極高真空電界放射型電子銃の試作

石沢 芳夫*・青木 進**・大島 忠平*・大谷 茂樹*

(昭和61年7月31日 受理)

Design and Operation of Extremely High Vacuum
Field Emission Electron GunYoshio ISHIZAWA*, Susumu AOKI**
Chuhei OSHIMA* and Shigeki OTANI*(*National Institute for Research in Inorganic Materials,
1-1 Namiki, Sakura-mura, Niihari-gun, Ibaraki 305)
(**Akashi Seisakusho, Ltd., Zama, Kanagawa 228)

(Received July 31, 1986)

We report a design for extremely high vacuum (EHV) field emission electron gun. The vacuum of 2.5×10^{-10} Pa has been attained in this system. Field emission stability of the surface-processed TiC<110> tip has been studied using EHV field emission electron gun.

1. はじめに

電界放射電子は、高輝度、可干渉性、点光源等の点から、近年、注目を集めている電子源であるが、唯一の実用冷陰極材料である W 単結晶では、放射電流の安定性に問題があり応用分野が限られている。最近、筆者等は表面処理 TiC<110>単結晶が極めて安定な冷陰極材料であることを見いだした¹⁾。しかも、表面処理 TiC<110>チップからの放射電流は真空度の向上と共に安定性を増すことが明らかになった。これは電流雑音が放射電子による残留ガスのイオン化に起因するからである。本論文は、 10^{-10} Pa オーダの極高真空中で電子放射が可能な電界放射型電子銃の試作に関するものであり、その基本設計概念の提示と試作電子銃の真空度および表面処理 TiC<110>チップからの放射電流の安定性を調べたものである。

2. 極高真空電界放射型電子銃の試作

2.1 電子銃設計

Fig. 1 および Fig. 2 は、極高真空電界放射型電子銃

(以下、極高真空電子銃と略記)のついた真空排気系の全体写真と概略図である。電界放射パターン観察用のビューイングポートのある真空容器の左側に、直接、チタンサブリメーションポンプを設置した排気系、すなわち、強電界電子放射測定装置の性能については、既に報告した²⁾。本装置は、チップの表面処理を行い、極高真空電子銃で電流安定性を調べるものである。真空容器は主にステンレス鋼304で作られており、主ポンプは液体窒素冷却トラップ (VG 社 CCT100) 付きの油拡散ポンプ (エドワーズ社 E04) である。トラップの引き口での排気速度は200 l/sec である。拡散ポンプ油は蒸気圧の低いポリフェニールエーテルである。真空度を更に良くするために液体窒素冷却のチタンサブリメーションポンプ (排気速度、約800 l/sec, Old SP と書く) も働かせる。

Fig. 3 は極高真空電子銃の断面図である。これは、チタンサブリメーションポンプ内蔵型である。図中3がサブリメーションポンプフィラメントである。このサブリメーションポンプを New SP と書く)。しかも、極高真空を得る目的で、チタン蒸着内壁を液体窒素 (図中4) で冷却可能な構造に設計しているのが特長である。さらに、冷却フィン構造は、電子銃室上面からの放出ガス阻止も考慮した設計となっている。

* 無機材質研究所 (茨城県新治郡桜村並木 1 の 1)

** 明石製作所 (神奈川県座間市広野台 2 の 5020)

Fig. 1 Apparatus of the field emission microscope with EHV field emission electron gun.

Fig. 2 Outline of the apparatus of the field emission microscope with EHV field emission electron gun.

カソード（図中1）は上下移動および傾斜機構付である。カソードには表面処理 TiC<110>チップを用いる。

カソード近傍の真空度は、できるだけ高真空であることが理想的である。具体的には、 10^{-9} Pa オーダか或はそれ以上の高真空の発生が要請される。電子銃室の真空度をよくするとアノード（図中2）の問題が浮上する。すなわち、電子放射による電子衝撃脱離によりアノードから脱ガスがおこり、実質的に真空度を低下させるからである。この欠点を解消するために、アノードとして Fig. 3 に示したような煙突形状アノード（直径 5 mmφ、長さ 20 mm）を採用した。煙突形状アノードの特徴はガ

ス出しが容易なことである。上方からの電子ビーム加熱により、アノード先端部が最も温度があがり清浄化される。アノード材料としては、耐熱性があり、しかも清浄表面作成温度が低く且つ気体の吸着確率の小さい物質が最適である。この意味でグラファイト（特に c 面）を利用したアノードは実用性に優れている。Au 薄板で作製したアノードも優れているが、ガス出しの際、アノードを融解させてしまうトラブルが生じた。本実験では、グラファイトアノード或は Au アノードを用いた。

表面処理 TiC<110>チップからの放射電流の開き角内にアノード面が全部入るように、カソードとアノード間

Fig. 3 Detailed cross section of EHV field emission electron gun.

の距離は5 mm にとった。グラファイト或はAuで作製した煙突形状アノードの採用により、 10^{-10} Pa オーダの真空中においても $10 \mu\text{A}$ の電子放射時にアノードからのガス放出は、電子銃室のイオンゲージでは認められなかった。

2.2 電子銃の真空中

極高真空電子銃の真空中測定を行った。極高真空計として、変調電極付イオンゲージ (VG 社 TCS8, ゲージヘッド VIG10M) を用いた。なお、フィラメントは、仕事関数の低いトリタ塗布イリジウムを用いた。本実験では、ゲージヘッドは、チップ位置の真空中を測定できるように、Fig. 3 に示した電子銃のチップ位置に設置した。ベーキングは、ベーキング温度が均一になるようにオープン形式をとり、液体窒素冷却トラップ (CCT トラップ) 上面にとりつけた熱電対の出力によって温度を正確に制御した。

第1回目のベーキングでは、脱ガス量がかなり多いので、真空中が 1×10^{-4} Pa を大きく越えないように徐々にベーキング温度をあげた。ベーキング開始後45時間でベーキング温度は 250°C に達した。60時間のベーキング後の真空中の変化はFig. 4 に示した通りである。図中で、“LN₂ (DP)”は拡散ポンプのトラップを液体窒素

Fig. 4 Change in vacuum of EHV field emission electron gun on the 1st baking.

で冷却することを表わす。“New SP”は極高真空電子銃内蔵のサブリーメーションポンプを作動させることであり、“LN₂ (New SP)”はこのサブリーメーションポンプを液体窒素で冷却することを意味する。“Old SP”, “LN₂ (Old SP)”も同様の意味である。第1回のベーキングにおける到達真空中は、二つのサブリーメーションポンプを液体窒素で冷却した状態で 1.8×10^{-9} Pa であった。

最初のベーキングでは脱ガスが充分でないで、続けて2回ベーキングを行った。この結果、到達真空中は 6×10^{-10} Pa を記録した。Fig. 5 は典型的な排気過程である。 250°C , 17時間のベーキングで、ベーキング終了38時間後に 6.1×10^{-10} Pa の極高真空中に達した。この後、拡散ポンプトラップと二つのサブリーメーションポンプの液体窒素冷却を停止した状態で真空中は 4×10^{-9} Pa になった。これまでの実験で明らかになったことは、 10^{-9} Pa オーダの真空中では、極高真空電子銃内蔵のサブリーメーションポンプを液体窒素で冷却することが、真空中向上に大きく寄与するということである。なお、到達真空中はエキストラクターゲージ (ライボルトヘラウス社 IE511 型) の使用でも 6.0×10^{-10} Pa の値が得られており再現性は極めてよい。

イオンゲージを用いて真空中を測定する場合、フィラメントの点火により若干の放出ガスがあり、極高真空中の場合、到達真空中に影響を与えることは既に実験的に確認した²⁾。極高真空電子銃においても同様の影響が考えられるので、ゲージフィラメントを消した場合の真空中の推定を大島等の方法²⁾にしたがって行った。すなわち、W チップからの電界放射電流の減衰時間が真空中

Fig. 5 A typical process of evacuation of EHV field emission electron gun.

に反比例することを利用した。10⁻⁹ Pa の真空領域で電流減衰時間（70%に減衰する時間）と真空度の関係図を作成し、ゲージフィラメントを消した場合の電流減衰時間を測定した。この方法により、到達真空度は $(2.5 \pm 0.5) \times 10^{-10}$ Pa となり、ゲージフィラメント点火時の 6.1×10^{-10} Pa の1/2以下となることがわかった。

2.3 電子放射特性

表面処理 TiC<110>チップからの放射電流は極めて安定である。TiC チップの表面処理は、導入ガス中におけるチップの約1100°Cにおける加熱とそれに続く10 μ A, 30分間の電子放射で終了する。表面処理に有効なガスは酸素、エチレンガスである¹⁾が、硫化水素ガスも有効であることを見いだした。

Fig. 6 は、極高真空電子銃を用いて測定した安定電流（20分間に1%以上の雑音（スパイク状或はステップ状雑音）の入らない最大全電流）の真空度依存性である。図(c)のチップは、硫化水素単独ガス表面処理チップであり、H₂S (10L, 1100°C)と表わす。これは 1.33×10^{-4} Pa (1.0×10^{-6} Torr) の硫化水素ガス中でチップを1100°C、10秒間加熱したことを意味する（1 L=10⁻⁶ Torr·sec）。図(a)のチップは、エチレンと酸素ガスを用いた二段表面処理チップであり、C₂H₄ (100 L, 1100°C) + O₂ (20 L, 1100°C)と表わす。これは、 1.33×10^{-4} Pa のエチレンガス中でチップを1100°C、100秒間加熱後、同じく 1.33×10^{-4} Pa の酸素ガス中で1100°C、20秒間加熱したものである。図(b)のチップは、エチレン、硫化水素と酸素ガスを用いた三段表面処理チップである。この表面処理は、C₂H₄ (300 L, 1050°C) + H₂S (20 L,

Fig. 6 Stable total field emission (TFE) current vs pressure relation of the surface-processed TiC<110> tip.

- (a) C₂H₄ (100L, 1100°C) + O₂ (20L, 1100°C)
- (b) C₂H₄ (300L, 1050°C) + H₂S (20L, 1050°C) + O₂ (20L, 1050°C)
- (c) H₂S (10L, 1100°C)

1050°C) + O₂ (20 L, 1050°C) である。

Fig. 6 の結果は、表面処理チップの放射電流の安定性は表面処理法（ガスの種類、処理方法）に依存することを示しており、表面処理の重要性を示唆している。安定電流の真空度依存性は45°の勾配をもつ。これは、電流雑音が真空度と電流値の積に比例することを意味する。また、このことは、アノードからの放出ガスは無視でき

Fig. 7 Field emission current with time after flashing the surface-processed TiC<110> tip at 1100°C. The surface-process is C_2H_4 (100L, 1100°C) + O_2 (20L, 1100°C). $P \sim 5 \times 10^{-10}$ Pa.

るほど小さいことを示している。この実験結果は、電流雑音の原因として放射電子による残留ガスのイオン化が関与していることを示す。表面処理 TiC<110>チップからの放射電流雑音は、入射イオン誘起表面原子マイグレーションモデルで説明できる^{1,3)}。

Fig. 7 は、約 5×10^{-10} Pa の極高真空中における全電流約 $10 \mu A$ の電子放射の経時変化である。チップは、エチレンと酸素ガスによる二段表面処理、 C_2H_4 (100 L, 1100°C) + O_2 (20 L, 1100°C)、を行ったものである。アノードは煙突形状 Au アノードを用いた。フラッシング温度は 1100°C である。Fig. 7 は、5 時間連続電子放射のはじめの 30 分間の記録である。5 時間経過後も電流は極めて安定である。この条件下における 1 時間当りの電流減衰率（ドリフト）は 0.1% 以下である。

3. む す び

本実験により、 10^{-10} Pa オーダの極高真空中で電子放

射が可能な極高真空電界放射型電子銃の実現に明るい見通しを得た。この場合、極高真空発生技術に加えて、カソード材料、アノード材料・構造の三要素技術の総合化技術が極高真空電子銃の一層の高性能化に大きく寄与することを指摘した。

極高真空発生技術は、電界放射型電子銃に必須であるばかりでなく、表面計測・分析技術、薄膜合成技術等の先端技術分野においても、その重要性を増しており、今後の展開が期待される。

〔文 献〕

- 1) 石沢芳夫, 青木 進, 大島忠平, 大谷茂樹: 真空 (投稿中)。
- 2) 大島忠平, 左右田龍太郎, 青野正和, 石沢芳夫: 真空, **26** (1983) 726。
- 3) 無機材質研究所研究報告書第 48 号 (1986)。