研 究

チタン・ゲッター・イオンポンプの特性とその応用*

川 崎 弘 司** ・ 杉 田 利 男**

中 谷 忠 夫*** ・ 麻 蔭 立 男***

(昭和35年5月14日受理)

Pumping Characteristics and Application of Getter-ion Pump

Koji KAWASAKI and Toshio SUGITA

(Electrotechnical Laboratory, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan)

Tadao NAKATANI and Tatsuo ASAMAKI

(Nippon Electric Co., Ltd., Kawasaki, Japan)

With the advent of getter-ion pumps, it seems worthwhile to examine its pumping behaviour and effect on the residual gases within glass-metal vacuum system.

A titanium getter-ion pump similar to the cold cathode "Vaclon" type developed by Hall and the ultra-high vacuum mass spectrometer designed for the study of surface phenomena in ultra-high vacuum were chosen for this purpose

Some pumping characteristics of a getter-ion pump and vacuum phenomena in bakeable glass-metal system evacuated by getter-ion pump at various baking conditions have been investigated.

1. まえがき

最近になって、物理、化学の基礎研究をはじめ真空工学、電子工学、原子核工学などの高真空を必要とするいろいろな分野に超高真空技術が利用されるようになった現在、超高真空を作成するには；

- (1) 充分な段数の冷媒トラップ、超高真空トラップ（たとえば O・F・H・C・銅箔トラップ⁽¹⁾）をそなえた油もしくは水銀拡散ポンプを用いる。
- (2) Bayard-Alpert 型（以下では B—A 型と記す）イオンゲージの排気作用を利用する⁽²⁾。
- (3) イオンポンプ、ゲッター・イオンポンプなどの新しい原理のポンプを用いる⁽³⁾。

などの方法が考えられている。

しかし、(1)の方法は液体空気（窒素）、液体ヘリウムといった冷媒を使用するので設備や操作が煩雑となり、また水銀や油の蒸気が超高真空部に入りこみ好ましくない

場合も多い。(2)の方法は Alpert が超高真空技術を開発してから、ふつうに用いられている方法である。ただ B—A 型イオンゲージの排気速度は小さく、0.1 l/sec くらいなので大容量の系やガス放出量の多い系の排気は不可能である。この方法は実験室においてガラス製の小容量の装置を排気するのに適している。(3)には種々の方式のポンプが考案されており、また排気速度も数千 l/sec の大型のものから数 l/sec の小型のものまである。この種のポンプは一般に排気速度が大きく、油、水銀などの作動液の蒸気の発生源をもたないので、いろいろな点ですぐれた特性をもち、とくに大容量の超高真空系の排気に適している。しかし、最近になって開発されはじめたものが多いので今後の研究がまたれている状態である。

ここで報告しようとするチタン・ゲッター・イオンポンプは前記の区分に従えば(3)に属するものである。このポンプの特徴は加熱フィラメントを含まず、構造が簡単で、動く部分をもたず、ポンプ全体のベークができ、水銀や油蒸気のような作動液蒸気を発生せず、また冷媒トラップも不要なので、簡単な操作により 10^{-10} mmHg 台

* 昭和35年4月1日第7回応用物理関係連合講演会にて講演

** 電気試験所

*** 日本電気株式会社・電子管工業部

Fig. 1— (A)

Ultra high vacuum mass spectrometer,
left to right ; the main body, the main control
cabinet, and the auxiliary control cabinet.

Fig. 1— (B)

Analyzer system of ultra high vacuum mass
spectrometer.

の超高真空を短時間で作成することができる。

われわれは、今迄にこの種類のポンプにより Fig. 1 に示した超高真空質量分析計のステンレス・スチール製分析管内を排気し、 $(1\sim 2) \times 10^{-8} \text{ mmHg}$ をえている⁽⁴⁾。しかし、圧力がさらに $1\sim 2$ 桁低いほうが望ましいので、引続いてそのための検討を行っている。ここで述べる報告もこの一連の実験に属するもので、チタン・ゲッター・イオンポンプ自身の排気特性と、このポンプをステンレス・スチール管を含んだ系の排気に使用した場合の実験結果を主としてまとめた。

Fig. 2 View of titanium getter ion pump.

2. チタン・ゲッター・イオンポンプの特性

われわれが試作し、以下に述べる実験に用いたチタン・ゲッター・イオンポンプは Fig. 2 に示したもので、Vaelon⁽⁵⁾⁽⁶⁾ と同じ動作原理の N.E.C. イオンポンプである。左側が電源、右側はポンプ本体（永久磁石の間に挟まれている）である。このポンプ本体は約 110 mm 角、厚さ 37 mm の平盤状で、ステンレス・スチール製である。この内部にチタンの陰極板と直方体空間をもつように仕切られたスノコ状の陽極が収められている。

ふつう、このポンプを使用するには、本体を $1000\sim 1300$ ガウスの永久磁石の磁極間隙（約 40 mm ）におき電極間に 3000 V ていどの直流電圧を加える。こうするとポンプ内では、電極間に冷陰極放電が起きてガスがイオン化される。生成された正イオンは電場で加速されチタン陰極を衝撃し、チタン原子をスパッターして陽極面の上にチタン蒸着膜を作る。ここにガス分子が吸着されて排気が行われる。しかし、この冷陰極放電にとともに、このほかにも気体分子の解離、原子および分子の活性状態への励起、負イオンの生成などの過程も同時に生じ、これらの現象もすべて排気作用に関係してくる訳であるが、その詳細は明らかでない。

このようなチタン・ゲッター・イオンポンプについて測定した特性のいくつかを次に述べる。

(1) 排気速度

われわれは N_2 に対するポンプの排気速度を測定したので、その結果を記す。

測定法は、いわゆる two gauge method である (Fig. 3) ここに用いた B—A 型イオンゲージは、いずれも電気試験所真空技術研究室で検定したイオンゲージ管球を用いて較正を行った。また、細管 C のコンダクタンスの値はピュレット法で測定したもので 2.4 l/sec である。

排気速度の測定は N_2 を流入しながら、磁場の強さ 1300 ガウス、陽極電圧 3000 V 、測定圧力 $10^{-4}\sim 10^{-7} \text{ mmHg}$ の条件で測定した。この結果は Fig. 4 に示してあるが、ほぼ 5 l/sec である。

Fig. 3 Two-gauge method for measurement of pump speed.

G.I.P. ; Titanium getter ion pump
B.A. ; Bayard-Alpert ionization gauge
C ; Capillary tube
L.V. ; Leak valve

Fig. 4 Pumping speed vs pressure
 $E=3000V$, $B=1300$ gauss

Table. 1 Pumping speed (l/sec) of titanium getter ion pump.

Gases	Hall ⁽⁵⁾	Varian recent data ⁽⁶⁾	Authors
N ₂		5	5(1×10 ⁻⁷ ~1×10 ⁻⁵ mmHg)
O ₂		2.7	
H ₂	11.5(2×10 ⁻⁷ mmHg)	10	
Air	10.5(1×10 ⁻⁷ ~1×10 ⁻⁵ mmHg)		
He	10.5(3×10 ⁻⁷ mmHg)	0.5	
A	9.5(2×10 ⁻⁷ mmHg)		

参考までに、VacIon ポンプについて発表されている値⁽⁵⁾⁽⁶⁾と比較してみると Table. 1 のごとくで、われわれの測定値は Varian 社が最近発表した値と一致している。

(2) 排気速度と磁場、電場の関係

このポンプをふつう使用するには、前にも記したように磁場の強さ 1000~1300 ガウス、陽電極圧 3000 V 程度が用いられる。しかし、磁場、電場の強さを増すと冷陰極放電が良く行われるので排気速度も大きくなることが期待される。そこで、電磁石を用いて磁場の強さを変

Fig. 5 Variations of pumping speed (S) with magnetic field (B) and electric field (E).

Fig. 6 Pressure in pump vs pump current
 $E=3000V$, $B=1300$ gauss

え、さらに陽極電圧も変えて排気速度を測定した。N₂ に対する測定結果の 1 例を Fig. 5 に示す。

陽極電圧が一定であると、磁場の強さが 2000 ガウス程度になると排気速度は飽和して変わらなくなる。また、われわれがふつうに使用している状態のほぼ 2 倍の 5000 V、2000 ガウスでも排気速度は約 1.4 倍で、そう大きくはならない。

最近になって、Jepsen⁽⁷⁾ が形状は異なるが、ほとんど同じ作動原理のチタン・ゲッター・イオンポンプにより、ここに述べたと同様な測定を行っているが、その結果とわれわれの結果は同じような傾向である。

(3) ポンプ放電々流と圧力の関係

このポンプの特徴の 1 つはポンプ内の冷陰極放電が圧力に比例して生ずることである。それゆえ、一定の磁場、電場のもとでは、ポンプの放電々流は圧力に比例する。Fig. 6 は、磁場の強さ 1300 ガウス、陽極電圧 3000 V のときの放電々流と圧力の関係で、良い直線性が成立っている。この関係を使うと、放電々流の値からポンプ内の圧力のおおよその値を知ることができる。

(4) えられた最高の真空度

ふつう、ポンプの到達真空度 (P_u) は次式できまる。

Fig. 7 Sealed out system of titanium getter ion pump.

G.I.P ; Ti getter ion pump

B—A ; Bayard—Alpert ionization gauge

F ; Electric furnace

$$P_u = Q/S$$

ここで、 Q はもり、放出ガスなどの原因により超高真空系に流れこんでくるガス量、 S はポンプの排気速度である。従って、ポンプ自身の到達真空度を求めるには Q をできるだけ少なくする必要がある。そのため、Fig. 7 のように、ポンプと B—A 型イオンゲージのみを含み、十分に清浄化の行える封じ切った超高真空系について測定を行った。それには、この封じ切った真空系を電気炉内で、チタン・ゲッター・イオンポンプを作動させながら 4～5 時間、350°C でベークし（この理由については次節で述べる）、同時に B—A 型イオンゲージを 60mA で 1～2 時間の電子衝撃して十分に脱ガスをしてから測定した。その結果を Table. 2 に示すが、われわれのえた最高の真空度は $(3 \sim 5) \times 10^{-10} \text{ mmHg}$ である。

このチタン・ゲッター・イオンポンプの主な特性は以上のものであるが、そのほかの特徴も含めて、ここでその特性を要約してみると次のごとくなる。

- (a) ポンプの作動範囲は $2 \times 10^{-2} \text{ mmHg} \sim 10^{-10} \text{ mmHg}$ の広範囲にわたっており、油回転ポンプでいどの真空度にて起動する。
- (b) 排気速度は $10^{-4} \sim 10^{-8} \text{ mmHg}$ の広い範囲で、ほとんど一定である。
- (c) われわれがこのポンプでえた最高の真空度は $(3 \sim 5) \times 10^{-10} \text{ mmHg}$ である。
- (d) このポンプはベークでき、しかもベークしながら

Table. 2 Best vacuum of titanium getter ion pump.

Test pump	Best vacunm (mmHg)
No. 1	4.5×10^{-10}
No. 2	3.3×10^{-10}
No. 3	4.0×10^{-10}

作動できる。これによりえられる真空度も上がるが、ベークにより永久磁石の強さはほとんど変化しない。

- (e) 作動中に大気圧に突然さらしても、また、停電のためポンプの作動が突然停止してもポンプは故障しない。
- (f) このポンプには作動液、加熱フィラメント、機械的に動く部分がなく、また冷却水や補助ポンプを連続して作動しておく必要がない。さらに、冷却トラップも不要で、ポンプを設置する場所や状態にほとんど制約がないので、非常に取扱が簡単で便利に使用できる。

3. チタン・ゲッター・イオンポンプの応用例

前節で、その特性を述べたチタン・ゲッターイオン・ポンプを用いて、ステンレス・スチール管を含んだ超高真空系を排気した実験結果を記す。

実験装置は Fig. 8, Fig. 9 に示してある。A V はアルパート・バルブで、ベークの後に超高真空系を封じ切るのに使用する。チタン・ゲッター・イオンポンプの使用条件は磁場の強さ 1300 ガウス、陽極電圧 3000 V である。また、ステンレス・スチール管は半径 12.5mm、長さ 300mm で、内容積は約 150c.c.、内面積は質量分析の分析管の約 $1/10$ をもつような引抜管で、ガラスとの接合にはコパールを使用した。

この実験装置で、ベークの程度を変えながら排気したときの結果を述べる。

(1) 100°C でベーク

排気曲線の 1 例を Fig. 10 に示す。まず、油廻転ポンプと油拡散ポンプで排気しながら超高真空系全体を電気炉で 3 時間程度 100°C にてベークし、系の温度を下げ

Fig. 8 Schematic drawing of ultra high vacuum system.

B—A ; Bayard—Alpert ionization gauge

A. V ; Alpert valve

G.I.P ; titanium getter ion pump

T ; Stainless steel tube

F ; Electric furnace

てからアルパート・バルブを締め、ポンプを作動したものである。このように、簡単なベークにより 10^{-7} mmHg の圧力は容易にえられる。

(2) 300°C でベーク

Fig. 11 は 1×10^{-5} mmHg の圧力のときベークをはじめ

Fig. 9 Photograph of ultra-high vacuum system including stainless steel tube.

Fig. 10 Typical pump down curve by titanium getter ion pump after bakeout at 100°C.

Fig. 11 Typical pump down curve involving bakingout.

めたものである。ベーク温度が高くなるにつれ圧力も上昇し、300°C では 1×10^{-3} mmHg になる。そのまま約 4 時間たもち温度を下げる。170°C 程度になると圧力も $(2 \sim 3) \times 10^{-5}$ mmHg になる。この状態でアルパート、バルブを締め、ポンプを作動すると $(5 \sim 8) \times 10^{-8}$ mmHg に急速に下がり、さらに 1 時間くらいで $(2 \sim 3) \times 10^{-8}$ mmHg となる。

この操作は超高真空質量分析計の分析部を排気する時と同じ条件であるがえられる圧力もほぼ同じであった

(3) 300°C でベークしながらチタン・ゲッター・イオンポンプを作動する。

ここまでの実験では、ベークしてからアルパート・バルブを締めて超高真空系を封じ切り、その後でゲッター・イオンポンプを作動している。ところが、注意して観察していると、ポンプを作動しはじめるときに一時的であるが相当に圧力が上昇し、その後に急速に排気され圧力が下がるのが認められる。これでは、せっかく長時間のベークにより充分な脱ガスを行った超高真空系も、ふたたびガスを吸着してしまうのではないかと考えられる。そこで、ポンプの作動をはじめた前後における系のガスを分析し、ゲッター・イオンポンプからガスが放出されるかどうかを確認してみた。その結果の一例は Fig. 12 に示してあるが、300°C にて 12 時間のベークを行った直後とその状態でポンプを作動し圧力を下げたときの残留ガスを分析したものである。もちろん、このときにもポンプの作動により一時的な圧力上昇がみられた。チタン・ゲッター・イオンポンプの作動により、作動前にみられた成分ガスはいずれも排気されて量を減じているが、そのほかに、前には認められなかった $M/e=42, 43$

Fig. 12 Mass spectrum of background gas, just after 300°C bakeout.

○ ; at $p = 1.8 \times 10^{-5} \text{ mmHg}$
(Ti G.I.P. off)
x ; at $p = 2.5 \times 10^{-5} \text{ mmHg}$
(Ti G.I.P. on)

および $M/e = 80, 82, 83, 84, 86$ が微量ながら検出された。これらは、以前の実験に使用した Kr がポンプに吸蔵されていて、作動時にポンプの電極部が電子もしくはイオン衝撃をうけたために放出されたのではないかと考えられる。

このような現象とその解釈は、トレーサー技術を用いて Kr—Ni 系のイオン・ポンプ作用を調べた Bartholomew らの最近の報告⁽⁸⁾ によっても支持されると思われる。すなわち、彼等も Kr^{85} は陰極に用いた Ni 板に電氣的排気作用により吸着され、しかも、表面内に透入して吸蔵されることを示しているからである。

こうしてゲッター・イオンポンプを使用するには、高温でベークしているうちに作動をはじめ、電極部などから放出されるガスをさきに除去しておいたほうがよいことがわかる。

そこで、ステンレス・スチールを含む系の排気でも、ベークしているときにポンプを作動しはじめる実験を試みた。Fig. 13 はこの一例であるが、ポンプを作動すると 300°C のベークでも圧力は $5 \times 10^{-6} \text{ mmHg}$ にたもたれる。ベークの終了の後、温度が 150°C 程度に下がると圧力も $(1 \sim 2) \times 10^{-6} \text{ mmHg}$ になる。ここでアルバート・バルブを締めると急速に $(2 \sim 3) \times 10^{-8} \text{ mmHg}$ となり、1時間位で $(3 \sim 4) \times 10^{-9} \text{ mmHg}$ に達する。

また、系のベークをはじめる前からポンプを作動した実験も行った。このときも Fig. 14 に示すように 300°C のベークで圧力は $(4 \sim 6) \times 10^{-7} \text{ mmHg}$ で、その後、

Fig. 13 Typical pump-down curve involving bakeout.

Fig. 14 Typical pump-down curve involving bakeout.

温度が 180°C 位に下がると $1.5 \times 10^{-6} \text{ mmHg}$ となる。この状態でアルバート・バルブを締めると、たちまち $(8 \sim 10) \times 10^{-9} \text{ mmHg}$ になり、さらに1時間くらいで $(2 \sim 3) \times 10^{-9} \text{ mmHg}$ がえられる。

このようにチタン・ゲッター・イオンポンプも含めて

超高真空計の脱ガスを行えば、ステンレス・スチールを含む系の圧力は比較的容易に 10^{-9} mmHg 台にできることが確かめられた。

なお、ベーク中にポンプを作動すると磁石も共にベークすることになる。そこで、永久磁石はベークのため、どの程度に磁場の強さが変わるかを調べた。300°Cにて6時間のベークを行った前後の常温における磁場の強さをフラクスメーターで測定した結果からは、実験誤差内では変化のないことがわかった。また、300°Cでベーク中にも磁場の強さは0.6%しか低下していないことも知られた。

(4) ステンレス・スチール管からの放出ガス

次に、ステンレス・スチール管からの放出ガスの組成および、どの成分ガスがチタン・ゲッター・イオンポンプで排気されるかを調べた結果を述べる。

質量分析計の試料導入部に前述のステンレス・スチール管を取りつけ、flow method により放出ガスの分析を行った。その結果を Fig. 15 に示す。A、B、Cはそれぞれステンレス・スチール管を常温、250°C、450°C にしたときの分析結果で、圧力は 1.2×10^{-4} , 1×10^{-3} , 2.4×10^{-3} mmHg である。これらの結果から、放出ガスの主成分は $M/e=28, 18, 2, 44$ (量の大きい順) であることがわかる。

Fig. 15 Mass spectrum of out gas of stainless steel tube at baking condition.

- A : Background
- B : Outgassing of stainless steel tube at 250°C
- C : Outgassing of stainless steel tube at 450°C

Fig. 16 Evacuation effect of titanium getter ion pump on the stainless steel tube, just after 10hr. bakeout at 350°C.

- ; at $p=1 \times 10^{-6}$ mmHg
(Ti G.I.P. off)
- × ; at $p=1.4 \times 10^{-8}$ mmHg
(Ti G.I.P. on)

また、Fig. 16 には、ステンレス・スチールからの放出ガスをチタン・ゲッター・イオンポンプで排気する前後において分析した結果を示した。これから、各成分ガスはほぼ同じような割合で減少していることがわかる。稀ガスは排気されにくいと思われるのにAはよく除去されるようである。A等に対する、このポンプの排気機構については今後の研究課題である。

以上はステンレス・スチールを含む超高真空系を排気した例であるが、このポンプによる排気が非常に有効と考えられるものに電子管の排気がある。次に、それを簡単に記す。

Fig. 17 は、大型 送信用 3 極管 (水冷管) 9 T 7 1 を従来の排気過程にチタン・ゲッター・イオンポンプを用いて排気した例で、tip off したときには、拡散ポンプを用いた場合より圧力を 1 桁程度下げられる。

そのほか、いろいろな送信管および、トリタン管、オキサイド管を含む各種の電子管の排気にこのポンプを使用した、いずれも好結果がえられた。

4. チタン・ゲッター・イオンポンプについて 興味ある現象

われわれが、このポンプを用いて実験しているあいだに気づいた興味ある現象のうち、いくつかを記してみる

(1) 電場、磁場の効果

チタン・ゲッター・イオンポンプを作動中に、陽極電圧を切り、陽極を接地すると、3~5分で真空系の圧力の上昇するのがみられる。ほとんど同じ現象は電圧を加

Fig. 17 Typical pump-down curve of transmitting tube 9T71. (American type 5770)
A ; by oil diffusion pump.
B ; by titanium getter ion pump.

Fig. 18 Effect of electric field and magnetic field applied on Ti getter ion pump for evacuation.

えたまま磁場を取り除いても生ずる。これらの実験例を Fig. 18 に示してある。この図にも示してあるが、磁場を除いた後に電圧を零にしても圧力の変化はみられない。ここに述べたと同じ現象は第7図の封じ切った系で圧力が $(1 \sim 2) \times 10^{-9}$ mmHg の状態でも認められる

(2) ガスの吸・脱着

このように、チタン・ゲッター・イオンポンプの作動を断・続すると、これにともない真空系の圧力も比較的確実やかに増、減する。そこで、質量分析計を用いてポンプに対する各種ガスの吸、脱着を調べてみた。

Fig. 19 は N_2 の例であって、分析計の検出部を調整し N_2 のピークに合わせ、分析管とポンプからなる系に N_2 を封入する。そうして、Static な状態でポンプの作動を断続したときの N_2 ピークの変化を追跡した。陽極電圧 (3300 V) を加えると N_2 ピークは減少し、電圧を除くと 2 ~ 3 分で作動前に近い値に戻る。

N_2 のほか、 H_2 , A, Kr などを用いた実験も行なったが、その結果からみると A, Kr はすこし異なる振舞いを示すようである。

しかし、この問題は重要と思われるので、さらに実験を重ねたうえで結論を出したいと考える。

Fig. 19 Evacuation and reemission of N_2 by titanium getter ion pump.

5. 結 語

ここでは、チタン・ゲッター・イオンポンプの特性と、その応用としてステンレス・スチールを含む超高真空系の排気を主として述べ、各種の電子管の排気および、このポンプの示す興味ある現象について簡単にふれた。

おわりに、かれわれは、この実験に対していろいろの御援助を賜った電気試験所、鳩山道夫物理部長、日本電気株式会社、西尾秀彦電子管工業部長に厚く御礼申し上げます。また、日本電気株式会社、矢崎氏をはじめ関係者各位、東北金属工業株式会社および実験を助力された東京理科大学実習生、渡辺悦氏に御礼申し上げます。

文 献

- (1) D. Alpert ; *Rev. Sci. Instr.* 24, 1001, (1953)
- (2) D. Alpert ; *J. Appl. Phys.* 24, 860, (1953)
; *Vacuum*, 9, 89, (1959)
- (3) たとえば ; L. Holland ; *J. Sci. Instr.*, 36, 105, (1959)
- (4) 川崎、杉田、藤永、後藤、甲斐 ; *真空*, 3, 96, (1960) ; 質量分析, No. 14., 21, (1960)
- (5) L. D. Hall ; *Rev. Sci. Instr.*, 29, 367, (1958)
; *Vacuum Symposium Transactions*, 158 (Pergamon Press, London, 1959)
- (6) Data sheet V-11402, Varian associates
- (7) R. L. Jepsen ; *Le Vide*, N° 80, 80, (1959)
- (8) C. Y. Bartholomev and A. R. Lapadula ; *J. Appl. Phys.*, 31, 445, (1960)