IMA用ホローカソードイオン源

Hollow Cathode Ion Source for IMA

広瀬 博*・中村一光*・柴田 淳*・田村一二三**

HIROSI HIROSE, KAZUMITU NAKAMURA, ATUSI SHIBATA AND HIFUMI TAMURA

(1975年8月6日受理)

This paper describes a hollow cathode duoplasmatron which has been developed for the use as primary ion source in the ion micro probe analyzer (IMA). Design parameters have been given for construction and operation of the ion source. Ion beams of O_2^+ , O^+ , A^+ of 10 keV energy were obtainable with the beam intensities of $1.7 \times 10^{-5} \sim 1.8 \times 10^{-4}$ Ampere having an initial energy of less than 25 eV at full width at half maximum. The stability of the ion beam current was within $\pm 1\%$ fluctuation range under optimum gas pressure in the discharge chamber. The constituents of the ion beam was mass-analyzed by means of a Wien filter. A technique for measuring the beam emittance was developed and results are described. The normalized maximum brightness and the normalized minimum emittance of the ion source were 3×10^{10} A/m² · rad² and 1.7×10^{-8} m · rad respectively. Finally, the ion source was incorporated to the Hitach model IMA-2 ion micro probe analyzer for the examination of the focusing properties. The specimen current of 25 μ A and minimum spot size of about 2 μ m diameter were obtained. By applying Oxygen⁺ primary ion with oxygen gas introduction technique and specimen tilting method, the secondary ion current intensity of F_0^+ increased to approximately 200 times larger than that obtained by applying Argon ion and without applying above mentioned technique.

1. 緒 言

イオンマイクロプローブアナライザ (IMA と略称する) は固体試料中の全元素の3次元分析が高感度で行えるため、近年急速に発展をつづけている。IMA の性能を左右する因子の一つに1次イオン源があり、これは次のような性能を有することが要求される。

- (1) 微小部を高感度で分析するため、輝度の高い微小スポット径が必要である、したがってイオンビームはエミッタンスが小さく、イオン電流が大きいことすなわち、規格化輝度が大きいこと。
- (2) レンズの色収差を小さくして微小スポット径を得るために、ビームのエネルギー幅が小さいこと。
- (3) 引出しイオン電流の安定度がIMAの要求に対

して十分であること。

- (4) IMAの感度や測定対象などによって、不活性イオン、活性イオンなど種類のイオンが引出されること。
- (5) 引出されるイオンの純度 (イオン種、多価イオンなど) が良いこと。
- (6) 絶縁物を分析する場合、試料表面の帯電現象を防止するため、負イオンも引出されること (帯電防止は電子スプレー法¹⁾で可能であり、この方法を用いれば負イオンは必要ない)

以上の本質的性能のほか、イオン源を使用する際、カソードの寿命が長いこと、イオン源、特にカソードの取扱いが容易であること、などの条件も重要である。

以上の必要条件を考慮すると、IMA用1次イオン源には、現在のところ、ホローカソードを用いたデ

* 日立製作所那珂工場 (茨城県勝田市市毛882)
Naka Works, Hitach Ltd. (882 Ichige, Katsuta, Ibaraki, Japan)

** 日立製作所中央研究所 (東京都国分寺市280)
Hitachi Central Research Laboratory (280 Kokubunji, Tokyo, Japan)

オプラズマトロン（DPTと略称する）が最も適している。

ホローカソードは最初に電子源として開発され、電子ビーム溶接装置などで実用化されている。その後ホローカソードはイオン源のカソードとしても使われるようになり、同位体分離器、イオン打込装置^{2, 3}イオン推進装置⁴、イオン加工機⁵などで使用されている。またIMAが開発されて以来、ホローカソードを用いたDPTはIMA^{6, 7}、SIMS⁸などの分野でも広く使用されるようになった。

ホローカソードは、放電モードによって、3種類に分類することができる。すなわち、高インピーダンスグロー放電を使用するもの、正規グロー放電を用いるもの、アーク放電を用いるものがあるが、ここで報告

するイオン源は正規グロー放電を使用するものである。

以下IMAの1次イオン源として使用することを目標にして試作したホローカソードDPTの構造と特性を、上記必要条件にしたがって述べ、最後に日立IMA-2形イオンマイクロプローブアナライザに適用した2, 3の例について報告する。

2. 実 験

2.1 イオン源の構造

ホローカソードイオン源の構造をFig. 1に示す。このイオン源は、ホローカソードを用いたデュオプラズマトロンであり、ホローカソード、中間電極、アノード、制御電極、引出し電極、プラズマを閉じ込めるための磁場供給用マグネットおよびガス導入系から構成

Fig. 1. Cross sectional view of the hollow cathode duoplasmatron.

されている。IMAでは活性ガスの正負両イオンが必要とされるため、特にこの点が考慮されている。負イオンの引出し方式は直接抽出形⁹であり、このためFig. 1に示したような偏心した中間電極が用いられている。この中間電極を回転させることにより、電子電流を適当に制限した状態で負イオンの引出しが可能である。アノード孔径は0.4mm、磁場の強さは約700gaussである。カソードの材料はステンレススチールであり、

その寿命は約500時間である。アノードと中間電極は、カソードからスパッタした物質で汚れるため、25~40時間放電後に1回の周期で洗浄する必要がある。カソードの物質がイオン化して一次イオンに混入し2次イオンの強度に影響する割合はきわめて少ないが、これを問題にする場合は白金製など分析対象元素を含まない材料をカソードとして使用する必要がある。放電ガスとしては通常酸素を用いるが、酸素が分析対象にな

る場合はアルゴンまたは窒素が用いられる。アルゴンを用いると、酸素を用いる場合に比べてカソードの消耗は約10倍大きい。またアルゴンを用いたのち、酸素ガスを放電させる場合、放電は20~30分間不安定となる。したがってこれらのガスを使用する場合、カソードはそれぞれ区別して使用する方が好ましい。

Fig. 2はIMA-2形イオンマイクロプローブアナライザ用に開発されたイオン源の外観である。カソードと中間電極はフィンとファンによって冷却される。ガスの流量は高電圧(15kV)印加中でも調節できるように考慮されている。またカソードを取扱う場合の感電防止装置が取付けられている。

2.2 実験装置

イオン源の実験は新しく試作した実験装置で行ない、イオンプローブとしての性質を検討する場合には、本試作イオン源とIMA-2形のレンズ系を結合させて実験した。IMA-2については多くの報告があるので、¹⁰⁾¹¹⁾ここでは前者の実験装置について記す。

Fig. 3は実験装置の構成を示す。装置は先に記したDPTとその放電電源、イオン加速電源、真空排気系、引出した一次イオンを質量分離するためのウィーンフィルタ、イオン電流測定系、エミッタンスとエネルギー

Fig. 2. An external view of the hollow cathode duoplasmatron incorporated to the Hitach Model IMA-2 ion micro probe analyser. Outer surfaces are cooled with air. Pressure in the discharge chamber can be controlled by turning the insulated knob.

Fig. 3. Schematic diagram of experimental arrangement.

分布の測定装置などから構成されている。排気は4インチの油拡散ポンプ(排気速度700l/s)を使用し、装置の到達真空度は 1×10^{-6} Torrである。放電室内の圧力は通常ピラニゲージで測定されるが、イオン源に高電圧が印加されている場合は、イオン引出し電極の近くに取付けられている電離真空計で測定した。ウィーンフィルタはIMA-2の附属品としての1次イオン分離¹²⁾用に採用しているもので、電極の長さは120mm、磁場間隔10mm電場間隔8mm、分解能 $M/\Delta M \approx 50$ である。イオン電流の測定はエレクトロメータ(YEW-VM31)を用いて行った。エミッタンスを測定する場合は、Fig. 3においてレンズのかわりにアパーチャプレート、サプレッサの位置に写真乾板(フィルム)をそれぞれ設置し、さらにアパーチャプレートと引出し電極の間にビームシャッターを兼用した可動のコレクタを設置し、この組合わせによってエミッタンスの測定を行った。写真乾板はプラズマの光の影響を受けないように、測定前に室内光に露光し、現像と定着処理を逆行するという独自の方式を用いた。この方法は一種のコンタミネーション法であるが、測定時間が10-20秒であり、他の方法にくらべて短いという特徴がある。エネルギー分布を測定する場合は、Fig. 3においてウィーンフィルタの位置にメッシュプレートを設置して電界阻止法で測定した。

3. 結果と検討

ここでは、放電特性、正負両イオンの引出し特性、安定度、質量スペクトル、エミッタンスと輝度などを主にガス圧力と放電電流をパラメータにして測定した結果を示す。本章の最後では、試作したイオン源をIMA-2形イオンマイクロプローブアナライザに取付

Fig. 4. Breakdown curve of the duoplasmatron. Discharge gas: Argon

けた場合の2, 3の結果について記す。本章の結果には、イオン源から引出されたイオンビームを質量分離した場合と、そうでない両方の結果が含まれるが、これを区別するために、質量分離したイオンは O_2^+ , O^+ , Ar^+ のごとく表示し、分離していないイオンは $Oxygen^+$, $Argon^+$ のように表示した。

3.1 放電特性

3.1.1 放電開始電圧

Fig. 4は放電室内のアルゴンガス圧力と放電開始電圧の関係を示す。この図から、約1 Torrの圧力で最小放電開始電圧(≈300V)を示すことがわかる。圧力が1 Torrより高くても低くても、いずれの場合も放電開始電圧は高くなりPaschenの法則をあらわしている。なお、この場合のカソードの先端からアノードまでの距離は約26mmである。最小放電開始電圧を示すガス圧力(1 Torr)附近では、引出しイオン電流が少ないため、実際に使用する圧力は0.5 Torr以下である。

Fig. 5. Current-Voltage characteristics of discharge. pressure: 0.5 Torr (Oxygen)

3.1.2 放電特性

Fig. 5は0.5Torrの酸素ガス中における放電特性を示す。この図はグロー放電に特有の定電圧特性を示し、放電維持電圧は約350 Vである。図中に示した抵抗値はアノード抵抗の値を示しており、小さなアノード抵抗を用いた場合ほど最大放電電流が大きくなり、アノ

ード抵抗800 Ω の場合、この値は500mAである。放電維持電圧はカソードの形状、材質、表面状態、ガスの種類と圧力などによって300~500Vの範囲で変化する。

3.1.3 放電モード

Fig. 6はホローカソードの放電の様態を示している。Fig. 6(a)は圧力0.1Torr、電源電圧1 kVの場合の放電

Fig. 6. Argon discharge modes between hollow cathode and anode.
(a) electron beam mode discharge (EBMD). discharge voltage V:1kV, current I:0.5mA, pressure P:0.1 Torr.
(b) hollow cathode discharge mode (HCD). I:300mA, P:0.4Torr.
(c) hollow cathode discharge mode (HCD). I:50mA, P:0.5Torr.

モードであり、良く集束された電子ビームが観察され、アノードとカソードの中間部に富士山状の発光部があらわれている。この放電はElectron beam mode discharge (EBMD)¹²⁾ (高インピーダンスグロー放電) であり、放電電流は0.1~0.5mAと少ない。圧力を増加させると先に示した富士山状の発光部はカソードに近ずき、電子ビームは不明瞭になり、ついには放電室全体が強烈に発光する。この模様をFig. 6(b)に示す。この領域では放電電流は100mA以上と大きく、カソード自体相当加熱されている。この放電はHollow cathode discharge mode (HCD) (正規ブロー放電) といわれ、通常この放電モードで使用する。Fig. 6(c)は圧力が高く、放電電流が少ない状態のHCDの模様を示す。ホローカソードにはこのほかにアーク領域の放電(Hollow thermionic cathode discharge(HTCD))を使用する方式¹⁴⁾があるが、この方式はカソードの温度が上昇するため、活性イオンを生成する場合は不適当である。ホローカソードを、カソードの温度から分類すると、EBMDは冷陰極、HTCDは熱陰極、HCDはこの中間であるといえる。

3.2 イオン引出し特性

3.2.1 アルゴンイオン

Fig. 7はイオン引出し電圧を10kVに保った状態で、アノード電圧(電源電圧)と引出しイオン電流の関係

を示している。この場合の圧力は、イオン源の引出し電極の部分で測定した値で、 1×10^{-4} Torrである。

Fig. 7. Argon⁺ out put intensity as a function of anode voltage.

Fig. 7から明らかなように、アノード電圧350 V附近で引出しイオン電流は急激に増加し、450 V附近で最大(180 μ A)になり、さらにアノード電圧(放電電流)を増加させると引出しイオン電流は徐々に減少する傾向を示す。

Fig. 8はイオン引出し電圧を10 k Vに保った状態で測定した、イオン源部圧力と引出しイオン電流の関係

Fig. 8. Argon⁺ out put intensity as a function of gas pressure.

Fig. 9. Oxygen⁺ out put intensity as a function of anode voltage.

を示す。この結果より引出されるイオン電流は圧力 1.1×10^{-4} Torr 附近で最大になり、これ以上の圧力では徐々に減少する特性を示すことがわかる。

3.2.2 酸素イオン

Fig. 9 はイオン引出し電圧10kVの場合、アノード電圧と酸素イオン電流の関係を示している。引出しイオン電流はアノード電流に比例して増加し、アノード電

圧800Vで約 $115 \mu A$ である。Fig. 10 は酸素のガス圧力と引出しイオン電流の関係を示す。Fig. 10 から明らかなように、引出されるイオン電流は圧力に対して2つのピークをもち、しかも圧力に対して急激に変化する特性を示す。

3.2.3 負イオン

Fig. 11 は放電中心とアノード孔の中心を約1mm変

Fig. 10. Oxygen⁺ out put intensity as a function of gas pressure.

Fig. 11. Oxygen⁻ out put intensity and the total ion current (Oxygen⁻ + electron current) as a function of extractor voltage. radial displacement : 1mm, anode aperture; 0.4mm.

位させた状態で、引出し電圧と負イオンOxygen⁻および全電流(e+Oxygen⁻)の関係を示す。負イオンは引出し電圧-5kvにピークを有する特性を示し、ピーク値

は約17μAである。一方全電流は、引出し電圧とともに増加し、-10kvで約12mAである。電子電流が多い場合、加速電源の容量不足や真空度保持、試料の汚染または試料の加熱蒸発などの問題が生ずる。したがって、IMAにおいて、一次イオンとして負イオンを利用する場合は1次イオン分離装置など、イオンビーム中に含まれている電子を分離除去するための手段が必要である。引出される電子の量をさらに減少させるためには偏心量を増す必要がある。Fig. 11の特性はアノード孔の偏心量によって大幅に変化する。

3.3 引出しイオンの安定度

Fig. 12 はガス圧力と酸素引出しイオン電流およびその変動率(安定度)の関係を示す。この結果、圧力が 6×10^{-5} Torrの点でイオン電流および安定度ともに最大となり、この圧力からはずれると、イオン電流、安定度ともに急激に低下していることがわかる。Fig. 13はFig. 12の測定点のチャートであり、この結果、安定度は単に圧力によって変化するばかりではなく、不安定性の様子が異なっていることがわかる。 5.7×10^{-5} Torrの圧力における安定度は約18分間で $\pm 0.5\%$ 以内であり良好である。上記したごとく、ホローカソードイオン源においては、引出しイオン電流の安定度は圧力によって大幅に変化するため、適正圧力を設定することが、イオン源を動作させる場合、最も重要である。圧力の設定が正しくても引出しイオン電流が不安定と

Fig. 12. Oxygen⁺ out put intensity and stability of the extracted ion current as a function of pressure.

なる場合の原因は主に放電室内の汚れであり、この場合はアノードボタンと中間電極を洗浄することにより安定化することができる。

3.4 質量スペクトル

Fig. 14 は、イオン源から引出されたアルゴンイオンをウィーンフィルタを用いて分離したスペクトルを示す。Fig. 14 から明らかとなり、スペクトルは大部分 Ar^+ であり、酸化物陰極を使用した場合のスペクトルにくらべて不純物が少ない。この場合、 Ar^+ の強度は約 200 nA であり、 Ar^+ 以外の不純物の強度は、 Ar^+ の約 16% である。これらの不純物の多くは放電ガス導入系から混入したものである。Fig. 15 は酸素の正イオンスペクトルを示す。主要ピークは O_2^+ であるが、放電電流を増すと O^+ の割合が増大する。Fig. 16 はこの模様を示す。Fig. 16 において、放電電流が 250 mA 以上の場合には、 O^+ が O_2^+ より多く存在するようになる。このため、1 次イオンを分離して使用する場合、 O_2^+ を使用する場合と O^+ を使用する場合で最適放電電流が異なる。Fig. 17 は酸素の負イオンのスペクトルを示す。酸素負

Fig. 13. Stability profiles of the extracted ion current corresponding to the respective points of the stability curve shown in Fig. 12.

Fig.14. Mass spectrum of Argon⁺ ion obtained from hollow cathode duoplasmatron.

Fig.15. Mass spectrum of Oxygen⁺ ion.

イオンの主要ピークは O^- であり、この場合パタン係数は、正イオンの場合と反対に放電電流によって変化しない。ところが、負イオンを引出す場合、酸素ガス中に微量の空気が混在すると、Fig. 18に示したように

Fig.16. Comparison of the O_2^+ with O^+ ion currents as a function of discharge current.

Fig.17. Mass spectrum of oxygen⁻.

NO_2^- が主要ピークとなるので注意を要する。

3.5 引出しイオンのエネルギー分布

Fig. 19は放電電流をパラメータにして、酸素イオン($Oxygen^+$)のエネルギー分布を測定した結果を示す。

Fig. 18. Negative mass spectrum of oxygen including small amount of air as an impurity gas.

Fig. 19. Energy distribution curves of oxygen⁺ ion extracted from the duoplasmatron. parameter: discharge current.

この結果、エネルギー幅は放電電流が小さいほど大きな値を示している。放電電流が315mAの場合、エネルギー幅は半値幅で約25eVであり、この値はわれわれが測定した低電圧アーク形のDPTの値¹⁵⁾にくらべて約10eV高い。この理由はホローカソードイオン源の放電電圧が300—500V程度であり、低電圧アーク形の約50Vにくらべて高いことによると考えられる。Fig. 20は酸素ガスの圧力をパラメータにして酸素イオン(Oxygen⁺)のエネルギー分布を測定した結果である。この結果、エネルギー幅は、この範囲の圧力変化に対してはあまり影響されないことがわかる。

Fig. 20. Energy distribution curves of oxygen⁺ ion extracted from the duoplasmatron. parameter: gas pressure.

3.6 規格化エミッタンス、規格化輝度

イオン源の性能評価にはよくエミッタンスおよびエミッタンスから求めた輝度が使われているため、この値を測定した。

Fig. 21は酸素イオンビームのエミッタンスの測定結果であり、各点の位置を読み取りやすくするために、メッシュ(100メッシュ)を重ね合わせてある。エミッタンスの測定方法は2.2節でも述べたとおり、写真乾板(フィルム)を用いるコンタミネーション法である。

Fig. 22は放電電流とエミッタンスの関係を示している。実際のビームとの対比を容易にするため、測定したアパーチャプレートの像と規格化エミッタンス、規格化輝度の計算値を図中に示した。エミッタンスは放電電流が増加するのにしたがって増加し、エミッタンス図は時計方向に少し回転することがわかる。放電電流が増加した場合、エミッタンスも増加するが、引出しイオン電流の増加がより大きいため規格化輝度は少し増加している。規格化輝度の最大値は放電電流500 mAの場合に得られ、その値は $3.1 \times 10^{10} \text{ A/m}^2 \text{ rad}^2$ である。Fig. 23にガス圧力とエミッタンスの関係を同様の形で示す。この図から明らかとなっており、ガス圧力が低い場合は、ビーム全体が拡がると同時に中心附近の像の径が小さくなっている。このことはプラズマ引出し面の径が小さくなっていることを示す。またこの場合、ビームの外周部での散乱が大きくなっている。反対にガス圧力が高い場合は、ビームの中央部の像の

Fig. 21. Photograph of the aperture image to obtain an emittance diagram. Nickel grid has been superimposed for referring the grid spacing as a scale.

Fig. 22. Phase space diagrams and aperture images of a 7keV positive oxygen ion beam as a function of discharge current.

径が大きく、プラズマ引出し面の径が大きくなっているが、ビームの発散角は小さい。このように、圧力の変化にしたがって、ビームの形状が大幅に変化するため、規格化輝度も大幅に変化している。IMAで実際に使用する部分はビームの中心部であり、この場合Fig 23(c)に示したような周辺部の散乱の影響は受けず、圧力は小さい場合の方が良く集束できる。Fig. 24は

イオン引出し電圧とエミッタンスの関係を示す。この場合は前に示したガス圧力に対するエミッタンスの変化と良い類似を示し、引出し電圧が低い場合、ビームは拡大するとともにビーム中心部の像の径が小さく、プラズマ引出し面の径が小さいことを示している。逆に引出し電圧が高い場合、ビーム径は小さくなるけれども、中心附近で径方向の運動量が大きくなっている。

Fig. 23. Phase space diagrams and aperture images of a 7keV positive oxygen ion beam as a function of gas pressure.

Fig. 24. Phase space diagrams and aperture images of a positive oxygen ion beam as a function of extraction voltage.

規格化輝度は、本来、イオン引出し電圧によって変わ 倍半分の差が生じている。
らないように定義されているが、Fig. 24の結果では約

3.7 IMA-2 への適用

前節までの結果はすべてFig. 3の実験装置で得られたものであるが、本節では上記イオン源をIMA-2形イオンマイクロプローブマスアナライザに取付けて得られた2.3の結果について記す。なお実験に使用したIMAには一次イオン分離装置は取付けられていない。

3.7.1 試料電流

Fig. 25はIMA-2の試料電流 Oxygen^+ と引出し電極下部の圧力との関係を示す。この結果、最大試料電流は圧力が $3 \times 10^{-5} \text{Torr}$ の場合に得られ、その値は25

Fig. 25. Specimen current as a function of gas pressure (Hitach Model IMA-2 ion micro probe analyzer)

μA である。この場合、引出し全イオン電流は $50 \mu\text{A}$ 程度で小さいが、全イオン電流をさらに大きくしても試料電流はあまり増加しない。最大引出しイオン電流の得られる圧力はカソードの条件などによって約 $3 \sim 6 \times 10^{-5} \text{Torr}$ の範囲内で変化する。

3.7.2 スポット径

ホローカソードDPTを使用した場合のイオンビームの集束性について検討した。Fig. 26はニッケルメッシュ (250メッシュ)の全イオン像を示す。この像から判断すると、スポット径は $2 \sim 5 \mu$ 程度と考えられる。この値は低電圧アーク形イオン源を用いて得られた値と同等である。イオン源から引出される全イオン電流が $200 \mu\text{A}$ を越える程度に大きくなった場合、1次ビームをFig. 26程度に集束させることは困難である。

Fig. 26. An ion image of visicon grid (250 mesh) to estimate the diameter of primary ion beam.

この理由は、イオン放出面の径が大きくなるためと考えられる。

3.7.3 2次イオン強度

IMAで1次イオン源としてホローカソードイオン源を使用する主目的は酸素イオンを引出すことにある。よく知られているように、酸素イオンで固体試料をスパッタすると、不活性イオンの場合に比較して、2次イオンの生成効率が高いこと、初期不安定時間が短いこと¹⁶⁾などの特徴がある。この現象はまた試料表面の酸素ガス圧を高くした場合¹⁷⁾も同様に現われる。また、1次ビームの入射角によっても2次イオン生成効率が変わることも知られている。したがって、ここでは、1次イオン種 (Argon^+ と Oxygen^+)、酸素ガス圧、入射角 (90° と 45°) をパラメータにして感度の比較をした結果¹⁸⁾を示す。Table. 1は鉄の低合金を試料にして、

Table 1. Relative Sensitivities of $^{56}\text{Fe}^+$ ion

primary ion	oxygen pressure (Torr.)	Relative Sensitivity	
		incident angle	
		90°	45°
Argon^+	less than 10^{-7}	1	10
	10^{-4}	10	100
Oxygen^+	less than 10^{-7}	10	100
	10^{-4}		200

上記3種の値をパラメータにして、主成分の鉄の2次イオンの相対強度を測定した結果である。この結果、

高真空中に置かれた鉄試料に直角方向から Argon⁺ を照射した場合の 2 次イオン Fe⁺ を基準にすると, Argon⁺ から Oxygen⁺ に変えた場合, 試料室に酸素ガスを導入した場合のいずれも 2 次イオン Fe⁺ は 10 倍増大する。この値は入射角を 45° にするとそれぞれ 10 倍だけ大きくなるので全部で 100 倍となる。入射角を 45° にした場合, 2 次イオン強度が増大する原因は主に 2 次イオンの引出し効率に関係するものと思われる。最も興味ある現象は, 酸素イオンで試料を照射し, さらに酸素ガスを導入すると 2 次イオン Fe⁺ は 2 倍になることである。したがってこれらの技術と合わせると Fe⁺ の場合 200 倍の感度向上が期待できる。

4. 結 言

IMA の 1 次イオン源として使用することを目標に IMA の 1 次イオンホローカソードを用いた DPT の試作を行った。その概要と諸特性および日立 IMA-2 形イオンマイクプロブアナライザに適用した場合の 2, 3 の応用例などについて述べた。これらの結果の多くは製品開発前の実験結果が主であるが, 一応イオン源の基礎的性能が明らかにされたものと思う。

これらの結果からホローカソードイオン源を IMA に適用する場合の 2, 3 の知見が得られた。すなわち,

- (1) 試作されたホローカソードイオン源は IMA の 1 次イオン源として十分使用できる性能を備えている。すなわち,
 - (a) 試料電流: 最大 25 μ A (oxygen⁺)
 - (b) 最小スポット径: 2 ~ 5 μ m
 - (c) 安定度: 最大 0.5%
- (2) イオン源の放電電流を大きくすると, 引出しイオン電流も大きくなるが, 同時にプラズマ引出し面の径が大きくなるため, 微小スポットが得られない。
- (3) ホローカソード DPT を使用し, 純度の良い放電ガスを使用すれば, 1 次イオンの純度は十分高い。
- (4) 負イオンは主に絶縁物の分析に使用されるが, この場合同時に引出される電子の害とその処理などを考慮すると, 正イオンと電子スプレイ法で行った方が簡便確実である。

以上の結果を参照して, 今後の検討すべき事項としては, イオン源の効率に関する検討, 放電室内の汚れの少ないイオン源の開発などがあげられる。

終りに臨み, イオン源全般の情報やエミッタンス測定方法などについて御指導頂いた京都大学高木宜教授

に感謝申し上げる。本研究の推進に対して御援助頂いた日立那珂工場木村博一工場長, 内海部長, 中嶋副技師長, ならびに日立中研土井副所長に感謝申し上げる。また日立中研鹿又主管研究員, 菰田主任研究員, 近藤主任技師, 津山主任技師, 土井研究員には直接有益な御指導と御討論を頂いたのでここに深謝する。

文 献

- 1) K. Nakamura et. al.; *Mass Spectroscopy Japan*, **20**, 1 (1972).
- 2) G. Sidenius: *Nucl. Instr. and Meth.*, **38** (1965).
- 3) G. Sidenius: *proc. Int. Conf. on Ion Source* (1969).
- 4) D. F. Hall, R. F. Kemp, and H. Shelton, *AIAA pap.* No. 67-669 (1967).
- 5) R. A. Dugdale, et. al.: *Vacuum*, **21** 601 (1971).
- 6) J. C. Potosky and D. B. Wittry: *Proc. 8th. national conf. on electron probe anal.* (1973).
- 7) C. A. Andersen and H. J. Lieble: *U. S. A. patent No* 3,508,045,
- 8) H. Nishimura and J. Okano: *Mass Spectroscopy Japan*, **23**, 9 (1975).
- 9) G. P. Lawrence, et. al.: *Nucl. Instr. Meth.*, **32** 357 (1965).
- 10) S. Aoki, Y. Nakajima, et. al.: *Hitach Review*, **21**, 399 (1970).
- 11) 鹿又, 田村, 外 3: 日立評論, **57**, 75, (1975).
- 12) T. Kondo, H. Tamura and H. Hirose: *Mass Spectroscopy Japan*, **22**, 229, (1974).
- 13) 浜田, 寺田: 応用物理, **41**, 3238 (1972).
- 14) Lidsky, L. M. et. al.: *J. Appl. phys.*, **33**, 8, 2490 (1962).
- 15) H. Tamura, T. kondo, H. Doi, and S. Taya: *Intern. conf. Mass Spectroscopy*, Kyoto (1969).
- 16) C. A. Andersen: *Intern. J. Mass Spectrom. Ion Phys.*, **2**, 61 (1969).
- 17) K. Kusuo, N. Nakamura and F. Konishi: *Mass spectroscopy Japan*, **21**, 53 (1973).
- 18) 中村, 広瀬, 近藤, 田村: 第 21 回応用物理学関係連合講演会予稿集 364 (1974).