研 究

オメガトロンによる Ti イオンポンプの不活性ガスに対する排気能*

藤 永 敦**・後 藤 正 之**・花 坂 孝 雄**

(昭和36年8月12日受理)

A Study on Adsorption and Desorption Characteristics of Ti-Ion Pump for Inert Gases by the Omegatron Type Mass Spectrometer

Atsushi FUJINAGA, Masayuki GOTOH and Takao HANASAKA

(Research Laboratory, Mitsubishi Elec. mfg. Co. Ltd., Amagasaki, Japan.)

The ion pump having titanium plane cathodes and operating with Penning's cold discharge principle was constructed. The magnetic flux was 1,200 gauss and the high voltage between electrodes was about 4KV. Its characteristics in reference to adsorption and re-desorption were measured especially for noble gases such as argon and helium. The instability for argon was also found in the same way as other papers had described. The omegatron type mass spectrometer, which had been developed at our laboratory, was used for analysis of desorption, and re-desorption of argon and helium from an ion pump after pumping operation had been stopped. The variations of speed of exhaust for such noble gases are described and our consideration for pumping mechanism is discussed.

1. 序 言

真空装置の応用は管球工業のみに止まらず、冶金、蒸着、乾燥等で有力な武器となり、界面物性、核物理研究にも不可欠であって、それらの工業、実験装置に使われている真空部分によって、全体の成果が左右されることがしばしばある。そのため、真空に対する要求も高まり、真空技術も年々進歩している。近年のイオンポンプ¹⁾の発達により、高真空から超高真空領域で拡散ポンプを使うことの必然性はなくなり、不要の油蒸気の害は大きく減少した。更に大気圧から、水流ポンプや absorber 等によって 10^{-3} mmHg 程度の真空を作り、油回転ポンプを駆逐しようとする試みもあり²⁾、真空技術が従来やや機械的であったのにくらべ、化学・物理的に発展している感を受ける。イオンポンプのポンプ作用は、化学的、物理的な吸着によるとされており、系内のガス分子は、ポンプ表面にとじ込められているからその吸着、再放出には注意を払う必要があり、特に結合の弱

いと思われる不活性ガスについてその振舞いを調べるのは重要と思われる。以下に、Penning 型放電による Ti 陰極の sputter を利用する型のイオンポンプの、吸着・再放出特性の一端を報告したい。

2. 実験装置

a) 装置の block diagram

真空系・測定系の概観を Fig. 1 に示す。真空系は排気速度の測定のために Bayard-Alpert 形真空計2個をそなえ、その間にはコンダクタンスの計算された細い ($9.75\text{mm}\phi$, 305mm long) ガラス管でつながっている。1端には測定にかかるイオンポンプ、他端に内部のガス分析のためのオメガトロン型質量分析計³⁾と、ガラス毛细管によるリークが付けられ、適宜内部にガス導入を行う。測定後はガスバーナーにより、リークを閉じる。測定回路は、各器具の電源部と、イオンポンプの放電電流や B-A 真空計、オメガトロンのイオン電流測定用の微小電流測定回路よりなっており、オメガトロン用には振動容量電位計が用いられた。イオンポンプの電源は 4KV の高圧であるが、特別な安定回路は使っていない。そのため、商用電源の変動の影響を受けるから、異

* 昭和36年4月1日応用物理関係連合講演会にて講演

** 三菱電機研究所 (尼崎市南清水字中野80)

Fig. 1 Block diagram of experimental apparatus.

なる時刻の測定値の比較は完全にはできない。しかし、変動による性能の変化は変動分と同程度、すなわち±10%以内と思われる。本報告の場合には排気速度そのものの精密測定ではないので、安定化は行なわなかった。

b) オメガトロン²⁾

イオンポンプからのガスの再放出特性を調べるには、系内の全圧を知るだけでは不十分で、各成分にわけて測定する必要がある。そのために、当所で製作されたオメガトロン形の分析計が使用された。分析計は電子ビームよりコレクター迄の距離 9mm、約 20mm 角の分析室を持つ box 型の簡単なものであって、磁界 3000 gauss 電子電流 4 μ A、高周波電圧 1V r.m.s を基準として動作させており、分解能は M/e 44 に対して約 15 であって (実験値)、CO₂ と A が分解できる。無論 M/e が減少すれば分解能は向上する。この条件では、理論的な分解能も 15 程度であって、実験値と良い一致を見せている。

c) 排気速度の測定法

B—A 真空計 (1)(2) の装着点 A, B での圧力を P_A, P_B とし、その間のコンダクタンスを G_{AB} とすると、リークからポンプに流れる気体量 Q は

$$Q = G_{AB} (P_A - P_B)$$

よって B 点での排気速度 S_B は

$$S_B = G_{AB} (P_A/P_B - 1)$$

ポンプの排気速度 S_P は、B 点とポンプの間のコンダクタンス G_{BP} を考慮して

$$S_P = \frac{S_B G_{BP}}{G_{BP} - S_B}$$

となる。この測定法は、内外各所で行われている⁴⁾が、我々の場合、 G_{BP} の計算には誤差が多く入るので、主として結果は S_B で示した。

d) 真空計の諸問題

排気速度の測定には、圧力比 P_A/P_B が必要であるから、B—A 真空計の相互校正を必要とする。我々の場合はポンプを止めて、その時は系内のどこでも等圧である

として補正を行なった。真空計のポンプ作用、ガス放出作用が著るしければ、上の仮定はなり立たないし、排気速度も誤差が増えよう。我々の真空計にどの程度ポンプ作用、ガス放出作用があるかは不明であるが、ポンプ作用については、Alpert による計算と実験⁵⁾では、不活性ガスに対し、電子電流 10mA の時 0.02 l/s、活性ガスに対し 1 l/s 程度とのことであり、織田氏⁶⁾によれば N₂ ガス、電子電流 1mA にて 0.01 l/s、He では $4 \sim 6 \times 10^{-4}$ l/s 程度とのことである。我々は真空計の電子電流を 100 μ A で使用しているので、ポンプ作用はイオンポンプにくらべて一応考慮の必要が無いと思われる。これはまた、リークを開けた状態でポンプ動作を止めると、最初の 10 秒位からは、直線的に真空計の指示圧力が増えることから確かめられる。この際、2 個の真空計の指示は、一定の開きを示しており、これが感度比と考えられる。またリークを閉じた状態でポンプ動作を止めると、系内、ポンプの放出ガス、リークなどで圧力は次第に上昇するが、この時も最初の数 10 秒以後は、真空計の指示は一定の比率をもって上昇していく。

これらの校正の際に得られた曲線の一例を、Fig. 2 と Fig. 3 に示しておく。Fig. 2 はリークのある時、Fig. 3 はリークを閉じた際のものであって、いずれも $t=0$ にてポンプを止めている。この際、回路的に数秒は電圧が残っているので、ただちにポンプ作用がなくなる訳ではない。なお、同じ寸法で作られた B—A 真空計も、ここに見られるようにかなり相互に異っており、同一のものでも経時変化を示すようであり、絶対測定の難かしさを思い知らされる。この管球の公称感度は 10 (mA/mA ·

Fig. 2 Pressure increase after pump off and sensitivity difference between two gauges. (with He leak)

Fig. 3 Outgas after pump-off and sensitivity difference between two gauges.

mmHg) である。

3. 実験

a) 排気速度

測定された排気速度の一例を Table. 1 に示す。これから、活性ガスの排気速度も場合によって異なるが、不活性ガスでは、場合による違いが非常に大きいことが判る。不活性ガスの面への吸着能力は小さく、消極的なものと思われるので、それだけ表面状態によって大きく左右されるものであろう。He の場合は特に、活性ガスを導入していて、のち He に置換した場合は大きな排気能を示し、リークをあけて直後または A から置換された時は排気能が小さい。

つぎに不活性ガスの排気速度の時間的変化をみると、Fig. 4, Fig. 5 に示すごとくである。Fig. 4 は He の場

Table 1 Examples of speed of exhaust for various gases.

Gas	Pressure at point B [Torr]	Speed of Exhaust [l/sec]		Remarks
		S _B	S _P	
N ₂	2.8×10^{-5}	1.6	≈ 2.8	after replacing Ar by He. after replacing air by He.
	1×10^{-6}	2.1	4.6	
Air	4.7×10^{-6}	1.8	3.5	
	2.1×10^{-3}	2.3	5.8	
He	3.3×10^{-6}	0.39	0.41	
	2.6×10^{-3}	1.62	1.9	
Ar	2.1×10^{-5}	0.27	0.3	
	1.9×10^{-6}	1.26	2.1

Fig. 4 Decrease in speed of the pump for helium.

Fig. 5 Instability in speed of the pump for argon.

合で、最初空気から置換された時は、1.5 l/s 程度であるが、2時間ほどの間に 0.6 l/s 程度に低下する。再び空気に置換すれば、大体元の値に回復するから、ポンプが不活性ガスにたいしてのみ性能を低下していることが判る。Fig. 5 は Ar の場合であって、周期的に排気速度が大変化する。これについては同様な報告⁷⁾もあり、後でもう一度ふれてみたい。なお、この様に急激な変化があると、測定に誤差が出やすいので、その点御断わりしておきたい。

b) 再放出

omegatron による観察では、稀ガスは明かな再放出を示す。He, Ar などをポンプが経験していると、かなり以前のものであっても再放出が行なわれる。再放出されるのは、吸着量からみるとわずかであるが、ポンプの高電圧を止めるとただちに再放出するから注意が必要である。たとえば Fig. 6(a) は、以前に Ar を吸着させたポンプ系内での、B—A 真空計の新フィラメント点火によるガスのスペクトルである。これをポンプで引いていると、(b)のごとくに、さらに真空計フィラメントを消すと (c)のごとくなる。ここでポンプを止めた時の放出ガスのスペクトルを、(d)、(e)に示す。これはそれぞれ、停止約 5 分後と約 15 分後である。アルゴンの再放出がはっきり判る。He の場合も、とくに示さないが再放出は明らかであった。また、Fig. 7 はアルゴンの再放出のみを omegatron で追ったもので、20 分位で一応飽和する。この時ポンプを動作させると急激に吸着され、切れ

Fig. 6 (a) Outgas from B—A gauge new filament.

Fig. 6 (b) Spectrum during pumping.

Fig. 6 (c) Residual gas after B—A filament off.

ば直ちに再放出する。これからみて、放電による分子の励起または電離が、不活性ガスの排気に重要な役を果していると思われる。

4. 考 察

不活性ガスの排気機構についての文献の多くは、排気がイオンの陰極への埋め込みによることを示唆している。Brubaker⁷⁾ はアルゴンの排気に関しては種々の実験を行ない、陰極の改善によって排気速度が上昇し、丁度内部で発生したイオンに匹敵する数が吸着されるとし、埋め込みと、それに続く deposit の上塗りによって排気が行なわれろとしている。そして補助陰極によってアルゴンの排気の不安定も除かれることを示している。また Blodgett 等⁸⁾ は、熱陰極と陽極、並びにそれらを取りかこむ円筒形のイオンコレクター電極を持つ器具により、熱電子による A イオンが負のコレクターをたたくようにし、その後コレクターを調べることによって、コレクター 端部の sputtered deposit の中から多くのアル

Fig. 6 (d) Re-desorption of argon (5 min later from pump stop).

Fig. 6 (e) Re-desorption of argon (15min later from pump stop).

ゴンが検出されたと報じ、ポンプ作用は deposit がアルゴンを閉じ込めるのであろうと述べている。陽極からもわずかなアルゴンは検出されたとのことである。我々の実験におけるアルゴンの振舞いを見ると、排気の最高の場合、イオン当りの吸着アルゴン量は約 $1/6$ 、周期的に放出される量は 1 周期の間に吸着する量の約 $1/20$ 、また、ポンプを止めた時の再放出量は、それ迄に吸着した全量の約 10^{-4} と思われる。再放出量の割合は、吸着全量か

Fig. 7 Re-desorption of argon by omegatron.

らみれば極めてわずかであるし、吸着全量がふえれば、割合はなお低下しよう。

一方兼松氏⁹⁾は He に関する実験で、かなりの部分が陽極に吸着されていることを示している。またアルゴン同様の不安定性が、He でも存在することを発見しているが、周期はかなり長いとのことであり、我々の2時間ほどの実験では、これは発見できなかった。我々の場合、He の排気が最も高能率の時は、He の1イオン当り大体1個の He が吸着されている。因みに空気ではイオン当り1〜1/2が吸着されるようである。

これらの諸点から、不活性ガスの排気機構を考慮すると、排気は主として準安定原子、イオンによる表面吸着と思われる。そして吸着原子は、sputter 物質によって上塗りされる。陰極ではイオンがたたき込まれ、中央部では陰極の浸蝕のために再び開放されるが、周辺部では対陰極からの deposit でおおわれるから、安定に排気される。陽極では準安定原子による吸着と deposit による上塗りによる排気が行なわれ、陽極の役割は活性ガスにたいすると同様に重要と思われるが、化学結合は起こらないから、上塗りされない間は、再放出の可能性を常に有している。ここで問題となるのが、陰極に吸着されたイオンの一部であって、中央部と周辺の中間には、浸蝕 (erosion) と隆起の境界が存在し、この境界が周辺部に片寄ると、今までガス原子を閉じ込めていた部分が浸蝕されはじめて、原子を開放する。今、ポンプ内の圧力が放電形態に変化を及ぼし、圧力上昇が放電領域を広げるように働くとすると、(これはポンプの圧力-放電電流の関係と、視察によって、ある程度確かめられる) 圧力上昇は一度陰極面に閉じ込めた原子の一部を開放し、さらに圧力上昇をまねくであろう。この過程は活性ガスでも当然起きるであろうが、活性ガスでは圧力上昇に伴う sputter の増大が直接、排気の増大に結び付き、発展を喰い止めると考えられる。不活性ガスでは sputter 物質は、主として上塗りとして働くのみであろうから、状態は異ってくる。実験に見られるアルゴンの不安定性は、このように考えられる。ある限界圧力以上のアルゴンが不安定を示すことなく排気されるという報告¹⁰⁾は、放電形態と不安定性との関連を示すように思われる。

5. ま と め

不活性ガスの排気については未知の面も多く、理論的解析も不十分のようである。示されたいくつかの事実と内外の諸報告から、主として実験的立場で一応の機構を考えてみた。活性ガスと不活性ガスで排気の主な場所は、それぞれ陽極と陰極と考えられるが、そのみでなく、活性における陰極、不活性における陽極の役割も大きいと

思われる。不活性ガスが陰極で排気されるならば、同程度以上の排気が当然活性ガスにおいても期待されてよい。また不活性ガスが陰極のみで排気されるという説は、陰極において deposit のたまる部分が実際あまり大きい割合ではないこと、イオンの大部分は陰極の中央部をたたく故、埋め込まれても再開放されるだろうことを考え、また He などでイオン当り殆んど1個の原子が吸収される時があることを考えると、ありそうに思われない。He と アルゴンでは排気機構に根本的な違いはないと思われるが、両者の質量や大きさの相違が、埋め込みと内部への拡散、sputter 量などを異ったものにして居り、そのために一見かなりの差があるように見えるのだと思われる。アルゴンの不安定性を、陰極面での吸着と放電形態の変化に関連して説明したが、これについては今後、より確実な実験を行なう必要があると考えている。また、このような不安定性や、再放出のゆえに、この形のポンプを、動作動質量分析計や、管球の排気行程 (特にガス封入管) に用いる場合は、充分の注意が必要である。

終りに、ポンプの性質についていろいろ有益な御助言を頂いた大阪市大の兼松助教授、測定に関して助力頂いた稲山、藤原の諸氏に感謝する。

〔文 献〕

- 1) L. D. Hall : *Rev. Sci. Instr.* 29, 367 (1958)
R. L. Jepsen : *Le Vide* No. 80, 80 (1959)
- 2) H. L. Caswell : *Vacuum Symposium Transactions* 66 (1959)
- 3) Alpert and Buritz : *J. Appl. Phys.* 25, 202 (1954)
兼松 太 : 質量分析 No. 14, 48 (1960)
小林、谷田 : 真空 2, 260 (1959)
- 4) Zaphiropoulos and Lloyd : *Vacuum Symposium Transactions* 307 (1959)
- 5) Alpert : *J. Appl. Phys.* 24, 860 (1953)
- 6) 織田善次郎 : 真空 3, 240 (1960)
- 7) Brubaker : *Vacuum Symposium transactions* 302 (1959)
- 8) Blodgett, Vanderslice : *J. Appl. Phys.* 31, 1017 (1960)
- 9) 兼松 太 : 昭和35年12月3日真空協会関西支部研究部会にて講演
- 10) Jepsen, Francis 他 : *Vacuum Symposium Transactions* (1960)