報 文

ORIGINAL PAPERS

Giese 型 イオン源の特性

Characteristics of Giese Type Ion Source

五十子満大* 小栗多計夫* 鹿又一郎*

MITSUHIRO IRAKO, TAKEO OGURI and ICHIRO KANOMATA

(1965年10月1日受理)

Intensity distribution of the ion beam of the strong focusing ion source developed by Giese was measured, and the characteristics of the source used for a mass spectrometer was examined. These are compared with those of the ordinarily used Nier type ion source. Though convergency of the beam from the Giese type source in Y-direction is as good as that from the Nier type source, the convergency of the beam from Giese's in Z-direction, which is taken as parallel to the magnetic field, is superior to that from Nier's.

The ion intensity of a mass spectrometer was increased by a factor of 80 when the Nier type source was replaced by the Giese type one. The intensity increase becomes from three origins, i.e. five times by parallelity of the beam in Z-direction, twice by deflecting action in Z-direction and eight times by the slitless construction of the Giese type.

1. 諸 言

超高真空の閉系内で気体の吸着の研究を行うと、開系よりも容易に、かつ詳細な結果が得られる。われわれは静作動の可能な質量分析計を用い窒素の吸着の研究を閉系内で行い、詳細な結果を得た¹⁾。しかし酸素および二酸化炭素などはイオン源の熱陰極と化学反応を起し、また水素はこの熱陰極によって解離原子となり吸着を起すため閉系内のこれらのガスは急速に減少し、静作動が不可能である。したがってこれらの気体の吸着の研究を開系で行うためには、冷陰極を用いたイオン源が必要である²⁾³⁾。冷陰極としては、光電子面、薄膜トンネル陰極および Field Emission Cathode (F.E.C.) などがある。光電子は電子流が少なく増倍の必要があり⁴⁾、また薄膜トンネル陰極はまだ研究段階であって、いずれも使用がむずかしい。しかし F.E.C. は Dyke⁵⁾ らによって研究され、 10^{-6} Torr でも使用可

能であることもわかっている⁶⁾。Dyke らによると、F.E.C. からとれる電子流は、超高真空中であれば 7.5 mA (10^3 A/cm²) にも及ぶが、 $10^{-6}\sim 10^{-8}$ Torr では数 μ A が限度のようである。

質量分析計に F.E.C. を採用するには上述のように電子流が少ないため分析計を 100 倍程度明るくしてはならない。分析計を明るくするには、検出部の感度を二次電子増倍管で高める方法と、イオン源から出たイオンの大部分がコレクターに到達するようにイオン源を改造する方法とが考えられる。前者には二次電子面のイオンの種類による差別効果ならびに二次電子放射率が減衰するという難点がある。後者によれば、減衰ということは起らない筈である。Giese によって作られたイオン源は、イオンの透過率が 100 % であるといわれ⁷⁾、事実 Carr⁸⁾ らはこのイオン源を用いて、Nier 型イオン源の 100 倍のイオン量を得たと報告している。筆者らも Giese 型のイオン源を採用しイオン強度を Nier 型の 80 倍にすることができた。また両者についてのイオン強度分布を測定したのでこれらについて報告する。

* 東京都立大学物理学教室 (東京都世田谷区深沢町)
Department of Physics, Faculty of Science Tokyo Metropolitan University (Fukazawa-cho, Setagaya-ku, Tokyo)

Fig. 1. Photographs of Giese type lens.

2. Giese 型イオン源

今まで質量分析計に用いられていたイオン源はスリットを有する電極によって構成されていた。ここではこのようなイオン源を Nier 型イオン源と呼ぶことにする。Giese 型イオン源はレンズ構成が全く異なり、Fig. 1 のように多数の環状電極と円柱でできた二組の四極子レンズより構成されている。環状電極にはイオン加速電圧を等分割して電圧を与えて一様電場を作り、四極子電極には四極子的に電圧を与えるが二組の電圧配置は 90° 回転している。イオン化箱より出たイオンは環状電極の一様電場によってほぼ平行なビームとなり、二組の四極子レンズによって、Fig. 2 のように Y 方向には焦点を結び、それと直角な Z 方向には多少入射巾より広がるが平行束となる。負の電圧は面倒なので Carr らにならってアースして用いた。

Giese は一様電場の加速系に22枚の環状電極を用い、出口のスリットの大きさが $9.5 \times 9.5 \text{ mm}^2$ のイオン化箱から出たイオンを、焦点で $0.6 \times 15.2 \text{ mm}^2$ に収束させることができた。Table 1 に Giese の用いたレンズ系、次にのべる Carr らのレンズ系ならびに筆者らの用いたレンズ系の大きさを示す。Table 1 からわかるように Giese の用いたレンズ系は非常に大きなもので普通の質量分析計には装着が困難である。Carr らは Giese のレンズ系の1/3の大きさのものを製作し、しかも環状電極の数を11枚に減らすことによって、質量分析計に装着できるようにした。彼らの実験結果によれば、それまでに用いていた Nier 型に対し Giese 型は100倍の感度である⁸⁾。

Fig. 2. Positive ion trajectories in a quadrupole lens pair. (a copy from *Rev. Sci. Instr.* 33, 823, (1962))

Carr ら⁹⁾は四極子レンズ系についての計算式を電子計算機にかけ使い易い図表を作製した。その複写したものを、Fig. 3 に示す。ここに用いられている記号は Fig. 2 と同じである。この図表を用いるとき、D

Table 1 A summary of the important parameters of the lens

	Giese	Kinzer and Carr	Authors
number of accelerating rings	21	11	3
o.d. of accelerating ring	101.5 mm	36.5 mm	40 mm
i.d. of accelerating ring	76.2 mm	25.4 mm	12 mm
accelerating potential of ion	V_a	1.5 kV	V_a (2kV and 1kV)
potential for first quadrupole (V_{01})*	$V_a/16$	230 V	$V_a/11$
potential for second quadrupole (V_{02})*	$V_a/23$	173 V	$V_a/17$
effective length of cylinders (D)	33.4 mm	11.1 mm	7.0 mm
effective length of drift space (S)	11.1 mm	3.7 mm	7.0 mm
distance from ends of effective cylinders to the crossover (L)	46.0 mm	15.3 mm	21 mm
size of starting ion beam $\begin{cases} 2Z_{en} \\ 2Y_{en} \end{cases}$	$\begin{cases} 9.5 \text{ mm} \\ 9.5 \text{ mm} \end{cases}$	$\begin{cases} 3.2 \text{ mm} \\ 3.2 \text{ mm} \end{cases}$	$\begin{cases} 6.0 \text{ mm} \\ 0.8 \text{ mm} \end{cases}$
clearance of the cylinders ($2a$)	25.4 mm	8.4 mm	8.0 mm
half angle of divergence beyond the crossover (α_c)	0.03 _r	0.03 _r	0.01
length from the exist slit of ion chamber to the crossover	about 200 mm	about 80 mm	56.5 mm

* The values of V_{01} , V_{02} must be determined empirically.

Fig. 3. Relations among design parameters for a quadrupole lens pair. (a copy from *Rev. Sci. Instr.* **33**, 824, (1962).

については実験的な関係 $D = D' + (a/4) \times 2$ (D' は円柱電極の実際の長さ) を用いる⁷⁾。四極子電極に与える電圧は、イオン加速電圧に対する比 $V_{0i}/V_a = 1/(a K_i)^2$, ($i=1,2$) として求まる。この図表によって、希望するイオン源の設計ができる。われわれのイオン源もこれによって設計し、電圧も決めた。四極子の向い合った二つの電極にかかる電圧を同一にせず、別個に

かければビームの偏向が可能となり、コレクターのイオン収量を増大させることができる。われわれもこのようにしている。

3. 装置および結果

イオン強度分布の測定装置を、Fig 4 に示す。
製作した Giese 型レンズ系の寸法および電圧配置

Fig. 4. Experimental tube.

Fig. 5. Nier type ion source.

The dimension of the exist slit of ion chamber is $0.80 \times 6.0 \text{ mm}^2$ and that of earth-slit is $0.25 \times 5.5 \text{ mm}^2$.

は Fig. 3 によって決定しそれを Table 1 に上げた。なお実際にはレンズ系を支える支柱がイオン化箱と同電位であるので電場の乱れを防ぐ意味でアースされた円筒を、Fig. 6 と 9 のようにつけてある。アースされた最後の環状電極に張ったニッケルの網* は 50メッシュで幾何学的透過率は 64% である。

イオン化箱は、Giese 型レンズ系および Nier 型レ

* 網は汚れによつてビームを乱すことがあるので、 $2 \times 4 \text{ mm}^2$ のスリットに置き換えた方がよいことがあとで判つた。

ンズ系のどちらに対しても同じものを用いレンズ系のみを交換した。イオン化箱の出口のスリットは、Nier 型の時 $0.8 \times 6.0 \text{ mm}^2$ で、Giese 型の時は $0.65 \times 6.5 \text{ mm}^2$ であった。また Nier 型ではアース・スリットの大きさは $0.25 \times 5.5 \text{ mm}^2$ であり、構成は Fig. 5 に示す。環状電極は分析管のリードの都合で 3 枚用いた。イオン加速電圧は、いずれも 1 KV を用いた。Fig. 6 が Giese 型レンズ系の構成図である。

コレクターは長さ 18mm、直径 0.5mm のニッケル

Fig. 6. Giese type ion source.
The dimension of exist slit of ion chamber
is $0.65 \times 6.5 \text{ mm}^2$.

線をおよそ 0.5mm 間隔でスダレ状に 11 本並べたものである。コレクターは支柱によって、イオンの焦点

(Nier 型ではアーススリットの位置で、Giese 型では Fig. 2 の焦点である) からの距離 x を変えることができ、Nier 型では、 $x=102\text{mm}, 157\text{mm}$, Giese 型では、 $x=50\text{mm}$ ならびに 100mm で測定した。またコレクターは Y-Z 面で回転することができる。測定は残留ガスで行い、その圧力は $1.3 \sim 0.9 \times 10^{-5} \text{ torr}$ である。イオン電流は入力抵抗 $10^{10}\Omega$ の直流増巾器で測定した。これらのイオン源およびコレクターで得たイオンビームの強度分布を、Fig. 7, 8 に示す。

Fig. 7, 8 のイオン強度の半値巾と X とから、イオンビームの Y 方向および Z 方向の発散角を求めることができる。Y および Z 方向の発散角を、Nier 型で $2\alpha_N, 2\beta_N$ とすると、 $\tan \alpha_N \sim 0.031$, $\tan \beta_N \sim 0.040$ となり、Z 方向ではアース・スリットに対し約 40mm 前方に焦点を結んでいることになる。これは過去の経験からの予想と一致した。Giese 型では $\tan \alpha_G \sim 0.01$, $\tan \beta_G \sim 0.001$ となり、Y 方向の拡がり、Nier 型に比べ $1/3$ で Z 方向ではほぼ平行と見なせる。 α_G は計算によって期待された値とよく一致していた。

Fig. 7. Intensity distribution of the ion beam in Y-direction.

Fig. 8. Intensity distribution of the ion beam in Z-direction.

4. 質量分析計への装着

次節で述べるように、Fig. 7, 8 から質量分析計にとりつけた場合を仮定して計算してみると、イオン収量は Nier 型に比べ、15倍程度で、Carr らの100倍とはならない。そこで実際に、Fig. 9 のようにして質量分析計にとりつけてみた。

使用した質量分析計は半径 20cm, 60° のセクター型である。この分析計は Nier 型の場合イオン源とコレクターが磁石に対して対称的位置にあるが、Giese 型レンズ系を取り付けた時は、焦点が前方に進んだため、非対称でしかも半径も 19cm で使用しなくてはならなかった。イオン加速電圧 V_a は 2kV である。Fig. 10(a) は Giese 型によるマススペクトルで、コレクタースリットの中が 1.0mm のときの H_2O^+ と A_r^{++} である。このとき分解能 S はおよそ 120 であるが、Fig. 5 に示した Nier 型を用いたときの S は約 130 であったから分解能はそれほど悪くはなっていない。Fig. 10(b) は圧力 7×10^{-7} Torr の時のバックグラウンドのスペクトルである。イオン収量は、 A_r を $1cc \cdot Torr$

/sec の流量で分析管に流したときに、 $5 \times 10^{-8} A (A_r^+)$ であった。これは同じイオン化箱を用いた Nier 型でこれまでに通常得られたイオン収量 $6 \times 10^{-10} A (A_r^+)$ に対しておよそ 80 倍となり、期待したとおりの結果である。

5. 考 察

以前に当研究室で行った実験では、前述の質量分析計に Nier 型イオン源を用いた場合、イオン化箱を出たイオンのうちわずかに 1/100 がコレクターに到達するに過ぎなかった。これに Giese 型イオン源が透過率 100% であること、また分析計にこれを用いて Carr らが 100 倍のイオン強度を得ていることを考え併わせると、Giese 型イオン源には Z 方向の収束作用があるために、強度が 100 倍になると考えられた。しかしそれはイオン強度の分布の測定結果から、誤りであることがわかった。即ち、次に述べるように Nier 型では Z 方向の損失のほかに、イオンの軌道飛翔中の大きな損失があったのである。

Z 方向については、この質量分析計ではイオンの飛

Fig. 9. Giese type ion source as an ion source of a mass spectrometer.

翔距離が 90cm になるので, Nier 型の場合 Fig. 8 で求めた β_N を用いると Fig. 11 のようにイオン強度分布は広がるが, コレクターにはイオン源を出たイオンのうち 1/5 は到達する。

一方 Giese 型の場合, Z 方向ではビームが平行であるので, イオンは全部コレクターに到達すると考えられる。これらを考慮して, Fig. 8 と Fig. 11 を比較すると, Giese 型は Nier 型にくらべ Z 方向では単にイオン収量が 5 倍になるに過ぎない。そこで残りの 16 倍が何によるものかを考えると, 第一に, Fig. 7, 8 からわかるようにレンズ系を通ったイオン量は Nier 型では Giese 型にくらべ 1/3 である。これは 2/3 のイオンが 0.2mm のアーススリットにあたって捕らえられていることを示している。第二に, Giese 型では四極子の電圧を適当に調整することによって, 偏向作用が生じ, イオン透過率を最大にすることができるが Nier 型ではそれができない。これによる Nier 型の損失は 1/2 程度であり, 事実 Nier 型でも偏向板をつけることによって, 透過率を 2 倍高めることができる¹⁰⁾。第三に, Nier 型では Z 方向の発散性があるため, 分析管の内面反射のイオンを防ぐために, 分析管の途中にスリットが置かれてあるが, これによってイオンの透過率は 1/2 になっている。Nier 型についてのこれらの諸因によるイオンの飛行中の損失と, Z 方向

Fig. 10. Mass spectra obtained by Giese type ion source.

- (a) H_2O^+ and Ar^{++}
(b) Background

の損失とでは 1/60 にしなければならないが他の損失は Y 方向の拡がりによるものと思われる。逆に Nier 型イオン源でも, アース・スリットを 1mm 位に拡げ, 偏向板を用い, 更に中間スリットを除くとイオン収量を 12 倍位にすることができるはずである。事実われわれの以前の実験でも多少分解能はおちたが 8 倍にすることができた。

以上のことから, Nier 型ではイオン化箱を出たイオンのうち 1/100 しかコレクターに到達しなかったが, Giese 型で 80 倍になったことは, Giese のように Giese 型レンズ系は透過率が 100% であるといえよう。また, Nier 型でのイオンの透過率の悪い原因は, Z 方向のビームの拡がりによるもの (これは単に 1/5 に過ぎない) と, イオンの飛行中の損失 (約 1/12) とに

Fig. 11. Calculated ion intensity distribution at the ion collector when a Nier type source is used.

分けられる。

6. 結 言

従来用いられている **Nier** 型イオン源と全くレンズ系を異にする **Giese** 型イオン源を製作し、イオンの強度分布の測定を行い、さらに質量分析計に装着して特性を調べた結果を報告した。

質量分析計の **Nier** 型イオン源の代わりに **Giese** 型イオン源を装着したところ、イオン強度は80倍になった。このときの一様電場の環状電極はわずか3枚であるが、十分な強度が得られたのでこの位の枚数でもよいと思われる。**Giese** 型ではイオンビームの磁場方向の拡がり平行束となるために強度が飛躍的に増大したものと考えられた。しかし、イオン強度分布の解析からは、イオンビームが平行束になったための強度の増大は単に5倍であることがわかった。残りの16倍は **Giese** 型ではイオンの軌道飛翔中の損失が殆んどないのに対し、**Nier** 型では非常に大きいために生じたものである。イオンの軌道飛翔中の損失を減ずれば、**Nier** 型でも10倍程度の強度が得られるはずである。**Giese** 型ではイオン化箱を出たイオンの大部分をコレクターに集束させるためイオンのエネルギー分布の拡がり大きいたと考えられ、**Nier** 型の分解能に比べて劣ると思われたが、大差はなかった。

Giese 型イオン源が80倍のイオン強度を持つことが確かめられたので、これに電場放射陰極をとりつけ、

酸素、二酸化炭素および水素などについて静作動の可能な質量分析計を試作中である。

最後に、質量分析計への **Giese** 型イオン源の装着および **Nier** 型イオン源の常用感度などについては大学院生奥平定之君に多くの協力をいただいたこと、また **Giese** 型レンズ系の電極の製作は、日立中研の岡本潤一氏の御好意によったことを付記して謝意を表する。

文 献

- 1) T. Oguri, *J. Phys. Soc. Japan*, **18**, 1280 (1963).
T. Oguri, *J. Phys. Soc. Japan*, **19**, 77 (1964).
- 2) 鹿又・小栗・金子・早川, 応用物理, **28**, 584(1959).
- 3) 鹿又・小栗・金子, 本誌, 13号, 62 (1959).
- 4) H. Riemersma, R.E. Fox and W.J. Lange, *Rev. Sci. Instr.*, **32**, 218 (1961).
- 5) W.P. Dyke, *J. Appl. Phys.*, **31**, 782 (1960).
- 6) 鹿又・小栗, 第5回真空に関する連合講演会, 昭和39年11月,
- 7) C.F. Giese, *Rev. Sci. Instr.*, **30**, 260 (1959)
- 8) E.T. Kinzer. and H.E. Carr, *Rev. Sci. Instr.*, **30**, 1132 (1959).
- 9) Chin-Shun Lu and H.E. Carr, *Rev. Sci. Instr.*, **33**, 823 (1963).
- 10) J. Cuthbert, F. Hart and N.J.D. Prosser, *J. Sci. Instr.*, **41**, 341 (1964).