研 究

オメガトロンのイオン散逸防止の新しい方法*

藤 永 敦**・花坂孝雄**・山下安雄**

(昭和38年3月16日受理)

A New Trapping Method for the Improvement on Sensitivity of the Omegatron

Atsushi FUJINAGA, Takao HANASAKA and Yasuo YAMASHITA

(Physics Department—II, Research Laboratory of Mitsubishi Electric Corporation, 80 Nakano, Minami-Shimizu, Amagasaki, Japan)

A type of the omegatron with an additional electrode inserted between the shielding-box and the electron target was developed for the purpose of the improvement on sensitivity according to the earlier experimental results and a new trapping method was tested.

Positive potentials were applied to the beam-forming and the additional electrodes in order to produce an electric field in the shielding-box available for the prevention of the loss of resonant ions in the axial direction. Two holes made in the shielding-box for electron beam were widened to 2×2 mm in size for the easier penetration of the field.

This new trapping method produced good result on sensitivity as the hf (high frequency) voltage decreased. Most ions could be collected under the weak hf field so that the sensitivity varied slightly with the increase of the hf voltage from a certain value of it. Such a tendency is desirable one for the qualitative analysis of partial pressure.

The bad effect on resolution as had always originated from the other trapping method was scarcely found by the application of the new trapping method, the higher resolution was therefore attainable without rapid drop in sensitivity and masses up to $M=42$ could be separated completely from the neighboring masses. A typical spectrum showing mass selectivity is illustrated in this paper.

1. 序 言

真空を利用して、ある研究なり作業なりを行なう際には、その目的に対して充分良い真空状態が作られていることを確かめておく必要がある。そのためには系内のガス分析を行なって、内部の気体組成を把握しておかなければならない。近年この種のガス分析に適した簡易形の質量分析計が多く考案開発され実用化されつつある。それらは、その用途からして真空分析計 (vacuum analyzer) と呼ばれており、高周波電界のみによって分析を行なうもの、定常電界と高周波電界を併用するもの、磁界と高周波電界によるものなど、動作原理もさまざまである。これらの形には分解能や感度、分析部の大きさ、

測定質量範囲などに一長一短があるので使用目的に応じて選びわけることが必要となる。我々は上記の諸点を勘案した結果、比較的一般性を有するものとしてオメガatronを選んでその開発を進めてきた。オメガatronは真空分析計としては分解能も良く、また感度も良好であって、 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-10}$ Torr の圧力領域のガス分析に最適である。管球は小形軽量であり、真空系への取り付け、取りはずしが簡単に行なえる。動作に磁石を要するので設置場所を考慮する必要のあること、そのため管球の取り付け方向に注意を払う必要が生じることが唯一の欠点といえよう。

当初 H. Sommer¹⁾ によって製作されたオメガatronは均一電界を得る目的で8枚の guard ring を使用していたが、その後 D. Alpert²⁾ によって guard ring

** 昭和37年11月20日 京都会場における真空に関する連合講演会にて一部を講演
三菱電機(株) 研究所(尼崎市南清水字中野 80)

のない簡易形が作られ、彼らはそれによって高真空系の残留ガス分析を行ない、Heの透過に関する知識を得た。そのほかガス分析は各所で行なわれており、真空系⁵⁾やブラウン管内部⁴⁾の気体成分に関する情報が得られている。またオメガトロンはリークデテクタとして用いることもできるので、とくにそのような用途に向くように製作された例⁵⁾もある。我が国でも小林・谷田⁶⁾の研究や兼松⁷⁾の研究が発表されている。本報告では、おもに管球の分析室の軸方向両側面からの電圧によるイオンの散逸防止効果について述べる。なお、実験に使われた管球はすべて guard ring のない簡易形のものである。

2. 動作理論

理論的な事柄は多くの文献に見られるが、一応まとめておく。熱陰極 (Fig. 1 の F) からの電子流は磁界の方向に沿って電極 G₁、分析室 B、電極 G₂ の孔を通り抜けて電子ターゲット T に流れ込む。分析室の中では電子流によって管内気体分子がイオン化されるが、この時磁界と直角方向に高周波の電場をかけると、特定の質量電荷比を持つイオンのみがサイクロトロン共鳴を起こして電界からエネルギーを受け取り、しだいにスパイラル状に加速されてイオンコレクターに達することができる。イオンの質量と電界、磁界の間には

$$\frac{m}{e} = \frac{B}{\omega_{hf}} = \frac{B}{2\pi f} \quad (1)$$

m ……イオンの質量, e ……イオンの電荷

B ……磁界の強さ, ω_{hf} ……高周波電界の角周波数

f ……高周波電界の周波数

なる関係があるので、 B と f からイオンの質量電荷比を知ることができる。なお、本報告中の基本式は、すべて MKS 単位系とする。

実際のオメガトロンでは電子ビームによる空間電荷やトラッピング電圧の影響を受けて共振周波数が(1)式からずれる可能性がある¹⁾。これは実験的にも認められ、圧力やトラッピング電圧の変化によって共振周波数の移動が生ずる。この時は実効的な磁界の強さがやや変わったと見なせば(1)式が近似的に使用できる。実効の強度は、二三のピークの相対関係から、それらの質量を推定して(1)式に代入することによって簡単に求まるから、周波数のずれは実用上は差しつかえはない。

つぎにオメガトロンの理論的分解能は

$$\rho = \frac{m}{\Delta m} = \frac{ReB^2}{2mEm} \quad (2)$$

R : 電子ビームトイオンコレクターの距離

E_m : 高周波電界の振幅

で示される。また共振イオンがイオンコレクターに到達

するまでの飛行距離は

$$L \simeq 2R\rho \quad (3)$$

共振イオンの飛行時間は

$$\tau \simeq 2RB/E_m \quad (4)$$

一回転ごとの半径増加は

$$\Delta R \simeq \pi R/2\rho \quad (5)$$

と表わされている。しかし、これらの式はいずれも共振イオンが発生するや否や振幅 E_m なる高周波電界で加速されたと考えて近似的に導かれる式である。実際には管球内部の高周波電界は場所的に不均一であって、その上電子ビームの空間電荷の影響もあるから、共振イオンが一定回転ごとに必ず(5)式の如き半径増加を行なうとは考えられず、これらの式がイオンの振舞を正しく記述しているかどうかにはいささか疑問がある。

イオンがイオンコレクターに到達するまでには、さまざまな障害があるから、すべてが利用できるわけではない。まずイオンは熱運動をしているので、その磁界方向の速度成分のために散逸してしまう。この種の損失に基ずく捕集率を α としよう。つぎに回転途上での気体分子との衝突、散乱が予測されるから、それに関する捕集率を β とする。そのほかにも予期せざる電界の影響や電子との再結合による損失などが考えられるので、これら評価が困難なものを総合して一応 η と置くことにすると、総合の捕集率 Σ は

$$\Sigma = \alpha\beta\eta \quad (6)$$

となる。

α に関しては兼松が計算⁷⁾しており、我々も同様な方法を利用して調べた⁸⁾が、それらによると、熱運動が方向性を持たないとして、ふつうの使用状態では

$$\alpha = \frac{l}{2vt} \quad (7)$$

l : イオンコレクターの長さ v : イオンの速度

t : イオンの飛行時間

になる。ここで t は理想的なオメガトロンでは(4)式の τ と考えてよいが、実際には τ より大きな時間となることが予想される。また β は

$$\beta = \exp(-L/\lambda) \quad (8)$$

L : イオンの飛行距離, λ : 平均自由行程

と表わされる。

(1)式と(2)式を実用に便利な単位であらわすと

$$\frac{M}{e} = 1.52 \times \frac{B}{f} \quad (9)$$

$$\rho = 4.79 \times 10^{-5} \times \frac{ReB^2}{ME_m} \quad (10)$$

となる。 M の単位はイオンの分子量、 e は電荷数でふつう $e=1$ としてよい。 B は gauss, f は kc, R は cm, E_m は V/cm である。我々の管球では(10)式は

Fig. 1 A sketch diagram of omegatron.

Fig. 2 Cut view and potential distribution of omegatron.

$$\rho = \frac{648}{M V_{hf}} \dots \dots \dots (1)$$

となる。 V_{hf} は高周波の電圧(実効値)で単位はボルトである。

3. 管球の構造

管球内部の電極は相互に絶縁して組み立てる必要があり、相互位置も正確でなければならないので、我々はガラスビードでお互いに固着したものをステムにマウントする方法をとっている。このため高周波ボンパードには不向きになったが、管球全体を均一に 450°C まで加熱してガス出しすることはできる。

内部の構造は Fig. 1 に示すごとくである。一般のものと異なっているおもな点は分析室(B)と電子ターゲット(T)の間に一枚の電極(G_2)が挿入されていること、フィラメントがレニウム単線であること、高周波印加用電極(HF)が二枚あって、平衡出力を加えることもできるこ

となどである。電子ビームを通過させる孔は G_1 と G_2 のものが、1×2mm、分析室のものは 2×2mm で、いずれも角形である。電子ビームの断面の形や、その中の電流密度分布は管球の特性に深く影響しているの、これらが管球によって違わないようにすることが望ましいが、ビームは磁界によって集束力を受けているから、その形状は本質的にフィラメントと G_1 の孔の形で決まってしまう。そこで我々は直線状のフィラメントと角形の穴によってビーム寸法を定めることによって、組み立て誤差がビーム形状に及ぼす影響を少なくすることを狙った。また分析室の孔はビームの大きさに較べて著しく大きい、これは軸方向からの散逸防止効果を有効ならしめるためである。この孔の形は円形でも差しつかえない。

イオンコレクターは 15×2mm であって電子ビームから 8mmのところにある。(7)式からわかるように熱運動に基づく損失に関しては、コレクターの長さが長ければそれだけ感度が増大するので、我々の管球では一般のものより長いものとしている。分解能やバックグラウンド電流への悪影響はとくに認められなかった。

分析室の大きさは 18(電子ビーム方向)×22×21mm である。組み立て誤差を考慮して、分析室の大きさにはややゆとりを持たせている。

4. 電極の材質と、汚染に関する問題

文献によると、オメガトロンの電極材料としては、Pt-Ir 板⁹⁾、Au-Pt 板¹⁰⁾、Cu-Ni 板²⁾ などが使用されている。われわれは金メッキされた Mo 板と、非磁性ステンレス板(SUS 27)を比較した結果、現在はステンレス板を採用している。材質はもっぱら汚染されにくいものを選択する必要があるが、化学結合による汚染を防ぐには、ステンレス板は適当なように見受けられる。

電極にいかなる材料が使われても油脂類の物理吸着によって絶縁層が生じると管球動作は不良になる。真空系においては、まず拡散ポンプ油の逆流に注意を払う必要があるが、幸いなことにこの種の蒸発潜熱の大きな凝縮性の蒸気は逆流にきわめて多くの時間を要する¹¹⁾。ふつう真空系においては油のこの性質が知らず知らずに利用されていて、系内の油蒸気の分圧を低めている。われわれの実験においても、油の源である拡散ポンプとオメガatron管球の距離は約 1m あり、油がこの距離を逆流してくるには数ヶ月から数年近い歳月を要するので測定に際して汚染の障害を受けたことはほとんどない。しかしポンプと管球が近接している場合や、不適当なベークアウトが課された場合には油の急速な侵入が生じて系内は油蒸気で満たされ、管球は汚染される。われわれも、管球を不注意に加熱して、動作を不良にした経験を持っている

が、その理由は管球の比較的近傍まで侵入していた油蒸気が、局部的なベークアウトによって管球電極に付着したためと考えられる。それゆえ電極ガス出しのためのベークアウトは、やるとすれば徹底的になされるべきであって、不徹底なベークアウトによって汚染が促進される場合があることも知っておく必要がある。

電極表面に生じた絶縁層をとり除くには、高周波加熱によって電極を 900°C まで加熱することが有効とされ、この目的には Pt-Ir 板が最適といわれている⁹⁾。われわれも今後とも電極の材質や支持方法には検討を加えて高周波加熱に耐えるものを作りたいと考えている。しかし高周波加熱を行なうためには前もって系内の油蒸気を徹底したベークアウトで除いておかないと、汚れた管球の再生は一時的なものとなり、かつオメガトロンのガス組成と真空系のガス組成は対応しないものとなる。それゆえ再生の手続きは比較的にめんどうである。さらに管球の材質や構造の変更に伴う価格の点まで考慮すると、汚染が大きい系で管球を使う際は、適当な構造の管球を通常の真空計と同じように取り換えて使用の方が実状に則しているとも考えられる。オメガatronは小形軽量であるので取り換えには便利である。

5. 測定装置と計測の問題点

イオンコレクターからの出力イオン電流は $10^{-11}\sim 10^{-15}\text{A}$ といほどの微小なものである。測定には振動容量電位計が用いられているが、その入力インピーダンスは非常に高く、静電誘導や入力ケーブルの過渡的なわみなどによって生じた電荷が測定に大きな不安定をおよぼす。このためわれわれは入力ケーブルは高絶縁度のものを短かく切って使っており、ケーブルと管球イオンコレクター接続部はアルミ箔でシールドし、それらが相対振動やねじれを起こさないように全体を一つの台の上に設置している。これらの注意は微小電流計測に際して常に心掛けるべき点であるが、もし不完全であると記録は安定性を欠き、近くを人間が通っても指示がみだれたりする。測定のはじめにこれらに気を配っておけば、あとの計測は安定した状態でスムーズに行なうことができる。

管球電極電圧や電子電流の変動があると正常な測定は望めないのでわれわれは実験当初、変動を除くために、電源には電池を使用していた。しかし電子電流は、このような消極的な手段では安定できないことが判明したので、現在はサイラトロンによる電子電流制御回路を備えた専用の電源を使用しており、これによって安定な動作が得られている。

高周波発振器は、帯域 $30\text{kc}\sim 5\text{Mc}$ の自動走査形と、 $10\text{kc}\sim 5\text{Mc}$ の手動走査形を併用している。両者とも出

力は安定化され、最大出力は 4Vrms である。これによって質量数 $1\sim 150$ (又は 300) の分析を行なっている。

磁界は、ポールピース $60\text{mm}\phi$ 、ギャップ 36mm の永久磁石によっており、磁束密度は約 $3,300\text{ gauss}$ である。中心から半径 10mm の範囲内ではよい均一度を持っており、われわれの管球が電子ビームの通過に有利な構造をとっていることもあって、磁界の調整は非常に簡単となった。

オメガatronで質量スペクトルを画かせるとき、高周波電圧が小さいと分解能が良くなるが、感度が質量によって大幅にかわり、また記録に要するレスポンスの問題もあって、分析の時間が増大する。それゆえ、広い質量範囲のスペクトルを取るときは電圧を高くし、またある質量付近を詳細に調べたいときは電圧を低くする必要がある。われわれは通常、質量数 4 以上では 0.5Vrms 、質量数 $1\sim 4$ では 2Vrms の高周波電圧を加えており、場合によって適当に減らして、分解能を高めている。

6. 実験結果

6.1 イオンの散逸防止の二つの方法と、管球の改造経過

われわれが初期の実験を行なっていたころに使用していた管球は G_2 電極 (Fig.1 参照) のないものであって、この形の管球では V_G , V_T (Fig.2) が感度に大きく影響した。すなわち、 G_1 と T に 70 ボルト程度の正電位を与えた場合、 5 ボルト程度の場合に較べて、管球によっては 10 倍におよぶ感度の増大がもたらされた。これは主として分析室 B の両壁にあげられている電子ビーム通過用の小孔を通じて散逸防止に役立つ電界が生じたためと考えてよい。そのほかにもイオン化電圧の上昇や実効イオン化領域の増加なども感度の増加に貢献するであろうが、 10 倍の開きは説明できない。イオンの運動は 0.3V といほどのポテンシャルで強く影響されるので小孔を通じての電界の力が無視できないことがわかった。

従来、イオンの散逸防止としては、分析室 B と高周波印加電極 HF の間に 1 ボルト以下いどの電圧を加える方法があった。しかし、この方法は、適用電圧が最適値と異なった場合の感度低下が大きく、またバックグラウンド電流の増大や分解能の減少を招き易い欠点を持っている。これに反して、分析室両側面からの新しい方法は、これらの悪影響をほとんど伴わなかった。唯一の欠点は、二価イオンの異常増大が見られることである。この一例が Fig.3 に示されているが、油蒸気による質量数 $140\sim 300$ のピークと同じ形が質量数 $70\sim 150$ の領域に認められ、また質量数 18 の二価イオンが質量数 9 にあらわれている。

Fig. 3 An unusual increase of the peaks due to double charged ions when high potentials are applied to the beam-forming electrode and the electron target. (Old type tube.)

二価イオン増大は、オメガトロンのイオン源の構造と関連している。管球中央のイオン化領域で発生したイオンは、共振しない限り磁界で集束されて引き続きその領域で止まっているので、再電離される可能性が通常の質量分析計に較べてはるかに高い。とくにイオン化領域における散逸防止が有効になされ、真空度も充分よくて相互衝突による散乱が無視できる状態では二価以上のイオンの増大は当然とも考えられる。新しい散逸防止法は、イオン化領域のイオンに対して作用が強いから、上記の条件にあてはまっている。

感度増大の見地からは、新しい散逸防止法の適用が強く望まれるが、これに伴う二価イオンの増大は、同質量の二物質の相対存在量を推算する際の防げになるゆえ望ましくない。そのためわれわれは、分析室と電子ターゲット T の間に一枚の電極 G_2 を挿入し、 G_1 と G_2 の電位を自由に選ぶことによって問題の解決を図った。 G_1 と G_2 をアース電位で使用すれば多価イオンの異常増大は抑制され、正電位を加えて使用すれば感度の上昇が得られる。実際はあとに示すように、電子ビーム通過用

Fig. 4 Improvement on sensitivity for hydrogen by the application of the new trapping voltage V_G .

Fig. 5 Improvement on sensitivity for water vapor.

の穴の大きさと、 G_1 と G_2 の電位を適当に選ぶことによって、多価イオンの異常増大なしに高感度が得られるようになった。なお G_2 を挿入した最初のころ、分析室側面に多数の孔をあけた管球が作られた。これは、側面からの散逸防止電界をより有効に取り入れることを狙ってなされたものであるが、多数管球についての実験の結果、これらの孔は従来の方法と同様な欠点、すなわちバックグラウンド電流の増大をまねきやすいことがわかったので、現在の管球にはもうけられていない。

6.2 現在の管球による、新しい散逸防止の効果

ふつうの管球においては、分析室 B の孔はなるべく小さくして、外部からの影響が分析室内におよばないようにしている。われわれは逆に外部の影響を積極的に利用して散逸防止をはかるために孔の大きさを拡大して

Fig. 6 Improvement on sensitivity for carbon-monoxide.

Fig. 7 Improvement on sensitivity for carbon-dioxide.

みたが、それによる付加的な悪影響は生じなかった。

G_1 と G_2 に正電位を加えたときの感度特性が、質量数 2, 18, 28, 44 について Fig. 4~7 に示されている。散逸防止の効果は大きく、10ボルトでいどの電位によって、広い質量範囲で大体満足な動作特性が得られている。電圧の適用によって、感度曲線に飽和の傾向が生じているが、これは捕集確率が 1 に近づいていることを示すものと考えられ、分圧の定量的測定の見地から好ましい傾向である。感度の増加は高周波電圧の低い領域では数百倍に達していると思われ、感度を落さずに高い分解能で測定を行なうことが可能になった。

V_G による散逸防止に加えて、 V_B と V_R の片方または両方を併用するとさらに感度の増大がもたらされる。Fig. 8 は質量数 18 についてこのことを示している。 V_B 単独では、見られるごとく充分な改善は得られ

Fig. 8 Improvement on sensitivity by the applications of V_G and V_B .

ないが、 V_G につけ加えることは効果的である。

管球に散逸防止電圧を適用しない時の特性は、組み立て誤差などのために、おのおのの管球によって異なっている。同一の管球でも二枚の HF 電極のどちらをアース電位にするかで特性は違ったものになるが、実験の結果 V_G , V_B , V_R によって、ほぼ同一の特性を得ることができると認められた。これらの電圧の最適な値は管球によって調整しなければならないが、方法はそれほど面倒ではない。ふつう V_G を 10V 程度にしておき、質量数 18 または 28 のピークが最大となるように V_R と V_B を調整している。この場合、 V_{hf} は $0.2 V_{rms}$ 程度が適当である。

6.3 共振周波数のずれと分解能

実験によると、オメガトロンの動作条件、すなわち、 V_{hf} , V_G , V_R , V_B などの変化すると、共振周波数は移動する。 V_G や V_B が変わった場合は B 内の電界の様相が異なったものとなるが、分析室内の直流電界が変化すると周波数が移動することは文献にも示されているので¹⁾、移動の説明はつくが、その大きさを計算するのは困難である。

周波数の移動が分析室内のどの場所でも同じ割合で生じるなら、全体として質量ピークの位置がずれるだけで分解能には影響しないが、移動の大きさが場所によって異なっていると、ピークのすそが広がったり、最悪の場合ピークが二つに割れたりして、分解能に悪影響をおよぼす。そのため V_G や V_B を適用する時は、感度の点だけでなく、分解能の変化にも気を配る必要がある。これらの電圧は分解能の良い状態での感度の低下を防ぐために加えられるのであるから、分解能の悪化がはなはだしいようでは意味がない。この見地からみても、 V_G によ

Fig. 9 Residual masses in an oil diffusion pump system.

る感度増大は従来の方法よりすぐれているといえる。ピーク全体の移動は V_G の適用によって相当生じるが、分解能に対する悪影響は V_B , V_R を単独に加えた場合に比べてはるかに少なかった。

V_G によって感度が増大した状態で高周波電圧を下げていくと、はじめは低下に逆比例して分解能が向上していくが、上記のずれに伴うピークのすその広がりのために、分解能はしだいに理論値と狂いを生じ、ついに高周波電圧を下げて感度が減少するのみで、分解能の向上には寄与しないようになる。また Fig. 4, 5 に見られるように、 V_G を 20 ボルト程度以上に増加すると、より低い高周波電圧領域まで高感度が得られるが、実際その状態でスペクトルを取ってみても分解能はほとんど高まらず、かえって同一感度のときの分解能が低下していることもある。それゆえ通常、 V_G は 5~15 ボルト程度に止めるべきであって感度の点からもその程度で充分である。

実際の管球について得られる最大分解能値は管球の設計のみで定まるわけではなく、組み立て誤差や電子ビームの強さ、ならびにビーム電流密度の不均一などに影響されると考えられるから一概にはいえないが、普通の調整で約 30 の分解能はどの管球についても得られ、質量数 1~32 の気体はお互いに分離することができる。質量数

Fig. 10 A part of residual masses.

2~150 の分析例を Fig. 9 に示しておく。さらに V_G , V_B などを細かく調整すると、Fig. 10 に示すように、約 40 の分解能を得ることも困難ではない。油などで電極が汚染されると分解能が悪化してバックグラウンドも不規則になるが、これは絶縁層の帯電による管内電位分布の変化と、大きな質量数の気体の多価イオンによるものと考えられる。拡散ポンプ油によるこの種の悪影響を避けるにはオメガatronと系の間は、新しいガラス管を 200~300 mm ていど挿入すれば、かなり長期にわたって油をトラップする。ガラス管は外径 15mm のものでよい。

6.4 新しい散逸防止法の評価

V_G による散逸防止法は、おもに電子ビーム領域近傍のイオンに対する効果が大きく、従来の V_R , V_B による方法はイオンコレクター近くのイオンに対する効果が大きいと考えられる。 V_G によって感度増大がきわめて顕著に示されることから考えて、電子ビーム領域からイオンが励起される前に、すでに相当の損失があることがうかがわれる。これは(6)式の η の値が小さいことに対応する。実際(6)式を使って、質量数 28 について捕集確率を計算して Fig. 6 と較べてみると、 V_{hf} が 1 V rms のとき η は 0.3 程度である。そして V_{hf} が小さくなると η も急激に小さくなる。 V_{hf} が小さくなることは、イオンの一回転あたりの半径増加が小さくなって、電子ビーム領域から離れるのに時間を要することにほかなら

ない。その状態で η が減少することは、電子ビーム領域にイオンを散逸させるような強い力が存在していることを示している。従来の散逸防止電圧は、中心部では力が弱まるので、この種の損失を防ぐことは困難であり、これが guard ring のない簡易形オメガトロンの感度の不安定の大きな原因となっていたように考えられる。 V_G の適用はこの損失を防ぐに適しており、さらにイオンコレクター近傍にもその力がおよんでいることは、感度特性の傾向から判断して確実である。分解能やバックグラウンド電流に対する悪影響もすくないので、散逸防止法として望ましいものである。多価イオンの増加の欠点も、 V_G が 10V 位ではあまり問題にならない。

6.5 定量性への見直し

オメガトロンのによって定量分析をなすためにはイオンの捕集確率が定まっている必要がある。散逸防止電圧を加えない時の捕集確率は一応(6)式で示されるが、 η の値は計算するのが困難であり、管球によっても異なっている。また実際は散逸防止電圧を適用するから(6)式は使用できない。

散逸防止が完全に近い形で行なわれれば、捕集確率は1に近くなる。この時は高周波電圧の広い範囲にわたって、感度の変化がないから、測定誤差も少なくなる。それゆえ散逸防止を完全に行なうことは、定量測定の見地からも望ましいことである。我々は分析室の孔を通じて散逸を防止する方法について実験を行ない、この方法によって高周波電圧の広い範囲にわたって、かなり均一の感度を得ることができた。イオン電流は完全に飽和しているわけではなく、高周波電圧とともに増加しているがその程度はそれほど大きくない。現在まだ充分な測定がなされていないので、ただちに誤差範囲をうんぬんすることはできないが、簡易形のオメガトロンのにおいても、 $\pm 20\%$ 程度の定量性をもたすことは充分可能のように見受けられる。ただし、実際問題として校正を正確に行なうことは、かなり面倒な仕事である。

7. まとめ

簡易形のオメガトロンの特性を改善し、安定な動作をさせるために、電極構造に変更を加えた管球が製作され、特性が調べられた。分析室の両側面の電極板に数ボルトから十数ボルトの電位を加えることによって、従来の方法では困難であった電子ビーム領域のイオンの散逸防止が有効になされ、感度の増大がもたらされた。さらにこの電位の適用によってイオンの捕集確率が1に近づき、感度特性に飽和の傾向が認められた。これは定量分析に有利な特性である。

新しい散逸防止電圧は分解能の見地からも望ましいことが判明した。一般に管内に生じた定常電界はサイク

ロトロン共振周波数を移動させるので、散逸防止電圧によって分解能は悪化する傾向があるが、新しい方法は悪化の度合いがわずかであるので、感度を落さずに高分解能を得ることが可能となった。ふつうの調整で約30の分解能が得られ、質量数 1~32 の気体は、お互いに完全に分離することができる。また最適状態に調整することによって、やや感度を落せば40以上の分解能を得ることもできる。

従来オメガトロンの不安定性は電極の汚染と結びつけて考えられてきたが、実際には不安定性の大部分は、電子ビーム領域のイオンの散逸に責任があるように思われる。我々は電極材料に非磁性ステンレス板を使用したのが、イオンの散逸防止が効果的になされていることもあって、特性はかなり安定している。電極の汚染に関しては長期にわたって数多くの管球を調べてみないと、はっきりしたことがいえないので、今後也要注意していきたいと思うが、現在のところ油の物理吸着以外の汚染で動作が不良になった経験はない。

我々のオメガトロンの、感度の点でも分解能の点でも guard ring を持った複雑な構造の管球に充分匹敵しているように思われる。具体的に guard ring による性能の向上が発表された例は見当たらないし、管球の構造や電位の加え方が複雑化するのとは好ましくないから、今のところ guard ring つきのものを製作する意志はない。

最少検知可能分圧は、イオン電流検出用の微少電流計の感度と、レスポンスから決定する。管球の感度はだいたい $5(\text{Torr}^{-1})$ であるので、検出可能電流を $1 \times 10^{-15} \text{A}$ とすると、電子電流 $2\mu\text{A}$ の時、 $1 \times 10^{-10} \text{Torr}$ の検出ができる。なお我々は現在、管球の構造の一部について特許申請中である。

〔文 献〕

- (1) H. Sommer, H. A. Thomas, and J. A. Hipple : *Phys. Rev.*, **82**, 697 (1951).
- (2) D. Alpert and R. S. Buritz : *J. Appl. Phys.*, **25**, 202(1954).
- (3) D. Lichtman : *J. Appl. Phys.*, **31**, 1213 (1960).
- (4) J. Van der Waal and J. C. Francken : *Philips Tech. Rev.*, **23**, 122(1961/62).
- (5) D. Charles and R. J. Warnecke, Jr : *6th National Vacuum Symposium Trans.*, **34** (1959).
- (6) 小林重雄・谷田和雄 : 真空 **2**, 260(1959).
- (7) 兼松 太 : 質量分析 No. 14, 48(1960).
- (8) A. Fujinaga and T. Hanasaka : *Mitsubishi Denki Laboratory Reports*, **3**, 217 (1962).
- (9) A. Klopfer and W. Schmidt : *Vacuum*, **10**, 363 (1960).
- (10) S. Dümmler : *Vacuum-Technik*, **10**, 131(1961).
- (11) 林主税 : 応用物理 **27**, 83, 555 (1950).

藤永敦・花坂孝雄・鳥取 浩 : 真空 **5**, 323(1962).
富永五郎・辻泰・金文沢 : 第3回真空連合講演会予稿・