黒鉛陰極スパッタイオンポンプの 超高真空下の動作*

赤石 憲也**・久保田 雄輔**・浅野 正裕**・渡辺 伸二**

(受付1989年12月4日, 掲載決定1990年3月3日)

Operation of a Sputter Ion Pump with Graphite Cathodes in Ultrahigh Vacuum

Kenya AKAISHI**, Yusuke KUBOTA**,
Masahiro ASANO** and Shinji WATANABE**

(National Institute for Fusion Science, Nagoya 464-01, Japan)

(Received December 4, 1989, Accepted March 3, 1990)

1. はじめに

超高真空排気系は主ポンプと支援ポンプとから構成されることが多い。主ポンプで排気できない気体成分を支援ポンプに受けもたせ、全体として排気速度の低下を補い、到達圧力の改善を図るためである。スパッタイオンポンプ系ではTiサブリメーションポンプが支援ポンプとして最もよく用いられている。主ポンプと支援ポンプとでは各々が役割を分担し、真空装置の放出ガスを選択的に排気する。しかし各々のポンプにおいてTiの触媒作用に基づく気体の生成があり、全体としての系の実効排気速度はこの放出ガスの分だけ低下する¹⁾。従ってスパッタイオンポンプ系の到達可能な圧力限界は通常 1.3×10^{-9} Paのオーダーである。

最近 1.3×10^{-9} Paよりも1~2桁低い極高真空の必要性がいわれてきている。この目的達成のためには技術的には種々の解があるであろう。例えば支援ポンプをTiサブリメーションポンプから4 Kのクライオポンプに替えるのが一つの解となる²⁾。また最近では真空装置の材質をステンレス鋼からアルミ合金に替え、Tiサブリメーションポンプを77 Kに冷却することで、 1.3×10^{-11} Paの到達圧力が得られている³⁾。本研究では超高真空

装置におけるベーキング後の残留ガスの主成分が水素であることに注目し、水素を特によく排気でき、かつ反応生成ガスの放出が無視できるような、支援ポンプとしてのスパッタイオンポンプの可能性について考える。このためにはTiに替える新しい陰極材料の選定が要るが、ここではその一つの候補として黒鉛に着目する。

黒鉛は核融合プラズマ実験装置のプラズマ対向材料として最近使用されてきている。高融点材料であること、金属や酸素などの不純物の含有が少ないことなどの特長が黒鉛を採用する理由となっている。そしてプラズマ・壁相互作用の観点から、黒鉛への水素トラッピング特性、水素イオン照射による物理および化学スパッタリング特性などが詳しく調べられてきている⁴⁾。トラッピングは真空中で云うところの排気現象であるのに対して、化学スパッタリングは炭化水素ガスの放出現象である。後者はポンプのためには望ましくない現象である。ただし化学スパッタリングは黒鉛が200°Cを越える高温に熱せられるときはげしく起るが室温ではほとんど起きず、単に物理スパッタリングだけとなる^{4,5)}。一方水素トラッピングでは飽和トラッピング数は入射イオンのエネルギーに依存して決まるが、数 KeVの水素イオンの照射では飽和トラッピング数は 10^{18} H/cm²にも達する。黒鉛を陰極とするスパッタイオンポンプをつくるとすると、水素は陰極のイオン注入とトラッピングにより排気され

* 平成元年10月25日第30回真空に関する連合講演会で講演 (25Aa-11)

** 核融合科学研究所 (〒464-01, 名古屋市中区不老町)

Fig. 1 A schematic drawing of a Penning cell.

Fig. 2 A pumping system for operation test of a graphite ion pump. Here, PC: Penning cell, IG: B-A type ionization gauge.

ることが期待される。トラップが飽和に達したとき、水素の排気作用はなくなるが、 1.3×10^{-8} Pa の圧力でのイオンポンプの単位放電区間当りの放電電流が 0.1 nA 以下になることを考慮すれば、 10^{18} H/cm² のトラップ数に達するには長時間の放電の継続が要る。つまりこの支援ポンプを超高真空中で動作する限り、長時間水素排気用ポンプとして機能することが期待できる。

本研究では黒鉛についての真空特性に関するデータベースを用い、上述した考え方に依り黒鉛陰極スパッタイオンポンプを試作した。超高真空中で動作してみたので、実験の概要と結果について報告する。

2. 実験装置

製作したイオンポンプの概略図を Fig. 1 に示す⁶⁾。陰極は等方性黒鉛と呼ばれる ETP-10 (イビ電社) である。寸法は厚さ 0.5 cm、長さ 10 cm、幅 4 cm である。陽極は 304 ステンレス鋼製であり、8 区画のハニカム構造 (1 区画は 2.25×1.9 cm²) である。印加磁場は 900 gauss、陽極電圧は通常 +5 kV である。Fig. 2 にこのイオンポンプの動作テストのために用いた真空排気系の構成を略図

Fig. 3 A time evolution of total pressure in operation of the graphite ion pump at hydrogen gas admission. Here, DP: Penning discharge.

的に示す。イオンポンプのみを 250°C で 12 時間ベーキングしたときのターボ分子ポンプ系の到達圧力は 4×10^{-6} Pa である。導入ガスとして水素とヘリウムを用意したが、ヘリウムは陰極の放電洗浄用ガスであり、水素は排気作用のチェックのために用いた。

3. 放電実験

黒鉛陰極は 1.33 Pa の水素ガス中で長期間ベニング放電を続けたもの⁶⁾であるため、本研究ではイオン照射面を新しくするために、この電極板をひっくり返してベニングセル内に取付けた。ベーキング後 6.6×10^{-6} Pa の圧力で、5 kV の放電を行ってみた。放電開始と共に圧力バーストが頻繁に起り、平均的な圧力上昇は $\Delta P = 8 \times 10^{-7}$ Pa であった。明らかに残留ガスのイオン衝撃のもとでは、陰極表面からの吸着ガスの放出が存在し、容易には放出しきらないことが認められた。そこで陰極表面の洗浄のために、ヘリウムガスを 4×10^{-3} Pa まで導入し 3 kV の電圧で約 3 時間放電を行った。この前処理後は圧力バーストは全く起こらない静かな放電可能となった。その後 10^{-6} Pa の圧力の水素雰囲気中で 5 kV の放電を試みた。Fig. 3 はその結果を示している。放電 on 状態で黒鉛陰極からのガス放出があり、ポンプとして機能しないのがわかる。末に陰極の放電洗浄が十分でないと考えて、上述のヘリウム放電洗浄を 3 時間程度行っ

Fig. 4 A time evolution of total pressure in the Penning cell isolated from a turbomolecular pump.

た。この時放電パワー ($3 \text{ kV} \times 4 \text{ mA} = 12 \text{ W}$) の陰極への入力により陰極の温度上昇は約 100°C であった。

放電洗浄後再度イオンポンプを $4 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ の残留ガス下で起動してみた。しかし陽にはイオンポンプの排気作用は観測されなかった。排気作用が認められない原因が、ターボ分子ポンプとの併用排気のためではないか、と考えて分子ポンプに接続するメタルバルブをしばらく込んでイオンポンプを起動してみた。バルブが閉じられることによりイオンポンプの付いた真空空間は放出ガスのビルドアップにより上昇するが、ほぼ圧力上昇が飽和傾向を示した。時点で 5 kV の放電を on にした。結果を Fig. 4 に示す。明らかにこの条件のもとでは圧力降下が起り、残留ガスに対する排気が観測された。しかも陽極

電圧を 5 kV から低くしてゆくとき、図に示すように 1.2 kV のとき $1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ の最小到達圧力を得た。

4. 考察とまとめ

本研究では未だ予備的な実験結果しか得ていない。黒鉛スパッタイオンポンプの性能を十分評価できる段階ではない。今後の系統的な実験研究への指針がわずかながらであるが、示されたに過ぎない。

黒鉛の清浄化は重要であり、ポンプとしての機能を保証するためには、ヘリウム放電洗浄は有効な手段となり得るようである。高いヘリウムガスの圧力のもとでの放電では、放電パワーが陰極に投入されるので、ヘリウムの脱ガスのためにもこの放電条件は重要である。

$3 \text{ kV} \times 4 \text{ mA}$ の放電パワーでは陰極は 100°C の温度にまで加熱された。しかし残留ガス中での 5 kV 放電において、排気よりもガス放出を示すので、この程度の温度で洗浄に用いたヘリウムの陰極よりの脱ガスが十分行えたとは云い難い。

ターボ分子ポンプを切り離したときのイオンポンプの排気試験では、系内の残留ガスが確かにイオンポンプにより排気される。この現象は残留ガス分析計による観測によってより詳しく今後調べる必要がある。排気が始めて認められたことの原因としては、ターボ分子ポンプの背圧側から逆拡散により高真空側に供給される水素やヘリウムの流れが断たれるためと思われる。

〔文 献〕

- 1) K. Terada, T. Okano and U. Tuzi: J. Vac. Sci. Technol **A7** (1989) 2397.
- 2) 赤石憲也: 真空, **17** (1974) 90.
- 3) H. Ishimaru: J. Vac. Sci. Technol, **A7** (1989) 2439.
- 4) R. Yamada, N. Nakamura, K. Sone and M. Saidoh: J. Nucl. Materials, **95** (1980) 278.
- 5) 赤石憲也: 核融合研究, **55** (1986) 329.
- 6) 浅野正裕, 渡辺伸二, 久保田雄輔, 赤石憲也: 真空, **32** (1989) 394.