

## ステンレス鋼のアルゴンスパッタリングの結晶方位依存性

The Orientation Dependence of Argon Sputtering in a Stainless Steel

古山 直行\*・石田 洋一\*\*・清水 肇\*\*\*

Naoyuki KOYAMA, Yoichi ISHIDA and Hazime SHIMIZU

## 諸言

現在、開発が精力的にすすめられている核融合炉において、第一炉壁はプラズマイオンに衝撃され損傷剥離する。損傷のうちでブリスタリング現象については、これまで比較的研究がよくなされたが、これは比較的エネルギーの高い粒子が炉壁に衝突してひき起こす過度的現象であり定常状態になるとむしろ問題でなくなるのが最近明らかになってきた<sup>1)</sup>。これに対しスパッタリング現象はそのしきい値が100 eV程度でエネルギー粒子の影響が大きく、炉壁をけずり取る影響よりも飛び出したイオンによるプラズマの温度低下が懸念されている<sup>1)</sup>。核融合反応をひき起こすに必要なイオン温度と密度にまでプラズマを到達させることが現在一番の問題だからである。原子番号の大きなイオンは輻射損失の割合が大きい他に、スパッタリングで一旦発生してしまうとこれが炉壁にもどってきて増々炉壁をスパッタするという悪循環が予想されスパッタしにくい炉壁面の設計が肝要である。そのために低原子番号の物質で表面をコーティングする技術や、スパッタリングイールドの低い材料で炉を作る試みもなされている。スパッタリングは入射イオンのエネルギーが一旦熱エネルギーに転化され炉壁原子を蒸発させるという無方位的な現象ではなく、入射イオンの運動モーメントが炉壁原子に伝達されこの原子が飛び出す過程である<sup>2)</sup>からイオンの入射方向や試料面方位が強く影響するわけである。実際たとえばCuやAgについてこれが報告されている<sup>3)</sup>スパッタリングに対して安定な結晶面を板面方向とする集合組織の発達した板材を開発することが可能である。そこで炉壁材として当面一番有力なSUS 316ステンレス鋼に対し核融合炉で量的に多いとされる数KeV~10数KeVのイオン衝突をAr<sup>+</sup>で近似してスパッタ損失の結晶方位依存性を調べてみた。ステンレスのスパッタリングに関しては Roth<sup>4)</sup>等が水素とヘリウム

を照射して照射エネルギーや照射温度の影響を測定しているが結晶方位の影響を調べたものは見当たらない。

## 実験方法

用いた試料は核融合炉第一炉壁材として当面一番可能性の大きいSUS 316である。結晶方位の効果をみるために15%冷間圧延後1373 Kで10時間真空焼鈍して多結晶板試料とし表面を電解研磨してからスパッタ実験した。装置は電総研宇宙環境研究室手作りのもので<sup>5)</sup>分子ポンプでの差動排気により10<sup>-3</sup> paのアルゴン雰囲気中に保持し、その結果Ar雰囲気中の不純物は1/1000以下に抑えることができた。残留ガスの主成分はH<sub>2</sub>であった。加速電圧2 kVビーム径は3 mmでイオン電流密度は100 μA/cm<sup>2</sup>、総照射量は1.8×10<sup>19</sup>イオン/cm<sup>2</sup>であった。スパッタ深さの結晶方位依存性を測定するために直径0.06 μm程度のアルミナ粉末を試料表面に散布し、その上からスパッタ処理した。(Fig. 1) 実験後アルミナ粉末を超音波洗浄器中アセトンで洗い落として観察したのがphoto 1で台地をもった試料表面が形成している。この台地を1500倍の光学顕微鏡で観察しながら焦点位置をずらし台地の高さを測定した。これから局所的スパッタ深さがわかる。測定精度は0.5 μm程度である。各結晶の方位は電子チャンネルングパターン(ECP)により求めた。(photo.

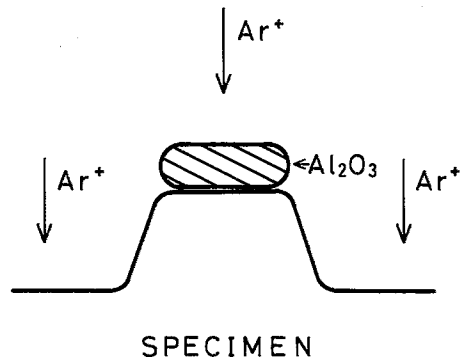


Fig. 1 スパッタ深さ測定のため用いたアルミナ粉末による表面被覆

\* 東京大学大学院

\*\* 東京大学生産技術研究所 第4部

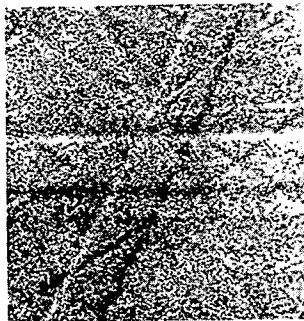
\*\*\* 工業技術院電子技術総合研究所

研究速報

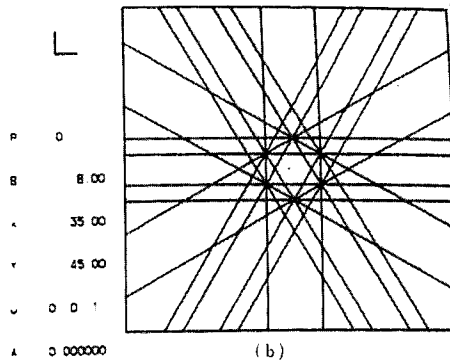
2(a)(b)あらかじめ計算機(本所FACOM 270-30)に任意の方位の菊地線を描けるようにしてあり、これをECPのそれと一致させたときの計算機パラメータより結晶方位を $0.1^\circ$ の精度で決めることができる<sup>5)</sup>ECPはまた入射イオンによる試料表面近傍の格子損傷度を調べることもできる。反射電子の脱出深さは電子の加速電圧により変化するが100 kVのときは表面から数百Åの層の結晶度がECPコントラストの低下から判定できる。結晶方位による損傷層の厚さ変化を評価することも可能である。photo 3(a)(b)は照明前と後のECPを比較した一例である。

実験結果

1. スパッタ表面形状の結晶方位依存性

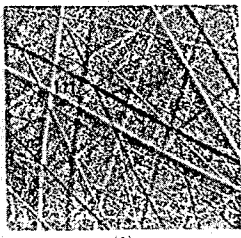


(a)

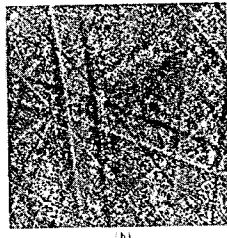


(b)

Photo. 2 電子チャンネルングパターン(例(a))と電算機ディスプレイ(b), 両者の中心が合うよう計算像をずらすことにより直ちに結晶の方位が読みとれるようになっている。



(a)



(b)

Photo. 3 電子チャンネルングパターンによるステンレス表面結晶格子損傷の検出 (a)照射前 (b)照射後

試料表面に垂直な方向から $Ar^+$ を照射した場合の表面形状変化をphoto 4に示してある。最終段階の圧延加工度があまり大きくないので再結晶粒の形状は板面で見ると等方的である。焼鈍双晶が多いのは本材料特有の事情である。表面形状は結晶粒毎に著しく異なっている。結晶粒の方位の影響がつよいことがわかる。表面形状の結晶粒方位の違いによる変化を示したのがFig. 2である。

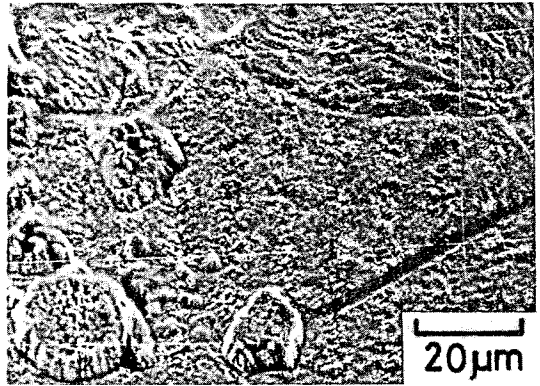


Photo. 1 2 keVで加速した $Ar^+$ のスパッタリングをうけたステンレス表面。アルミナ粒子の影になった部分が台地になって見える。

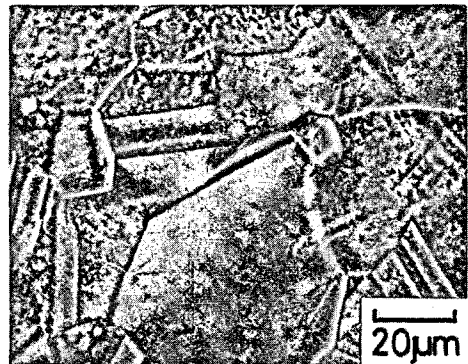


Photo. 4 スパッタ率の結晶方位依存性

ECPにより各結晶粒の板面法線方向を調べ代表的な極方向に近いものを選んで示してある。スパッタ表面の形状はかなり複雑であるがステレオ三角形内のどの位置にあるかで形態がきまっている。 $\langle 111 \rangle$ 軸付近では表面は一般に滑らかで三角錐状のエッチピットが散在して

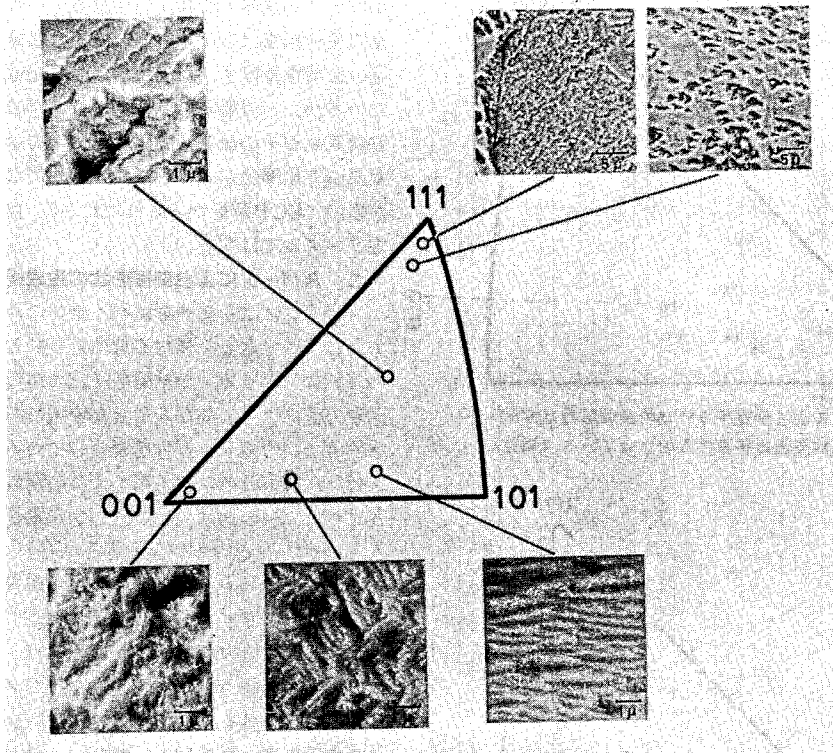
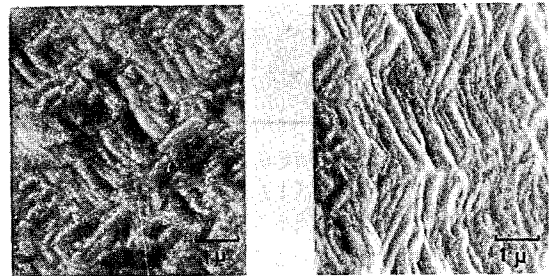


Fig. 2 スパッタ表面組織の結晶方位依存性

いる。一方 $\langle 100 \rangle$ 軸付近では表面の凹凸は著しく交叉した波状の文様が観察される。この文様の方向は $\{200\}$ ゾーンと $45^\circ$ の傾向で交叉しているから4個の $\{111\}$ 面によるファセットができていると予想される。photo 5は試料を傾斜させてこの予想の当否を調べたもので $63^\circ$ 傾斜したところ $\{111\}$ 面の2つに予期されたように観察方向に垂直になった。

## 2. スパッタ深さの結晶方位依存性

表面形状は結晶方位により著しく異なったがスパッタ浸蝕の深さは結晶粒の方向によってそれ程変わらない事が示された。Fig. 3はそれぞれの方位の損傷深さを結晶の法線方向別に示したもので、あまり差はない。表面の滑らかな $\langle 111 \rangle$ 方位の方が $\langle 100 \rangle$ 方位よりむしろスパッタされ易いことが示されている。光学顕微鏡による深さ測定の精度があまりよくないために照射時間を長くした実験をしているのでスパッタ初期にも浸蝕速度が同じかどうかはわからない。この点に関してはダイレーザー励起による螢光を観測することにより、ごく被期のスパッタ率の測定法が開発されたばかりである。また照射イオンの種類や照射雰囲気の影響も当然大きいのでこの結果から一般的な結論をだすのは危険であるが、表

Photo. 5 試料表面を $63^\circ$ 傾斜したときの表面組織の変化。板状組織が $\{111\}$ 面に平行なことが示された。

面形状だけで損傷の度合を判断することが誤りであることは言えそうである。

## 3. 表面層損傷度の結晶粒方位依存性

損傷層の厚さを定量的に評価することはECPではむずかしい。加速電圧を変えて反射電子の深さのちがいによるECPコントラストの変化を測定するなどかなり高度の実験が必要とされる。ただし定性的に損傷層の結晶方位依存性を求めることは容易でFig. 4はこれを示したものである。Ar<sup>+</sup>による損傷の層が100kV電子線が解析する $800 \text{ \AA}$ の厚さと比べて $\langle 111 \rangle$ 表面では薄く、 $\langle 1$

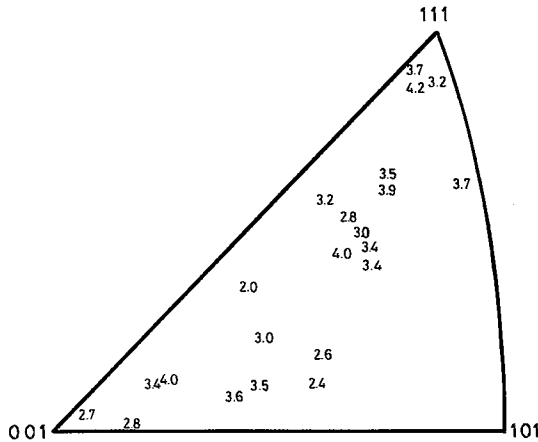


Fig. 3 スパッタによる浸蝕深さの試料表面結晶方位依存性.  $Ar^+$  は試料表面に垂直に入射させている. (単位 $\mu m$ )

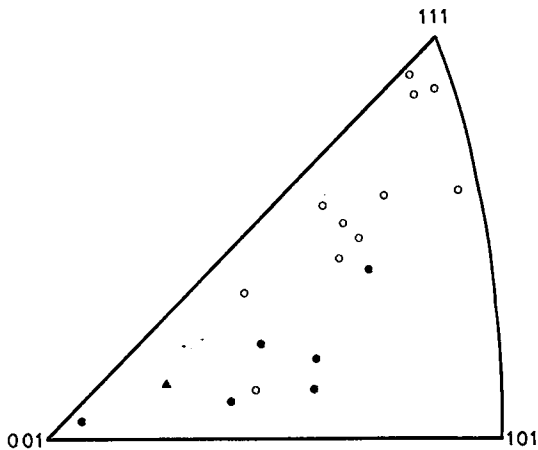


Fig. 4 表面損傷度の結晶方位依存性. 表面かも  $800 \text{ \AA}$  までの結晶の乱れが  $\langle 111 \rangle$  表面で少ないことが ECP パターンのコントラスト形状から定性的に示された.

$00\bar{0}$  表面では厚いことがわかる. 一方表面粗さの ECP コントラストに及ぼす影響も考慮する必要がある.  $\langle 111 \rangle$  面は滑らかであるのに対し,  $\langle 100 \rangle$  面は荒れているために ECP パターンがボケた可能性があり, 今後検討が必要である.

考 察

1. 集合組織の影響

分布が片寄って  $\langle 110 \rangle$  方向が板面に垂直な結晶粒

がこの試料で少ないのは, この材料の集合組織によるものである. 最終の冷間圧延率をひくくしたけれどこの程度の集合組織はさけられない. 集合組織は粒界分布にも強い影響を及ぼす. 双晶が多いのは photo 1 でも示されているが, 一見通常の粒界でも試料作成の途中で生じた焼鈍双晶がその後の冷間圧延に耐えて生き残り, 完全な双晶の方位関係から少しずれたものになっているケースが多い. ECP 解析からこれが見える. 粒界の分布も決してランダムではない.

2. スパッタによる表面形状の生成機構

スパッタによる表面形状がイオンの入射する結晶面の方向によって著しく異なる理由として Magnuson と Carlsson<sup>3)</sup> は入射イオンの結晶原子との衝突確率が結晶への入射方位によって異なることが原因であるとして結晶の透明度という概念でこれを説明している. スパッタリングはしかし最終的には入射イオンの運動モーメントを伝達された試料表面の原子が壁面から飛び出す過程だから入射イオンがどこまで深く入るかという事だけでなく  $\{111\}$  面のレジのように原子が飛び出しやすい表面構造にも注目する必要がある.  $\{111\}$  面ファセットが生長したことは低エネルギーのスパッタリングに於てはむしろこのような活性な表面構造がスパッタ率を律速している可能性を示す. もしそうならばレジを安定化する表面処理, 合金処理, あるいは雰囲気効果を配慮した実験を今後すすめるべきであろう.

(1979年9月28日受理)

参 考 文 献

- 1) Behrisch, R et al. Journal of Nuclear Materials 321 (1976)
- 2) Carter, G., and Colligon, J.S., "ION BOMBARDMENT OF SOLIDS" Heinemann Educational Books, London (1968)
- 3) Magnuson, G. D. and Carlston, C. E. J. Appl. Phys. 34 3267 (1963)
- 4) Roth, J et al "Proceedings of the International Symposium on plasma Wall Interaction" Jülich (1976) p 309
- 5) H.Simizu et al "Proceedings of 7th International Congress" Viena (1977) p2359
- 6) Y.Ishida and T.Yamamoto: Trans. Japan Inst. Mel. 18 221 (1977)