アブストラクト

第20回真空に関する連合講演会の講演

13p-3

真空中のダストの検出

増田行男*, 小宮宗治*

(昭和54年12月15日 受理)

Detection of Dusts in Vacuum

Yukio MASUDA and Souji KOMIYA

(ULVAC Corporation)

(Received December 15, 1979)

ダストフリーの清浄な真空は、(超) LSI 素子の製造プロセスやトカマク型プラズマ実験装置の大型超高真空排気系にとって不可欠の要素である。本研究は、これら真真空系内のダストの検出とその除去を目的として進めているものである。今回は、真空中でダストをその場観察することができる小型走査電子顕微鏡を用いたダストモニタを製作し、排気過程で基板に付着したダストの形状観察および粒径分布の測定を行なった。

実験装置は、すべてクリーンルーム (CLASS 2000) 内に設置され、さらにダストモニタの一部はクリーンベンチ (CLASS 100) 内に設置されていて、このベンチ内で基板の洗浄、ダントモニタへの取付けが行なわれる。基板は鏡面研磨したシリコンウエハが使用された。実験は、まず、(1)洗浄後の基板観察を行なったのち、真空槽を外気の汚染空気 (CLASS 400000~1000000) で置換し、(2)排気後の基板観察を行なった。観察倍率は1700倍 (最小検出粒径約0.5 μm) で、観察面積は1.17 mm^2 である。このようにして検出されたダストは、球状、棒状、塊状、綿状など種々の形状を呈している。排気過程で基板上に付着したダストの粒径分布は、ダストの最大長さを粒径と定義して、上記(2)の結果から(1)の結果を差引いて求められた。両対数紙上 (縦軸; ダスト濃度, 横軸; 粒径) の曲結の傾きは、光散乱式粒子計数器で測定された排気前の真空槽内の浮遊ダストの粒径分布曲線の傾きとほぼ一致する。また、CLASS 100の真空槽を排気した場合の基板上の付着ダスト濃度を推算すると、約0.1~3 $\text{コ}/\text{cm}^2$ (粒径0.5 μm 以上) である。

*日本真空技術 K. K.

13p-5

低温カロリメトリーによる気体分子入射頻度の測定

荒川一郎*, 辻 泰*

(昭和54年12月13日 受理)

Measurements of the Impingement Rate
of Gas Molecules by

Low Temperature Calorimetry

Ichiro ARAKAWA and Yutaka TUZI

(Institute of Industrial Science,

University of Tokyo, 22-1, Roppongi

7-chome, Minato-ku, Tokyo, JAPAN)

(Received December 13, 1979)

気体が低温面に凝縮する時にそこで発生する熱量を測定する事により気体の凝縮速度を知り、その結果から気体の入射頻度、気相の分子密度を計算する方法の可能性について実験、検討を行ない、この方法が分子条件下での気体の圧力の絶対測定的手段として有用である事を認めた。流量計を備えた気体導入系より真空槽内に試料気体 (Ar, Kr, Xe, N_2 , CH_4 , and CO_2) を流し込み、液体ヘリウムクライオスタットに取り付けたカロリメーター面上に凝縮させ、その際に発生する熱量と凝縮速度との関係を測定した。試料気体の温度を室温とし、凝縮面温度が5.6~9.0 K, 凝縮速度が $10^{-4} \sim 2 \times 10^{-3} \text{ Pam}^3/\text{s}$ (気相の圧力は $10^{-3} \sim 10^{-1} \text{ Pa}$ 程度) の領域において、発生熱量と凝縮速度は比例関係を示した。さらに単位凝縮量当り発生する熱量について、熱力学的データ¹⁾から計算される理論値と実測値との比較を行ない、下記の結果を得た (()内は理論値)。Ar; 14.4 kJ/mol (12.7 kJ/mol), Kr; 19.0 (16.1), Xe; 23.2 (20.8), N_2 ; 16.8 (14.4), CH_4 ; 20.5 (17.5), CO_2 ; 32.7 (35.3), CO_2 以外の気体に対しては、 $15 \pm 3\%$ 程度の系統的な誤差が見られる。これは熱量測定に起因するものと考えられる。 CO_2 の場合の大きな差異は、形成された凝縮層の構造不安定によるものと考えられる²⁾。

- 1) Ar, Kr, and Xe; M. L. Klein and J. A. Venables ed.: *Rare Gas Solid* (Academic Press, 1976) p. 663. N_2 and CO_2 ; W. T. Ziegler et al.: N.B.S. Technical report CST-7404 (1963). CH_4 ; *Landolt Bornstein Tabellen* II, 4 (Springer Verlag, 1961).
- 2) I. Arakawa, M. Kobayashi and Y. Tuzi: J. Vac. Sci. Technol., **16** (1979) 738.

*東大生研

球状陽極電離真空計

渡辺文夫*, 茂原利男**

(昭和54年12月21日 受理)

Ionization Gauge Using a Spherical Anode

Fumio WATANABE*

and Toshio SHIGEHARA**

*(Sakura no Seibo Gakuin Upper
Secondary School, Fukushima Pref.)**(Vacuum Electronics Co., Ltd.,
Machida, Tokyo)

(Received December 21, 1979)

モリブデンの金網を半球状にプレスしたものを2個突き合わせて球状に形成した直径22 mmのアノードと、アノードの一部にあげた小孔から挿入した線径0.3 mmの針状コレクターと、このコレクターを軸にして球状アノードの赤道上に沿って張った直径26 mmの環状フィラメントとの3電極から成る熱陰極電離真空計の基礎特性を調べた。

この真空計はコレクターの長さがアノード径の $\frac{1}{3}$ 以上ならば感度はほぼ一定で、コレクターに対するフィラメント電位を40 V、電子の加速電圧を140 Vに選んで約20 Torr⁻¹が得られ、30 μ m以下の細線コレクターに変えても感度の低下はわずかであった。

これに対し、長さがアノード径の $\frac{1}{3}$ 以下になると感度は大幅に減少した。特に長さを0にした場合すなわちその先端をアノード内壁まで短くした場合には、約10 Torr⁻¹とほぼ半分まで落ちた。しかし、この場合でもコレクターとフィラメントの間の電位差を200 Vくらいまで上げることによって、15 Torr⁻¹まで回復させることができる。

X線限界は、このコレクターの長さを0とした場合のコレクター・シールド部とアノードの小孔との間に2~3 mmのコレクターの露出部があるため、10⁻¹¹ Torr台にとどまった。しかし、この露出部をなくし、細線コレクターを用いることによってX線限界を10⁻¹² Torr台にすることは容易であると考えられる。

*桜の聖母学院高校

**(株)真空電子

半球状陽極電離真空計

渡辺文夫*

(昭和54年12月21日 受理)

Ionization Gauge Using a Half

Spherical Anode

Fumio WATANABE

(Sakura no Seibo Gakuin Upper Secondary
School, Fukushima Pref.)

(Received December 21, 1979)

モリブデンの金網を半球状にプレス成形した直径20 mmの半球状アノードと、アノードの外周に沿って張った直径24 mmの環状フィラメントと、このアノードの開放端に対向させたラップ状電子リフレクター（イオン引出し電極として働く、イオン引出し口径4 mm）との3電極から成るイオン源を用いた超高真空計の基礎特性を調べた。

アノードとフィラメントは直径30 mmの半球状のシールド・スクリーンによって囲み、これをフィラメント電位で作動させ電子振動の安定化を図った。

フィラメントから飛び出した電子は、アノードを境に電子リフレクターとシールド・スクリーンとの間を往復運動するが、その振動方向はアノードとフィラメントの作る電界と、電子リフレクターの作る電界との相乗作用によって、振動の度に電極の中心軸に平行になり軸に収束してくるので、軸上には多くのイオンが生成し、電子リフレクターに向って加速され、イオン引出し口からイオンビームとなって放出されることがわかった。

そこで第1に、このイオン引出し口の下に線径0.3 mm長さ3 mmの針状コレクターを配置した真空計を試作したところ約12 Torr⁻¹の感度が得られた。

第2に、イオン源からのイオンビームを上下2枚のグリッドによって囲んだ変調グリッド（3枚とも透過率80%の金網）を通過させてから板状コレクターで受ける多極グリッド変調真空計を試作したところ、約5 Torr⁻¹の感度が得られ、イオン電流の変調率は100%であった。多極グリッドなので光電子の変調率を0に抑えることは可能であるから、測定限界は相当引き下げられるものと考えられる。

*桜の聖母学院高校

ベークブルな機械式クライオポンプ

森本秀敏*, 小宮宗治*

(昭和54年12月15日 受理)

Bakeable Mechanical Cryopump

Hidetoshi Morimoto and Souji Komiya

(ULVAC Corporation)

(Received December 15, 1979)

超高真空装置で使用できる、ヘリウム小型冷凍機 (20 K-1.5W) を用いたベークブルなクライオポンプ (窒素に対して1,100 l/s) を試作した. このクライオポンプは, 通常の機械式クライオポンプの熱放射シールドのかわりに, 液体窒素で冷却される熱放射シールドを備えている. また, 液体窒素液面の変化による熱放射シールドやクライオパネル面の温度変化が1度以内になるように設計されており, 安定した排気性能が得られた. 室温, 150℃ベークアウト, 250℃ベークアウト中の液体窒素消費量は, それぞれ, 0.60 l/h, 1.07 l/h, 1.63 l/h である.

以上のような改良によって, ポンプケーシングの250℃ベークアウト中も, 動作可能な機械式クライオポンプが得られている. 現在, このベークブルクライオポンプは, 分子線エピタキシー実験装置に取り付け使用されている. 装置の到達圧力は, イオンポンプ (窒素に対して150 l/s) のみの時の 2.7×10^{-7} Pa から, クライオポンプをつけ加えることにより 1.1×10^{-7} Pa に改善された.

*日本真空技術

JFT-2 用ベークブルクライオポンプ

横倉賢治*, 押井清志**, 水野正保**

越田達彦**, 森谷博美**, 長嶋登志文**

大輪清昇**

(昭和54年12月26日 受理)

Bakeable Cryopump for JFT-2

Kenji YOKOKURA*, Kiyoshi OSHII**,

Masayasu MIZUNO**,

Tatsuhiko KOSHIDA**,

Hiromi MORITANA**,

Toshifumi NAGASHIMA**,

and Seishyo OOWA**

(*JAERI, **ULVAC Corp.)

(Received December 26, 1979)

日本原子力研究所のトカマク型プラズマ実験装置 JFT-2 の主排気系用に, クライオポンプ (設計排気速度2,700 l/s) とターボモレキュラーポンプ (排気速度2,000 l/s) を直列に接続した排気系が製作された. この排気系では, 水素, ヘリウム, ネオンは, クライオポンプを通過して, ターボモレキュラーポンプで排気される. 上記以外のトーラス部よりの気体, およびターボモレキュラーポンプ部よりの逆流気体は, クライオポンプで排気され, トーラス部での水素以外の気体の分圧を極力下げないように設計してある. このクライオポンプは, 液体窒素で冷却された2つのシェブロン形熱シールドと, それらの中間に設置された20K以下に冷却されるシェブロン形クライオパネルから構成されている. またクライオパネルを冷却するヘリウム冷凍機は, ベーク時に取りはずしできるようになっている.

ターボモレキュラーポンプで 2×10^{-8} Torr (2.7×10^{-6} Pa) まで排気を行い, シールド部に液体窒素を導入し, 導入後30分で冷凍機を起動した場合, クライオパネルは, 起動後3時間で約20Kに, 7時間で約12Kに達した. クライオポンプ吸気口部での排気速度は, オリフィス法で測定した結果, 窒素に対して2,820 l/sであった. また, 吸気口上部に設置されたマニホールド先端部での窒素, 水素に対する排気速度は, それぞれ, 1,220 l/s, 920 l/sであった. ベークアウト後のマニホールド先端部の到達圧力は, 8×10^{-10} Torr (1.1×10^{-7} Pa) で, この時の水素以外の気体分圧は, 窒素換算値で 3.8×10^{-10} Torr (5.1×10^{-8} Pa) となった.

*日本原子力研究所

**日本真空技術K.K.

超高真空用冷凍機付クライオポンプ

押井清志*, 大輪清昇*

(昭和54年12月26日 受理)

Ultra-high Vacuum Cryopump
with RefrigeratorKiyoshi OSHII and Seishyo OOWA
(ULVAC Corp.)

(Received December 26, 1979)

超高真空用に製作された冷凍機付クライオポンプの到達圧力試験を、ベークアウト時の排気系として、ソーブションポンプを使用した場合と、ターボモレキュラーポンプを使用した場合について行った。クライオポンプのガスケットは、冷凍機取付部のシール（バイトン“O”リング）を除いて、全て金属製（銅）である。またポンプのベークアウト時に冷凍機が加熱されるのを防ぐため、冷凍機取付部に水冷パイプが取りつけてある。ポンプ吸気口径は146.4 mmで、高真空領域における排気速度は、窒素、水素に対して、それぞれ、700 l/s, 1, 110 l/sである。

ベークアウトは、冷凍機を作動させながら、シールド部の温度が、60℃を越えないように調節して行った。

油回転ポンプでクライオポンプ内を、 2×10^{-2} Torr (2.7 Pa) まで引き出した後、ソーブションポンプでおよそ 5×10^{-4} Torr (7×10^{-2} Pa) に排気しながらベークアウトを約4.5時間行った場合、ソーブションポンプ排気停止後16時間で、クライオポンプによる到達圧力は、 1.5×10^{-10} Torr (2×10^{-8} Pa) に達した。ベークアウト中のシールド温度は10℃、クライオポンプ壁温は約250℃であった。

ターボモレキュラーポンプでおよそ 2×10^{-5} Torr (2.7×10^{-3} Pa) に排気しながら、シールド温度50℃、クライオポンプ壁温200℃で3時間ベークアウトした場合、ターボモレキュラーポンプ排気停止後13時間で、クライオポンプによる到達圧力は、 3.5×10^{-10} Torr (4.7×10^{-8} Pa) に達した。この時の残留気体は、イオン電流値で比較して、大きい方から質量数28, 2, 44, 18, 32の順であった。

*日本真空技術K. K.

TRISTANの真空系（試案）

石丸 肇*, 成島勝也*, 中西 弘*, 堀越源一*

(昭和54年11月28日 受理)

Vacuum System of TRISTAN
(Tentative Plan)Hajime ISHIMARU, Katuya NARUSHIMA,
Hiroshi NAKANISHI
and Gen'ichi HORIKOSHI

(National Lab. for High Energy Physics)

(Received November 28, 1979)

TRISTANとは高エネルギー物理学研究所の次期計画で、20~25 GeV の電子および陽電子の蓄積型加速器 (RING-I), 50 GeV の陽子予備加速器のブースター (RING-II), および超電導マグネットを用いる350 GeV の陽子蓄積型加速器から成る。三つのリングは直径~850mの一つのトンネルにRING-I, II, IIIと段階的に建設される。RING-I は1982年スタートの予定で設計や製作などの予備研究が進められている。

RING-I と RING-IIIは超高真空装置で、RING-I は電子ビームによって発生する放射光の熱負荷と Photo Induced Gas Desorption の二重のガス負荷があり、RING-IIIは Ion Induced Gas Desorptionによるガス負荷がある。いずれのビームパイプも小径で、長いマグネットに組込まれるため分布型排気系を採用するのが得策である。従ってビームパイプは、分布型排気系、冷却系および加熱系の組込まれた複雑な断面形状となる。ビームパイプは熱伝導の良い、複雑な断面形状に押し出し出来、且つ残留放射能の減衰が極めて早いアルミニウム合金が有利と考えられる。RING-I の主ポンプは低磁場 (~500 G) 特性の優れた大口径セル、チタンフィラメント付の複合型ポンプをビームパイプに沿って分布させたい。ビームパイプのアルミ化に伴い、ベローズ、フランジ、ゲート弁、補助ポンプケース、補助バルブなどアルミニウム合金で検討されている。ゲート弁は中間排気二重弁方式を検討している。レストラック型断面のビームパイプ、ベローズおよびゲート弁はフランジを用いず全自動溶接での接合を検討している。その他、加熱脱ガス、放電洗浄、保温材、圧力計測、コンピューターによるコントロール、真空と関係の深い、各種パルスマグネット、加速空洞、ビームモニターなど超高真空の関連について検討している。

*高エネルギー物理学研究所

解離水素による金属酸化物の還元(II)

石部行雄*, 大山 等*

(昭和54年12月20日 受理)

The Process of Surface Cleaning by

Dissociated Hydrogen Atoms (II)

Yukio ISHIBE and Hitoshi OYAMA

(The Institute of Physical and Chemical

Research, Wako-shi, Saitama)

(Received December 20, 1979)

水素原子と金属酸化物との化学反応過程について、前回²⁾はステンレス鋼表面を対象に報告したが、今回はモリブデン蒸着膜を二種類の方法で酸化層を形成し、これらの表面の化学反応脱離過程を調べたので報告する。

酸化方法は表面層に酸素が拡散した酸化層表面と表面上に酸素が吸着した酸化表面を用意するため、前者は低気圧酸素雰囲気中で加熱により、後者は常温で大気圧にさらすことによって行った。

水素化学反応測定実験は300℃に加熱した試料面上に、高温レニウムフィラメント上で解離蒸発する水素原子³⁾を照射し、生成する水蒸気の生成速度と生成量の測定に基づいて、水素原子の反応過程を調べ、二種類の酸化面の比較を行った。

その結果は1)反応確率 γ は水素原子線量 D と共に減少する。その減少の仕方は $D^{-\alpha}$ の形で表わされ、二つの表面とも $D=10^{18} \text{ cm}^2$ の桁において、 α の値が変わる。

2)照射初期の γ 値は高温酸化面では0.1大気圧酸化面では0.2が得られ、3) $D=10^{18} \text{ cm}^2$ までの照射で $\gamma=10^{-3}$ の桁になり、それまでに単位表面から脱離した酸素原子数は、大気圧酸化面の方が少なかった。

以上の結果を反応確率が酸素と金属との結合力、および酸素原子の深さ方向分布によると考えるならば、大気圧酸化表面で初期反応確率が大きいのは表面に弱い結合状態の酸素が存在しており、その後の脱離過程は吸着した酸素の一部が、試料を実験中高温にしたため、酸化が内部に進み、それらの酸素の脱離に関係するためと考えられる。

- 1) L. Oren and R. J. Taylor: Nucl. Fusion, **17** (1977) 1143.
- 2) 石部行雄・大山等, 真空 **22** (1979) 92.
- 3) Y. Murakami: J. Vac. Sci. Technol., **10** (1973) 359.

*理化学研究所

ステンレス鋼の真空中加熱処理に関する一考察

本間 禎一*, 石黒勝彦**, 田中彰博*

(昭和54年12月12日 受理)

On the Surface of Stainless Steels after

Heat Treatments in Vacuum

Teiichi HOMMA, Katsuhiko ISHIGURO

and Akihiro TANAKA

*(Institute of Industrial Science,

University of Tokyo, Minato-ku, Tokyo)

**(Graduate School, University of Tokyo)

(Received December 12, 1979)

より一般的洗浄法である真空中加熱の場合の酸化状態について先に報告した¹⁾。本報告ではその後に得られた結果も合わせた酸化状態の知見に基づいて Mathewson²⁾が観察したステンレス鋼の表面状態を推定し、考察した。

真空中加熱に伴う Fe-18Cr鋼表面の酸化状態は温度と酸素圧に依存して図示の如く変化する。時間依存については、加熱の初期を除いてほぼ一定であるので、ベーキング処理のような時間範囲で考える場合には無視できる。

Mathewson が報告している放出ガスが少ない表面を得た時の加熱処理条件が図中に 1→2→3 で示されている。

この場合は、全圧が 10^{-6} Pa で、酸素分圧は実効的に低かったため、イオウが偏析した“清浄表面”となったものと推定され、このことはステンレス鋼による別の観

*東大生研

**東大・大学院

察（図中1'→2'）で確かめられた。

Mathewson による大気中露出後のベーキング表面（図中3）は結晶化スピネル酸化物であると推定された。

一方、加熱履歴に伴う酸化状態の変化を観察した別の例（1'→2'→3'→4'）から、表面が履歴に対応して多様に変化することが示された。

- 1) 石黒勝彦，本間禎一，田中彰博：第19回真空に関する連合講演会予稿，p. 45.
- 2) A. G. Mathewson: Vacuum, **24** (1974) 505.

14a-9

ステンレス鋼表面からの H₂O の熱脱離

石黒勝彦*，本間禎一**

（昭和54年12月12日 受理）

Thermal Desorption of H₂O from
some Stainless Steels
Katsuhiko ISHIGURO
and Teiichi HOMMA

*(Graduate School, University of Tokyo)

** (Institute of Industrial Science,
University of Tokyo, Minato-ku, Tokyo)

(Received December 12, 1979)

より良い超高真空用材料の表面処理法を見出すために、材料の表面状態がガス放出挙動に影響するという関点から、ステンレス鋼を用いた基礎的な研究を行った。

温度・酸素圧を制御することにより、ステンレス鋼上に種々の酸化皮膜を形成させ、酸化状態による H₂O の吸脱着挙動の違いを昇温脱離法によって調べた。

試料は Fe-18Cr, SUS 304L を用いて 525~800°C, 10⁻³ PaPo₂ で酸化を行い、18Cr に対して Fe₃O₄, Cr₂O₃, (Fe, Cr)₃O₄, 304L に対しては Fe₃O₄, (Fe, Cr)₃O₄, (Mn, Cr)₃O₄ の皮膜 (300~1000 Å) をそれぞれ単独で形成させた。皮膜の組成・結晶構造は AES と RHEED によってそれぞれ決定した。脱離スペクトルは、2 × 10⁻⁵ Pa (304L), 1 × 10⁻⁴ Pa (18Cr) の H₂O を導入後、試料を定速昇温して、マスフィルターでの測定によって得た。

スペクトルのピーク温度に注目すると Cr₂O₃ が一番高く、330~340°C であった。Fe₃O₄ は下地金属の種類によってわずかに異なるが、250~290°C にピークがある。304L 上の (Mn, Cr)₃O₄, (Fe, Cr)₃O₄ は 200°C と最もピーク温度が低く、18Cr 上の (Fe, Cr)₃O₄ が 220°C でそれに続いている。これらのピーク温度は 5~120 min の吸着時間内ではほとんど変化しなかった。これらの結果から、ピーク温度に対する表面皮膜の組成とともに結晶構造の関与が明らかになった。

吸着量の評価基準として同一吸着時間でのピーク高さを用いると、18Cr では (Fe, Cr)₃O₄ が最も大きく、以下 Fe₃O₄, Cr₂O₃ の順になる。304L でも (Fe, Cr)₃O₄ が最高値を示し、(Mn, Cr)₃O₄, Fe₃O₄ の順となった。

*東大・大学院

**東大生研

炭素表面と原子状水素との相互作用

阿部哲也*, 小原建治郎*, 村上義夫*

(昭和54年12月18日 受理)

Interaction of Atomic Hydrogen with
Carbon Surface

Tetsuya ABE, Kenjiro OBARA

and Yoshio MURAKAMI

(Japan Atomic Energy Research Institute,
Tokyo-mura, Ibaraki, Japan)

(Received December 18, 1979)

熱分解黒鉛および原子炉級黒鉛に原子状水素を照射して黒鉛表面を安定化し、水素との反応により生成するメタンの量を低減化させることを試みた。水素原子は Re 熱フィラメント ($>1900^{\circ}\text{C}$, $0.025\text{ cm}\phi$, 36 cm) 上で水素分子を熱解離させ発生させた¹⁾。発生した水素原子の照射率は $2 \times 10^{13} \sim 2 \times 10^{14}$ 個 $\text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$ であった。発生した水素原子が実験装置の壁面上で再結合して水素分子になることを防ぐため、パイレックスガラスおよび石英ガラス製の実験装置の内壁面にテフロン膜を塗布した²⁾。気体の組成分析は四重極質量分析計で行ない、試料の加熱は外部より赤外線ヒータで行なった。

水素原子の照射実験は室温から 900°C の温度範囲で行なった。その結果、熱分解黒鉛については第1回目の照射で 500°C 付近にメタン生成速度の最大値が出現した。次いで試料温度を室温に低下させ、再度水素原子を照射した。このとき、メタン生成速度の最大値は 500°C 付近に出現したが、第1回目と比較して約30%メタン生成速度が減少した。さらに3回目の照射実験ではメタン生成速度のピークは出現せず、第1回目と比較してメタン生成速度は約60%減少した。原子炉級黒鉛については、第1回目の照射では 500°C 付近にメタン生成速度の最大値が出現した。第2回目の照射からはメタン生成速度のピークは出現せず、第1回目と比較して約70%メタン生成速度が減少した。以上から、両黒鉛ともメタン生成速度を減少させるためには処理温度約 400°C 以上、水素原子照射量 10^{17} 個 cm^{-2} 以上の条件が必要であることがわかった。本実験と同様の結果はプラズマ実験装置 JFT-2a を使用しての実験でも得られている。

1) Y. Murakami: J. Vac. Sci. Technol., **10** (1973) 359.2) P. W. Zitzewitz and N. F. Ramsey: Phys. Rev., **A3** (1971) 51.

3) S. Sengoku, et al.: JAERI-M 8465 (1979).

DAPS 法と AES 法による脱出深さの比較

西守克巳*, 徳高平蔵*, 高島克巳*

(昭和54年12月14日 受理)

Comparison of the Escape Lengths
between Elastic Electrons
and Auger Electrons

Katsumi NISHIMORI, Heizo TOKUTAKA,

and Katsumi TAKASHIMA

(Dept. of Electronics, Faculty of Eng.

Tottori Univ., Koyama, Tottori)

(Received December 14, 1979)

我々は、前回報告¹⁾した DAPS 法(消滅電圧分光法)を用いて、AES 法(オージェ電子分光法)との in-situ 測定を行い、脱出深さの比較を行った。

DAPS 法は、エネルギー可変な一次電子ビームで照射された試料物質から反射してくる擬弾性散乱電子が、その物質特有な内殻レベルのしきい値エネルギーで減少することを利用したものであり、内殻レベルの励起機構だけに関与し、その後の緩和過程を含まない。すなわち、一次入射電子と同じ弾性散乱電子をみているので、それらの電子は二度にわたって同じ表面層を通過してくる。したがって、垂直入射の場合、その脱出深さは平均自由行程の半分になり、かつ表面感度も大きくなる。このことを、LEED-AES 装置と併用できるようにした DAPS 装置を使って Ti 上の Cr および AES と DAPS とで in-situ 測定した Fe 上の Cr について実験し確かめた。

(実験には前回報告したように、DAPS 測定もできるようにした4枚グリッド型 LEED 装置(バリアン社製)を用いた。膜厚測定の精度を増すために、in-situ で膜厚モニターできるようにした蒸着源を用いた。各信号強度の規格化したものを、脱出深さを出すために、蒸着時間(膜厚)对各信号強度として片対数プロットした。

結果としては、DAPS 電子の脱出深さは Fe の L_3 (710 eV), Cr の L_3 (575 eV), Ti の L_3 (455 eV) のそれぞれに対して $6.3\text{ \AA}$, $5.4\text{ \AA}$, $4.1\text{ \AA}$ となり、これらの各電子エネルギーに対する Auger 電子の脱出深さを Pal mberg の表²⁾より求めたもの、すなわち 10.0 , 9.1 , $8.1\text{ \AA}$ と比較すれば、ほぼ半分となり、DAPS は2倍の表面感度をもっている。また、Auger 電子のエネルギーが高くなるにつれ、その脱出深さも一次入射電子ビームの減衰により小さくなることがみられた。

- 1) 西守克巳, 徳高平蔵, 高島克巳: 第19回真空に関する連合講演会(京都) 予稿集 (1978) 39.
- 2) P. W. Palmberg: Anal. Chem., **45** (1973) 549A. **22** (1979) 311.

ガス吸着による AEAPS スペクトル形状の変化

川本恭士*, 小西亮介*, 加藤 益*
(昭和54年11月27日 受理)

Changes in AEAPS Spectra by
Gas Adsorption

Yasushi KAWAMOTO, Ryōsuke KONISHI
and Susumu KATO

(Dept. of Electronics, Faculty of Eng.
Tottori Univ., Koyama, Tottori)

(Received November 27, 1979)

AEAPS (オージェ電子出現電位分光法) は, 装置が, 非常に簡単であるが, 固体表面へのガス吸着を, 観察するのに適している¹⁾. この方法によって, Fe 蒸着膜を CO ガスにさらした時の, Fe-L₃ スペクトルの形状変化を観察し, 次のような実験結果が得られた.

1) スペクトルの threshold (702.5 eV), peak (704.3 eV), dip (706.8 eV) のエネルギー値は, 3,000 L までの露出に対して, ほとんど変化しない.

2) スペクトルの形状 [L₃dip/L₃peakの強度比で測る] は, 約100 L を境にして, 顕著に変化する.

3) 3,000 L に露出した試料を, 温度を変えて, 約10分間アニールしてみると, 600℃以上では, 露出前と同じスペクトル形状になる. それ以下では, もとの形状に, 回復しない.

4) 600℃でアニールした場合, C-K, O-K 付近に, 再現性のある peak が, 認められる.

これらの結果にもとづいて, 次のように考えられる.

1) CO ガスが, 約100 L で, 炭化物及び酸化物の形成が始まる. しかし, O₂ ガス導入の結果²⁾ と比べて, ケミカルシフトが生じないのは, 炭化物の影響によると考えられる.

2) アニール (約600℃以上) することによって, 表面層が, 炭化物の rich な状態になり酸素は内部に拡散するか脱離すると考えられる.

3) C-K のピーク, 炭化物で得られるダブルレットピークを示す. 一方, O-K 付近のピークは, threshold が, 537 eV で, O-K と断定できない.

1) 小西, 川本, 加藤, 真空 **22** (1979) 311.

2) G. Ertl and K. Wandelt: Sur. Sci., **50** (1975) 479.

*鳥取大学工学部

Si (111) 面からの H₂ の脱離の角度分布

小林正典*, 辻 泰**

(昭和54年12月21日 受理)

Angular Distributions of Hydrogen
Molecules desorbed from Si (111) Surface

Masanori KOBAYASHI*

and Yutaka TUZI**

*(Photon Factory, National Laboratory
for High Energy Physics, Oho-machi,
Tsukuba-gun, Ibaraki-ken)**(Institute of Industrial Science,
University of Tokyo, 7-chome, Roppongi,
Minato-ku, Tokyo)

(Received December 21, 1979)

固体表面から脱離する気体分子の角度分布測定¹⁾²⁾ は主に金属表面と水素の組合せについて行われてきたが、脱離分子は余弦則をみたさず表面垂直方向に鋭い分布となる結果が多い。化学吸着への activation barrier (表面に平行、大きさ V) が存在し、 $V < E_{\perp} = (1/2) m(v \cos \theta)^2$ (m, v は気体分子の質量および速度、 θ は表面垂直からの角度) をみたす分子が化学吸着でき、かつ吸着/脱離の両過程間に detailed balance が成り立つとするモデルが、脱離の角度分布が余弦則をみたさぬ説明として提案されている³⁾。

Si(111) 面上に H₂ を原子状にして吸着させ、昇温脱離過程における H₂ の角度分布を平行細管型単一指向性真空計⁴⁾ を用いて測定した。H の被覆率 θ が $\theta < 1$ では昇温脱離スペクトルに 1 個のピークが観測され、その角度分布は結晶面の状態にはあまりよらず $\cos^3 \theta$, $V \sim 3 kT_p$ となった。 $\theta \sim 1$ において小さいピークが低温度側に随伴し、測定誤差の範囲でその角度分布は $\cos^4 \theta$, $V \sim 0$ となった。随伴ピークは物理吸着した H₂ によると思われる。

1) M. Balooch et al.: Surface Science, **46** (1974) 358.

2) M. Kobayashi et al.: Proc. 7th IVC & 3rd ICSS (Vienna 1977) 1023.

3) W. van Willigen: Phys. Letters, **28A** (1968) 80.

4) 小林, 辻, 第19回真空連合予稿集 (京都1978) 72.

*高エネルギー物理学研究所

**東京大学生産技術研究所

原子吸光式蒸着モニターを用いた MBE

清水三郎*, 小宮宗治*

(昭和55年1月22日 受理)

Molecular Beam Epitaxy using Atomic
Absorption Deposition Rate Controller
Saburo SHIMIZU and Souji KOMIYA
(ULVAC Corporation)

(Received January 22, 1980)

分子線エタピキシー (MBE) では、精密に膜厚を制御する必要があるため安定した強度の分子線が要求される。一般には熱電対を用いてセルの温度を一定に保つ方法が用いられているが、この方法ではセル中の熔融金属内部の温度勾配の存在や、金属の消費に伴う溶湯面の形状および重量の変化のため、セルの温度を一定にしても必ずしも安定した強度の分子線を再現性よく作り出すことはできない。したがって、既に試作されている原子吸光式蒸着モニターおよびコンピュータ制御蒸着速度制御器を用いて、分子線の強度を直接制御する分子線エタピキシーを試みた。今回は、その初期に得られた結果について示した。この蒸着速度制御器は、三源系の蒸発源の同時蒸着および99層までの蒸着が可能であり、またこの蒸着速度制御器からの信号により、各々の蒸発源のシャッターは自動的に開閉できるようになっている。試料位置における各分子線のビーム径は25mmであり、ホローカソードランプから出たビームは、試料直下20mmを通過するように設計されている。実験の結果、Alに対しては1 Å/Sの蒸着速度でS/N₁の感度があり、2 Å/Sの蒸着速度のとき分子線強度を±20%以内で制御することができた。また、Gaに対しては0.5 Å/Sの蒸着速度でS/N₁₀の感度があり、このとき分子線強度を±10%以内で制御できることがわかった。

*日本真空技術株式会社

原子吸光式蒸着モニターによるスパッタ中の析出速度の監視

吉川秀司*, 桐谷 仁*
(昭和54年12月15日 受理)

The Measurement of Sputtering
Deposition Rate by Atomic
Absorption Spectrometry
Hideshi YOSHIKAWA
and Masashi KIRIYA
(ULVAC Corporation, 2500
Hagisono Chigasaki 253)
(Received December 15, 1979)

原子吸光式蒸着モニターを使ってスパッタ中の析出速度を測定した。このモニターでは光源および光検出部とも真空槽の外に位置し、光のみが真空槽内に入り、スパッタ蒸気中で吸収を受ける。そのため、このモニターは電場の影響および真空槽内の真空度による制限を受けないという利点を持っており、スパッタ中での使用に適している。また、スパッタ元素ごとに別な波長の光を利用することによって、多元素の同時観測が容易である。発光分析によっても析出速度の測定は可能だが、吸光分析は発光分析に比べて放電条件の影響が少ない利点をもつ。

直流スパッタと高周波スパッタの両方で吸収の観測がなされた。光軸および陽極は、直径 60mm の陰極の上方、それぞれ、30 mm と 50 mm の位置にある。光の透過率と陽極上での析出速度が比較された。5 Pa (0.04 Torr) のアルゴンガス中で銅を直流スパッタした時、1 Å/s での光の透過率は 25%、測定下限は 0.01 Å/s 以下であった。アルミニウム-2%シリコン合金陰極 (98Al-2 Si) の直流スパッタ (Ar: 5 Pa) 中にアルミニウムおよびシリコンの光吸収が 2 台のモニターで測定された。98 Al-2 Si の析出速度が 1 Å/s の時、アルミニウムおよびシリコンの透過率は、それぞれ、87% と 1% であった。アルミニウムの高周波スパッタ中、高周波電力の増加とともに光吸収の増加が観測された。

*日本真空技術株式会社

15a-6

イオン化蒸着による硬質カーボン膜

梶原康念, 毛利敏男, 田中康之, 難波義雄
(研究論文として「真空」誌に投稿の予定)

*農工大工

カセット・ツウ・カセット マスクエッチング装置

菊池 正志
(昭和55年1月21日 受理)

Cassette-to-cassette Mask
Etching Machine
Masashi KIKUCHI
(ULVAC Corp.)
(Received January 21, 1980)

クロムマスクは IC, LSI 製造において基本的なパターンを形成するために必要不可欠である。パターンの微細化、廃液処理の規制強化および工程の簡略化などの理由によりクロムマスクのエッチングのドライ化が近年強く要求され、反応性スパッタエッチング法 (以下 RSE) が用いられている。RSE はスパッタエッチング法とプラズマエッチング法の組合せであるため、条件を制御することにより、サイドエッチが少なく、しかも選択性の高いエッチングが出来る。操作性、安全性を考慮したカセット・ツウ・カセット方式のクロムマスクエッチング装置 (MSE-6116) を試作した。

この装置は、エッチング室がローディングおよびアンローディング室 (以下 L and UL 室と略す) と仕切りバンプによって分けられ、常時大気圧にふれることなく真空に保たれている。スペースの利用効率を良くするため L and UL 室内で処理済の基板と未処理のものとがすれ違う方式を採用した。またエッチング中の汚れを防ぐためにエッチング・ダウン方式が採用されている。

本装置で、3 インチ、4 インチおよび 5 インチ角のマスクのレジスト除去工程が行える。前者は CCl_4 ガス雰囲気で約 3×10^{-3} Torr (3.9×10^{-1} Pa) の圧力で行われ、後者は酸素ガス雰囲気で約 1×10^{-2} Torr (1.33 Pa) の圧力で行われる。エンドポイントは光学モニターによりマスク面の反射率を測定することにより検出する。

RF 電力 100W, CCl_4 圧力 3×10^{-3} Torr, ガス流量 50 ~ 80 SCCM の範囲で約 170 Å/min のエッチング速度が得られている。エッチング分布としてはマスク寸法 4 インチ角で Cr/CrO (膜厚 1000 Å) のものを使用し $\pm 4.5\%$ 以内である。パターン幅 2 μm の場合の寸法偏差は $\pm 0.05 \mu\text{m}$ が得られた。測定誤差を考慮すると、殆ど寸法偏差はないと言える。3 ~ 5 インチのクロムマスクを 10 枚/時間 (レジスト除去を含めると 8 枚/時間) であった。

*日本真空技術 K. K.

15p-2

シングルグリット LEED-AES による Ag 膜の観察

石川成美, 毛利敏男, 難波義捷
(研究論文として「真空」誌に投稿の予定)

*農工大工

15p-4

亜鉛のカルコゲン化物蒸着膜の構造に及ぼす基板表面の影響

島岡 五朗*
(昭和54年12月15日 受理)
Influence of Substrate Surfaces
on the Structure of Evaporated Zinc
Chalcogenide Films
Goro SHIMAOKA
(Research Institute of Electronics,
Shizuoka University, Johoku 3-5-1,
Hamamatsu
(Received December 15, 1979)

亜鉛のカルコゲン化物は立方晶 (Sphalerite 型) と六方晶 (Wurtzite 型) の2つの結晶構造をもち、ふつうの真空蒸着では両者が混合して単一構造の蒸着膜をうることが困難である。本研究では種々の結晶方位をもつ岩塩基板を用い、さらに基板表面に電子照射を行なうことにより、特定の結晶構造と方位をもつ単結晶膜をうることに成功した。

へき開または切り出しによって (100), (110) および (111) 岩塩基板を作り、真空中約500℃でアニールした後、高純度 ZnS, ZnSe および ZnTe 粉末 (5 N) を石英製の Knudsen Cell を用いてこれらの基板上に蒸着させた。蒸発源の温度は700~930℃、基板温度は100~400℃、蒸着速度は~100Å/min、膜厚は数10~500Å、真空度は 2×10^{-6} Torr 以上であった。なお蒸着前または蒸着中基板表面に対しほぼ垂直方向から加速電圧50~400 V、電子密度 $\sim 10^{12}$ electrons/cm²·secの電子照射を行なった。得られた膜を反射電子回折、透過電子顕微鏡—電子回折、XMA などによって調べた。

蒸着中基板表面へ電子照射を行なった場合は、基板温度250~350℃で、次表に示すように、特定の結晶構造をもちかつ基板と完全な平行成長 (Epitaxy) 関係にある化合物の単結晶膜がえられた。

化合物 基板	ZnS	ZnSe	ZnTe
(100) NaCl	(100) 立方晶	(100) 立方晶	(100) 立方晶
(110) NaCl	(110) 立方晶	(110) 立方晶	(110) 立方晶
(111) NaCl	(111) 立方晶	(0001) 六方晶	(111) 立方晶

蒸着直前の基板表面に電子照射を行なった場合は、蒸着中の照射程顕著ではないが、同様な傾向を示すことから、これらの化合物蒸着膜の結晶構造や方位が基板表面の構造の相異によって制御されることになり甚だ興味深い。

15p-6

反応スパッタによる Ti-N 薄膜の作製条件と電気的特性の関係

滝口勝美*, 小川倉一*, 塩山忠義*, 四谷 任*
(昭和55年1月7日 受理)

Relation Between Sputtering
Conditions and Electrical Properties
of Ti-N Thin Films Prepared by
Reactive Sputtering
Katsumi TAKIGUCHI, Soichi OGAWA,
Tadayoshi SHIOYAMA
and Tsutomu YOTSUYA
(Osaka Prefectural Industrial
Research Institute)
(Received January 7, 1980)

チタンの窒化物は耐食、耐摩耗性にすぐれた特性を示し、表面にコーティングすることによって耐食、耐摩耗性の向上、あるいは特性を制御することによって電子材料への応用も考えられる。しかし薄膜の特性は作製条件によって大きく変化する。特に Ti は活性で作製条件の影響を大きく受けるものと考えられる。筆者らは作製条件の制御を比較的容易に行うことのできるプラズマスパッタ装置を使用し、窒素ガス分圧、付着速度を変化させ反応スパッタを行い作製条件と膜の特性との関連性について検討を行った。プラズマスパッタの場合作製条件としてターゲット電圧、ターゲット電流があり、これらを変化させることによって付着速度を制御することができる。窒化される割合は主として窒素ガス分圧および付着速度とのかねあいによって決まる。また付着速度は窒素ガス分圧によって変化し、窒素ガス分圧が大きくなると付着速度は小さくなる傾向がみられた。X線回折によ

*静岡大学電子工学研究所

*大阪府立工業技術研究所

ると窒素ガス分圧: $P_{N_2} \cong 0$ では Ti (002), Ti (004) のピークが見られ窒素ガス分圧が増加するに従ってピークの位置 (2θ) が低角度側に移動した。即ち窒素ガス分圧が増加するに従って Ti の格子間に窒素が入り比抵抗 (ρ) は大きくなり抵抗温度係数 (TCR) は小さくなる。更に窒素ガス分圧を増加させ窒化物ができ始めると比抵抗は小さく、抵抗温度係数は大きくなる傾向がみられた。例えばターゲット電圧 1,000 V, ターゲット電流 40 mA. のとき $P_{N_2} \cong 4.0 \times 10^{-4}$ Pa で比抵抗は最大 ($\rho \cong 220 \mu\Omega\text{cm}$) となり以下窒素ガス分圧が増加するに従って減少する。 $P_{N_2} \cong 1.06 \times 10^{-3}$ Pa になると TiN(111), TiN(311) のピークがあらわれ膜中のほとんどが TiN であると思われる。このとき $\rho \cong 40 \mu\Omega\text{cm}$, TCR $\cong 2,000$ PPM/deg で Ti の比抵抗の半分になった。更にターゲット電圧 1,000 V, ターゲット電流 100 mA と付着速度を速くすると TiN のピークの表われる窒素ガス分圧は $P_{N_2} \cong 3.2 \times 10^{-2}$ Pa となり高い窒素ガス分圧の方向に移動した。また、ターゲット電圧、ターゲット電流を増加させるといずれも付着速度が大きくなるが、ターゲット電圧を増加させた場合とターゲット電流を増加させた場合とは異った特性の膜が得られた。

15p-9

真空蒸着による磁気テープの開発

蓬郷章郎, *飯島康男*, 篠原紘一*, 藤田隆志*
(昭和54年12月13日 受理)

Development of Magnetic Recording

Tape by Vacuum Evaporation

Akio TOMAGO, Yasuo IJIMA,

Koichi SHINOHARA and Takashi FUJITA

(Materials Research Lab., Matsushita

Electric Ind. Co. Ltd.)

(Received December 13, 1979)

金属膜テープはベースフィルムの上に磁性材のみの金属膜から成り、樹脂等は用いられていない。従来よりこの種の構成は記録密度の向上に最適であるとして種々研究されてきた。作成法を大別すると、電解メッキ法と蒸着法がある。我々は蒸着法でその開発に成功した。特に実用的、工業的見地より開発を進めたが、開発を進めるに当り幾つかの問題がある。即ち、

- ① 連続真空蒸着における金属膜の厚さ、品質の均一化
- ② 金属膜とベースフィルム間の付着力

- ③ 金属膜の防錆
 - ④ 蒸着中におけるベースフィルムの熱的劣化
 - ⑤ 蒸発レートと蒸着中のフィルムの速さ
 - ⑥ 電磁変換特性
 - ⑦ 蒸着テープの物理的特性
 - ⑧ 実用特性
 - ⑨ 価格
 - ⑩ 歩留、生産性
 - ⑪ その他
- 等である。

我々の用いた連続蒸着装置では成膜速度は約 1,000 Å/s で抗磁力は数百から約 1,500 Oe まで調整可能である。開発した蒸着テープはマイクロカセットレコーダ用のテープとして限定生産し市販中である。磁性層の厚さは約 0.3 μ , ベースフィルムの厚さは 5.5 μ である。

多年の経験を持つコンデンサ用蒸着フィルムは金属が Al 又は Zn であり、又その厚さも薄く蒸着テープの約 1/10 であり、ベースフィルムの受ける熱的影響は非常に異なる。

蒸着テープの膜厚は約 3000 Å でその表面形状はベースフィルムの形状とほぼ同様になる。金属薄膜テープの本来的特長は高記録密度である。使用機器の機構、ヘッド回路等の進歩と記録媒体が協調する事によりその特長が生かされる。

*松下電器産業(株)材料研究所

弾性表面波フィルターの周波数調整

新谷正樹*, 山崎皓一郎*

(昭和54年12月12日 受理)

Frequency Adjustment for Surface

Acoustic Wave Filter

Masaki SHINTANI

and Kouichiro YAMAZAKI

(Victor Company of Japan, Ltd. 3-12,

Moriyacho, Kanagawaku, Yokohama)

(Received December 12, 1979)

弾性表面波を用いた素子の周波数特性は、素子を構成する材料の特性、素子構造、製作条件等で著しく変化する。その為に、従来より種々の周波数調整法が考えられている。筆者らは、表面波伝播路上に誘電体膜を蒸着した場合の、周波数調整効果について調べた。試料には、RF イオンプレーティング法で得た ZnO 膜を圧電材料にした TV 用 IF フィルターを用いた。誘電体膜には、 MgF_2 、 BaF_2 、 CaF_2 の3種を用いた。

実験は、真空槽内に設置したフィルター表面に、これらの誘電体を通常の蒸着方法で着膜しながら、槽外でフィルター波形を観察できるようにして行った。実験の結果、いずれの膜の場合も挿入損失は僅かに増加するが、中心周波数の変化率は、膜厚の増加に伴って直線的に変化し、周波数調整の可能性が認められた。しかし、 MgF_2 膜では $2800 \text{ \AA}$ 、 BaF_2 膜では $2900 \text{ \AA}$ 、 CaF_2 膜では $4000 \text{ \AA}$ 以上の膜厚になると、中心周波数変化率は膜厚変化に対する直線関係からずれ始め、同時に挿入損失も急増し、さらに波形も大きく歪み、これらの膜厚が周波数調整の限界となることが分った。特に、 MgF_2 の場合には、僅かな中心周波数変化を示したところで波形の歪みが見られた。この時の膜表面を SEM で観察してみると、一面にクラックが生じていた。従って周波数調整の限界は、膜の機械的性質に依存するものと考えられる。そこで、各の膜の内部応力の大きさを実測してみたところ、 $\text{MgF}_2 > \text{BaF}_2 > \text{CaF}_2$ の順であった。内部応力の小さい CaF_2 による周波数調整範囲は、中心周波数変化率で約 -2% と広範囲であるのに対し、内部応力が CaF_2 より一桁大きい MgF_2 では、約 -0.6% と狭い範囲に止まっており、内部応力の測定結果と対応している。また、 CaF_2 を用いた場合、高温放置テスト (120°C) も良好な結果が得られた。

以上、周波数調整に内部応力の小さい膜を処すこと

*日本ビクター中央研究所