レーザ・イオン化法による圧力計測のための 極高真空装置の試作*

国分 清秀**・清水 肇**・一村 信吾**
川原 文雄***・近藤 実***

(受付1990年10月6日, 掲載決定1991年1月12日)

Extremely-High Vacuum System for the Pressure
Measurement Using the Laser-Ionization Method

Kiyohide KOKUBUN**, Hazime SHIMIZU**, Shingo ICHIMURA**
Humio KAWAHARA*** and Minoru KONDO***

** (Electrotechnical Laboratory, Umezono, Tsukuba)

*** (Anelva Co., Narusawa-mura, Minamitsuru-gun, Yamanashi).

(Received October 6, 1990, Accepted January 12, 1991)

1. はじめに

レーザ・イオン化を利用した圧力計測は, レーザ光照射によって生成される気体原子・分子イオンの量がその気体の圧力に比例するという原理に基づいている. この圧力計測法は, 自らがガス放出源となるような加熱部分がないこと, 軟X線効果が避けられ得ること等, 超高・極高真空領域の圧力計測に有利な特徴をもっている. 我々は, 現在までのところ, 10^{-7} Pa 台までの圧力に対して, その比例関係を確認している¹⁾. さらに, 超高及び極高真空領域までこの比例関係を実証するために, 到達圧力 10^{-11} Pa 台を目指した極高真空装置を試作した. その結果, 10^{-11} Pa 台の圧力 (エクストラクタ・ゲージによる) を実現することに成功した. 以下に, 試作した極高真空装置の構成, 作製方法, 排気特性及び残留ガス分析について報告する.

2. 作製方法

極高真空技術は, 確立された技術ではない. 現在, 極高真空技術に関して, その発生及び計測の面から, 盛ん

に研究がなされつつある²⁾. 極高真空発生に対する基本的な考え方としては, 真空容器壁 (ポンプ類のそれも含めて) からのガス放出を減らし, 排気ポンプの排気速度を大きくすること以外無いはずである. 容器壁からのガス放出を少なくする方策として, 容器表面の電解研磨, 複合電解研磨等の表面処理が, 主に行われている. 我々は, この方法を採らなかった. 我々の作製方法は, 以下の3点に要約できる.

- 1) 容器作製後 (フランジ類を溶接した後), 装置組立前に, 真空中で, 出来る限り高温で脱ガスすること. これは, 真空高温脱ガスによって, 容器材料中に含まれているガス類を, 予め, 徹底的に除去してしまおうという考え方による. 但し, 高温で脱ガスすると, ステンレス鋼の強度が低下してしまう. この点を考慮して, 結局, 800°C で, 4~5時間の真空脱ガスを行った.
- 2) 容器材の表面変質層の除去. 素材の表面は, 圧延等の工程により変質層が形成されている. このような部分は, ガス吸蔵源になると考えられる. このため, 表面切削によって, この変質層を取り除く. フランジ類は, その製作過程で必然的に表面切削が行われるので問題はない. 問題となるのは, 容器の筒状の部分である. 従って, 筒状に成形後 (フランジ

* 日本真空協会「極高真空技術」シンポジウム ('90) 及び第51回応用物理学会に於いて講演

** 電子技術総合研究所 (つくば市梅園 1-1-4)

*** 日電アネルバ (山梨県南都留郡鳴沢村 8532-28)

Fig. 1 Schematic diagram of the extremely-high vacuum system.

部はまだ熔接していない), 数10ミクロン以上, 容器表面の切削を行った。切削表面は, 12S仕上げ(平均粗さ12ミクロン)で, 切削後, トリクロル・エタンで脱脂洗浄を行っている。

- 3) 容器材として, ガス放出の少ない材料の使用。我々は, ガス放出(特に水素)が少ないと言われている日本鋼管製のSUS316L クリーンZ材を採用した。ただし, チタン・サブリメーション・ポンプの液体窒素用シュラウド部分は, 適当な板厚の鋼板を調達できなかったため, 通常のSUS316L材を使用した。しかし, 1)と2)の処理を同様に施した。

以上のように, 通常の表面切削以外, 特殊な表面処理を行わなかった。完成した装置を使用して測定した結果, 250°C, 24時間のベーキングによって, ガス放出速度として, $7.8 \times 10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の値を得ている。この値は, 従来のステンレス鋼のデータと比較して, 極めて優れた値であると思われる。

3. 装置の概要

Fig. 1に, 本装置の構成を示す。この真空装置は, メイン・チェンバー(上部フランジ径406φ, 容積約0.06 m³)とサブ・チェンバー(上部フランジ径305φ, 容積約0.03 m³)から成っている。両容器は, ゲート・バルブで仕切られている。サブ・チェンバーには, アングル・バルブを介して, 排気速度が180 l/sと150 l/sの2台のターボ分子ポンプ(TMP)がタンデムに連結しており, これにロータリ・ポンプ(RP)がつながる。これらが, 本装置の粗引き排気系を形成する。一方, メイン・チェンバーの上部には, 液体窒素シュラウド付チタン・サブリメーション・ポンプ(TSP)が取り付けられている。このポンプで, 最終段の排気を行う。本装置に

Fig. 2 Pumping characteristic of the extremely-high vacuum system.

は, イオン・ポンプは設置されていない。

本装置は, ゲート・バルブを閉じることによって, メイン・チェンバー下部に最終的に 10^{-11} Pa 台以下の圧力を得ようとするものである。エクストラクタ・ゲージは, メイン・チェンバーに, そして四重極質量分析計は, サブ・チェンバー上部に取り付けてある。なお, 現段階では, フランジ部は, ゲージ類を除いて, すべてブラנק・フランジで塞いであり, レーザ・イオン化実験用のビュー・ポート類は取り付けしていない。

4. 排気特性及び残留ガス分析

Fig. 2は, 300°Cで, 48時間ベーキングを行った時の排気特性である。この真空装置は, 大気開放後, 排気を開始してから約24時間後に, 10^{-7} Pa 台の圧力に達する。更に圧力が $5.5 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ まで下がった所で, 300°C, 48時間のベーキングを行った。ベーキングは, 装置全体をオープン(Fig. 1の点線部)で覆って(但し, アングル・バルブと2台のTMPを除く)行えるようになっている。ベーキング後の自然冷却によって, 圧力は $7.8 \times 10^{-9} \text{ Pa}$ に達する。ここで, TSPを約5分間蒸発させて働かせると, $7.0 \times 10^{-10} \text{ Pa}$ の圧力に到達した。

Fig. 3 Residual gas mass spectrum at 7.8×10^{-9} Pa after 300°C, 48 hours baking.

Fig. 5 Residual gas mass spectrum at a pressure lower than 1×10^{-10} Pa.

Fig. 4 Residual gas mass spectrum at 7.0×10^{-10} Pa.

更に TSP のシュラウドに液体窒素を注入したところ、系の圧力は、エクストラクタ・ゲージが“0”を指示する所まで下がった。この指示値“0”は、デジタル型及びアナログ型の両方のコントローラで確認した。この段階では、TMP の上のアングル・バルブは、まだ開いたままである。ゲージの指示は0であるが、時々有限な信号が 1×10^{-10} Pa 以下の圧力領域に現れた。ゲート・バルブを閉じると、指示値は“0”に張り付いたままで、このような不規則な信号は現れなくなった。

エクストラクタ・ゲージの圧力測定限界は、 1×10^{-10} Pa である。従って、我々の得た圧力が本当に 10^{-11} Pa 台に達しているかどうかは、議論の余地があるであろう。しかし、上述のエクストラクタ・ゲージの指示値の挙動で見ると、 10^{-11} Pa 台に達しているように思われる。

Fig. 3, Fig. 4 及び Fig. 5 に、それぞれベーキング後、TSP 作動中、及びシュラウドへの液体窒素注入後の残留ガス分析を示す。図で、横軸は質量数 (m/e)、縦軸は質量分析計の出力信号 (任意単位) を表す。ベー

キング前での残留ガスは、殆ど18 (水と思われる) であったが、ベーキング後は、Fig. 3 に見られるように、2 (水素) が主となり、18は16より少なくなる。TSP を稼働させると (Fig. 4)、2 と18は一層減り、相対的に16が目立つようになる。更に、シュラウドに液体窒素を注入すると (Fig. 5)、2 は減少するが、16は僅かに減少するだけである。但し、Fig. 4 の縦軸感度は、Fig. 3 のその10倍、Fig. 5 の縦軸感度は、Fig. 4 のその2.5倍である。この16は、15、14、13等を伴わないこと、また、排気の各段階で常にほぼ一定量存在することから、四重極質量分析計で発生するとされている原子状酸素と考えられる。

5. 結 び

真空容器表面の特殊な処理無しで、真空高温脱ガス、表面変質層の除去、及び低放出ガス材料の採用という独自の方法により、 10^{-11} Pa 台の極高真空を実現することに成功した。今後、TMP の大型化等によって、更に装置の改善を進める予定である。

なお、極高真空装置の作製方法に関し、日立機械研究所の尾高憲二、上田新次郎の両氏、並びに早稲田大学大島忠平教授より、貴重なご意見をいただいた。また、装置運転に関しては、当所表面制御研究室の方々の多大なご協力をいただいた。ここに、深く感謝の意を表する次第です。本研究は、科学技術振興調整費に基づいて行われた。

〔文 献〕

- 1) 国分、一村、橋詰、清水：真空，33 (1990) 104.
- 2) 例えば、第37回応用物理学会「極高真空」シンポジウム予稿集 (1990)。