プラズマベースイオン注入 (PBII) 法を用いた窒素ガスによる自己点弧プラズマの密度算定*

藤村 信幸*¹・下野 和洋*²・野口 央照*²
豊田 宏*²・白井 義人*³・田中 武*²

Estimation of Self-ignited Plasma Density by N₂ Gas using Plasma-based Ion Implantation*

Nobuyuki FUJIMURA*¹, Kazuhiro SHIMONO*², Hiromitsu NOGUCHI*²,
Hiroshi TOYOTA*², Yoshito SHIRAI*³ and Takeshi TANAKA*²

*¹Electrical and Electronic Engineering, Hiroshima Institute of Technology, 2-1-1 Miyake, Saeki-ku, Hiroshima-shi, Hiroshima 731-5193, Japan

*²Department of Electronics and Computer Engineering, Hiroshima Institute of Technology, 2-1-1 Miyake, Saeki-ku, Hiroshima-shi, Hiroshima 731-5193, Japan

*³KOANKEISO, 2798-36, Minamiyoshida-cho, Matsuyama-shi, Ehime 791-8042, Japan

(Received November 22, 2013, Accepted March 10, 2014)

Plasma density is estimated from the target voltage and current characteristics of the pulse modulator circuit in plasma-based ion implantation. The voltage recovery time constant directly reflects the ion sheath characteristics, and the sheath resistance is related to the ion density inside the transient sheath. The stationary current also provides information on the sheath parameters. The ion density obtained by equating the measured characteristics with an equivalent circuit can be converted to plasma density using a continuity equation. Thus, the plasma density is estimated can be controlled by the degree of vacuum and the applied voltage.

1. はじめに

プラズマベースイオン注入 (PBII) 法は、プラズマ中のサンプルに対し、負の高圧パルス電圧を印加する表面改質法である。複雑形状を持つサンプルに対しサンプル近辺に形成されるイオンシース幅を低減し、シース形状をサンプルに沿った形状にすることによりイオンが均一に注入される。制御性のよさから、様々な形状物への表面処理方法として有効な手法として有望視されている。現在、新しい滅菌プロセスとして低温、短時間処理可能な PBII 法を用いた滅菌プロセスが試みられている¹⁾。

プラズマイオン注入を用いた滅菌プロセスは、(1)プラズマを用いたイオンの生成、(2)生成されたイオンの加速、(3)イオンと試料の相互作用等で構成される¹⁾。したがって、基板表面でのイオンシースの制御や形成されたシース内のイオンの挙動が重要である。

イオンを生成するためのプラズマとして、一般に高周波プラズマやパルスプラズマ等がある。外部プラズマ (RF バーストプラズマ) と負の高圧パルス電圧を併用した密度算定法が報告されている²⁾。

本研究では PBII 法による滅菌プロセスにおいて、電源の数が半減されるメリットがある自己点弧プラズマについて検討する。プラズマを形成した時の電流-電圧特性から、プラズマ密度とシース長等のパラメータを算出し、求めたパラ

メータを、新しい滅菌装置の設計に活かす手法を検討する。

2. プラズマ密度の算定方法²⁾

Fig. 1 において、 R_2 と C_2 は定数であるのに対し、 R_1 と C_1 はイオンシースに関与するため、パルス電圧印加時には時間的に変化する量である。プラズマ密度の算定を行う場合、まず R_2 および C_2 を知る必要があり、このためプラズマの代わりにキャパシタと抵抗を負荷として用いる。ターゲットにパルス電圧を印加して、一定電圧に達するまでの時間を立ち上がり時間 τ_r 、モジュレータ出力がオフとなって以降、電圧が元の状態に復帰する時間を立ち下がり時間 τ_f と定義する。立ち上がり時間および立ち下がり時間から回路定数を算定する。この回路定数の詳しい計算方法については既報に示す。

今回は、求められた回路定数をもとにパルス波形の形状から密度を算定する。回路定数 R_2 および C_2 はそれぞれ、2.0 k Ω および 224 pF である。

ここではイオンシース構造が平面である場合について扱い、これらの算定について述べる。

Fig. 1 Equivalent circuit of the modulator voltage.

* 平成25年11月26日 第54回真空に関する連合講演会で発表

*¹ 広島工業大学大学院電気電子工学専攻 (〒731-5193 広島県広島市佐伯区三宅 2-1-1)

*² 広島工業大学電子情報工学科 (〒731-5193 広島県広島市佐伯区三宅 2-1-1)

*³ 興安計装株式会社 (〒791-8042 愛媛県松山市南吉田町2798-36)

2.1 イオンシース抵抗 R_1

R_1 は一般的に抵抗率 ρ , 対象物の長さ s , 対象物の面積 A を用いて

$$R_1 = \rho \frac{s}{A} \quad (1)$$

にて表される. プラズマイオン注入において ρ はシースの抵抗率, s はシース長, A はターゲットの面積に相当する. シース内では無衝突とする. イオン種の質量 m , ターゲット印加電圧 V_p , 電子電荷 e , シース内でのイオン速度 v とするとターゲット面では

$$\frac{1}{2} m v^2 = e V_p \quad (2)$$

から

$$v = \sqrt{\frac{2eV_p}{m}} \quad (3)$$

が得られる. 一方, ターゲット表面での電流密度 j は, 導電率 σ と電界 E で表され

$$j = en_i v = \sigma E = \sigma \frac{V_p}{s} \quad (4)$$

であり

$$en_i \sqrt{\frac{2eV_p}{m}} = \sigma \frac{V_p}{s} \quad (5)$$

$$\rho = \frac{1}{\sigma} = \frac{V_p}{s} \cdot \frac{\sqrt{m}}{en_i \sqrt{2eV_p}} \quad (6)$$

から

$$\rho = \frac{\sqrt{m}}{en_i s} \cdot \frac{\sqrt{V_p}}{\sqrt{2e}} \quad (7)$$

が得られ

$$R_1 = \rho \frac{s}{A} = \frac{1}{en_i A} \sqrt{\frac{mV_p}{2e}} \quad (8)$$

が求められる. 式(8)ではシース長によらない式であることがわかる. また, 式(8)に V_p を与えると, R_1 を実験値などにより知ること, ターゲット表面でのプラズマ密度 n_i (シース内イオン密度) を求めることができる.

2.2 漂遊容量 C_2

平行平板イオンシースの容量 C_1 は

$$C_1 = \frac{\epsilon_0 A}{s} \quad (9)$$

にて表される. ここで ϵ_0 は真空の誘電率である. C_1 の算定にはシース長を知ることが必要である. Lieberman による解析をもとにしてシース長の算定を行うことができる. 結論としてはイオンシースの持つ容量は漂遊容量に比べて1~2桁程度低い値であり無視される. 計算に用いたシース長は式(10)にて表される.

$$s = \left(\frac{4}{3} \epsilon_0 \right)^{1/3} \left(\frac{2e}{m} \right)^{1/6} \frac{V_p^{1/2}}{(en_i)^{1/3}} t^{1/3} \quad (10)$$

ここで, 漂遊容量 C_2 は 200 pF 以上あり, 実験室系における小型のターゲットの場合

$$C_2 \gg C_1 \quad (11)$$

と扱うことができる. C_1 を考慮した場合の印加電圧の立ち下りにおける時定数 τ_f は

$$\tau_f = (C_1 + C_2) R_1 \quad (12)$$

となる. 式(11)を考慮すれば

$$\tau_f = C_2 R_1 \quad (13)$$

となり, 実測される τ_f と漂遊容量 C_2 により R_1 を算定することができる.

2.3 プラズマ密度の算定例

ターゲット面でのプラズマ密度は簡易的に式(8)により算定することができる.

ここで, プラズマ密度の計算方法を 3 Pa, 8 kV を例に示す.

取得された負のパルス電圧波形の立ち下りより, 時定数を求める. 求めた時定数を式(13)に代入して, R_1 を求める. ここで, R_1 は 2.2 k Ω と求められた. 求められた R_1 とそれぞれの定数を用いて式(8)に代入することでプラズマ密度が求められる. 計算の結果, 密度は $44 \times 10^8 \text{ cm}^{-3}$ と求めることができる.

しかし, より正確にプラズマ密度の算定を行うためにはパルス幅 t および印加電圧 V_p を与えることにより, シース長はプラズマ密度の関数となる. すなわち,

$$s = s(n_i) \quad (14)$$

となり, 式(9)より

$$C_1 = C_1(n_i) \quad (15)$$

および式(8)より

$$R_1 = R_1(n_i) \quad (16)$$

となる. よって式(15)および式(16)を式(12)に代入し, τ_f を実測し, C_2 を既知とすると未知数は n_i のみとなりターゲット面でのプラズマ密度を算定することができる.

3. 実験装置

Fig. 2 に実験装置の概略図を示す. 本装置のチャンバ材質はステンレススチール (SUS) である. サイズは高さ 450 mm, 幅 590 mm, 奥行き 470 mm である. SUS 製電極は接地されたチャンバから絶縁されチャンバの中心に設置されている. 本実験に用いた高圧パルスモジュレータ (栗田製作所) は, 繰り返し周波数最大 1000 pps, 最大約 8 A の容量をもち, 最高 15 kV の負のパルス電圧をパルス幅 2~30 μs でターゲットに照射することができる. 高圧パルス電圧は, パソコン内のコンピュータ制御システム (Fotgen2)

Fig. 2 Schematic diagram of experimental apparatus.

により制御される。チャンバー内を 1×10^{-3} Pa まで排気し、 N_2 ガス（ガス圧 3 Pa）を導入し実験を行った。

本研究でのプラズマの生成は外部プラズマ（RF バーストプラズマ）と自己点弧プラズマの二重構造のプラズマではなく、印加電圧（負の高圧パルス電圧）による自己点弧プラズマのみを用いている。

4. 実験結果

ターゲット印加電圧を 0.8~12 kV の範囲で変化させた。この時のターゲット電流および印加電圧波形を 3 Pa のときを Fig. 3 に示し、4 Pa のときを Fig. 4 に示す。このとき、0.8 kV においてはプラズマの発生は観察されなかった。4 kV 以降においてはプラズマの発生が観察され、これは自己点弧に起因するものと考えられる。

3 Pa の電流波形を観察すると、4 kV 以下では明確な電流波形を観測することはできなかった。8 kV 以上では明確な電流波形であり、印加電圧の増加に伴い、電流波形の立ち上がり時間が短くなることが観察された。印加電圧 8 kV において定常電流約 4.4 A が流れる。

ここで、4 kV のときの電流波形では、立ち上がったのち少し下がって一定になっている。8 kV の電流波形では、パルス状の波形になっている。この波形の形状の違いには二次電子の発生が関係していると考えられる。金属材料において、イオンのエネルギーが低い場合（1 keV 以下）では二次電子放出係数は 0.1 ぐらいである。イオンのエネルギーが高い場合（1 keV 以上）では、二次電子放出係数が大きくなる。20 keV のときのステンレススチールでは、二次電子放出係数は 4.8 である³⁾。したがって、4 kV のときでは電流波形が下がっているため、イオンのエネルギーが低く、二次電子の放出があまりないと考えられる。8 kV で流れる電流の約 2/3 は二次電子放出係数の増加に起因すると考えられる⁴⁾。

この印加電圧波形をもとにプラズマ密度を算定した結果を Fig. 5 に示す。また、電流値から、各電圧の初歩的な二次電子放出係数の値の仮定を行い、プラズマ密度の補正值として Fig. 6 に示す。

結果から印加電圧が高くなるごとにプラズマ密度が高くなっていることがわかる。また、圧力が高くなると密度が高くなる

Fig. 3 Waveforms of voltage applied to the target at a pressure of 3 Pa. (a) Current (b) Voltage.

Fig. 4 Waveforms of voltage applied to the target at a pressure of 4 Pa. (a) Current (b) Voltage.

Fig. 5 Calculation results of the plasma density and secondary electron yield.

Fig. 6 Correction value of the plasma density.

Fig. 7 Sheath distance versus applied voltage.

なることが示唆された。

式(10)を用いて、窒素の場合の印加電圧に対するシース長の計算結果をプラズマ密度をパラメータとして計算を行った結果を **Fig. 7** に示す。ここで、パルス幅を $6.3\mu\text{s}$ として計算を行った。

Fig. 6 で得られた補正值の結果を Fig. 7 上に表す。自己点弧プラズマが生成されている 4 kV 以降において、 4 kV ではシース長が、 3 Pa および 4 Pa では約 10 cm であり、 5 Pa では約 6 cm と多少の変化がみられた。しかしながら、 8 kV

および 12 kV では圧力の変化によるシース長の変化はさほど観察されなかった。圧力の変化において、あまりシース長の変化は見られなかった。

電流波形から求められた電荷は $63 \times 10^{-6}\text{ C}$ であり、チャンバー内の空間から求められた電荷は $127 \times 10^{-6}\text{ C}$ であった。どちらも、 10^{-6} オーダーであり同程度のものだと考えられる。このことから、チャンバー空間内の電荷が電流に変化したものと推測される。

5. ま と め

PBII 法において、生成した自己点弧プラズマの二次電子放出係数を初歩的に仮定して、プラズマ密度を算定できた。算定されたプラズマ密度や、シース長は、滅菌装置設計に活かせる可能性が示唆された。

プラズマ密度から求められたチャンバー内に生成された電荷は $127 \times 10^{-6}\text{ C}$ であり、電流波形から求められた電荷は $63 \times 10^{-6}\text{ C}$ と同程度であった。プラズマ生成で形成された空間内の電荷が、電極に流れ、電流として検出されたことが示唆された。

今後は、プラズマ密度の計算結果を、プラズマシミュレーションソフト (PEGASUS) を用いて計算したシミュレーション結果と比較検討していきたいと思う。

プラズマ密度からシース長やチャンバーの空間内の電荷を求めることができた。そのデータから、滅菌用の装置設計に活かしていきたいと思う。

〔文 献〕

- 1) T. Tanaka, T. Hironaka, S. Hayashi and I. Koyama: ELEK-TROTECHNICA & ELEKTRONICA E + E, **47** (2012) 268.
- 2) S. Watanabe, S. Honda, T. Yamashita, T. Hiraoka, T. Tanaka, T. Takagi and K. Yukimura: The Papers of Technical Meeting on Plasma Science and Tecnology, IEE Japan, (2003) 31.
- 3) B. Szapro, J. J. Rocca and T. Prabhuram: Appl. Phys. Lett., **53** (1988) 358.
- 4) K. Shimono, N. Fujimura, H. Noguchi, H. Toyota, Y. Shirai and T. Tanaka: J. Vac. Soc. Jpn., **57** (2014) 193.