

プラズマイオン注入/成膜装置から漏洩する X線の計測

豊橋技術科学大学 日比美彦, 滝川浩史
年藤淳吾
栗田製作所 西村芳実
豊橋技術科学大学 榊原建樹

Measurement of X-ray Leaked from Plasma Based Ion Implantation/Deposition Apparatus

Yoshihiko HIBI, Hirofumi TAKIKAWA, Jungo TOSHIFUJI,
Yoshimi NISHIMURA*, Tateki SAKAKIBARA,

Department of Electrical and Electronic Engineering, Toyohashi University of Technology,
*Kurita Seisakusho Co., Ltd

Abstract

X-ray radiation leaked from Plasma Based Ion Implantation and deposition apparatus was measured with an ionization-chamber type dose-rate meter, a Geiger-Müller counter, and different pocket-type electronic dose meters. Intermittent RF plasma was generated in a stainless steel-made vacuum chamber. The negative pulse bias ($-1\sim-25$ kV) was applied to a stainless steel target after the RF plasma was intermitted. The measurement results showed following facts. (1) X-ray is generated in the apparatus chamber. (2) The X-ray can leak through glass window and O-ring vacuum seal. (3) X-ray dose rate increases with increasing the absolute value of pulse bias voltage. (4) Directivity of leaked X-ray depends on target shape and the apparatus structure around the leak points. (5) Leaked X-ray can be easily reduced by using Al plate and sufficiently shielded by using Fe plate. Furthermore, X-ray radiated from Cu plate target was demonstrated to be used the shadow image record of a nut on negative.

Keywords: Plasma based ion implantation/deposition apparatus, X-ray measurement, Leakage position, Film exposure.

1. はじめに

1980年代の中ごろ, Adler¹⁾や Conrad²⁾によって発案されたプラズマイオン注入法は, 機械的機能(耐磨耗性, 耐熱性など)を強化する表面改質法として提案された。同手法^{3)~5)}は, プラズマ中に浸漬した被加工物に高電圧パルスバイアスを印加し, その際被加工物表面に沿って形成されるイオンシース中のイオンを引き出し, 被加工物表面に注入するというものである。また, プラズマイオン注入/成膜法は, プラズマイオン注入法を発展させたもので, イオン注入と成膜とを同時にあるいは繰り返し, あるいは段階的に行うものである。プラズマイオン注入法や注入/成膜法において利用されるパルス電圧は, 一般に, $-1\sim-100$ kVである。このような高電圧によって加速されたイオンが被加工物に衝突・注入する際, X線を発生する可能性がある。更に, ターゲットから追いやられる電子が装置内壁に衝突する際に制動X線を発生する可能性もある。しかしな

がら、同手法において発生するX線に関する報告は見当たらない。安全な装置の設計・開発を実現するためには、同手法において発生する、あるいは装置から漏洩するX線の特性を把握しておく必要がある。本論文では、プラズマイオン注入/成膜装置から漏洩するX線に関し、線量率、計数、積算線量を計測し、漏洩X線の特性を明らかにする。また、計測結果からX線のエネルギーを推定するとともに、装置の安全性について言及する。更に、発生したX線をフィルムに感光させる実験も行った。

2. 実験装置

2.1. プラズマイオン注入/成膜装置

実験に用いたプラズマイオン注入成膜装置を Fig. 1 に示す。同装置は、上部ステンレス製ベルジャー(5 mm 厚)と下部ステンレス製受け容器(5 mm 厚)とに分かれている。ベルジャーと受け容器との間はOリング(12 mmφ)で真空シールされ、接続状態のギャップは5 mm である。ベルジャーには、直径150 mm、厚さ10 mm のパイレックスガラス製観測窓1つが正面に設けてある。

同装置は、100 μs 間 RF プラズマを発生させ、50 μs 遅れて負パルスバイアス(5 μs)を印加し、これを繰り返してイオン注入および成膜を行うものである⁶⁾。

プラズマの発生とバイアス印加とを間欠的に交互に行うことで、プラズマ電極とバイアス印加電極とを共用できるという特徴がある。今回の実験条件を Table 1 に示す。バイアス電圧は、-1~-25 kV とした。

ターゲット(被加工物)は、上部から導入されたステンレス製逆 T 字状電流導入ハンガー(20 mmφ)に吊り下げて設置した。ターゲットは、ステンレス製の六角柱状、四角柱状、および板状のものを用いた。これらを Fig. 2 に示す。それぞれの上部に長さ約 30 mm のステンレス製フックが2箇所取り付けられている。

参考のため、バイアス電圧とターゲットに流入した電流(パルス電圧印加期間の平均値:X線の発生量と比較するために便宜的に用いる)との関係を Fig. 3 に示す。パルスバイアス電圧(絶対値)の増加とともにターゲット電流(絶対値)がほぼ直線的に増加することがわかる。

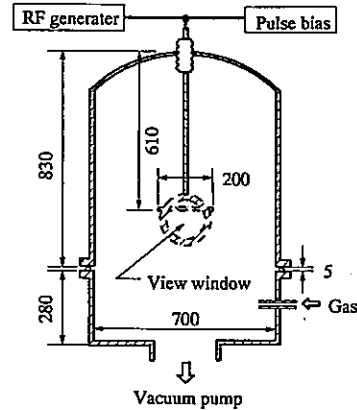


Fig. 1. Experimental apparatus for plasma based ion implantation and deposition.

Table 1. Experimental conditions.

Introduction gas	CH ₄ /Ar (volume ratio, 50:50)
Gas flow rate	40 sccm
Pressure	0.3 Pa
RF plasma	Frequency: 13.56 MHz Power: 30 W Duration time: 100 μs
Pulse bias	Voltage: -1~-25 kV Pulse width: 5 μs
Time delay of bias apply	50 μs pulse width
Repetitive frequency	1,000 pps

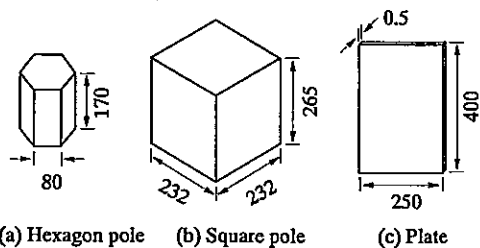


Fig. 2. Various targets.

Table 2. X-ray radiation measurement devices.

Measurement device	Maker	Model	Specification	Abbreviation
Ionization-chamber	Aloka	ICS-311	Dose-rate ($\mu\text{Sv/h}$)	ICS
Geiger-Müller counter	Aloka	TGS-121	Count of incident X-ray (cps) ¹ (Max:1,000 cps)	GMS
Electronic dose meter	Aloka	PMD-117	X-ray dosage (μSv) over 20 keV	DM20
Electronic dose meter	Aloka	ADM-102	X-ray dosage (μSv) over 40 keV	DM40

¹Aluminum cap was removed

また、表面積（六角柱： $0.15 \times 10^6 \text{ mm}^3$ ，四角柱： $0.35 \times 10^6 \text{ mm}^3$ ）の大きいターゲットのほうが、ターゲット電流が大きい傾向にあることがわかる。

2.2. 計測機器

計測に用いた機器およびその仕様を Table 2 に示す。空間線量率計測には電離箱式サーベイメータを用い、X線の計数には GM (Geiger-Müller) 計数管式サーベイメータを用いた。ただし、GM 計数管式サーベイメータは、低エネルギーの X 線も計数できるように、検出窓のアルミニウム (Al) 製キャップを外して使用した。積算線量計測には、検出可能エネルギーが 20 keV 以上のものと、40 keV 以上のものの 2 種類を用いた。なお、以降、使用機器は Table 2 に示した略号で示す。

3. 計測結果

3.1. 予備計測

まず、X線の発生・漏洩があるかどうかを確かめるため、複数の位置において計測を行った。計測位置は、Fig. 4 に示すように、垂直位置 A, B, C (Oリング位置)、および D における水平位置①、②および③とした。印加パルスバイアスは -25 kV とし、六角柱ターゲットを水平断面で見て Fig. 4 のように配置した。

ICS を用いた計測結果を Table 3 に示す。水平位置に関わらず、垂直位置 C (すなわち、Oリングの周り) における線量率が高いことがわかる。また、ガラス窓の位置 (垂直位置：B, 水平位置：②、以後、B②のように表記) における線量率も比較的高い。なお、Oリングの周りおよびガラス窓を鉛(Pb)板 (1 mm 厚) で覆ったところ、

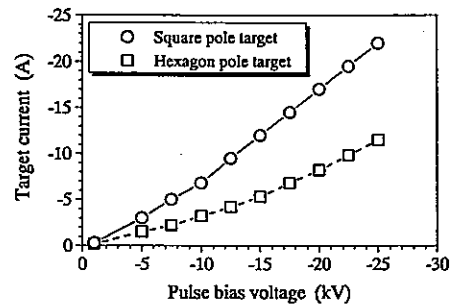


Fig. 3. Target current as a function of bias voltage.

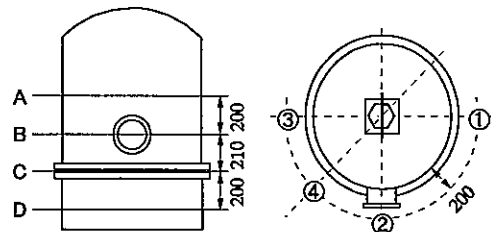


Fig. 4. Positions of X-ray measurement and target orientation.

Table 3. Dose rate of leaked X-ray at various positions (unit: $\mu\text{Sv/h}$).

Vertical position	Horizontal position		
	①	②	③
A	0	0.5	0
B	0.1	3.0	0.1
C	175	180	175
D	0	0.1	0

すべての位置において線量率の指示値は $0 \mu\text{Sv/h}$ であった。このことから、装置内でX線が発生しており、そのX線の漏洩は窓およびOリング箇所であることがわかった。また、垂直位置 A, B, および D で検出された X 線はそれらの箇所を広がりを持って透過したものであると判断できる。

3.2. パルスバイアス電圧依存性

どの程度のバイアス電圧で X 線が漏洩するかを見積もるため、バイアス電圧を -1 kV から -25 kV と変化させて計測を行った。計測位置は、垂直位置 C, 水平位置④の方向において、チャンバ外壁からの距離を 50, 200, 500, および 1,000 mm とした。計測には、ICS および GMS を用いた。ターゲットは四角柱とし、水平断面で見て Fig. 4 のように配置した。なお、以降の計測では、窓ガラスは Pb 板でマスクした。

ICS および GMS による計測結果をそれぞれ Fig. 5 (a) および (b) に示す。バイアス電圧（絶対値）の増加に伴い、X 線の漏洩量が増加することがわかる。これは、Fig. 3 に示したように、バイアス電圧の増加に伴ってターゲット電流が増加していることから、次のように解釈できる。バイアス電圧が高くなるとターゲットへのイオン電流が増加する。また、チャンバ内壁への電子電流が増加するためであると解釈できる。

また、チャンバ外壁から遠ざかると線量率および計数は減少することもわかる。更に、チャンバ外壁からの距離 50 mm の位置においては、ICS による計測の場合、Fig. 5 (a) 中の挿入図からわかるように、バイアス電圧 -12.5 kV で X 線の漏洩が検出された。一方、GMS による計測の場合、Fig. 5 (b) 中の挿入図からわかるように、バイアス電圧 -10 kV で漏洩が検出された。この違いは、GMS の方がより低エネルギーの X 線に対し感度を有するように設定して計測したためである。

また、チャンバ外壁から遠ざかると線量率および計数は減少することもわかる。更に、チャンバ外壁からの距離 50 mm の位置においては、ICS による計測の場合、Fig. 5 (a) 中の挿入図からわかるように、バイアス電圧 -12.5 kV で X 線の漏洩が検出された。一方、GMS による計測の場合、Fig. 5 (b) 中の挿入図からわかるように、バイアス電圧 -10 kV で漏洩が検出された。この違いは、GMS の方がより低エネルギーの X 線に対し感度を有するように設定して計測したためである。

3.3. 漏洩指向性

ターゲットの形状や配向に依存して、ターゲット表面へのイオンの衝突量が投影方向によって異なる。プラズマイオン注入法の特徴として、一般に、ターゲットへ衝突するイオンやターゲットから追いやられる電子は、ターゲット表面に垂直に運動すると見なされている。従って、イオンや電子によって発生する X 線は、ターゲットやチャンバ内壁にほぼ垂直に放出される量、およびフランジ面においては入射角とほぼ等しい反射角方向へ放出される量が支配的であろう。その

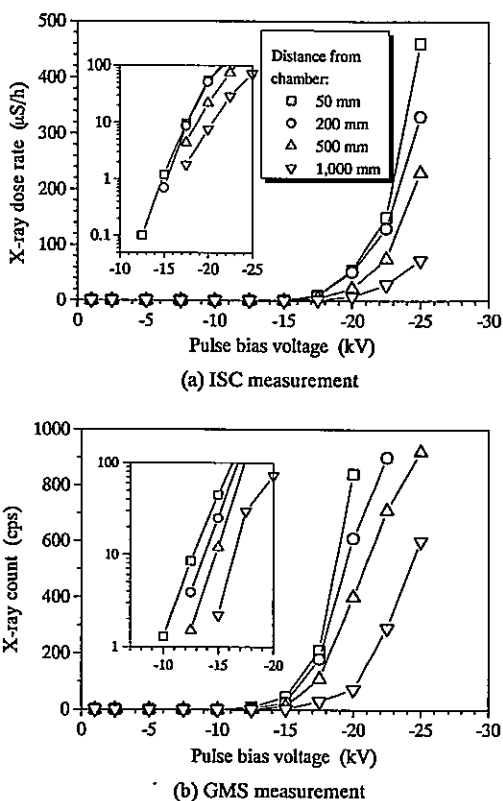


Fig. 5. Leaked X-ray radiation at direction C④ for square pole.

結果、発生・漏洩する X 線線量率も投影方向に依存する可能性がある。そこで、板状ターゲットを水平断面で見て Fig. 4 のように配置し、垂直位置 C, 水平位置①, ②, および③において計測を行った。計測には ICS を用い、バイアス電圧を -20 kV とした。

計測結果を Table 4 に示す。板状ターゲットの面の方位において線量率が高いことがわかる。これは次のように解釈できる。板状ターゲットの面へ衝突するイオン量が多い、また、その面から追いやられる電子量も多い。その結果、その方向への X 線の発生量が多くなる。

また、漏洩 X 線の指向性は、漏洩箇所の構造にも依存する可能性がある。そこで、C①の位置において垂直方向の位置を変えて計測を行った。その結果、垂直方向に 50 mm 離れると、線量率は $1/100$ 以下に減少した。このことは、Oリング部から漏洩する X 線は、Oリング上下のフランジによってコリメートされることを意味している。

3.4. 積算線量計測

積算線量を把握するため、DM20 および DM40 を Fig. 4 における位置 C④で、チャンバ外壁からの距離 200 mm に配置した。ターゲットは四角柱とした。バイアス電圧を -1 ~ -20 kV の範囲で変化させながら計 1 時間の実験を行ったところ、DM20 および DM40 の指示値はいずれも 0 μ Sv であった。次に、バイアス電圧が -20 , ~ -25 kV の無作為の実験最中に計 1 時間の計測を行ったところ、DM20 は約 160 μ Sv, DM40 は 0 μ Sv を記録した。この DM20 の指示値 160 μ Sv は、Fig. 5 (a) の結果 (-20 , -22.5 および -25 kV でそれぞれ、約 50 , 130 および 320 μ Sv/h) と同程度である。

3.5. 遮へい

漏洩 X 線の遮へい設計を検討するため、Al および鉄 (Fe) 板 (150 mm \times 150 mm) で ICS の検出器前面を覆い、X 線線量率を計測した。Al 板は $1, 2$, および 3 mm, Fe 板は 1.5 および 2.3 mm のものを用いた。ターゲットは四角柱、パルスバイアス電圧は -25 kV とし、計測位置は C④とした。なお、ICS の検出部前面の大きさは 100 mm ϕ である。

計測結果を Fig. 6 に示す。Al 板による遮へいの場合、板が厚くなるとともに、線量率は減少した。一方、Fe の場合には、 1.5 mm の板厚で X 線は検出されなくなった。

4. 考察および検討

4.1. エネルギーの推定

3.2. 節で、バイアス電圧 (絶対値) の増加に伴って X 線線量が増加することがわか

Table 4. Directivity of leaked X-ray radiation. (Plate target, bias voltage: -20 kV)

Position	C①	C②	C③
Dose rate (μ Sv/h)	230	55	230

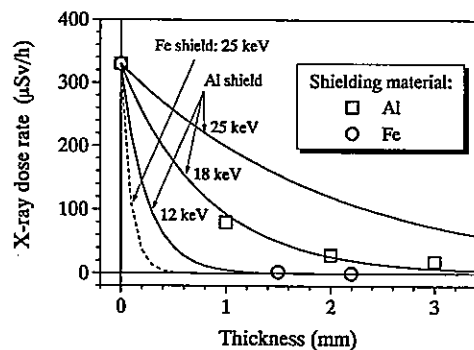


Fig. 6. Shielding using Al and Fe plates. (Square pole target, position: C④, bias voltage: -25 kV, plots: measurement, solid and broken lines: theoretical)

ったが、X線のエネルギーについても検討しておく必要がある。まず、3.4.節の結果から、バイアス電圧が-20~-25 kVの範囲では、少なくとも、20~40 keVの範囲のX線が漏洩していることが示唆される。一方、遮へい材の厚さ依存性からX線のエネルギーを算定してみる。厚さ t (mm)の遮へい材によるX線の減衰は、X線がコリメートされている場合、一般に、次式で表される⁷⁾。

$$I = I_0 \exp(-\mu_m \rho t) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 I_0 は遮へい材への入射線量率、 I は出射線量率であり、 μ_m および ρ は、それぞれ、遮へい材の質量減衰係数(mm^2/g)⁸⁾および密度(g/mm^3)である。質量減衰係数は、エネルギーの関数である。同式を用い、X線のエネルギーを12, 18, および25 keVとし、Alの場合の減衰を計算してみた。その結果をFig. 6に実線で示す。バイアス電圧-25 kVの線量率の減衰傾向に最も一致するのは、25 keVのX線の減衰曲線ではなく、18 keVのそれであることがわかる。このことは、漏洩するエネルギーの最大値はほぼバイアス電圧の絶対値に一致するが、平均的なエネルギーはそれ以下であることを示している。装置内で発生するX線のエネルギー分布もほぼ同様であろう。

単一のエネルギーを持つ電子ビームによる制動X線放射では、ビームエネルギーに対応したX線を最短波長として、長波長側(低エネルギー側)にピークを呈する分布を持つ⁸⁾。従って、プラズマイオン注入装置で発生するX線が電子の寄与によるものであったとすると、前段の結果は当然予想できるものである。一方、プラズマイオン注入法においては、一般に、ターゲットに衝突するイオンのエネルギーおよびチャンバ内壁に衝突する電子のエネルギーが、バイアス電圧に対応するエネルギーを最大とし、低エネルギー側にピークを呈する分布となると考えられる。このことも、X線のエネルギーがバイアス電圧に対応するエネルギーよりも低くなるもう一つの要因である。

また、3.2.節で示したように、低エネルギーのX線が検出できる計測器を用いれば、バイアス電圧が-10~-20 kVの範囲でもX線が検出される。このことは、-10 kV以下のバイアスを印加した場合にも、X線が発生・漏洩している可能性が高いことを意味している。

4.2. 安全性と漏洩防止

今回計測されたX線線量率の最大値は約460 $\mu\text{Sv}/\text{h}$ であった。ICRP (International Commission on Radiological Protection: 国際放射線防護委員会)の1990年勧告(Publication 60)⁹⁾による実効線量の限度は、公衆被ばくおよび職業被ばくで、それぞれ、1 mSv/y, および20 mSv/y(5年間で100 mSv)である。1日8時間、年間250日、計2,000時間同装置に従事するとすると、年間に浴びる最大積算放射線量は、460 $\mu\text{Sv}/\text{h} \times 2,000 \text{ h} = 920 \text{ mSv}$ となり、実効線量限度を大幅に超過することになる。従って、適切な漏洩防止策・遮へい策を施さなければならない。

今回の実験で漏洩したX線は、Fig. 6に示したように、厚さ1.5 mmのFe板で遮へいできた。式(1)を用いて、Feを遮へい材とした場合の25 keVのX線の減衰特性を求めた。その結果をFig. 6に破線で示す。わずか0.5 mmの厚さで、1/100以下に減衰されることがわかる。従って、Oリング部におけるX線の漏洩を防止するためには、例えば、フランジの内部あるいは外部に段差をつける手法や、フランジ間にOリングに加えてステンレスメッシュ製などのメタルリングを挿入する手法を採用すればよい。既設の装置に対しては、隙間がないようにFeやPbなどの外部シ

ールドを設けてもよい。また、窓ガラスには放射線を減衰できる鉛ガラスを用いる必要がある。

4.3. X線露光

装置内部で発生するX線は、3.3節で示したように、ターゲット面に対して垂直方向へ最も多く出射される。そこで、このX線を物体の陰影感光に利用できるかどうかを検討した。

実験装置の構成をFig. 7に示す。銅ターゲットから150 mm離れた位置に、プラスチック製遮光袋に入れたモノクロネガフィルム(富士フィルム, NEOPAN PRESTO, ISO 100/21°)をガラス基板上に配置した。遮光袋の上にM8 (Fe製)のナットを置いた。ナットとターゲットの間には黒鉛板を配置した。これは、ターゲットが発生する熱、プラズマの接触、およびプラズマからの放射熱に起因するフィルムの変形・変質を防ぐためである。黒鉛板は銅の円筒で支持した。銅円筒は横方向から入射するX線を防ぐ役割も担っている。Fig. 7の装置をFig. 1に示したプラズマイオン注入/成膜装置内に配置した。実験条件はバイアス電圧を-20 kV, N₂ガスを40 sccmとし、他の条件はFig. 1と同様にして実験を行った。露光時間は30 sとした。

フィルムを現像した結果をFig. 8に示す。ネガフィルムであるため、黒色の個所が感光した個所で、白色の個所が感光しなかった個所である。ネガフィルムにはナットの陰影が比較的鮮明に撮影・記録されている。この結果は、プラズマイオン注入装置は、ターゲットから発生するX線を利用して、リソグラフィやX線露光記録にも利用できる可能性があることを示唆している。この手法は、従来のX線管を利用した照射装置のように点源から放射状に出射されるX線とは異なり、面から発生するX線を利用できるという利点を有している。

5. まとめ

間欠RFプラズマを用いたプラズマイオン注入/成膜装置において、-1~-25 kVのパルスバイアスをターゲットに印加した際、装置から漏洩するX線を計測した。主要な結果を以下に示す。

- (1) 装置内ではX線が発生している。
- (2) ガラス窓やOリングからX線が漏洩する。
- (3) 漏洩線量率および計数は、バイアス電圧(絶対値)を高くするに伴い、ターゲット電流(絶対値)が増加するため、増加する。
- (4) 漏洩する方向は、ターゲット形状や漏洩箇所の構造に依存する。
- (5) 漏洩X線は、Alの薄板で減衰でき、また、Feの薄板で遮へいできる。

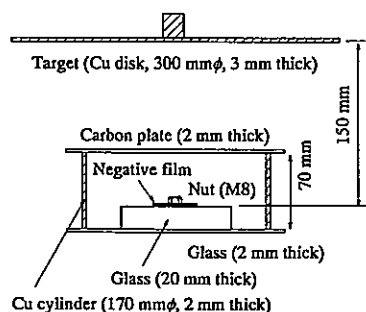


Fig. 7. Experimental setup for X-ray exposure.

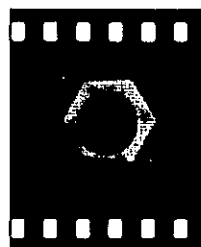


Fig. 8. Image of M8 nut recorded on negative film.

計測結果を分析し、Oリング部から漏洩する X 線のエネルギーに関し、以下のことを推定した。漏洩する X 線の最大エネルギーはターゲットに印加したバイアス電圧の絶対値にほぼ一致する。平均的エネルギーはそれより低い。装置内部の X 線のエネルギー分布もこれとほぼ同様であると考えられる。

漏洩 X 線は遮へい物を用いることで容易に遮へい可能である。しかし、低いバイアス電圧（絶対値）を利用するプラズマイオン注入装置から漏洩する X 線のエネルギーは、汎用の携帯用線量計や線量率計などの最低検出エネルギーより低い。X 線の漏洩の有無を確認する上で、この点に注意を払う必要がある。本論文で示した数値は本実験装置固有のものであるが、数値の大小はあれ、以上のまとめて記述した傾向および指摘事項は定性的にはどのプラズマ注入装置においても該当する可能性があると考えている。また、装置内で発生する X 線を物体形状観察に利用する可能性について検討したところ、M8 ナットの形状を比較的鮮明にネガフィルム上に感光できた。

謝辞

本研究の一部は、豊橋技術科学大学未来技術流動研究センターの重点研究プロジェクト助成の支援を受けて行われた。

参考文献

- 1) R. J. Adler, S. T. Picraux: "Repetitively pulsed metal ion beams for ion implantation", *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, **6**, 123 (1985)
- 2) J. R. Conrad, J. L. Radtke, R. A. Dodd, F. J. Worzala, N. C. Tran: "Plasma source ion-implantation technique for surface modification of materials", *J. Appl. Phys.*, **62**, 4591 (1987)
- 3) A. Anders: "Metal plasma immersion ion implantation and deposition: a review", *Surf. Coat. Technol.*, **93**, 158 (1997)
- 4) J. V. Mantese, I. G. Brown, N. W. Cheung, & G. A. Collins: "Plasma-immersion ion implantation", *MRS Bulletin*, August, 52 (1996)
- 5) W. Ensinger: "Research and development in plasma-based ion implantation in Europe. I. Apparatus and projects", *J. Vac. Sci. Technol. B*, **17**, 799 (1999)
- 6) 西村: "RF (13.56 MHz) superposed HV pulse PBII and deposition", プラズマ科学シンポジウム 2001/第 18 回プラズマプロセス研究会プロシーディングズ, 639 (2001)
- 7) G. F. Knoll 著, 木村・阪井 訳: 放射線計測ハンドブック, 日刊工業新聞社 (1982)
- 8) 電気学会 編著: 電子・イオンビーム工学, p.194 (1995) オーム社
- 9) 日本アイソトープ協会: アイソトープ手帳 改定 9 版, 日本アイソトープ協会 (1996)

プラズマ応用科学

Applied Plasma Science

Vol.10 December 2002

プラズマイオン注入／成膜装置から漏洩する X 線の計測

豊橋技術科学大学

日比美彦、滝川浩史
年藤淳吾、榊原建樹
西村芳実

栗田製作所

pp. 102-109



a publication of

Institute of Applied Plasma Science