

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-154250

(P2014-154250A)

(43) 公開日 平成26年8月25日(2014.8.25)

| | | |
|------------------------|--------------|-------------|
| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
| HO 1 J 27/02 (2006.01) | HO 1 J 27/02 | 5C030 |
| HO 1 J 27/14 (2006.01) | HO 1 J 27/14 | |

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2013-20571 (P2013-20571)
 (22) 出願日 平成25年2月5日 (2013.2.5)

(71) 出願人 505374783
 独立行政法人日本原子力研究開発機構
 茨城県那珂郡東海村村松4番地49
 (74) 代理人 100100549
 弁理士 川口 嘉之
 (74) 代理人 100113608
 弁理士 平川 明
 (74) 代理人 100175190
 弁理士 大竹 裕明
 (72) 発明者 山田 圭介
 群馬県高崎市綿貫町1233番地 独立行政法人日本原子力研究開発機構 高崎量子
 応用研究所内
 Fターム(参考) 5C030 DD05 DE06

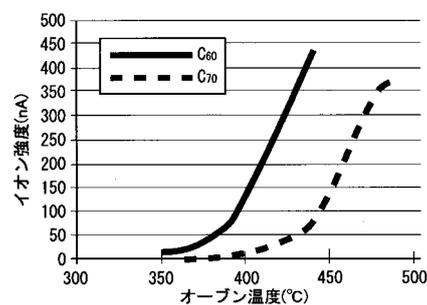
(54) 【発明の名称】 イオンの生成方法

(57) 【要約】

【課題】 固体の試料から生成するイオン種を速やかに変更するイオン生成方法を提供することを課題とする。

【解決手段】 イオン生成方法であって、イオン源のオープンに、特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相異なる複数種類の試料の粉末を混合した混合試料を装填し、前記複数種類の試料のうち特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相対的に低い何れか一種の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、前記何れか一種の試料からイオンを生成し、前記何れか一種の試料からイオンを生成した後に、前記複数種類の試料のうち前記何れか一種の試料よりも特定のイオン強度に達する際のオープン温度が高い何れか他種の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して、前記何れか他種の試料からイオンを生成する。

【選択図】 図5



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

イオン源のオープンに、特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相異なる複数種類の試料の粉末を混合した混合試料を装填し、

前記複数種類の試料のうち特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相対的に低い何れか一種の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、前記何れか一種の試料からイオンを生成し、

前記何れか一種の試料からイオンを生成した後に、前記複数種類の試料のうち前記何れか一種の試料よりも特定のイオン強度に達する際のオープン温度が高い何れか他種の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して、前記何れか他種の試料からイオンを生成する、

イオン生成方法。

【請求項 2】

前記何れか一種の試料からイオンを生成している際は、前記イオン源から出射するイオンビームが通過する質量分析電磁石に前記何れか一種の試料から生成されるイオンを選択させ、

前記何れか他種の試料からイオンを生成している際は、前記質量分析電磁石に前記何れか他種の試料から生成されるイオンを選択させる、

請求項 1 に記載のイオン生成方法。

【請求項 3】

前記オープンに、第 1 の試料の粉末と、特定のイオン強度に達する際のオープン温度が前記第 1 の試料よりも高い第 2 の試料の粉末とを混合した混合試料を装填し、

前記第 1 の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、前記第 1 の試料からイオンを生成し、

前記第 1 の試料からイオンを生成した後に、前記第 2 の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して、前記第 2 の試料からイオンを生成する、

請求項 1 または 2 に記載のイオン生成方法。

【請求項 4】

前記イオン源は、電子衝撃型イオン源である、

請求項 1 から 3 の何れか一項に記載のイオン生成方法。

【請求項 5】

前記イオン源は、フリーマン型イオン源である、

請求項 1 から 4 の何れか一項に記載のイオン生成方法。

【請求項 6】

前記オープンに、 C_{60} フラーレンの粉末と C_{70} フラーレンの粉末とを混合した混合試料を装填し、

前記 C_{60} フラーレンからイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、 C_{60}^+ イオンを生成し、

前記 C_{60}^+ イオンを生成した後に、前記 C_{70} フラーレンからイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して C_{70}^+ イオンを生成する、

請求項 1 から 5 の何れか一項に記載のイオン生成方法。

【請求項 7】

前記オープンに、 $MnCl_2$ の粉末と $CoCl_2$ の粉末とを混合した混合試料を装填し、前記 $MnCl_2$ からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、 Mn^+ イオンを生成し、

前記 Mn^+ イオンを生成した後に、前記 $CoCl_2$ からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して Co^+ イオンを生成する、

請求項 1 から 5 の何れか一項に記載のイオン生成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

20

30

40

50

【0001】

本発明は、イオンの生成方法に関する。

【背景技術】

【0002】

イオンビームは様々な用途に用いられている。イオンを生成するイオン源には、生成するイオンの種類や用途に応じた様々なものが提案されている（例えば、特許文献1-2を参照）。イオン源の一種であるフリーマン型イオン源は、イオン化合物（以下、「試料」という）としてガス、固体の何れも利用可能であり、イオンエネルギーのゆらぎが少なくビームの安定性に優れている（例えば、非特許文献1を参照）。

【0003】

フリーマン型等の熱電子衝撃型イオン源によるイオンの生成では、ガス状の試料をプラズマ生成室に導入することが必要である。金属やフラーレンなどの常温で固体の試料を用いる場合、試料をオープンで加熱して生成した試料蒸気にフィラメントからの熱電子を衝突させることでイオン化している。オープンは、プラズマ生成室に導入される試料蒸気のイオン化効率が適切となり、また、試料蒸気がプラズマ生成室内壁やフィラメントに多量に付着しないよう、試料蒸気の蒸気圧が適当な圧力（例えば、 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^0$ Pa）となるようなオープン温度に調整される。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】国際公開第2006/115172号

【特許文献2】特表2009-540535号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】山田圭介，大越清紀，齋藤勇一，織茂貴雄，大前昭臣，山田尚人，水橋清，“T I A R A イオン注入装置におけるイオン生成法の開発”，J A E A - T e c h n o l o g y，2009年3月，Vol. 2008-090

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

イオン源のオープンに装填する試料に最適なオープン温度は、試料の種類によって異なる。よって、常温で固体の試料を用いる場合、通常、オープンには一種類の試料を装填し、装填した試料に最適なオープン温度となるようにオープンを昇温することが行われている。従って、2種類以上の試料を使って様々な種類のイオンを照射したい場合、イオン源で生成するイオン種の変更のために、オープンに装填した試料を交換する必要がある。

【0007】

しかし、オープンの試料を交換して再びイオンビームを照射するためには、オープンの取り出しや冷却、試料の装填、真空引き、オープンの再加熱といった作業が必要となり、通常は少なくとも数時間以上の作業時間を要する。このため、複数のイオン種のイオンビームを続けて照射したい場合、イオン種の変更にも多大な作業時間を要し、イオン注入装置の利用効率が低下する。

【0008】

そこで、本願は、固体の試料から生成するイオン種を速やかに変更するイオン生成方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記課題を解決するため、本発明では、イオン源のオープンに、オープン温度が相異なる複数種類の試料の粉末を混合した混合試料を装填することにより、オープン温度を段階的に昇温するだけでイオン種が変更できるようにした。

【0010】

10

20

30

40

50

詳細には、本発明は、イオン生成方法であって、イオン源のオープンに、特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相異なる複数種類の試料の粉末を混合した混合試料を装填し、前記複数種類の試料のうち特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相対的に低い何れか一種の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、前記何れか一種の試料からイオンを生成し、前記何れか一種の試料からイオンを生成した後に、前記複数種類の試料のうち前記何れか一種の試料よりも特定のイオン強度に達する際のオープン温度が高い何れか他種の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して、前記何れか他種の試料からイオンを生成する。

【0011】

このようなイオン生成方法であれば、生成するイオン種を変更したい場合に、オープンの試料を交換しなくても、オープンを更に昇温するだけでイオン種が変更できるため、固体の試料から生成するイオン種であってもイオン種を速やかに変更することができる。なお、前記イオン源としては、例えば、電子衝撃型イオン源を適用可能であり、より詳細には、例えば、フリーマン型イオン源を適用してもよい。

10

【0012】

また、上記イオン生成方法は、前記何れか一種の試料からイオンを生成している際は、前記イオン源から出射するイオンビームが通過する質量分析電磁石に前記何れか一種の試料から生成されるイオンを選択させ、前記何れか他種の試料からイオンを生成している際は、前記質量分析電磁石に前記何れか他種の試料から生成されるイオンを選択させるようにしてもよい。

20

【0013】

このようなイオン生成方法であれば、オープンを更に昇温して前記他種の試料からイオンを生成している場合であっても、前記何れか一種の試料から生成されるイオンについては質量分析電磁石に選択されないため、混合試料を構成している各試料から生成される複数種のイオンがターゲットに同時に照射されることが無い。よって、オープんに混合試料を装填していても、所望のイオン種のイオンビームを照射することができる。

【0014】

また、上記イオン生成方法は、前記オープンに、第1の試料の粉末と、特定のイオン強度に達する際のオープン温度が前記第1の試料よりも高い第2の試料の粉末とを混合した混合試料を装填し、前記第1の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、前記第1の試料からイオンを生成し、前記第1の試料からイオンを生成した後に、前記第2の試料からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して、前記第2の試料からイオンを生成するようにしてもよい。このようなイオン生成方法であれば、照射するイオンビームのイオン種を、2種類のイオン種の間で速やかに変更することができる。

30

【0015】

また、上記イオン生成方法は、前記オープンに、 C_{60} フラーレンの粉末と C_{70} フラーレンの粉末とを混合した混合試料を装填し、前記 C_{60} フラーレンからイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、 C_{60}^+ イオンを生成し、前記 C_{60}^+ イオンを生成した後に、前記 C_{70} フラーレンからイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して C_{70}^+ イオンを生成するものであってもよい。クラスターイオンであれば、例えば、ターゲットの表面をより詳細に解析することができるため、イオン種の速やかな変更を実現可能なイオン生成方法のイオン種に用いることで、各種ターゲットを解析する能力の更なる向上等を図ることが可能である。

40

【0016】

また、上記イオン生成方法は、前記オープンに、 $MnCl_2$ の粉末と $CoCl_2$ の粉末とを混合した混合試料を装填し、前記 $MnCl_2$ からイオンが生成される温度となるように前記オープンを昇温して、 Mn^+ イオンを生成し、前記 Mn^+ イオンを生成した後に、前記 $CoCl_2$ からイオンが生成される温度となるように前記オープンを更に昇温して Co^+ イオンを生成するものであってもよい。上記イオン生成方法は、このような金属イオンであ

50

っても適用可能であり、イオン種の速やかな変更を実現することができる。

【発明の効果】

【0017】

本発明に係るイオン生成方法であれば、固体の試料から生成するイオン種を速やかに変更することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】実施形態に係るイオン生成方法を実現するイオン注入装置の構成図の一例である。

【図2】イオン源の構成図の一例である。

10

【図3】イオン注入装置(NH-40SR)を上側から見た内部構成図である。

【図4】イオン注入装置(NH-40SR)を正面側から見た内部構成図である。

【図5】 C_{60}^+ フラレンと C_{70}^+ フラレンの各々について、オープン温度に対するイオン強度を示したグラフである。

【図6】 C_{60}^+ イオンと C_{70}^+ イオンのマスペクトルを示したグラフである。

【図7】 Mn^+ イオンと Co^+ イオンのマスペクトルを示したグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0019】

以下、本願発明の実施形態について説明する。以下に示す実施形態は、本願発明の一態様であり、本願発明の技術的範囲を以下の態様に限定するものではない。

20

【0020】

<イオン注入装置の概要>

図1は、実施形態に係るイオン生成方法を実現するイオン注入装置の構成図の一例である。イオン注入装置1は、試料からイオンを生成するイオン源2と、イオン源2で発生したイオン種群の中から照射したい所定の種類のイオンを選択する質量分析電磁石3とを備えており、チェンバー4内のターゲットに所定の種類のイオンを照射する。

【0021】

イオン源2は、試料5を入れるオープン6と、オープン6内で蒸発した試料蒸気が導かれるイオン生成室7とを備える。オープン6内で蒸発してイオン生成室7内へ導かれた試料蒸気は、イオン生成室7内に配置された図示しないフィラメントから放出される熱電子に衝突してイオン化され、引出電極8を通過する。引出電極8を通過したイオンは、質量分析電磁石3を通過した後、チェンバー4内へ送られる。

30

【0022】

質量分析電磁石3は、イオン源2から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から所定の種類のイオンを選択し、その他の種類のイオンがチェンバー4内に照射されるのを防ぐ。質量分析電磁石3は、電磁気的作用を利用し、イオン種ごとに相異なる単位電荷あたりの質量数に従って所定の種類のイオンを分離する装置であり、曲率半径やコイル数が選択させるイオン種に合わせて適当に設計されている。

【0023】

図2は、イオン源2の構成図の一例である。イオン源2のオープン6には、オープン6を昇温するための電力を供給する電力線が接続されており、この電力線には温度制御器9が設けられている。よって、温度制御器9を適当に設定することにより、オープン6を任意の温度に自動制御することが可能である。また、イオン生成室7には、フィラメント10の軸心に平行な外部磁界をイオン生成室7内に付与する電磁コイル11が隣接配置されている。また、イオン生成室7を形成する隔壁12は、正電圧が印加されている。また、イオン生成室7のイオン引出孔13の前方には、負電圧が印加された引出電極14と接地電極15とが順に配置されている。引出電極14及び接地電極15には、引出電極孔16及び接地電極孔17がそれぞれ形成されている。

40

【0024】

このように構成されるフリーマン型のイオン源2のイオン生成室7内では、正電圧が印

50

加された隔壁 12 とフィラメント 10 との電位差によって熱電子が放出され、この熱電子が試料蒸気に衝突することによってイオンが発生する。イオン生成室 7 内に発生したイオンは、負電圧が印加された引出電極 14 によって誘引され、イオン引出孔 13 を通じてイオン生成室 7 から引き出される。イオン引出孔 13 から引き出されたイオンは、引出電極孔 16 を通過した後に接地電極孔 17 を通過する過程で減速され、イオンビームとしてイオン源 2 から射出される。

【0025】

イオン注入装置 1 は、このように構成されており、図示しない真空ポンプ等によってイオン源 2 内や質量分析電磁石 3 内が適当な真空度に維持され、図示しない電源装置から供給される電力でオーブンの加熱やフィラメントからの熱電子の放出、イオンの加速等が行われる。

10

【0026】

<イオン生成方法の実施形態>

上述したイオン注入装置 1 を使って本実施形態に係るイオン生成方法を実現する際は、特定のイオン強度に達する際のオーブン温度が相異なる複数種類の試料の粉末を混合した混合試料を用意し、イオン源 2 のオーブン 6 に試料 5 として装填する。混合試料を構成する各試料が特定のイオン強度に達する際のオーブン温度は、各種の技術文献或いは実験等によって予め把握し、イオン注入装置 1 を使ったイオン生成の開始前には既知の状態にしておく。

20

【0027】

次に、オーブン温度が、混合試料を構成する複数種類の試料のうち特定のイオン強度に達する際のオーブン温度が相対的に低い何れか一種の試料からイオンが生成される温度となるように温度制御器 9 を調整する。

【0028】

また、温度制御器 9 の調整と共に、質量分析電磁石 3 が、イオン源 2 から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から、前記何れか一種の試料から生成されるイオンを選択するように、質量分析電磁石 3 の制御を司る装置の各種設定を行う。

【0029】

オーブン 6 が昇温されると、オーブン 6 内で蒸発した試料蒸気がイオン生成室 7 に導かれる。イオン生成室 7 に導かれた試料蒸気は、イオン生成室 7 内のフィラメントから放出される熱電子に衝突してイオン化され、引出電極 8 を通過する。引出電極 8 を通過したイオンは、質量分析電磁石 3 を通過した後、チェンバー 4 内へ送られる。このとき、質量分析電磁石 3 は、イオン源 2 から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から、前記何れか一種の試料から生成されるイオンを選択し、その他の種類のイオンがチェンバー 4 内に照射されるのを防ぐ。この結果、チェンバー 4 内のターゲットには、前記何れか一種の試料から生成されるイオンが照射されることになる。

30

【0030】

前記何れか一種の試料から生成されるイオンの照射を継続し、十分な量のイオンを照射した後、次に、前記複数種類の試料のうち前記何れか一種の試料よりも特定のイオン強度に達する際のオーブン温度が高い何れか他種の試料から生成されるイオンを照射したい場合は、オーブン 6 を更に昇温し、照射するイオンの種類を切り替える。すなわち、前記何れか一種の試料から生成されるイオンの照射を十分に行った後、オーブン温度が前記何れか他種の試料からイオンが生成される温度となるように温度制御器 9 を再調整する。

40

【0031】

また、温度制御器 9 の再調整と共に、質量分析電磁石 3 が、イオン源 2 から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から、前記何れか他種の試料から生成されるイオンを選択するように、質量分析電磁石 3 の制御を司る装置の各種設定の変更操作を行う。

【0032】

オーブン 6 が更に昇温されると、オーブン 6 内でそれまでほとんど蒸発していなかった前記何れか他種の試料が蒸発し始め、前記何れか他種の試料蒸気が前記何れか一種の試料

50

蒸気と共にイオン生成室 7 に導かれる。イオン生成室 7 に導かれた試料蒸気は、イオン生成室 7 内のフィラメントから放出される熱電子に衝突してイオン化され、引出電極 8 を通過する。引出電極 8 を通過したイオンは、質量分析電磁石 3 を通過した後、チェンバー 4 内へ送られる。

【0033】

このとき、質量分析電磁石 3 は、イオン源 2 から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から、前記何れか他種の試料から生成されるイオンを選択し、その他の種類のイオンがチェンバー 4 内に照射されるのを防ぐ。よって、オープン 6 の更なる昇温により、前記何れか他種の試料蒸気と共に蒸発する前記何れか一種の試料蒸気から生成されるイオンは質量分析電磁石 3 において選択的に取り除かれる。この結果、チェンバー 4 内のターゲットには、前記何れか他種の試料から生成されるイオンが照射されることになる。

10

【0034】

上述したイオン注入装置 1 を使い、本実施形態に係るイオン生成方法を実行すれば、オープン 6 の温度切り替えや質量分析電磁石 3 の設定変更のみで、照射するイオン種を変更することができる。よって、照射するイオン種の変更を、オープン 6 内の試料 5 の交換によって実現する場合に比べると、イオン種の変更に要する作業時間が大幅に短縮する。従って、イオン注入装置 1 の利用効率を上げることができる。このような効果は、多数のイオン種を逐次切り換えながら連続的に照射したい場合に特に有効である。

【0035】

なお、本実施形態に係るイオン生成方法は、イオン種の切り替えを 1 度だけ行い、2 種類のイオンをターゲットに照射していたが、このような態様に限定されるものではない。本実施形態に係るイオン生成方法は、例えば、3 種類以上の試料を混合した混合試料を使い、イオン種の切り替えを 2 度以上行うことで、3 種類以上のイオンをターゲットに照射するようにしてもよい。また、本実施形態に係るイオン生成方法は、上述したフリーマン型のイオン注入装置 1 に限定されるものではなく、その他の電子衝撃型のイオン注入装置に適用してもよい。

20

【実施例】

【0036】

本願で開示するイオン生成方法を、イオン注入装置を実際に用いて実施したので、その実施例の内容について以下に説明する。

30

【0037】

< 実施例で用いたイオン注入装置の概要 >

本実施例では、上記実施形態のイオン注入装置 1 の一例にあたる日新イオン機器株式会社（旧日新電機株式会社）製のイオン注入装置（NH-40SR）を用いた。図 3 は、イオン注入装置（NH-40SR）を上側から見た内部構成図である。また、図 4 は、イオン注入装置（NH-40SR）を正面側から見た内部構成図である。なお、イオン源には、同社のイオン源（NIB-01353）を用いた。また、オープンには、同社のオープン（NID-24460）を用いた。

【0038】

イオン注入装置（NH-40SR）は、最大加速エネルギーが 400 keV、加速イオン電流量が数十 μ A である。本イオン注入装置には、上記実施形態で示したイオン注入装置 1 と同様、試料からイオンを生成するイオン源や、イオン源で発生したイオン種群の中から目的とするイオンを選択する質量分析電磁石が備わっている。また、選択されたイオンを加速する加速管（大気開放型）、加速管に最大 370 kV の電圧を印加するための高電圧発生回路（コッククロフト回路）、高電圧デッキ内のイオン源、電磁石、真空ポンプ等の機器に電力を供給する絶縁トランス等も備わっている。イオン源、質量分析電磁石等を内蔵した高電圧デッキは、デッキ真下の高電圧発生回路によって発生した電圧によってデッキ全体が一定の高電位に保たれる。高電圧発生回路は 19 段の対称型コッククロフト回路であり、16 kHz、 ± 10 kV の高周波電力を入力することで最高 370 kV まで昇圧することができる。イオン源部は、高電圧ターミナル電位に対し最大で 30 kV 高い電

40

50

圧が印加され、引出し電極によりイオン源内で生成された正イオンが引き出される。質量分析電磁石は、曲率半径が30 cm、偏向能力3.125 (amu · MeV)で質量分解能(M/M)が100である。加速管は、全長が1115.5 mmでアルミニウム電極とセラミックス絶縁体による24段構造になっており、各電極間は、33 M (100 M、3本並列)の抵抗で均等に電位分割されている。イオン注入装置(NH-40SR)には、各機器を遠隔で制御するための制御装置が接続されている。

【0039】

<イオン生成方法の第1実施例>

C₆₀フラレーンの粉末とC₇₀フラレーンの粉末との混合物を混合試料として用意し、本願で開示するイオン生成方法を、上記イオン注入装置(NH-40SR)を使って実施した。

10

【0040】

なお、C₆₀フラレーンとC₇₀フラレーンの各々について、オープン温度とイオン強度との関係を予め確認したところ、以下の事項が確認された。図5は、C₆₀フラレーンとC₇₀フラレーンの各々について、オープン温度に対するイオン強度を示したグラフである。図5のグラフに示されるように、C₆₀フラレーンとC₇₀フラレーンは、特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相異なる関係を有している。例えば、イオン強度が200 nAに達する際のオープン温度は、C₆₀フラレーンが410 前後であるのに対し、C₇₀フラレーンは460 前後となっており、特定のイオン強度に達する際のオープン温度に約50 程度の差があることが認められる。

20

【0041】

本第1実施例では、C₆₀フラレーンの粉末とC₇₀フラレーンの粉末とを1対1の割合で混合したものを混合試料として用意し、イオン源のオープンに試料として装填した。次に、オープン温度が、混合試料を構成するC₆₀フラレーン及びC₇₀フラレーンのうち特定のイオン強度に達する際のオープン温度が相対的に低いC₆₀フラレーンのイオンが生成される温度の一例である380 となるように温度制御器を調整した。また、質量分析電磁石がC₆₀⁺イオンを選択するように制御装置の設定を行った。

【0042】

オープンが380 に昇温されると、オープン内で蒸発したC₆₀フラレーンの蒸気がイオン生成室に導かれてイオン化され、C₆₀⁺イオンは質量分析電磁石を通過してチェンバー内へ送られる。

30

【0043】

図6は、C₆₀⁺イオンとC₇₀⁺イオンのマススペクトルを示したグラフである。図6において上段側に「オープン温度380 」として示したマススペクトルから明らかなように、オープンが380 の状態ではC₇₀⁺イオンの強度がC₆₀⁺イオンの強度に比べて極めて小さいことが判る。これは、オープン温度が380 の状態ではC₇₀フラレーンがほとんど蒸発しないためである。よって、オープン温度が380 の状態では、C₇₀フラレーンによるイオン生成室内の汚れの影響は小さい。

【0044】

このとき、質量分析電磁石は、イオン源から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から、C₆₀フラレーンから生成されるC₆₀⁺イオンを選択し、その他の種類のイオン(僅かながらに生成されるC₇₀⁺イオンを含む)がチェンバー内に照射されるのを防いでいる。この結果、チェンバー内のターゲットには、C₆₀⁺イオンが照射されることになる。

40

【0045】

C₆₀⁺イオンを照射した後、次に、混合試料を構成するC₆₀フラレーン及びC₇₀フラレーンのうちC₆₀フラレーンよりも特定のイオン強度に達する際のオープン温度が高いC₇₀フラレーンから生成されるイオンが照射されるように、C₇₀フラレーンからイオンが生成される温度の一例である420 となるように温度制御器を再調整してオープンを更に昇温し、照射するイオンの種類を切り替えた。また、質量分析電磁石がC₇₀⁺イオンを選択

50

するように制御装置の設定変更操作を行った。

【0046】

オーブンが420 に昇温されると、オーブン内でそれまでほとんど蒸発していなかった C_{70} フラレーンの粉末が蒸発し始め、 C_{70} フラレーンの蒸気が C_{60} フラレーンの蒸気と共にイオン生成室に導かれてイオン化され、 C_{70}^+ イオンは C_{60}^+ イオンと共に質量分析電磁石へ送られる。よって、図6において下段側に「オーブン温度420」として示したマススペクトルから明らかなように、オーブンが420の状態では C_{70}^+ イオンの強度がオーブン温度380のときより増大するものの、 C_{60}^+ イオンの強度も増大することになる。これは、オーブン温度が420の状態だと C_{70} フラレーンが蒸発し始めるのみならず、 C_{60} フラレーンが蒸発する量も増大するためである。よって、オーブン温度が420の状態では、 C_{60} フラレーンによるイオン生成室内の汚れの影響が大きい。そこで、本願で開示するイオン生成方法は、 C_{60} フラレーンの粉末と C_{70} フラレーンの粉末とを混合した混合試料から C_{60}^+ イオンを生成した後に、オーブンを更に昇温して C_{70}^+ イオンを生成することにより、 C_{70}^+ イオンを生成する際にオーブン内に残留する C_{60} フラレーンの量を少しでも減らしておき、イオン生成室内の汚れの抑制を図っている。

10

【0047】

なお、オーブンが420に昇温されたとき、質量分析電磁石は、イオン源から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から C_{70}^+ イオンを選択し、その他の種類のイオン(C_{60}^+ イオンを含む)がチェンバー内に照射されるのを防いでいる。よって、オーブンが420に昇温されることにより生成される C_{60}^+ イオンは質量分析電磁石において選択的に取り除かれる。この結果、チェンバー内のターゲットには、 C_{70}^+ イオンが照射されることになる。

20

【0048】

本第1実施例では、オーブン温度や質量分析電磁石等の設定変更を開始してからオーブンの昇温が完了するまでに要した時間は約20分であり、オーブン内の試料を交換する場合と比較し、照射するイオン種の変更を極めて短時間で行うことができた。

【0049】

<イオン生成方法の第2実施例>

$MnCl_2$ の粉末と $CoCl_2$ の粉末との混合物を混合試料として用意し、本願で開示するイオン生成方法を、上記イオン注入装置(NH-40SR)を使って実施した。

30

【0050】

本第1実施例では、 $MnCl_2$ の粉末と $CoCl_2$ の粉末とを1対1の割合で混合したものを混合試料として用意し、イオン源のオーブんに試料として装填した。次に、オーブン温度が、混合試料を構成する $MnCl_2$ 及び $CoCl_2$ のうち特定のイオン強度に達する際のオーブン温度が相対的に低い $MnCl_2$ からイオンが生成される温度の一例である400となるように温度制御器を調整した。また、質量分析電磁石が Mn^+ イオンを選択するように制御装置の設定を行った。

【0051】

オーブンが400に昇温されると、オーブン内で蒸発したMnの蒸気がイオン生成室に導かれてイオン化され、 Mn^+ イオンは質量分析電磁石を通過してチェンバー内へ送られる。

40

【0052】

図7は、 Mn^+ イオンと Co^+ イオンのマススペクトルを示したグラフである。図7において上段側に「オーブン温度400」として示したマススペクトルから明らかなように、オーブンが400の状態では Co^+ イオンの強度が Mn^+ イオンの強度に比べて極めて小さいことが判る。これは、オーブン温度が400の状態ではCoがほとんど蒸発しないためである。よって、オーブン温度が400の状態では、Coによるイオン生成室内の汚れの影響は小さい。

【0053】

このとき、質量分析電磁石は、イオン源から出射したイオンビームに含まれる種々のイ

50

オンの中から、 $MnCl_2$ から生成される Mn^{+} イオンを選択し、その他の種類のイオン（僅かながらに生成される Co^{+} イオンを含む）がチェンバー内に照射されるのを防いでいる。この結果、チェンバー内のターゲットには、 Mn^{+} イオンが照射されることになる。

【0054】

Mn^{+} イオンを照射した後、次に、混合試料を構成する $MnCl_2$ 及び $CoCl_2$ のうち $MnCl_2$ よりも特定のイオン強度に達する際のオープン温度が高い $CoCl_2$ から生成されるイオンが照射されるように、 $CoCl_2$ からイオンが生成される温度の一例である420 となるように温度制御器を再調整してオープンを更に昇温し、照射するイオンの種類を切り替えた。また、質量分析電磁石が Co^{+} イオンを選択するように制御装置の設定変更操作を行った。

10

【0055】

オープンが420 に昇温されると、オープン内でそれまで蒸発していなかった $CoCl_2$ の粉末が蒸発し始め、 Co の蒸気が Mn の蒸気と共にイオン生成室に導かれてイオン化され、 Co^{+} イオンは Mn^{+} イオンと共に質量分析電磁石へ送られる。よって、図7において下段側に「オープン温度420 」として示したマススペクトルから明らかのように、オープンが420 の状態では Mn^{+} イオンの強度がオープン温度400 のときより増大するものの、 Mn^{+} イオンの強度も増大することになる。これは、オープン温度が420 の状態だと $CoCl_2$ が蒸発し始めるのみならず、 $MnCl_2$ が蒸発する量も増大するためである。よって、オープン温度が420 の状態では、 Mn によるイオン生成室内の汚れの影響が大きい。そこで、本願で開示するイオン生成方法は、 $MnCl_2$ の粉末と $CoCl_2$ の粉末とを混合した混合試料から Mn^{+} イオンを生成した後に、オープンを更に昇温して Co^{+} イオンを生成することにより、 Co^{+} イオンを生成する際にオープン内に残留する $MnCl_2$ の量を少しでも減らしておき、イオン生成室内の汚れの抑制を図っている。

20

【0056】

なお、オープンが420 に昇温されたとき、質量分析電磁石は、イオン源から出射したイオンビームに含まれる種々のイオンの中から Co^{+} イオンを選択し、その他の種類のイオン（ Mn^{+} イオンを含む）がチェンバー内に照射されるのを防いでいる。よって、オープンが420 に昇温されることにより生成される Mn^{+} イオンは質量分析電磁石において選択的に取り除かれる。この結果、チェンバー内のターゲットには、 Co^{+} イオンが照射されることになる。

30

【0057】

本第2実施例では、オープン温度や質量分析電磁石等の設定変更を開始してからオープンの昇温が完了するまでに要した時間は約15分であり、オープン内の試料を交換する場合と比較し、照射するイオン種の変更を極めて短時間で行うことができた。

【0058】

<その他の組み合わせ例>

なお、本願で開示するイオン生成方法が適用できるイオン種の組み合わせは、上記第1実施例や第2実施例に挙げたものの他、例えば、以下のような組み合わせについても適用できる。

40

【0059】

オープン温度が約380~480 で想定されるイオン種（ Mg 、 K 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Sb 、 C_{60} 、 C_{70} ）の一覧を以下の表1に示す。

【表 1】

| 試料 | 名称 | 生成するイオン | 名称 | オープン温度 |
|-------------------|-----------|---------|-----------|--------|
| Mg | マグネシウム | Mg | マグネシウム | 430 |
| KCl | 塩化カリウム | K | カリウム | 450 |
| CrCl ₃ | 塩化クロム | Cr | クロム | 460 |
| MnCl ₂ | 塩化マンガン | Mn | マンガン | 420 |
| FeCl ₂ | 塩化鉄 | Fe | 鉄 | 410 |
| CoCl ₂ | 塩化コバルト | Co | コバルト | 450 |
| NiCl ₂ | 塩化ニッケル | Ni | ニッケル | 430 |
| CuCl | 塩化銅 | Cu | 銅 | 390 |
| Sb | アンチモン | Sb | アンチモン | 450 |
| C60 | フラーレン C60 | C60 | フラーレン C60 | 400 |
| C70 | フラーレン C70 | C70 | フラーレン C70 | 420 |

10

【0060】

また、オープン温度が約 550 ~ 650 で想定されるイオン種 (Li, Al, Ag, Ba, Eu, Bi) の一覧を以下の表 2 に示す。

20

【表 2】

| 試料 | 名称 | 生成するイオン | 名称 | オープン温度 |
|------------------|----------|---------|--------|--------|
| LiF | 弗化リチウム | Li | リチウム | 650 |
| AlF ₃ | 弗化アルミニウム | Al | アルミニウム | 600 |
| AgCl | 塩化銀 | Ag | 銀 | 580 |
| Ba | バリウム | Ba | バリウム | 550 |
| Eu | ユーロピウム | Eu | ユーロピウム | 580 |
| Bi | ビスマス | Bi | ビスマス | 590 |

30

【0061】

本願で開示するイオン生成方法は、上記の表 1 に示す何れかのイオン化合物質 (以下、「第 1 の試料」という) と上記の表 2 に示す何れかのイオン化合物質 (以下、「第 2 の試料」という) との混合物を上記混合試料とすることができる。この場合、第 1 の試料からイオンが生成される温度にオープンを昇温した後、第 2 の試料からイオンが生成される温度にオープンを昇温することにより、第 1 の試料から生成されるイオン種を照射した後、第 2 の試料から生成されるイオン種への切り替えを速やかに行うことができる。

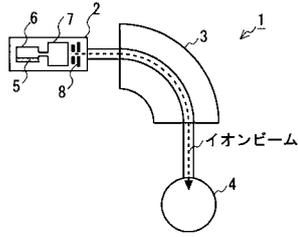
【符号の説明】

40

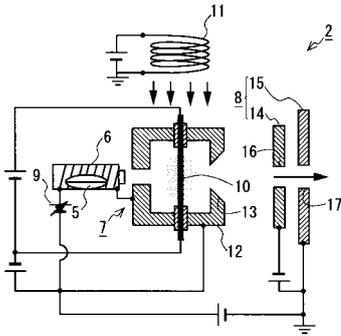
【0062】

1・・・イオン注入装置；2・・・イオン源；3・・・質量分析電磁石；4・・・チェンバー；5・・・試料；6・・・オープン；7・・・イオン生成室；8・・・引出電極；9・・・温度制御器；10・・・フィラメント；11・・・電磁コイル；12・・・隔壁；13・・・イオン引出孔；14・・・引出電極；15・・・接地電極；16・・・引出電極孔；17・・・接地電極孔

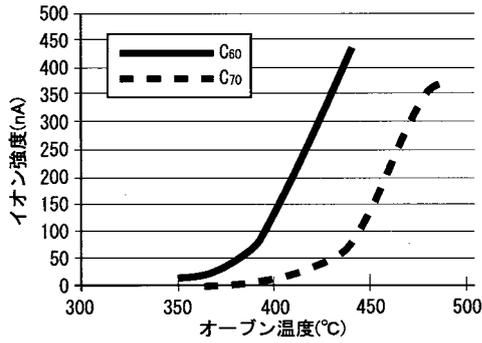
【 図 1 】



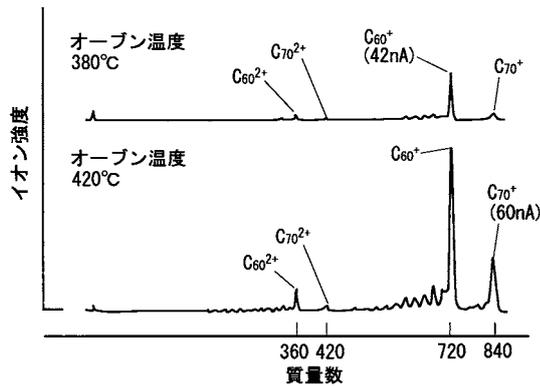
【 図 2 】



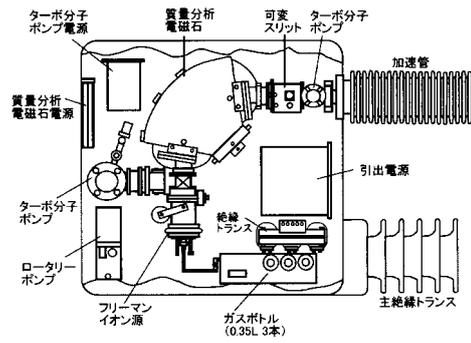
【 図 5 】



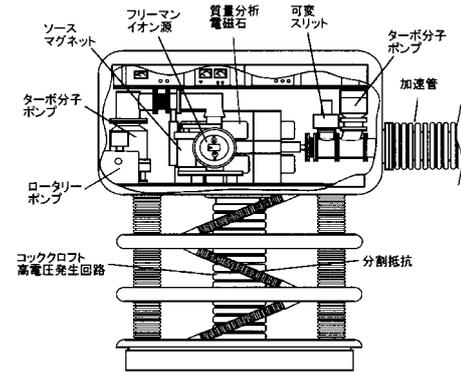
【 図 6 】



【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 7 】

