LaB_x をスパッタコーティングした真空容器の排気特性*

虫明 基**・赤石 憲也***・森 貴叙***

久保田雄輔***・船戸 康幸****・本島 修***

(受付1992年12月4日, 掲載決定1993年4月3日)

Pumping Characteristics of a LaB_x Coated Cylindrical Vacuum Vessel

Motoi MUSHIAKI**, Kenya AKAISHI*** Takahiro MORI***

Yusuke KUBOTA*** Yasuyuki FUNATO**** and Osamu MOTOJIMA***

**(Department of Physics, Kawasaki Medical School, Matsushima, Kurashiki 701-01)

*** (National Institute for Fusion Science, Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya 464-01)

**** (Suzuka College of Technology, Shiroko-cho, Suzuka 510-02)

(Received December 4, 1992, Accepted April 3, 1993)

1. はじめに

最近, 天体物理学の分野で大型レーザー干渉計を用いた重力波検出実験計画¹⁾が進行している. この計画では, 干渉計の光学系を収納するために直径約1 m, 長さ数 km の真空ダクトを建設し, ダクト内は最終的に10⁻⁶ Pa 以下に保つことを予定している. 更に光学系の調整時には, 大気曝露と排気の頻繁な繰返しを想定している²⁾. この様な真空条件に対して通常行われているベーキング処理を適用することは, 効率, 経済性等を考慮すると実際上容易でない. 一方真空容器壁のガス放出率低減に関しては, 従来からベーキングに替わる方法として表面改質の考え方がある. 具体的には, BN 析出ステンレス鋼³⁾や TiN コーティング⁴⁾などが提案されている. 本研究は我国の重力波検出計画の一環として開始され, レーザー干渉計収納用真空ダクトの高速排気を目的としている. そして表面改質の立場から, 新しく六硼化ランタン (LaB₆) を真空ダクト内面の成膜材料候補として

提案した. この材料に着目したのは, 核融合プラズマ実験装置においてジボランを用いた表面改質の試み⁵⁾が始まったことによる. このボロン膜の作用を理解するために, 固体ボロンおよび LaB₆ を材料として蒸着膜を作成し, 水蒸気に対する低減作用を調べた. その結果, これらの膜が有する作用を排気速度で評価すると約 5 m³/s・m² という大きな値になることがわかった^{6,7)}. 従って, これらを材料とする成膜が可能となれば, 低残留ガス真空容器の実現が期待できる.

本研究の当面の目標課題は, 直径15 cm, 長さ1 m の SUS316 ステンレス鋼パイプの内面に, スパッタリングにより一様な厚さで薄膜をコーティングし, その真空排気特性を調べることである. 今回はこれに先立って, ガラス放電管内で LaB₆ をターゲットとするスパッタリングを実施し, 成膜前と後で測定した真空排気特性について報告する.

2. 実験装置

実験装置は熱陰極を備えた直流プラズマ源, コーティング用円筒真空容器, 一對の円形磁場コイル, プラズマ収束用磁石及び真空ポンプから構成されている. 装置の概略を Fig. 1 に示す. 円筒真空容器は, 直径16 cm, 長

* 平成4年10月28日第33回真空に関する連合講演会で講演

** 川崎医科大学物理教室 (〒701-01 倉敷市松島)

*** 核融合科学研究所 (〒464-01 名古屋市中種区不老町)

**** 鈴鹿高専 (〒510-02 鈴鹿市白子町)

Fig. 1 Schematic diagram of the apparatus.

さ50 cm で、 LaB_6 のスパッタリング過程を目視観察するためにパイレックスガラス管を用いた。

3. 実験結果および考察

排気特性の測定は次の手順に従って行った：①成膜前の大気圧からの排気（室温26°C，湿度80%）②プラズマ生成とスパッタリング③スパッタリング終了後の到達圧力の確認④大気曝露と排気（2回繰り返し，2回とも室温25°C，湿度70%）である。この内スパッタ中を除く全排気過程で，全圧と四重極マスフィルターによる残留ガスのイオン電流を時間経過と共に測定した。

スパッタリングの実施に当たっては，プラズマを生成するためにアルゴンガスを 5.5×10^{-2} Pa の圧力で真空容器に導入した。アルゴンプラズマは，磁場コイルで作られる弱いミラー磁場（中心軸上で 4×10^{-3} T）により成膜用真空容器内に導かれ，次に容器底部に配置された LaB_6 ターゲットに向かって収束磁場で曲げられる。プラズマ源の放電電圧，放電電流は各々300 V，3 A で，ターゲットはアースに対して-150 V にバイアスされている。ターゲットの個数は成膜容器の長さによって決められ，収束用磁石の位置をスパッタリングに合わせて順次移動させる。今回は2個のターゲットを使用し，スパッタリングは各々100分間継続した。ターゲットへの流入電流は平均70 mA であった。作成された LaB_6 薄膜の膜厚は，マイクロバランスで測定したAl基板の重量変化から算出した。基板はターゲットに対向する壁面上に管軸に平行に配置した。得られた膜厚は，ターゲット直上

Fig. 2 Pumping characteristics of the vacuum vessel under five different conditions: (1) before the coating, (2) right after the coating, (3) after the first exposure of the vessel with the coating to the atmosphere, (4) after the second exposure and (5) before the coating in another experiment. Time was measured from the starting point of each pumping process.

で $0.64 \mu\text{m}$ ，2個のターゲットの真中に対応する位置で $0.59 \mu\text{m}$ であった。膜厚の信頼性は，予備実験で光干渉計でも同時に測定して，両者が10%以内の誤差で一致することを確認している⁸⁾。

Fig. 3 Behaviors of the residual gases: (a) before the coating, where $\triangle$, $\circ$, $\square$ are marks for data in this experiment and $\blacktriangle$, $\bullet$, $\blacksquare$ are those in another experiment shown in Fig. 2, (b) right after the coating and (c) after the exposure of the vessel with the coating to the atmosphere.

真空排気特性を Fig. 2 に示す。この図から成膜後の到達圧力が成膜前に比較して約 1/2 に減少していることがわかる。我々がこれまでに行った実験の内、ほぼ同じ条件で大気曝露した成膜前のガラス管の排気曲線を比較すると、同じ排気時間での圧力のばらつきは最大±25%

である。例として室温27°C、湿度77%の条件の下で成膜前のガラス管を排気したときの全圧変化と残留ガス測定結果を各々 Fig. 2 と Fig. 3(a) の中に示す。上記の圧力減少は、測定のばらつきから明確に区別できる変化である。また Fig. 3(a), (b) の残留ガスの挙動をみると、成膜による全圧の減少は、ほぼ水蒸気の減少と対応しているといえる。この到達圧力減少の機構としては、成膜壁で発生した排気作用、膜によるガス放出抑制作用あるいは両者の複合作用が考えられるが、先ず膜による排気作用を仮定して現象を整理してみる。壁での排気速度 S_f は、成膜前後で圧力平衡式を作ることにより、次式で与えられる。

$$S_f = S_p(p/p' - 1) \quad (1)$$

S_p は使用したターボ分子ポンプの窒素ガスに対する実効排気速度 ($S_p = 0.16 \text{ m}^3/\text{s}$)、 p と p' は成膜前後の水の分圧である。 p と p' に測定値を代入し、成膜壁の面積 A ($A = 0.174 \text{ m}^2$) を考慮すると、 $S_f/A = 4.5 \text{ m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ が求まる。この値は、森等⁷⁾が LaB_6 蒸着膜で水に対して得た排気速度 $4.9 \text{ m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ にほぼ等しい値である。

次に圧力減少原因が膜のガス放出抑制作用であると仮定すると、薄膜による管壁のガス放出抑制率を R とし、成膜前後の圧力平衡式から(1)式に対応して、

$$R = 1 - p'/p \quad (2)$$

を得る。測定結果を代入すると $R = 0.56$ となる。この結果によると壁からのガス放出はまだ続いており、成膜を更に進めてガス放出を抑制できる可能性が残されていることになる。

成膜した容器の大気曝露後の排気特性に付いては、Fig. 2 に示されている様に、成膜前と比較して排気時間の経過と共に圧力低下が速くなる。成膜を実施せず放電のみ行った容器を大気曝露した場合にはこのような変化は見られなかった。 $1.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ の圧力に到達するまでの所要時間で比較すると、成膜後は成膜前に比べて排気時間が約 1/4~1/5 に短縮されている。また大気曝露後の2回の排気特性の間には差が認められず、Fig. 3(c) に示された残留ガス分析結果にも差がない。これは、大気曝露により薄膜が水や酸素の吸着で飽和してしまい、壁には最早排気作用が無く、従って排気時間の短縮は、薄膜表面が水の吸着に対して不活性化された効果によると推測できる。ベーキングしない大規模真空ダクトの高速排気の観点からは、排気所要時間の短縮は好都合なことなので、膜を水や酸素の吸着に対して更に不活性化することが望ましい。そのために、例えば LaB_6 をターゲットとする窒化膜の形成が考えられるが、今後の検討課題である。

4. ま と め

円筒真空容器内壁に、 LaB_6 をターゲットとするスパッタリングにより薄膜をコーティングした。この真空容器の排気特性を測定し、以下の結果を得た。

(1) スパッタリングで作成した LaB_6 膜は、残留水蒸気に対して蒸着膜と同程度の低減作用を有することが確認された。この作用を排気速度で評価すると $4.5 \text{ m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。

(2) 成膜した容器を大気曝露した後においても、排気所要時間の短縮が認められた。大気曝露と排気は2回連続して実施したが、排気特性に差は認められなかった。

謝 辞

実験に当たって御助力頂いた核融合科学研究所技術部江崎和弘氏に深く感謝致します。

〔文 献〕

- 1) R. E. Vogt: *Proc. Sixth Marcel Grossman Meeting on General Relativity (1991, June, Kyoto)* ed. H. Sato and T. Nakamura (World Scientific, Singapore) in press.
- 2) 小川雄二郎, 斉藤芳男, 堀越源一: 真空, 35 (1992) 76.
- 3) M. Tosa and K. Yoshihara: *Vacuum*, 41 (1990) 1873.
- 4) S. Komiya, N. Umezu and C. Hayashi: *Thin Solid Films*, 63 (1979) 341.
- 5) J. Winter: *J. Nucl. Mater.*, 162-164 (1989) 713.
- 6) 森 貴叙, 赤石憲也, 久保田雄輔, 本島 修, 船戸康幸, 虫明 基, 花岡 裕: 真空, 35 (1992) 642.
- 7) T. Mori, K. Akaishi, Y. Kubota, M. Mushiaki, Y. Funato, Y. Hanaoka and O. Motojima: to be published in *Proc. Twentieth Int. Vacuum Congress Eighth Int. Conf. Solid Surfaces, The Hague 1992*, *J. Nucl. Mater.* (1993).
- 8) M. Mushiaki, K. Akaishi, T. Mori, Y. Kubota, Y. Funato and O. Motojima: to be published in *Proc. Twentieth Int. Vacuum Congress Eighth Int. Conf. Solid Surfaces, The Hague 1992*, *Mater. Science and Engin. A* (1993).