における全光学系の透過率及び光電子増倍管の量子効率である。(1) 式と (2) 式より共通な因子を消去すると $(n_{Fe})_1$ は次式で与えられる。

$$(n_{Fe})_1 = \frac{1}{V\alpha\eta} \frac{\sum_i A_{31} - A_{31}}{A_{32}} \frac{(I_L/h\nu) \ln A_r \frac{3}{8\pi} \sigma_{Ar}}{S_{RL}} \times \frac{T'_{ir} Q'}{T_{ir} Q} \int_0^{\infty} S_{re} dt \quad (3)$$

右辺各項は、独立に求めることができるので、立体角 $d\Omega$ 、電流増倍率 G 等を知らなくても、 S_{RL} 及び $\int_0^{\infty} S_{re} dt$ の測定から、直接 $(n_{Fe})_1$ を得ることができる。

3. 実験装置及び方法

実験装置の配置を Fig. 2 に示す。装置は大別して、i) イオンガン及びターゲット試料が取り付けられ、レーザー入射及び散乱光観測用の石英窓を持つ真空容器、ii) スパッタされた粒子を励起するための波長可変レーザー、iii) 散乱光検出のための検出部、から成る。

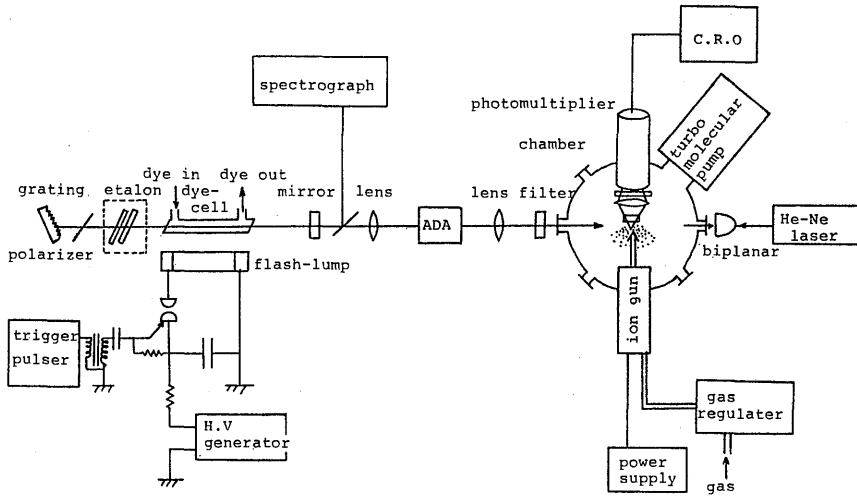


Fig. 2. Experimental arrangement.

真空容器は内容積約 20 l の円筒容器で、その上面及び側面にイオンガンポートと大小 7 個の窓を設けた。レーザー入射窓と観測窓は石英製、残りの窓はバイレックス製で、Oリングシールを使った。排気系にはターボ分子ポンプ (250 l/s) を用いており、到達真空度は 10^{-6} Torr である。イオンガンは電子衝撃型で、加速電圧 3 kV、ビーム径約 4 mm である。動作気体としては、スパッタリング収量が割合に大きく、絶対値較正にも使えるということでアルゴンを用いた。イオンガン動作時の真空度は約 10^{-4} Torr である。ターゲットとしては、真空壁材料として良く使われ、金属不純物としてプラズマへの混入の可能性が大きいことから鉄を用いた。ターゲットは純度、99.9% の純鉄を使い、表面は、120 番から 1200 番迄の 9 段階の耐水性エミリー紙により研磨し、更に 250 番と 2,000 番のアルミナ懸濁液を使ったバフ研磨により、0.3 及び、0.06 μm 程度の凹凸にまで仕上げる。その後、アセトン及びエタノール中で超音波洗浄し、表面をドライヤーで乾燥させた後、試料台に取付ける。ただし、実験の都合上、普通の鉄を用い、またエミリー紙の研磨のみで行なっている場合もある。鉄ターゲットはイオンビームに対し回転可能で、入射角を変えられるようにしてある。

レーザーは、フラッシュランプ励起色素レーザー光の温度位相整合タイプの ADA 結晶による第 2 高調波を用いる。色素は Rhodamine 6G を 10^{-4} mol/l の

濃度で溶いたエタノール溶液で、1,200 本/mm の回折格子と 0.2 mm のエタロンにより波長可変である。第 2 高調波 (300 nm 付近) での出力は、100~200W、パルス幅 0.5 μs 、スペクトル幅 5 pm、ビーム径 3 mm である。基本波の一部はビームスプリッターで分けた後、分散 7.7 $\text{\AA}/\text{mm}$ の分光器で波長モニターした。出力が 100~200W あるので、レーザーパワーが多少ゆらいでも蛍光は飽和して一定であり、精度良く密度が測定できる。

散乱光は、レーザービームと直角方向で、散乱体積から 150 mm 離れた位置に置いた有効径 50 mm、焦点距離 100 mm の合成石英レンズにより集光し、その結像位置に置いたスリットと干渉フィルター (バンド巾 24 nm、透過率 35%) により、不用な光を遮断した後、光電子増倍管により検出を行なう。光電子増倍管出力は、検出抵抗 39 k Ω と同軸ケーブル容量 460 pF による積分値電圧である。散乱体積の大きさは、レーザービーム断面積とスリットの大きさによって決まり、 $3 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$ であり、その位置はターゲット前方 12 ないし 15 mm である。角度分布の計測は、今のところ多チャンネルでないので、光電子増倍管とスリットをレーザービーム方向に沿って平行移動させることにより行なっている。スパッタ粒子の放出角度分布を計測するための実験装置の配置を Fig. 3 に示す。また、散乱体積とターゲットの具体的寸法例を Fig. 4 に示す。

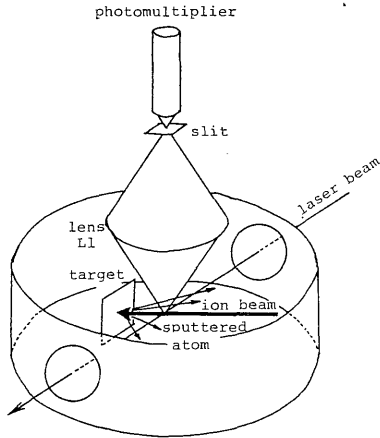


Fig. 3. Schematic diagram of the experimental setup for measurements of angular distribution of sputtered atoms at a single laser shot.

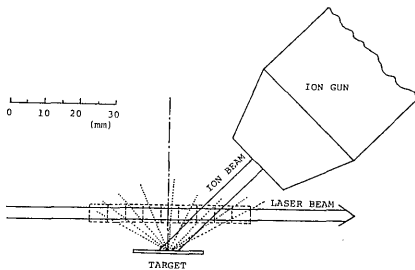


Fig. 4. Geometrical arrangement of the ion beam, laser beam and target.

4. 実験結果と考察

4.1 放出角度分布

アルゴンイオンを鉄ターゲット表面法線方向 ($\theta = 0^\circ$) と 45° 方向から入射した場合のスパッタ粒子の放出角度分布の測定結果を Fig. 5 に示す。ただし、このときのイオン照射量は 10^{23} ions/m² 程度以上で、イオン電流 $40 \mu\text{A}$ であった。 $\theta = 0^\circ$ の場合、角度分布は余弦則 (実線) に近い分布である。一方、 $\theta = 45^\circ$ の場合、入射方向前方がより大きい角度分布となっている。また、絶対値も $\theta = 45^\circ$ の場合の方が $\theta = 0^\circ$ の場合よりも大きい。これらの結果は、モンテカルロ・シミュレーションにより求めた多結晶銀に 3 keV アルゴンイオンを照射した場合のスパッタリング粒子の放出角度分布²⁴⁾ と定性的に一致している。このようにイオン照射量が 10^{23} ions/m² 以上の、スパ

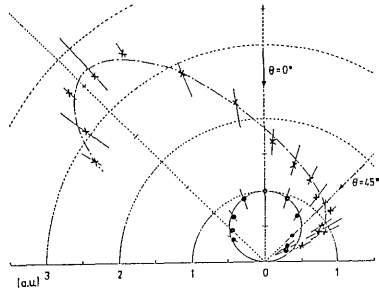


Fig. 5. Angular distributions of sputtered iron atoms from an iron target by Ar-ion beam (energy 3 kV , current $40 \mu\text{A}$, diameter 4 mm) bombardments, which were measured by traversing a single photomultiplier, shot by shot, along the laser beam image of lens L1, in two cases in which incident angles of Ar-ion beam were 0° (solid circles) and 45° (crosses). Solid line indicates cosine distribution, whose absolute values were normalized at normal direction. Ion-dose was greater than 10^{23} ions/m².

ッタリングが安定する領域では、レーザ蛍光法によって、かなり精度良い測定が行なえることが示された。

4.2 初期スパッタリングの経時変化

初期スパッタリングにおける放出角度分布の経時変化 (イオン照射量 $\leq 10^{22}$ ions/m²) は従来、走査型電子顕微鏡による表面観察²⁵⁾ が主で、放出角度分布の定量化、定性化はほとんどなされていない。そこで我々はレーザ蛍光法をこの初期スパッタリング領域に適用してみた。 $\theta = 45^\circ$ の場合についての測定結果を Fig. 6 に示したが、同図 (a) と (b) は、ほぼ同程度の表面処理を行なった 2 つの異なった表面について、それぞれ得られた結果を示している。(a) と (b) に共通して言えることは、まず、イオンドーズが変化することにより角度分布に大きな変化が見られることである。次に、イオンドーズが小さいところでは絶対値が小さいこと、そして、 10^{23} ions/m² になると、Fig. 5 の結果と似かよった、イオン入射方向前方が大きい分布となることが挙げられる。しかし、殆んど同じイオンドーズの値に対して 2 者を比較すると、相当異なった分布をしており、再現性のある現象とは考えにくい。この原因としては、i) 表面形状の、このイオンドーズ領域で起こる大きな変化 (コーンやグレインの形成・Fig. 7)、さらに、結晶配位の向き、等

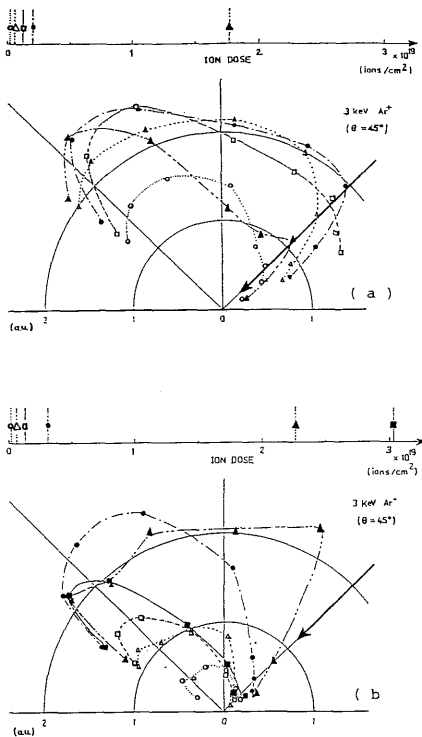


Fig. 6. Ion-dose dependence of angular distributions of sputtered iron atoms. Both (a) and (b) are for the different surfaces, but polished to the same degree.

による現象そのものの複雑さ、に加えて ii) フラッシュランプ励起色素レーザの発振間隔が 20 秒～1 分と長く、受光部も 1 チャンネルしか無く、各放出角度についてショット毎にデータを採るため、現象に追従できていない、iii) 到達真空度が 10^{-6} Torr と低いので、残留ガスの吸着、再放出等により表面の状態が変化する、iv) スパッタされた鉄原子の電子状態が変化しており、観測可能な準位にある原子の割合が変化する、等種々考えられる。初期スパッタリング過程における有効な定量的・定性的測定法が無い現在、以上の問題を克服することによって、レーザ蛍光法は初期スパッタリング測定にも有効性を発揮するであろう。

4.3 走査電子顕微鏡による表面観察

Fig. 7 に走査電子顕微鏡 (日立・S-450) で観察した、イオンドーズ量の違う鉄ターゲット表面の視野像を示す。以前と同じく、3kV の Ar イオンで鉄ターゲットを入射角 45° でスパッタしたものである。(a)

は、照射後のもの (b), (c) との比較のための未照射領域のもので、 $5 \mu\text{m}$ 程度では殆んど平坦である。それに対して、(b) に示すように、イオンドーズ量が 2.2×10^{21} ions/ m^2 程度では、照射領域全域ではないが、部分的に $1 \mu\text{m}$ 程度のコーン状の突起が見られる。一方、(c) に示す 5.0×10^{23} ions/ m^2 程度では、 $10 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度の直径を持った、上部が平坦な段々畠状の構造を持ち、所々に、(c) 右図のようなコーン状突起が見られる。このような、コーン状突起及び段々畠状の凹凸がこの領域 (イオンドーズ量 $\leq 10^{23}$ ions/ m^2) で観測されることは、銅や金に対する観察結果²⁶⁾ と似た現象が起きているものと思われる。

4.4 スパッタリング収量のイオンドーズ依存性

45° 入射、イオン電流 $10 \mu\text{A}$ で、照射時間とともに、単一放出角度方向に固定された散乱体積からの蛍光信号が変化の様子を Fig. 8 に示す。この結果と同様な急峻な遷移効果がユーリヒのレーザ蛍光グループ²¹⁾ でも確認されている。変化の様子は試料表面の表面処理によっても大きく異なる。試料表面の初期状態、特に酸素被膜の影響によってこのような急峻な変化が生じるものと考えられている。最近行なわれたレーザ蛍光法を用いた、酸素被膜をもつチタンのスパッタリング実験²¹⁾ によると、酸素被膜の増加につれて、スパッタされる粒子数が減少すること、励起準位にある原子の割合が増すこと、等が明らかにされている。それらの実験では、AES, SIMS, SEM 等も併用されており、レーザ蛍光法がさらに有効に使用されている。

4.5 今後の検討

以上に述べたように、レーザ蛍光法のスパッタリング過程への適用は、その解明にとって、強力な測定法となり得ることがわかった。今後、定量的な考察をする上で改良を要する事項を列挙すれば、以下の通りである。

まず、第 1 に、到達真空度が低いために、照射中の試料固体表面の酸化・汚染の可能性があるのである。圧力 p Torr の雰囲気から 1m^2 の表面に温度 $T\text{K}$ で分子量 M の分子が毎秒衝突する数 N は

$$N = 3.51 \times 10^{26} p(MT)^{-1/2} \text{m}^2 \text{S}^{-1}$$

と表わされるので、 10^{-6} Torr の水蒸気 (ターボ分子ポンプの排気特性より) が残っていると考えると、室温で毎秒 1m^2 に約 5.8×10^{18} 個の水分子が衝突する

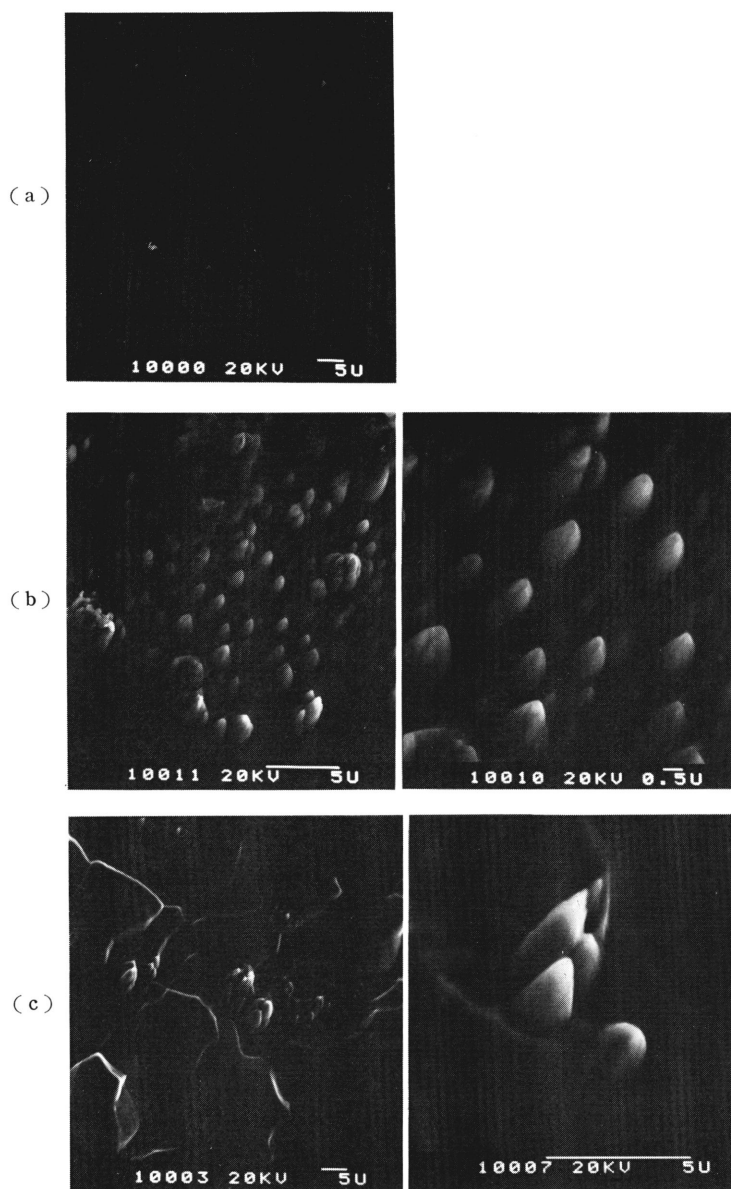


Fig. 7. Examples of photographs of iron-target surfaces by SEM (incident angle of ion beam was 45°). (a) Non-sputtered region. (b) Ion-dose = 2.2×10^{21} ions/m². (c) Ion-dose = 5.0×10^{23} ions/m².

真空であることがわかる。酸素分圧は水蒸気圧より 1 桁小さいと仮定して 10^{-7} Torr と考えると、酸素は毎秒約 3.6×10^{17} 個/m² の割合で表面と衝突をする。原子の単一層は、1 m² 当り約 10^{19} 個の原子から成るので、すべての分子が表面に付着すると考えると、試

料表面には、水の分子層が約 2 秒に 1 層、酸素分子層が約 30 秒に 1 層形成されていることになる。スパッタリング過程は、表面状態、特に、表面結合エネルギーに依存するので、このような酸化・汚染は好ましくない。

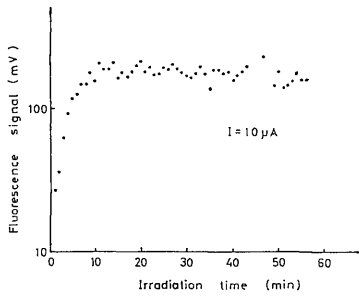


Fig. 8. An example of fluorescence signals as a function of ion-irradiation time. One minute corresponds to an ion-dose of 2×10^{20} ions/m².

第2の問題は、データ収集効率の改善の可能性である。スパッタリング初期過程は現象が急峻な変化を示すので、これに追従できる高繰り返し発振可能なレーザー系と、そのデータを逐次処理する処理系が必要となる。また、大型トカマク等に適用する場合には、限られたプラズマ生成時間（～1 sec）内に、できる限り数多くのデータを採り込む必要が生じる。

そこで、最初の問題点克服のために、著者等は、超高真空 (10^{-9} ～ 10^{-10} Torr) 化に着手した。この水準の真空は、注目している固体表面に真空容器の残留気体雰囲気中の分子の衝突する数が、測定時間内では無視できるような真空である。 10^{-9} Torrの水蒸気が残っていても、水の単原子層をつくるのに最短でも30分を要するので、実験中、試料固体表面はクリーンな状態と考えて良い。超高真空装置は、内容積約30 lで側面には大小10個の観測窓、排気孔等を設け、160 l/sのターボ分子ポンプと80 l/sのイオンポンプで排気を行なう。ガスケット類は、全て銅ガスケットを用い、全ガス放出量は 10^{-8} Torr・l/s以下におさえた。200°C前後のベーキングを5～6時間行なった後の到達真空度は 10^{-9} Torrである。

第2のデータ収集の高速化については、高繰り返し発振（～20 Hz）窒素レーザー励起色素レーザーと、それと同期したデータ処理系の開発を進めている。同時に1ショット内に速度分布を計測することが可能な高速掃引色素レーザーが開発され、今後大型プラズマ装置に適用すべく改良が行なわれている。

以上の改良を基に、今後は主に以下の点に注目して実験を行なう予定である。

(i) 種々のターゲット (Fe, Al, Cu, Mo, 更に

は各種合金) と種々の入射粒子 (Ar, He, D, H 等) の組合せについて、放出角度分布の入射角、照射量への依存性を調べ、材料選択にとって有用なデータを得ること。

(ii) スパッタされた粒子の各エネルギー準位における密度をパラメータを変えて測定することにより、放出機構の定性的、定量的議論に有用なデータを得ること。

(iii) 酸素分圧、ターゲット表面処理等を変えて実験を行ない、それらによるスパッタリング諸量への影響について調べる。

5. 結 論

本論文では、未照射材料のスパッタリング過程の時間進展を調べるための予備的な実験として、20秒～1分に1回発振のレーザーとシングルチャンネルの信号検出系からなる計測系を用いて、アルゴンイオンビームによりスパッタされた鉄原子の放出角度分布及びその収量の時間的変化についての計測を行なったその報告を行なった。

その結果

(1) 定常的なスパッタリング過程の放出角度分布はかなり精度良く測定できること。

(2) スパッタリング収量、放出角度分布がイオン照射量によって大きく変化すること、

(3) 初期スパッタリングのような過渡的な過程での放出角度分布等の測定には、高繰り返し発振可能なレーザー系とマルチチャンネルの信号検出系が不可欠となること、を明らかにした。

また、照射試料表面の走査電子顕微鏡による観察から、鉄の場合にも、初期スパッタリングから定常なスパッタリング過程に変遷する際に、試料表面にはイオン照射により、コーン状の突起が形成され、やがて平坦な面になっていくことが観察された。

電子顕微鏡の使用にあたっては、歯学部、篠原先生に御協力を頂いた。また、実験全般にわたり、久保田功氏（現ソニー）を始め、修士課題1年の上田泰稔君等から、多大な御協力を頂いた。記して感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) G. M. McCracken and P. E. Stott; Nucl. Fusion **19** (1979) 889.
 - 2) P. Sigmund; Phys. Rev. **184** (1969) 383.
 - 3) 石野 稔: 照射損傷 (東京大学出版会)
 - 4) J. Lindhard, M. Scharff and H. E. Schiott; K. Dan. Vidensk. Selsk. Mat-Fys. Medd. **33** (1963) No. 14.
 - 5) J. Lindhard, V. Nielsen and M. Scharff; K. Dan. Vidensk. Selsk. Mat-Fys. Medd. **36** (1968) No. 10.
 - 6) J. B. Sanders; Physica **41** (1969) 353.
 - 7) 志水, 山村, 松波, 森田, 西堂, 伊藤: 応用物理 **50** (1981) 420.
 - 8) D. Onderdelinden; Can. J. Phys. **46** (1968) 739.
 - 9) H. L. Bay, J. Bohdansky, W. O. Hofer and J. Roth; Appl. Phys. **21** (1980) 327.
 - 10) R. Behrisch, G. Maderlechner and B. M. U. Scherzer; Appl. Phys. **18** (1979) 391.
 - 11) H. L. Bay, B. Schweer, P. Bogen and E. Hintz; J. Nucl. Mater. **111 & 112** (1982) 732.
 - 12) K. G. Müller and M. Stania; J. Appl. Phys. **49** (1978) 5801.
 - 13) A. Elbern, E. Hintz and B. Schweer; J. Nucl. Mater. **76 & 77** (1978) 143.
 - 14) E. Hintz; J. Nucl. Mater. **93 & 94** (1980) 86.
 - 15) C. H. Muller III and K. H. Burrell; Phys. Rev. Lett. **47** (1981) 330.
 - 16) B. Schweer, D. Rusbüldt, E. Hintz, J. B. Roberto and W. Husinsky; J. Nucl. Mater. **93 & 94** (1980) 357.
 - 17) E. Dullni, P. Bogen, E. Hintz, D. Rusbüldt, B. Schweer, S. Goto and K. H. Steuer; Phys. Lett. **88 A** (1982) 40.
 - 18) E. Dullni, E. Hintz, J. B. Roberto, R. J. Colchin and R. K. Richards; J. Nucl. Mater. **111 & 112** (1982) 61.
 - 19) B. Schweer and H. L. Bay; Appl. Phys. A **29** (1982) 53.
 - 20) M. J. Pellin, C. E. Young, M. H. Mendelsohn, D. M. Gruen, R. B. Wright and A. B. Dewalt; Proc. 5th. Int. Conf. PSI in Controlled Fusion Devices. May 3-7 1982. Gatlinburg.
 - 21) M. Hamamoto, M. Maeda, K. Muraoka and M. Akazaki; Jpn. J. Appl. Phys. **21** (1982) 200.
 - 22) M. Hamamoto, M. Maeda, K. Muraoka and M. Akazaki; Jpn. J. Appl. Phys. **20** (1981) 1709.
 - 23) 前田, 村岡, 浜本, 赤崎, 宮副: レーザ研究 **9** (1981) 237.
 - 24) S. T. Kang, R. Shimizu and T. Okutani; Jpn. J. Appl. Phys. **18** (1979) 1717.
 - 25) R. Shimizu; Jpn. J. Appl. Phys. **13** (1974) 228.
-