種々の形状の“Ta/Ti”カソード対の 二極型イオンポンプのアルゴン排気特性*

吉村長光**・小原健二**・安藤一郎**・平野治男***

(受付1991年11月29日, 掲載決定1992年5月9日)

Ar-pumping Characteristics of Diode-type Sputter Ion Pumps with Various Shapes of “Ta/Ti” Cathode-pairs

Nagamitsu YOSHIMURA, Kenji OHARA, Ichiro ANDO and Haruo HIRANO

(JEOL Ltd., 1-2, Musashino 3-chome, Akishima, Tokyo 196, Japan)

(Received November 29, 1991, Accepted May 9, 1992)

Ar-pumping characteristics of diode-type sputter ion pumps with various shapes of “Ta/Ti” cathode-pairs were measured by an orifice method. Every pump had 30 anode cells (ϕ 24 mm, 28 mm in length) and 0.15 T of magnetic flux density at the center of the discharge area. The Ar-pumping speed of the pump of a “flat Ta/flat Ti” cathode-pair was about 13 l/s in the 10^{-5} Pa range. On the other hand, the Ar-pumping speeds of the pumps of a “holed Ta on flat Ti/flat Ti” cathode pair and of a “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair were both about 23 l/s in the 10^{-5} Pa range. The pump of a “slotted Ta on flat Ti/slotted Ti on flat Ti” pair showed the Ar-pumping speed as 24~25 l/s, which was a slightly higher than the speed of the pump of the “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair. The N_2 -pumping speed of the pump of the “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair was measured as about 50 l/s in the 10^{-6} Pa range and about 55 l/s in the 10^{-5} Pa range. Therefore, the Ar-pumping speed was as high as 42% of the N_2 -pumping speed for the pump of a “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” cathode-pair.

1. 序

Hall¹⁾がスパッターイオンポンプを発明して以来、イオンポンプは高温でベークできる、そして振動のない超高真空用ポンプとして広く利用されてきた。

オージェ電子分光装置やX線光電子分光装置では、深さ方向の表面分析のためにArイオン銃が使用されるので、これらの装置に使用されるイオンポンプには、Arガスに対して大きな排気速度と排気容量を持たせる必要がある。Brubaker²⁾はTiがスパッタされる電極とArイオンがTiゲッターで埋め込まれる電極とを別個に

した三極型イオンポンプを発表した。三極型ポンプはArガスに対して高排気速度と高排気容量を示すが、構造が複雑であり、暗電流が流れやすいという欠点がある。Jepsen et al.³⁾は二極型ポンプのTiカソード板にスロットを切ることによってAr排気速度が大きくなり、Ar不安定性が解消することを示したが、そのAr排気性能は三極型ポンプに比べると劣っている。

二極型イオンポンプのカソード対にスパッタ率の異なるゲッター金属の組合せを用いる差働型イオンポンプがTom et al.^{4,5)}, Vaumoron et al.⁶⁾, Baker et al.⁷⁾によって報告された。“Ta平板/Ti平板”カソード対の差働二極型ポンプはスロット切りTiカソード対の二極型ポンプに比べてより高いAr排気性能をもっているが、三極型イオンポンプに比べるとそのAr排気性能はまだ劣っている。Komiya et al.⁸⁾は小さな孔が多数あけられたTa板

* 平成3年10月30日第32回真空に関する連合講演会で講演

** 日本電子株式会社 (〒196 東京都昭島市武蔵野3-1-2)

*** 現所属, ㈱三幸エステート (〒558 大阪市住吉区長居東4-5-1)(当時は日本電子㈱に所属)

の下にTi平板を裏打ちした合板カソードをもつ二極型イオンポンプがArに対して十分に大きな排気速度を有していることを報告した。しかしながら、カソード対の両側に高価なTa板を用いるので比較的原価が高い。

我々は放電室の中心で0.15 Tと比較的高い磁束密度をもつ二極型イオンポンプに異なつた形状の“Ta/Ti”カソード対を用いて、Arガスに対する排気速度を測定し、比較した。

2. 種々の形状の“Ta/Ti”カソード対の二極型イオンポンプ

ペニング放電による排気特性は放電領域における磁束密度とアノード電圧、そしてアノード円筒セルの寸法、特にその内径に強く依存している。そして、二極型ポンプのAr排気性能はカソード板の材料の組合せとその形状によると考えられる。本実験においては、共通のポンプ容器/放電室(310 mm×100 mm×60 mm)に対して、形状の異なつた“Ta/Ti”カソード対の4種類のポンプ素子組立を順次取り替えて、Arに対する排気速度を測定した。アノードセル(φ 24 mm, 長さ28 mm, 30個)やアノード/カソード間のギャップ(10 mm),そして磁石組立(中心磁束密度で0.15 T)やアノード電圧(6.5 kV)などは全てのポンプ素子組立において同じであった。

Fig. 1に磁石組立の磁極間における磁束密度分布を示す。Fig. 1に見られるように、放電領域の中心で0.15 Tの仕様磁束密度が得られている。中心点からx軸に沿って100 mm離れた点における磁束密度の低下は約7%であり、中心点からy軸に沿って40 mm離れた点で0.1 T以上の磁束密度が得られている。

Fig. 2(a)～(d)に形状の異なつたカソード対の4種類のポンプ素子を示す。(a)の“Ta(平板)/Ti(平板)”

カソード対のポンプはAr排気速度の基準値を与える標準ポンプとしてそのデータを採用した。(b)の“Ta(多孔)(Ti平板で裏打ち)/Ti(平板)”カソード対はKomiya et al.⁸⁾が報告した両側のカソードが共にTa(多孔)(Ti平板で裏打ち)のカソード対を参考にしたものだが、片側にTi(平板)を用いることによって、“Ta/Ti”差働型の効果が期待された。(c)の“Ta(スロット)(Ti平板で裏打ち)/Ti(平板)”カソード対はTi/Ta差

Fig. 1 Distribution of magnetic flux density in the pole-gap of the magnet assembly.

Fig. 2 Various shapes of “Ta/Ti” cathode pairs.

(a) “Flat Ta/flat Ti” cathode pair, (b) “holed Ta on flat Ti/flat Ti” pair, (c) “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair, and (d) “slotted Ta on flat Ti/slotted Ti on flat Ti” pair.

Fig. 3 (a) Holed and (b) slotted cathodes.

働型^{4,5,6,7)}, Jepsen et al.³⁾のTi スロット切り型, そして Komiya et al.⁸⁾のTa (多孔) 型の長所が組み込まれていると考えられる。(d)は“Ta (スロット) (Ti 平板で裏打ち)/Ti (スロット) (Ti 平板で裏打ち)”カソード対を示す。このカソード対は(c)の“Ta (スロット) (Ti 平板で裏打ち)/Ti (平板)”カソード対よりさらに大きなAr 排気速度を示すだろうと期待された。

Fig. 2(b)のTa カソードの多孔の配置をFig. 3(a)に示す。集中的にイオンスパッタを受けるカソードの位置(アノードの中心軸に対応する位置)はTa 平板になるように多孔が配置されている。Fig. 2(c)のTa 板と(d)のTa 板とTi 板のスロットの配置をFig. 3(b)に示す。比較的幅の広いスロット(幅2 mm)がアノード円筒の周辺部に対応する位置に切られている。

3. 排気速度の測定

Fig. 2 に示した各々のカソード対をもつポンプ素子を順次共通のポンプ容器に組み込んで、Ar 排気速度を測定した。実験真空系をFig. 4 に示す。ポンプ素子を組み込んだイオンポンプは口径3.3 mm のオリフィスをとおしてターボ分子ポンプ(公称N₂ 排気速度300 l/s)で排気され、ベーク(300°C, 24時間)された。ベーク後ポンプ壁が約80°C以下になってから、イオンポンプを作動させた。Ar 排気速度の測定はイオンポンプを約24時間動作させてから開始した。測定直前のポンプ側の圧力は各々のカソード対のポンプにおいて10⁻⁸ Pa オーダであった。

Ar に対する排気速度はオリフィス法で測定した。各々のカソード対のポンプにおけるAr 排気速度の測定において、ターボ分子ポンプの実効排気速度を一定にしておこなった。すなわち、金属バルブ(公称全開コンダクタンス120 l/s)の状態を全閉の状態からトルクレンチ用の手動回転レバーを一回転した状態(実効コンダクタン

Fig. 4 Experimental setup for measuring pumping speed characteristics.

スは約5 l/sと推定される)を保って、ニードルバルブからAr ガスを導入して、オリフィスのイオンポンプ側圧力を設定した。

オリフィスのポンプ側の圧力はスード型のB-A ゲージ(トリアコートイリジウムフィラメント)で、ガス導入側の圧力はガラス管球型のB-A ゲージ(タングステンフィラメント)で測定した。Ar 圧力測定においてはB-A ゲージ間の相対感度補正とAr ガスに対する感度の補正をおこなった。すなわち、二つのB-A ゲージ間の相対感度補正では、各ポンプにおける一連の測定後において、イオンポンプをoffにし、さらに金属バルブを閉じて、系における排気作用をほぼ零にして、二つのゲージの平衡指示圧力を測定し、各々のゲージに対してそれらの指示圧力の平均圧力となるように補正係数を求め、排気速度測定時の指示圧力に各々の係数を乗じた。Ar ガスの感度補正では、Ar ガスに対する電離確率を考慮して、ゲージの指示圧力に補正係数0.71を乗じてAr ガス圧力とした。また、3.3 mm 口径のオリフィスのコンダクタンス(室温時)はN₂と空気に対しては1 l/s, Ar に対しては0.84 l/sとした。

圧力を設定するためにニードルバルブを調整したが、その後原則として2~3時間はニードルバルブをそのままにして、十分にガスを排気した後の飽和排気速度を測定した。各々のポンプにおける一連の測定は2日間、約32時間にわたって、Ar ガスを流し続けながら行った。各々のカソード対におけるAr 排気速度特性をFig. 5 に示したが、線図における圧力はこのようにして測定した、一点圧力放置の最終時点での圧力である。さらに詳述すれば、各々のカソード対における一連の測定において、左端の最初の測定点はほぼ一点圧力を約3時間保持した後の測定点であり、左端から二番目の測定点はニードルバルブを調節した後、約14時間(一晩中)経過した後の測定点である。三番目以降の測定点は各々の圧力点を2~3時間ずつ保持した後の測定点である。

今後Fig. 2(a)~(d)の各々のカソード対を次のように簡単に呼ぼう。(a)“Ta (平板)/Ti (平板)”カソード

Fig. 5 Ar-pumping speeds of the respective pumps with various cathode pairs.

(×) “Flat Ta/flat Ti” cathode pair, (●) “holed Ta on flat Ti/flat Ti” pair, (○) “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair, and (+) “slotted Ta on flat Ti/slotted Ti on flat Ti” pair.

対, (b) “Ta (多孔)/Ti (平板)” カソード対, (c) “Ta (スロット)/Ti (平板)” カソード対, (d) “Ta (スロット)/Ti (スロット)” カソード対. (a) の “Ta (平板)/Ti (平板)” カソード対の Ar 排気速度 (飽和値) は 10^{-5} ~ 10^{-4} Pa オーダにおいて 12~14 l/s であった. 一方, 他の三つの差働型カソード対のポンプの Ar 排気速度は 10^{-5} ~ 10^{-4} Pa オーダにおいて 22~25 l/s であり, (a) の “Ta (平板)/Ti (平板)” カソード対の排気速度の約 2 倍の排気速度を示した. これらのカソード対において, (b) の “Ta (多孔)/Ti (平板)” カソード対と (c) の “Ta (スロット)/Ti (平板)” カソード対の Ar 排気速度 (飽和値) は 22~23 l/s でほぼ同等であると言える. 一方 (d) の “Ta (スロット)/Ti (スロット)” カソード対の Ar 排気速度 (飽和値) は約 25 l/s であり, (b) と (c) のカソード対と比べると約 10% ほど大きい値を示した.

Ar に対する排気速度は一般に Ar ガスの全排気量 (積算値) と共に低減する傾向がある. Fig. 6 の特性は全 Ar 排気量対 Ar 排気速度特性であるが, これは, Fig. 5 の特性から全排気量を積算して求めたものである. “Ta (平板)/Ti (平板)” カソード対のポンプでは, 積算 Ar 排気量 50 Pa.l から徐々に Ar 排気速度が減少し, 100 Pa.l からはさらに急速に Ar 排気速度が減少する傾向がみられる. 一方, 他の三つのタイプのカソード対では

Fig. 6 Ar-pumping speeds of the respective pumps with various cathode pairs as a function of total evacuated Ar.

(×) “Flat Ta/flat Ti” cathode pair, (●) “holed Ta on flat Ti/flat Ti” pair, (○) “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair, and (+) “slotted Ta on flat Ti/slotted Ti on flat Ti” pair.

200~300 Pa.l の Ar 排気量に達しても, Ar 排気速度は全て 24~22 l/s を維持しており, 減少する傾向は見られない.

これらのカソード対のポンプのポンプ電流対圧力の特性を上述の Ar 排気速度特性の測定の際に同時に測定した. 測定結果を Fig. 7 に示す. 線図の圧力は圧力設定後約 2~3 時間放置した最終時点におけるイオンポンプ側の圧力 (Ar 補正值) である. 線図に見られるように, イオン電流対圧力の特性は 4 種類のカソード対の全てのポンプではほぼ同じであり, 10^{-5} ~ 10^{-4} Pa オーダで圧力とはほぼ正比例の関係を示している.

Fig. 2 の (b), (c), (d) のポンプのうちでは, (c) の “Ta (スロット)/Ti (平板)” カソード対が最も製造コストが安く, 実用的と考えられた. このカソード対のポンプの N_2 と空気に対する排気速度を測定した. 最初の圧力上昇過程においてニードルバルブからガスを導入することによってオリフィスのイオンポンプ側の圧力を段階的に上昇させ, 次の圧力降下過程において圧力を段階的に低減した. ニードルバルブを調整して圧力を設定した後, 約 20 分間ニードルバルブをそのままにして放置した. Fig. 8 のデータはこの約 20 分間放置した最終時点での測定値であるので, かなりのガス量を排気した後のデータと言えるだろう. それでも, 線図に見られるように, 圧力上昇過程の方が大きい排気速度を示している. このヒステリシス現象は N_2 ガスにおける方が, 空気におけるよりも大きかった. N_2 排気速度は圧力上昇過程

Fig. 7 Ion current characteristics.

(×) “Flat Ta/flat Ti” cathode pair, (●) “holed Ta on flat Ti/flat Ti” pair, (○) “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” pair, and (+) “slotted Ta on flat Ti/slotted Ti on flat Ti” pair.

において、 1.3×10^{-7} Pa における 50 l/s から 10^{-5} Pa オーダにおける 95 l/s まで徐々に増大した。圧力降下過程においては、排気速度の低減は比較的小さく、 5×10^{-4} Pa で 60 l/s, 1×10^{-5} Pa で 55 l/s, そして 1×10^{-6} Pa で 40 l/s であった。一方、空気排気速度は圧力上昇過程において、 1.3×10^{-7} Pa における 43 l/s から 10^{-5} Pa オーダにおける 85 l/s まで徐々に増大した。圧力降下過程においては、排気速度の低減は比較的小さく、 4×10^{-4} Pa で 70 l/s, 1×10^{-5} Pa で 65 l/s, そして 1×10^{-6} Pa で 55 l/s であった。

4. 結 び

“Ta (スロット) (Ti 平板で裏打ち)/Ti (平板)” カソード対と $\phi 24$ mm のアノードセル 30 個から成るイオンポンプは Ar, N₂, そして空気に対して 10^{-5} Pa オーダ

Fig. 8 N₂-pumping speeds (○) and air-pumping speeds (●) of the pump of the “slotted Ta on flat Ti/flat Ti” cathode pair.

で、各々約 23 l/s, 55 l/s, そして 65 l/s の飽和排気速度を示した。従って、 10^{-5} Pa オーダにおいて、このポンプの飽和 Ar 排気速度は飽和 N₂ 排気速度の約 42% であり、十分に大きかった。“Ta (スロット) (Ti 平板で裏打ち)/Ti (スロット) (Ti 平板で裏打ち)” カソード対のポンプはさらに約 10% 大きい Ar 排気速度を示した。

〔文 献〕

- 1) L. D. Hall, Rev. Sci. Instrum. **29**, 367 (1958).
- 2) W. M. Brubaker, AVS 6th National Symp. Trans. (1959) p. 302.
- 3) R. L. Jepsen, A. B. Francis, S. L. Rutherford, and B. E. Kietzmann, AVS 7th National Symp. Trans. (1961) p. 45.
- 4) T. Tom and B. D. James, AVS 13th National Symp. Trans. (1966) p. 21.
- 5) T. Tom and B. D. James, J. Vac. Sci. Technol. **6**, 304 (1969).
- 6) J. A. Vaumoron and M. P. De Biasio, Vacuum **20**, 109 (1970).
- 7) P. N. Baker and L. Laurenson, J. Vac. Sci. Technol. **9**, 375 (1972).
- 8) S. Komiya and N. Yagi, J. Vac. Sci. Technol. **6**, 54 (1969).