

分子線エピタキシー

Molecular Beam Epitaxy

鳥取大学工学部 電気電子工学科 阿部 友紀

1998年5月1日

1 はじめに

半導体結晶を作製する方法の一つとして分子線エピタキシー (Molecular Beam Epitaxy; MBE) がある。MBE 法は原子層オーダーでの構造制御が可能な方法として非常に有力であり、我々も MBE 法を用いて様々な試料を作製することが可能である。

本テキストでは、MBE 装置を扱う上で必要と思われる以下の項目について説明する。

- MBE の特徴と装置の概要
- 原料の供給
- 真空ポンプ
- 圧力測定
- 真空部品
- 結晶, 回折

2 MBE の特徴と装置の概要

2.1 MBE の特徴

分子線エピタキシー (Molecular Beam Epitaxy; MBE) 法は一種の真空蒸着 (evaporation) 法である。通常の真空蒸着法と異なる点は、図 1 のように蒸着が超高真空中 (ultrahigh vacuum) ($\sim 10^{-10}$ Torr) で行われることである。このために残留ガス (residual gas) がほとんど単結晶 (single crystal) 基板表面に付着せず、基板の結晶性を反映した成長 (エピタキシャル成長) を行うことができる。成長膜の構成元素はるつぼ (effusion cell) に格納されており、これを加熱して発生する蒸気を分子線の形で基板表面に当てる。MBE 法の特徴としては以下のようなものが挙げられる。

1. 液相成長 (liquid phase epitaxy; LPE) 法や有機金属気相成長 (metal organic vapor phase epitaxy; MOVPE) 法などの他の成長法と比較して低い基板温度で成長することが可能である。このため、結晶に与える熱的損傷や成長中の原子の熱拡散 (thermal diffusion) が少なく、異種接合界面 (hetero interface) 付近で組成 (composition) のぼけが少ない。
2. 超高真空中で成長を行うために成長層に混入する不純物 (impurity) が少なく、成長速度を遅くすることができる。このことによって原子層オーダー (atomic layer order) で正確に薄膜を成長することが可能である。
3. 超高真空中での成長であるために 4 重極質量分析 (quadrupole mas spectroscopy; QMS) 器、反射高エネルギー電子線回折 (reflection high electron diffraction; RHEED) 装置といった各種分析装置を用いることができ、結晶表面状態 (surface condition) や成長環境をその場観察 (in situ) することができる。また、RHEED の回折強度振動の周期を測定することによって、2 次元成長するときの成長速度を知ることが可能である。
4. 成長の開始および中断は基板に当たる分子線をシャッタ (shutter) の開閉によって制御することで行う。この開閉時間に要する時間は成長速度に比較して十分に短いため急峻な異種接合界面を作製することが可能である。

以上から、MBE 法を用いることにより、数分子層 (monolayer; ML) 程度の膜厚制御が可能となる。

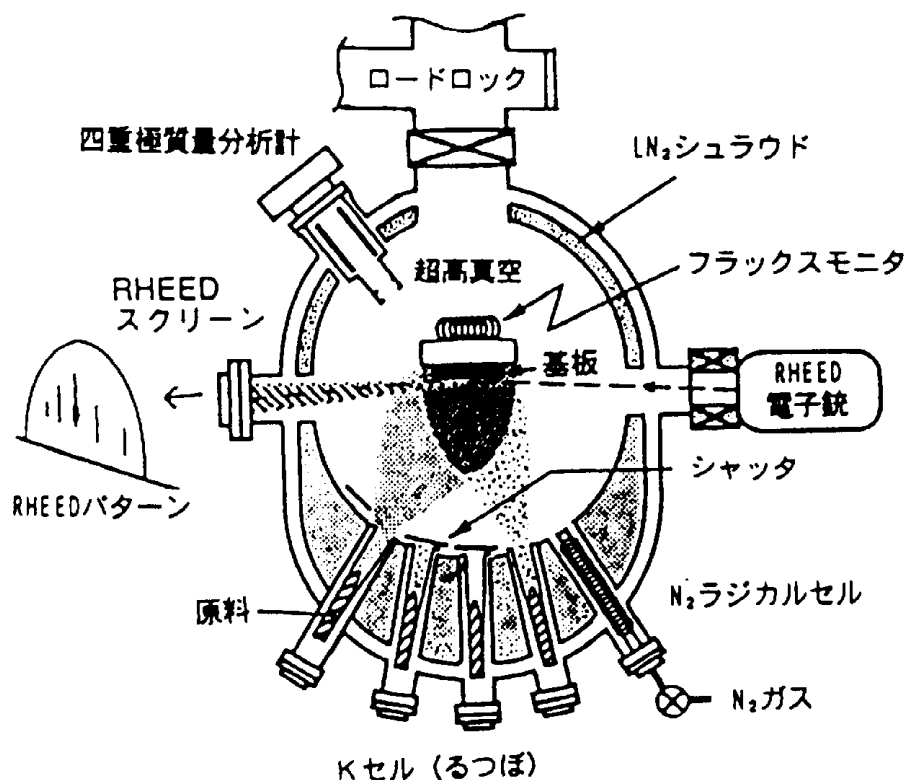


図 1: MBE 法の原理。

2.2 MBE 装置

図2は鳥取大学地域共同研究センターのMBE装置の概略図である。導入室 (loading chamber), 搬送室 (transfer chamber), 成長室 (growth chamber) の3室構成になっており, 各部屋はゲートバルブ (gate valve) で仕切られている。成長室は特に高真空に保つために, 壁面を冷却するための液体窒素シュラウド (liquid nitrogen shroud) で覆われている。真空ポンプ (vacuum pump) としては, イオンポンプ (ion pump) とチタンサブレーションポンプ (titanium sublimation pump) を用いており, 成長室にはさらにクライオポンプ (cryogenic pump) が備えてある。また, 導入室には基板をプリベーク (pre-bake) するための基板加熱装置が取り付けられている。分子線源はいずれもクヌーセンセル (Knudsen cell) であり, それぞれII族の砒素 (Zn), マグネシウム (Mg), VI族のセレン (Se), 化合物の ZnS , $ZnTe$ などの分子線を発生することにより試料を作製する。

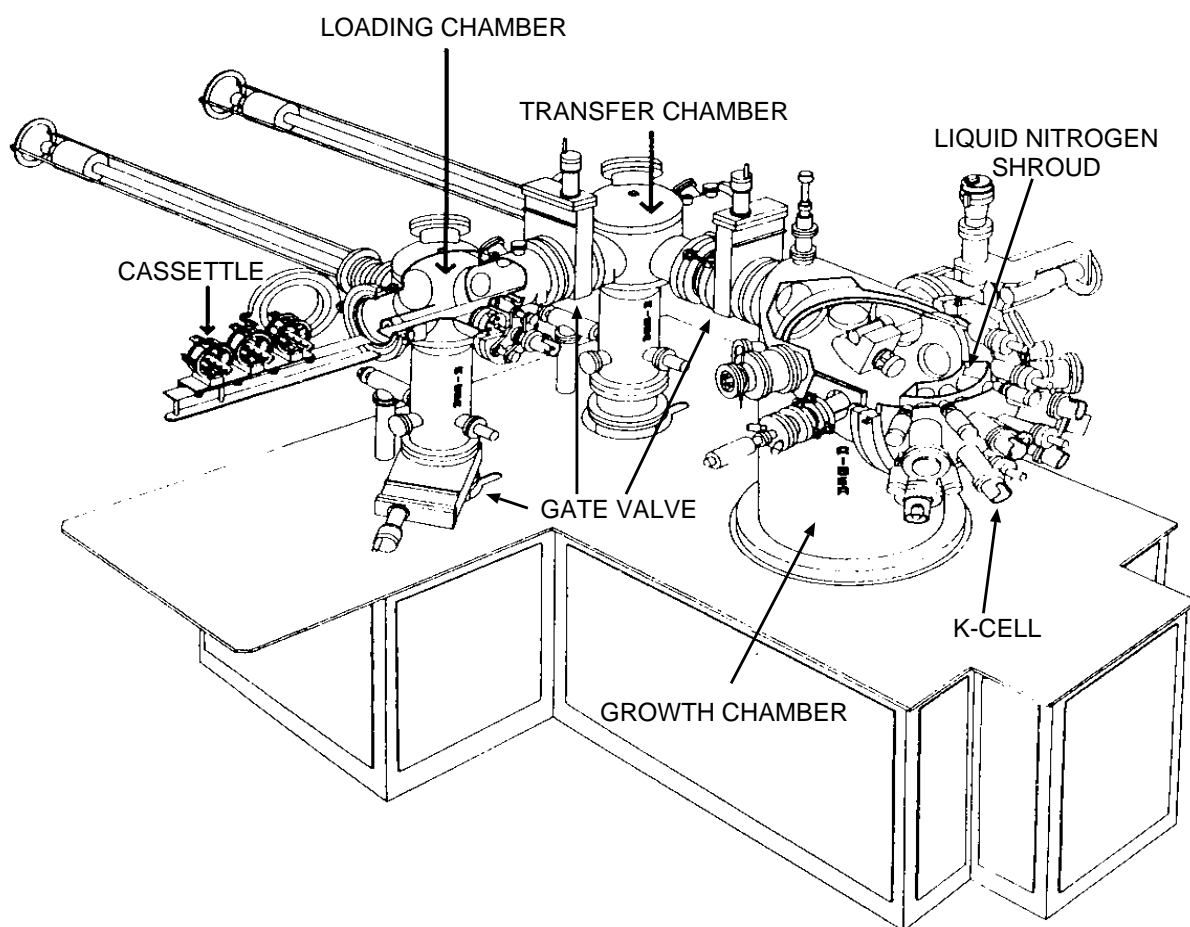


図 2: MBE 装置の概略図 (地域共同センター)。

3 原料の供給

MBE 法では原料を分子線の形で供給する。分子線を得るための蒸発源セルとしては、クヌーセンセル (Knudsen cell; K-cell) が使われている。図 3 は K-cell の構造である。成長に必要な分子線を得るため K-cell を高温に加熱しなければならないため、原料を入れたるつぼには超高真空中で脱ガス処理を施した PBN(pyrolytic boron nitride) が用いられる。

セルの口径が、セル内の分子の平均自由行程よりも小さく、セル内の蒸気圧が材料の平衡蒸気圧に等しいと仮定 (Knudsen 条件) とする。このような条件を満たす理想的なクヌーセンセル (図 4(a)) において、セル内の蒸気圧を p 、分子の質量を m 、ボルツマン定数 k 、温度 T 、セル出口の面積 S とする。

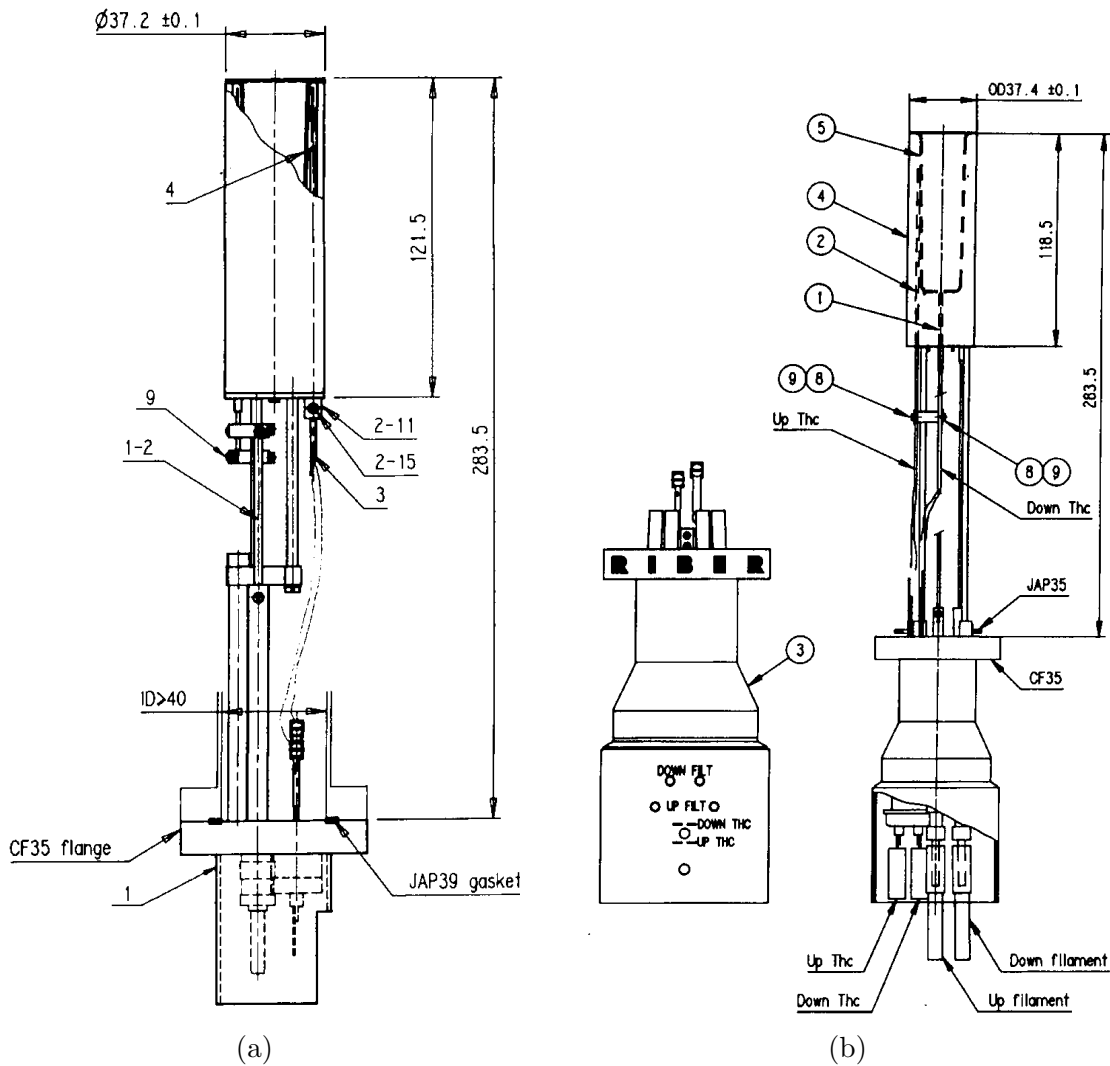


図 3: クヌーセンセル (Knudsen cell; K-cell) の構造 (地域共同センター)。(a) シングルフィラメント (single filament), (b) ダブルフィラメント (double filament)

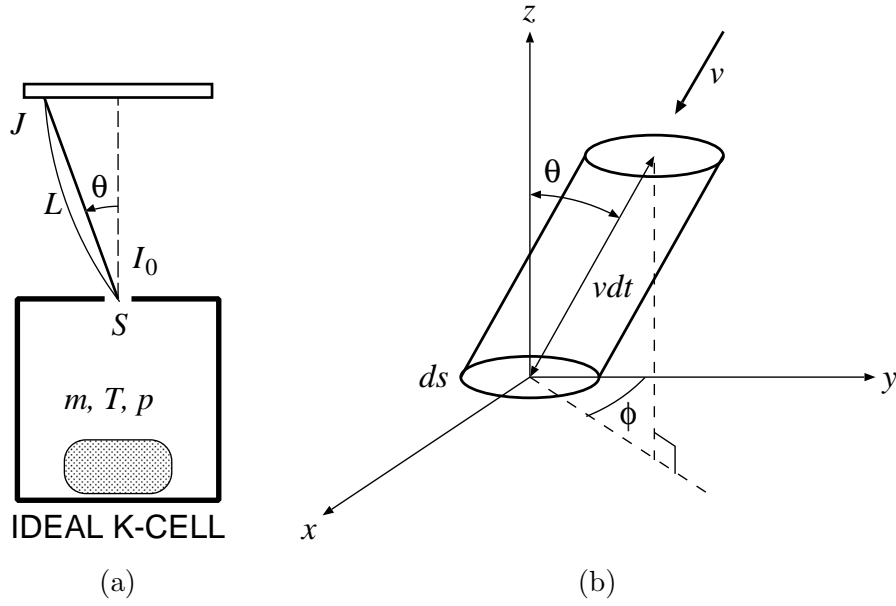


図 4: (a) 分子線源に理想的なクヌーセンセルを用いた場合のフラックス, (b) 表面に入射する分子。

速度 v をもつ分子の分布関数は次式で表される (Maxwell の速度分布則)。

$$f(v)dvdr = \left(\frac{m}{2\pi kT}\right)^{3/2} \exp\left(-\frac{mv^2}{2kT}\right) dvdr \quad (1)$$

速さ v に関する分布関数は $f(v)$ をあらゆる方向にわたって積分することにより得られる。

$$f(v)dv = \left(\frac{m}{2\pi kT}\right)^{3/2} \exp\left(-\frac{mv^2}{2kT}\right) 4\pi v^2 dv \quad (2)$$

平均速度 (mean velocity) v_m は次のようになる。

$$v_m = \int_0^\infty v f(v)dv = 2\sqrt{\frac{2kT}{\pi m}} \quad (3)$$

速度 $v = (v, \theta, \phi)$ の分子が, 表面の小面積 dS を時間 dt の間にたたく数は

$$\frac{dn}{dt} = n f(v)dv \frac{\sin\theta d\theta d\phi}{4\pi} v \cos\theta dS \quad (4)$$

である。あらゆる方向における速度をあらゆる範囲にわたって積分することにより, 単位時間, 単位面積当りに表面をたたく分子の総数 ν を求めることができる。

$$\nu = \frac{n}{4\pi} \int_0^\infty v f(v)dv \int_0^{\pi/2} \sin\theta \cos\theta d\theta \int_0^{2\pi} d\phi = \frac{n}{2} v_m \left[\frac{\sin^2\theta}{2}\right]_0^{\pi/2} = \frac{nv_m}{4} \quad (5)$$

式 (3) および $p = nkT$ より ν は次のような形で表される。

$$\nu = \frac{p}{\sqrt{2\pi mkT}} \quad (6)$$

したがって、セルから放出される単位時間当りの分子数は

$$I_0 = \frac{p}{\sqrt{2\pi mkT}} \cdot S \quad (7)$$

で表される。また、セル出口と基板との距離を L 、分子線と基板の垂線がなす角度を θ とすると得られる分子線のフラックス (単位面積、単位時間当りの分子数) は次式で与えられる。

$$J = \frac{S \cos \theta}{\pi L^2} \cdot \frac{p}{\sqrt{2\pi mkT}} \quad (8)$$

このときの分子線のビーム等価圧力 (beam equivalent pressure) P_{BEP} は次式で表される。

$$P_{\text{BEP}} = \frac{S \cos \theta}{\pi L^2} \cdot p \quad (9)$$

実際の MBE では、解放端をもつ筒状つぼが用いられることが多く、できるだけ低い温度で必要なフラックスを得るため、セルの口径を大きくしている。したがって、理想的な Knudsen 条件は成り立たず、また、セル内の蒸気圧もつぼの形状や材料の残量によって変化するので、フラックスの値は式 (8) からずれる。特に図 5 に示すように、解放端から蒸発原料表面までの距離の増加に伴って、分布は強い指向性をもつようになる。したがって、正確な成長速度や混晶組成を決定するために、基板ホルダの側に取りつけられている真空計でフラックスを正確に測定する必要がある。

MBE ではセル内の平衡蒸気圧が 10^{-3} Torr オーダーの時に得られるフラックスを用いることが多いが、Zn, Se など II-VI 族化合物半導体の MBE 成長に用いる原料は、何れもこの領域でフラックスの温度依存性が極めて強いので、精密な温度制御を行う必要がある。

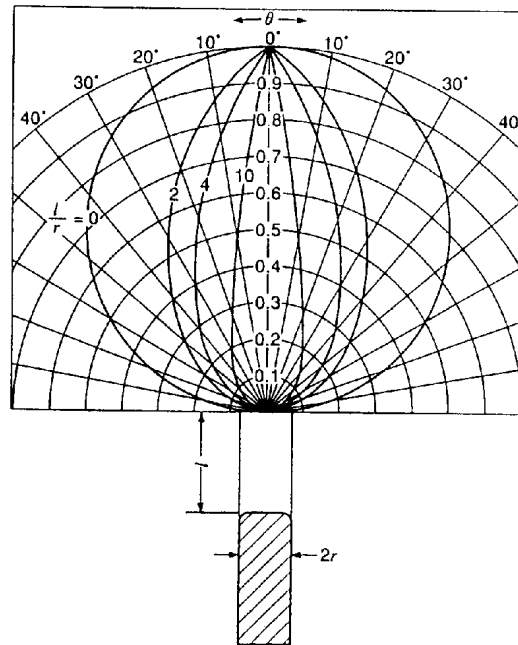


図 5: 解放端をもつ筒状分子線源からの分子線強度の角度依存性。(P. E. Luscher and D. M. Collins, Prog. Cryst. Growth Charact. 2 (1979) 15)

4 真空ポンプ

本節では真空をつくるための排気ポンプ (真空ポンプ) について述べる。排気ポンプには以下のような様々な種類がある。

- 回転ポンプ (rotary pump)
- 拡散ポンプ (diffusion pump)
- ターボ分子ポンプ (turbomolecular pump)
- ソープションポンプ (sorption pump)
- クライオジェニックポンプ (cryogenic pump)
- サブリメーションポンプ (sublimation pump) およびゲッターポンプ (getter pump)
- イオンポンプ (ion pump)

これらのポンプはそれぞれ到達真空度, 排気速度, 適切な動作圧力があり, 超高真空を達成するには数種類の真空ポンプを用いるなければならない。ここでは様々な真空ポンプの原理と特徴を述べる。

4.1 回転ポンプ (rotary pump)

回転ポンプは大気圧から動作する代表的なポンプである。図6に示すように油膜によって気密を保ったまま, 吸入・圧縮を繰り返して排気する。

回転ポンプは油を使用するため, 真空系の圧力が低くなると油蒸気の逆流が生じる。したがって, 通常は他の真空ポンプの補助排気, または粗引きに用いられる。回転ポンプを単独で用いる場合は, 油蒸気のトラップ (trap) 装置を設ける必要がある。

回転ポンプの到達真空度は $1 \sim 10^{-3}$ Pa 程度, 排気速度は $10^{-3} \sim 10^{-2}$ m³/s 程度である。

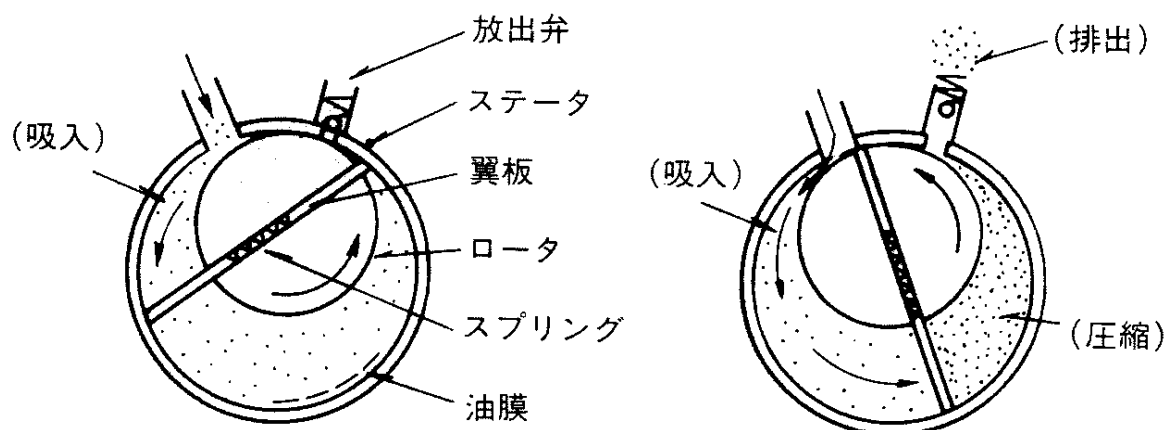


図6: 回転ポンプの構造と排気法 (アネルバ, 真空機器総合カタログより)。

4.2 拡散ポンプ (diffusion pump)

拡散ポンプ (diffusion pump) の動作は蒸気の流れの中へ気体が拡散することに基づいている。気体流 (gas flow) はポンプのなかで適当な油 (oil) または水銀 (mercury) といった流体 (fluid) の沸騰 (boil) によって作り出される。図 7 は拡散ポンプの構造である。蒸気 (vapor) は煙突状の構造を昇ってゆき、環状のジェット (噴出口) を通って煙突の外側を下方へ逆流するように方向付けられる。ジェットにおける蒸気の密度は排気される気体のそれよりずっと大きく、気体分子は蒸気流に乗って運ばれる。蒸気は次いでポンプの水冷された壁の上に凝縮し、ポンプ吸入口におけるより大きい密度をもつようになった気体は第 2 のジェット段階へ送り込まれ、ここでも同じ過程が繰り返される。1 つ以上の段階がこれに続き、気体は補助排気用回転ポンプにより最終的に排出される。

拡散ポンプの到達圧力に影響する因子には次のようなものがある。

1. 排出された気体の、蒸気流に逆らった逆拡散 (back-diffusion)
2. ポンプ流体またはその分解生成物の飽和蒸気圧
3. ポンプ流体に溶解していて、加熱されたとき放出される気体

拡散ポンプはこれらの因子を考慮して、設計あるいは流体の選択がなされており、到達真空度は $10^{-5} \sim 10^{-7}$ Pa 程度、排気速度は $0.1 \sim 1 \text{ m}^3/\text{s}$ 程度、背圧は 1 Pa 程度のものがある。しかし、超高真空系に用いる場合はわずかな油蒸気汚染の可能性が存在していることを忘れてはならない。

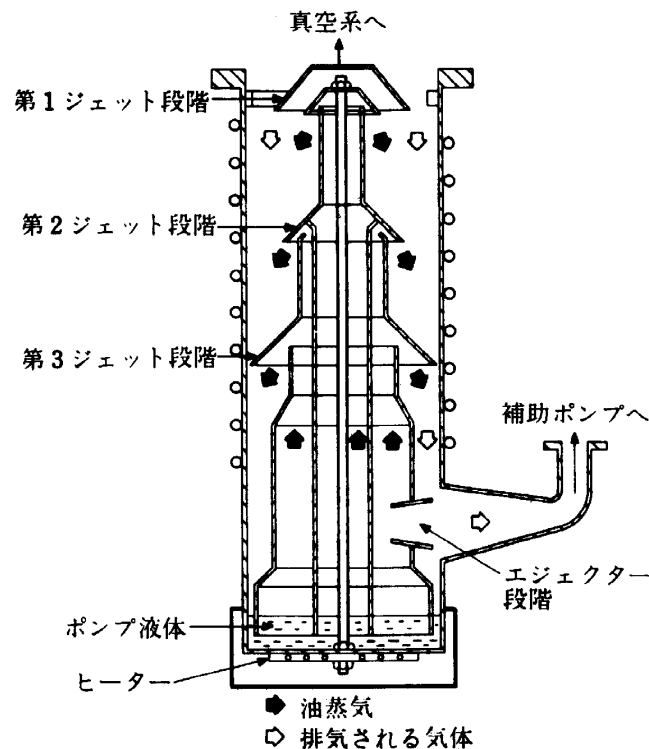


図 7: 拡散ポンプ (diffusion pump) の構造 (G.F.Weston, 超高真空技術の実際より)。

4.3 ターボ分子ポンプ (turbomolecular pump)

ターボ分子ポンプ (turbomolecular pump) は図 8 (a) に示すように、タービン (turbine) 型の回転翼板 (rotor) と固定翼板 (stator) を交互に並べた構造になっている。回転翼板が高速回転 (数万回転/分) することにより、気体が翼板の運動方向にぐるぐると引きずられ、翼板を横切って排気される。

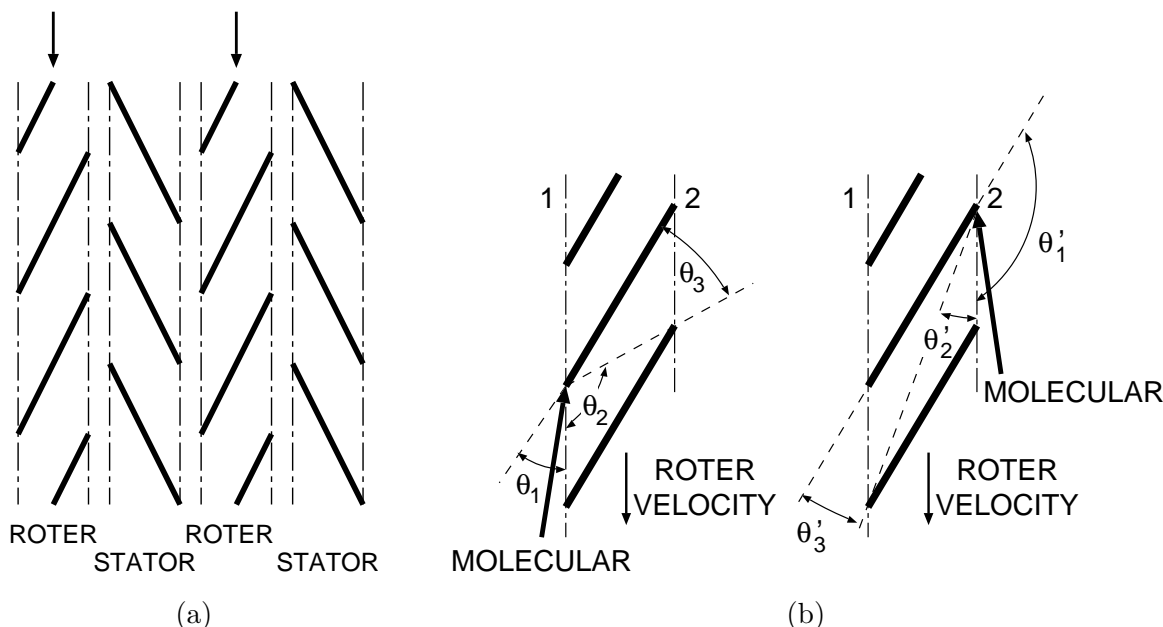


図 8: (a) ターボ分子ポンプ (turbomolecular pump) の翼板の配列, (b) ターボ分子ポンプの排気作用。翼板の速度は分子速度に比べて大きいと仮定できる。

図 9 (b) に示すように、回転している翼板の方へ全体として向かってくる気体分子を考える。ここで、翼板の速度が平均的な気体の速度に比べて大きいと仮定する。例えば、直径 20 cm, 回転数 30000 rpm の翼板の速度は外周で 314 m/s であり、この翼板を $1 \text{ m}^3/\text{s}$ で流れる気体の平均速度は 32 m/s である。この場合、平均としてそれらの相対速度は回転方向に対してかなり鋭い角度をなしており、それらは翼板の端部にぶつかる。散漫反射を仮定すると、1 の側から入射する分子については、角 θ_1 内へ再放出される分子は 1 の側へ戻るが、角 θ_3 内へ再放出される分子は 2 の側へ脱出する。角 θ_2 内へ再放出される分子は、最終的には 1 または 2 の何れかの側へ逃れる。同様な過程が 2 の側から入射する分子についても起こる。関連する角は θ'_1 , θ'_2 および θ'_3 である。分子が翼板の一つの側から他の側へ移行する確率は、角度の比に依存するから、図から明らかなように、1 の側から 2 の側へ行く分子の確率は 2 から 1 へ行く分子の確率よりもずっと高い。Kruger と Shapiro (C. H. Cluger and A. H. Shapiro, Trans. 7th Nat. Vac. Symposium 1960, 6, Pergamon, 1961) はモンテカルロ法 (Monte Carlo method) によりこの機構を理論的に取り扱っている。彼らは翼板の速度と角度とに依存して、1 側から 2 側へゆく分子の確率は反対方向に行く分子の確率よりおよそ 10 ~ 40 倍高いことを示した。

図 9 はターボ分子ポンプの断面図および写真である。翼板を横切る気体の流れは、分子が移行する確率に依存するだけでなく、翼板の両側の圧力の比にも依存するため、通常回転ポンプを補助排気に用いる。軸受け (bearing) には油が用いられているが、重い分子である油蒸気は逆流しない。しかし、ポンプが回転していないときには油が真空系内へ移動することができるので、予防措置を

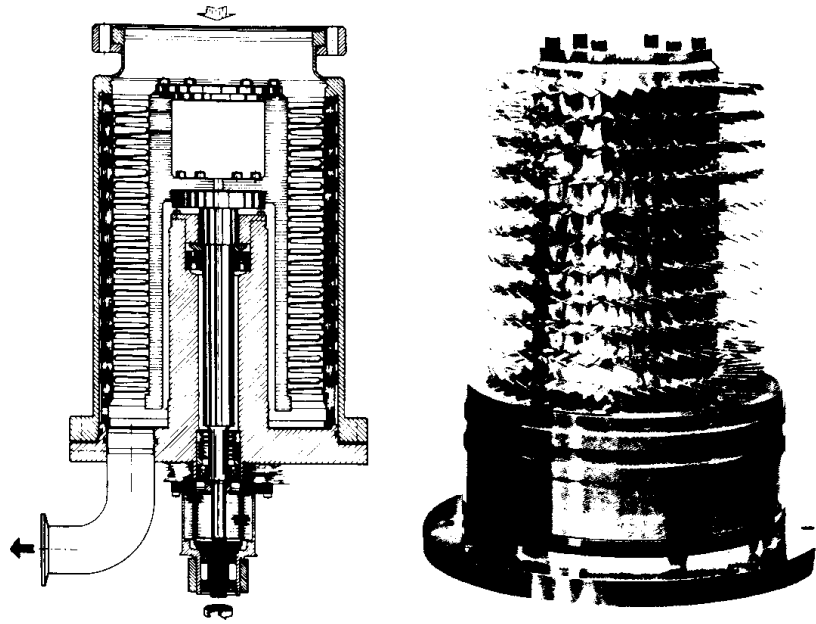


図 9: ターボ分子ポンプ (turbomolecular pump) の構造 (G.F.Weston, 超高真空技術の実際より)。

講じなければならない。このような恐れのない磁気浮揚 (magnetic float) 型軸受けをもつターボ分子ポンプも存在する。

ターボ分子ポンプの到達真空度は $10^{-4} \sim 10^{-5}$ Pa 程度, 排気速度は $0.1 \sim 1 \text{ m}^3/\text{s}$ 程度, 背圧は 1 Pa 程度である。

4.4 ソープシオンポンプ (sorption pump)

ソープシオンポンプは分子の吸着・脱離過程に頼っている。脱離速度は表面の単位面積にすでに吸着している分子の数 N_A , 表面温度 T_s および分子間力に関係した活性化エネルギー E を用いて

$$\nu_d = BN_A \exp(-E/RT_s) \quad (10)$$

で表される。ここで B は定数, R はモル当りの気体定数 $= N_0 k$ (N_0 はアボガドロ数) である。また, 吸着速度は式 (6) でみたように, 付着係数 f , 気体の温度 T_g を用いて

$$\nu_a = \frac{fp}{\sqrt{2\pi mkT_g}} \quad (11)$$

で与えられる。したがって式 (10), (11) を結び付けると, 単位面積当りの表面気体の正味の変化速度 dN_A/dt が次式で与えられる。

$$\frac{dN_A}{dt} = \nu_a - \nu_d = \frac{fp}{\sqrt{2\pi mkT_g}} - BN_A \exp(-E/kT_s) \quad (12)$$

平衡状態では $\nu_a = \nu_d$ であるが, $\nu_a > \nu_d$ の非平衡状態では表面がポンプとしてはたらく。このことは, 例えば E または f の大きな表面を用い, 表面温度 T_s を下げることにより達成される。ここで注意しなければならないことは, 気体が吸着するにつれて N_A したがってまた ν_d が増加し, 排

気速度 dN_A/dt が減少し、ついには $dN_A/dt \rightarrow 0$ のとき新しい平行に達するということである。したがって吸着過程に基づくポンプは、連続的に活性化することができないとすれば、時間とともに飽和傾向を示す。

図 10 に示すように、ソーブションポンプは吸着媒材料を含む容器からなっており、通常はバルブによって真空系につながれる。このポンプは入口バルブを開き真空系のバルブを閉じた状態で、およそ 200°C でベーク (bake) することにより活性化 (activate) される。ベーキングによって、常温で吸着された気体の大部分をなす水蒸気が追い出される。ベーキングの後、入口バルブを閉じ、ポンプを液体窒素デューワ (Dewar) の中で冷却する。次いで真空系のバルブを開くと系はおよそ 1 Pa へ排気される。

ソーブションポンプは大気圧から排気可能であるが、容量限界がある。したがって、到達真空度を高めるために図 11 のように二つのポンプを縦列に用いることがある。まず最初のポンプ S_1 のバルブ V_2 を開いて、圧力が低圧に達して平坦になったときバルブを閉じる。このとき例えば窒素圧力はおよそ 10^{-1} Pa へと 6 桁減少するが、ネオン圧力は約 5×10^{-1} へ 1 桁下がるに過ぎない。この時点で残留気体は主としてネオンである。ついで、二つ目のポンプ S_2 のバルブ V_4 を開けると、ネオンは $5 \times 10^{-2}\text{ Pa}$ まで減少するだけであるが、窒素圧力は 10^{-5} Pa まで減少する。全圧における利得は大きくないが、二つのポンプを縦列で用いる方が 2 倍の容量の単一のポンプを用いるより好ましい。大きな利点は窒素、酸素および水蒸気に分圧を著しく低下させることができる点である。

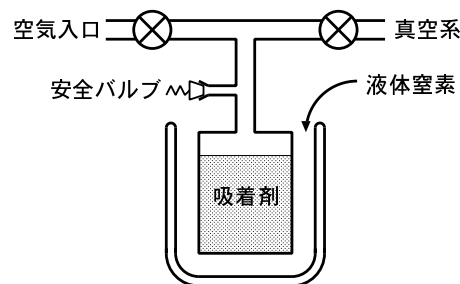


図 10: ソーブションポンプ (sorption pump) による排気のための配置。

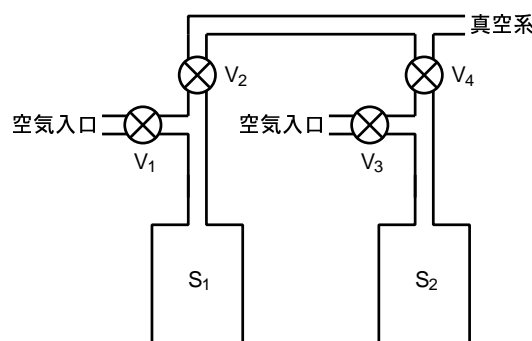


図 11: 縦列で動作する 2 個のソーブションポンプに対する接続。

4.5 クライオジェニックポンプ (cryogenic pump)

前節で、冷却された表面が非平衡条件が支配的である間は物理吸着によって気体を排気するということを述べた。表面は平衡状態になるまでポンプとしてはたらし、到達圧力は関与している気体の飽和水蒸気圧である。飽和蒸気圧は温度に非常に依存し、温度低下は真空室内の圧力を下げる方法となり得る。図 12 に真空系で通常存在する気体に対する飽和蒸気圧の温度依存性を示す。液体窒素温度 77 K においては、水蒸気の蒸気圧だけが 10^{-10} Pa 以下に著しく低下する。窒素、酸素、一酸化炭素その他の飽和圧力はまだ大気圧あたりにある。温度を液体ヘリウム温度 4 K まで下げると、ヘリウムと水素を除いて系内圧力を超高真空まで下げることが可能である。凝縮による気体の排気はクライオポンピング (cryopumping) として知られている。

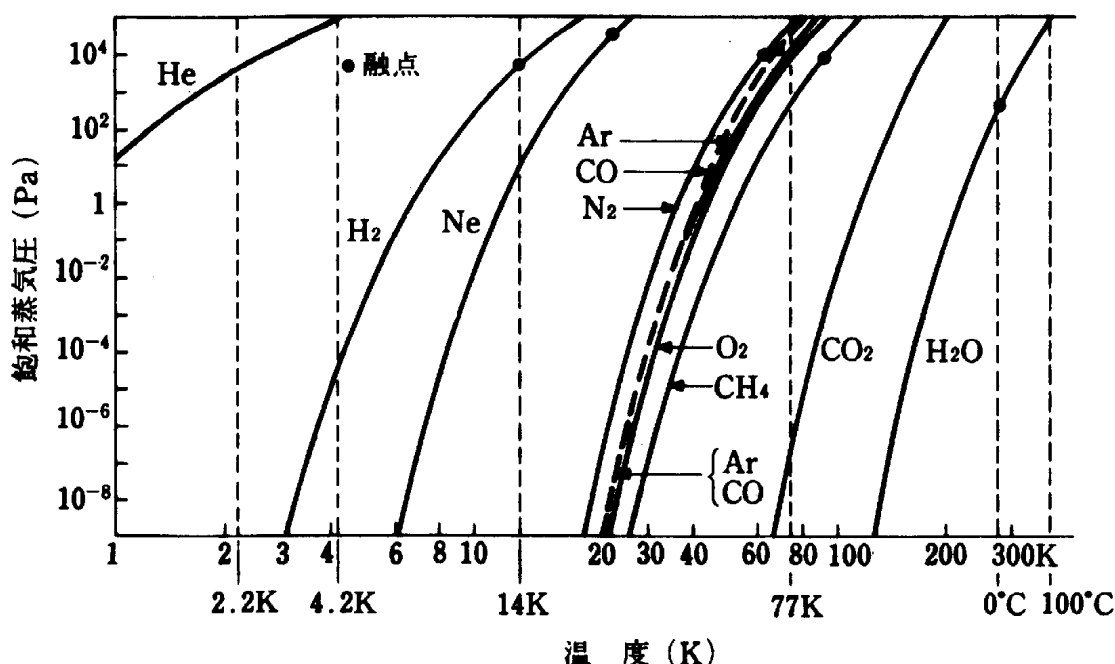


図 12: 真空系で通常存在する気体に対する飽和蒸気圧の温度依存性。

真空系全体を液体ヘリウム温度に冷却することは現実的ではないので、系の表面の一部のみを冷却することによって排気が行われる。このようなポンプの排気速度と到達圧力は式 (12) から求めることができる。平衡においては $\nu_a = \nu_d$ であるから、 ν_d は $\nu_a(T_s) = f_{(s-s)} P_{\text{sat}} / \sqrt{2\pi m k T_s}$ により置換することができる。ここで、 $f_{(s-s)}$ は温度 T_s の気体の、同一温度の表面に対する付着係数、また P_{sat} は温度 T_s における飽和蒸気圧である。したがって、式 (12) を書き直して、冷却表面の単位面積に気体が吸着する速度を次のように得ることができる。

$$\frac{dN_A}{dt} = \nu_a(T_g) - \nu_a(T_s) = \frac{1}{\sqrt{2\pi m k}} (f_{(g-s)} P T_g^{-1/2} - f_{(s-s)} P_{\text{sat}} T_s^{-1/2}) \quad (13)$$

ここで $f_{(g-s)}$ は、温度 T_g の気体の、温度 T_s の表面に対する付着係数である。

到達圧力 T_{sat} は $dN_A/dt \rightarrow 0$ のとき達成されるから

$$P_{\text{ult}} = P_{\text{sat}} \frac{f_{(s-s)}}{f_{(g-s)}} \left(\frac{T_g}{T_s} \right)^{1/2} \quad (14)$$

したがって、真空系の一部のみが温度 T_s にあるから、到達圧力は飽和圧力より幾分高い。

式 (13) の中の P_{sat} に対して置換を行うと次式が得られる。

$$\frac{dN_A}{dt} = \frac{f_{(g-s)}}{\sqrt{2\pi mkT_g}} (P - P_{\text{ult}}) \quad (15)$$

$f_{(g-s)}$ は極低温の表面に入射する気体分子に対しては高く、測定値は 0.8 ~ 1 である。したがって、到達圧力より 1 桁以上高い圧力に対しては、表面の排気作用は表面に単位時間当たり入射する分子の数によって決まる理論的限界に極めて近い (式 (11) 参照)。これは拡散ポンプまたはターボ分子ポンプによって得ることのできる速度より相当よく、ソーブションポンプと異り、表面は高い気体負荷のもとでも飽和しない。

しかし、表面の層があまりに厚くなるとそれは剥がれ落ちることがあり、またどんな場合でも層の厚さ方向に温度勾配が存在していて、そのために、排気作用がかなり低下する。したがって、容量が限られてくるので、一般にクライオポンプは系を 10 Pa かそれ以下まで排気するための別のポンプと組み合わせられる。もしヘリウムを除去することができるなら、クライオポンピングは 10^{-8} Pa かもっとよい真空度まで到達可能な、高速度で清浄な排気系となる。また、クライオポンプは単に温度を上昇させ、脱離気体を粗引きポンプで排気するだけで容易に再生させることができる。

大型の系ではクライオパネルを液体ヘリウムで冷却するという方法が採用されているが、ここでは小型の系に適した冷凍機を用いた方法を紹介する。図 13 に Gifford-McMahon 低温発生機の原理を示す。それはコンプレッサー (compressor)、熱交換器 (heat exchanger) およびディスプレイサー (displacer) の三つの基本部分からなる。サイクルの開始にあたって、圧縮された気体はバルブ V_1 を通ってディスプレイサー円筒に入れられ、ディスプレイサーはその往復行程の最下部にあり、そして、 V_2 は閉じられている。次いで V_1 が閉じられ、圧縮気体が熱交換器を通るようにピストンが上げられ、熱交換器で気体は冷却されてディスプレイサー円筒の下部に入る。次いで、 V_2 が開かれて気体を膨張させ、それをさらに冷却する。そこでピストンは円筒のそこへ押し下げられ、膨張した気体はコンプレッサーにより排気され、 V_2 が閉じられ、そしてこのサイクルが繰り返される。実際のシステムでは熱交換器は普通ディスプレイサーピストンの中に組み入れられる。そしてピストン作動気体それ自身によって気体圧で作動させることができる。

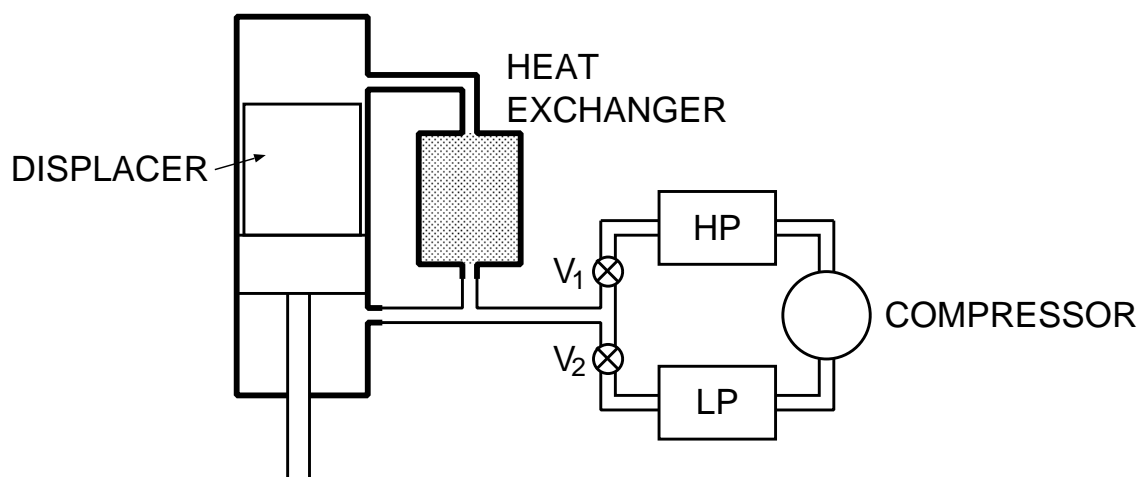


図 13: Gifford-McMahon 低温発生機の原理。

図 14 は代表的な小型低温発生機ポンプである。第 1 段階で熱シールドをおよそ 77 K に冷却し、

第2段階はクライオパネルを 20 K に冷却する。20 K ではネオン、水素およびヘリウムは十分に排気されないため、活性炭のような多孔表面をクライオパネルの裏側に塗って、これらの気体を効果的に排気する。

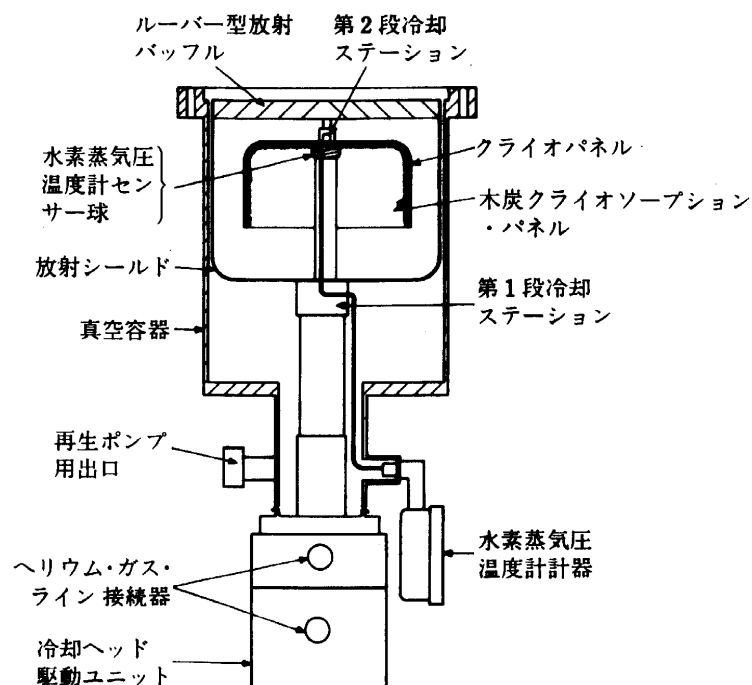


図 14: 代表的な小型低温発生機ポンプの構造 (G.F.Weston, 超高真空技術の実際より)。

4.6 サブリメーションポンプ (sublimation pump) および ゲッターポンプ (getter pump)

ソープシオンポンプ、クライオジェニックポンプは排気機構として冷却した表面への気体の物理吸着を利用するものであった。サブリメーションポンプ (sublimation pump) およびゲッターポンプ (getter pump) は気体を捕捉するのに化学吸着過程に頼るポンプである。

化学吸着は、気体分子と表面分子との間で起こる化学反応の結果、気体層と表面との間に生じるずっと強い結合によって特徴づけられる。このことは式 (10) 中の結合エネルギー E に反映される。例えば、金属表面に物理的に吸着した酸素に対する E の値は $12 \sim 17 \text{ kJmol}^{-1}$ であるに過ぎないのに、チタンの上に化学吸着した酸素に対するそれは 1000 kJmol^{-1} である。その結果、化学吸着した気体の脱離速度 ν_d は常温においても低い。

式 (12) を参照すると、化学吸着の場合には、表面と気体との間に化学反応が起こり得るとすれば、冷却しなくても $\nu_a > \nu_d$ の関係が得られることがわかる。一般に、結合は気体の最初の 2 ~ 3 層と表面との間でのみ起こり、それ以後は気体はほとんど吸着しない。この点で化学吸着表面は、活性化することのできる大きな表面を必要とするか、あるいは活性な表面が連続的に補給されなければならない。結合が強いため、それは普通高温に昇温することによって再生することができない。したがって、化学吸着を用いるポンプは容量が限られており、圧力が少なくとも 1 Pa へ下

げられたときのみ用いられる。実際、限られた間高い排気速度を提供する補助的ブースターポンプ (booster pump) として用いられる。

化学吸着ポンプには2種類がある。つまり、金属膜が連続的または間欠的にポンプ壁面上に蒸着されるいわゆるサブレーションポンプ (sublimation pump)、および非蒸発ゲッター (getter) が用いられるポンプである。

サブレーションポンプに用いられるゲッター材料は、一般にチタンが最良の材料であると認められている。図15はチタンサブレーションポンプの構造である。Ti フィラメントを融点近くまで加熱することによりTiを蒸発させ、化学吸着を行う。チタンサブレーションポンプの排気速度は $1 \text{ m}^3/\text{s}$ 程度、背圧は 10^{-2} Pa 程度である。

非蒸発ゲッターポンプにはジルコニウム-アルミ (Zr-Al) 合金が用いられる。ゲッターを 400°C 程度に加熱することにより活性化し、化学吸着を行う。吸着された表面層は内部へ拡散し、全てのゲッターが飽和するまで活性化することができる。排気速度は $10^{-2} \text{ m}^3/\text{s}$ 程度とチタンサブレーションポンプに比べて小さい。

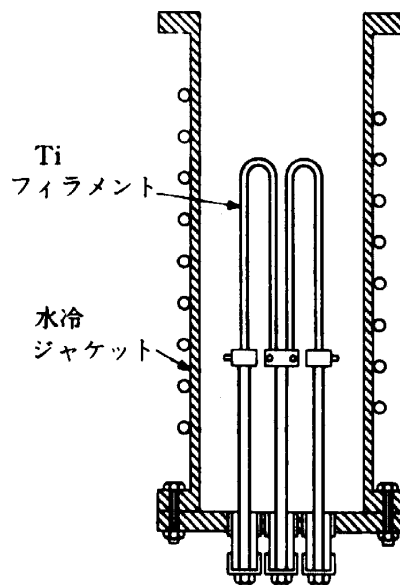


図 15: チタンサブレーションポンプ (sublimation pump) の構造 (G.F.Weston, 超高真空技術の実際より)。

4.7 イオンポンプ (ion pump)

電離気体は中性分子よりも容易に捕獲される。これを利用したのがイオンポンプ (ion pump) である。排気が増強されることは二つの基本的因子に由来している。(1) O_2 , N_2 , H_2 および CO_2 のような活性気体のイオン化した分子は中性分子よりずっと高い化学的活性度を持ち、(2) イオンは電場内で相当な運動エネルギーを獲得し、それがたたく表面に侵入することができる。また、スパッタリング (sputtering)、すなわち高エネルギーイオンの衝撃により表面から粒子が除かれる結果ある二次的な効果も発生する。これらのスパッタされた粒子は気体中を通るときそれと相互作用することができるのと、それらが付着した表面で気体を捕獲することができるのと、両方また

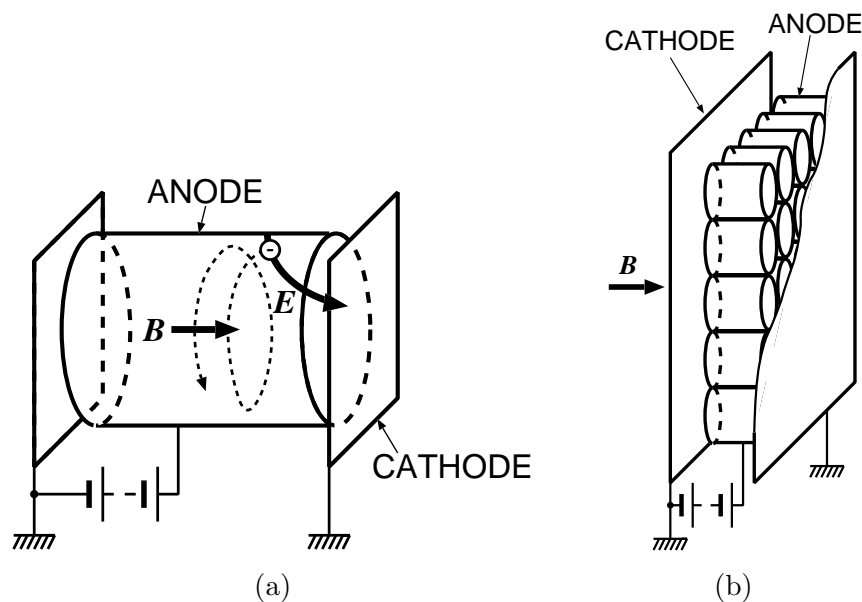


図 16: (a) ペニングセル (Penning cell) と (b) スパッタイオンポンプ (sputter ion pump) の基本的構造。

は片方が起こる。

したがって、イオンポンプの最初の必需条件は気体を電離する方法である。低い圧力で十分な電離を得るために 2 つの方法がある。(1) 系内に非常に多数の電子を導入すること, (2) 電子が最終的に陽極に集められる前に系を何回も横切るようにすることである。消費電力の低下つまり発熱量の低下のためにおもに (2) の方法が中心となる。限られた領域内で電子に振動または旋運動を起こさせるような静電場, あるいは静電場と磁場または高周波電場との組み合わせには数種類の構成が考えられる。

ここでは最も普及している静電場と磁場を組み合わせた方法である, スパッタイオンポンプ (sputter ion pump) について述べる。スパッタイオンポンプの基本は, 図 16 に示すペニングセル (Penning cell) である。このセルは二つの平行な陰極板とそれらの間に置かれた円筒形陽極とから成る。数キロボルトの電位が陽極と陰極との間に加えられ, キロガウス程度の磁場が陽極の軸の方向に加えられる。電離によりあるいは陰極のイオン衝撃により生じた電子は両陰極の間の電位の井戸の中を強制的に振動させられる。電子は磁場によって陽極に達するのを妨げられ, また長いら旋形の行路として高い電離確率を与えられる。陰極にはチタンのような化学的に活性な金属が用いられる。

放電中で生成したイオンは陰極をたたく前にエネルギーを例えば 5 keV まで獲得し, その結果陰極材料をポンプの他の表面へ向けてスパッタする。化学的に活性な気体は付着領域にやってくるとスパッタされた材料と結合するか, 付着物をたたいたのち吸着される。イオンとして陰極へ向かって加速された活性気体と不活性気体はともにそこに埋め込まれる。しかし, 連続的なスパッタリングのため結合していない気体は再び放出され, 不活性気体は付着物が成長してゆく陰極領域においてのみ永久的に捕らえられる。スパッタイオンポンプは 1 Pa 付近の圧力で始動させることができるが, このような圧力では排気速度は極めて低く, 消費電力が高い。その結果ポンプは加熱され, ポンプが排気するよりも高い速度で気体を放出する。したがって, イオンポンプを作動する前に少なくとも 10^{-1} Pa へ粗引きするのがよい。また高い圧力においてはスパッタ速度が著し

く増大するので陰極の寿命が限られてくる。 10^{-4} Pa の圧力では寿命は通常 50000 時間程度であるといわれている。

イオンポンプの長所は炭化水素のような汚染がないことである。また、ポンプのイオン電流は圧力の指示として役立つ。到達真空度は 10^{-8} Pa 以下、排気速度は $1\text{ m}^3/\text{s}$ 程度である。

図 17 はイオンポンプの一例である。中心部にチタンサブレーションポンプがあり、その周りにイオンポンプエレメント (ペニングセルの集合体) が配置されている。

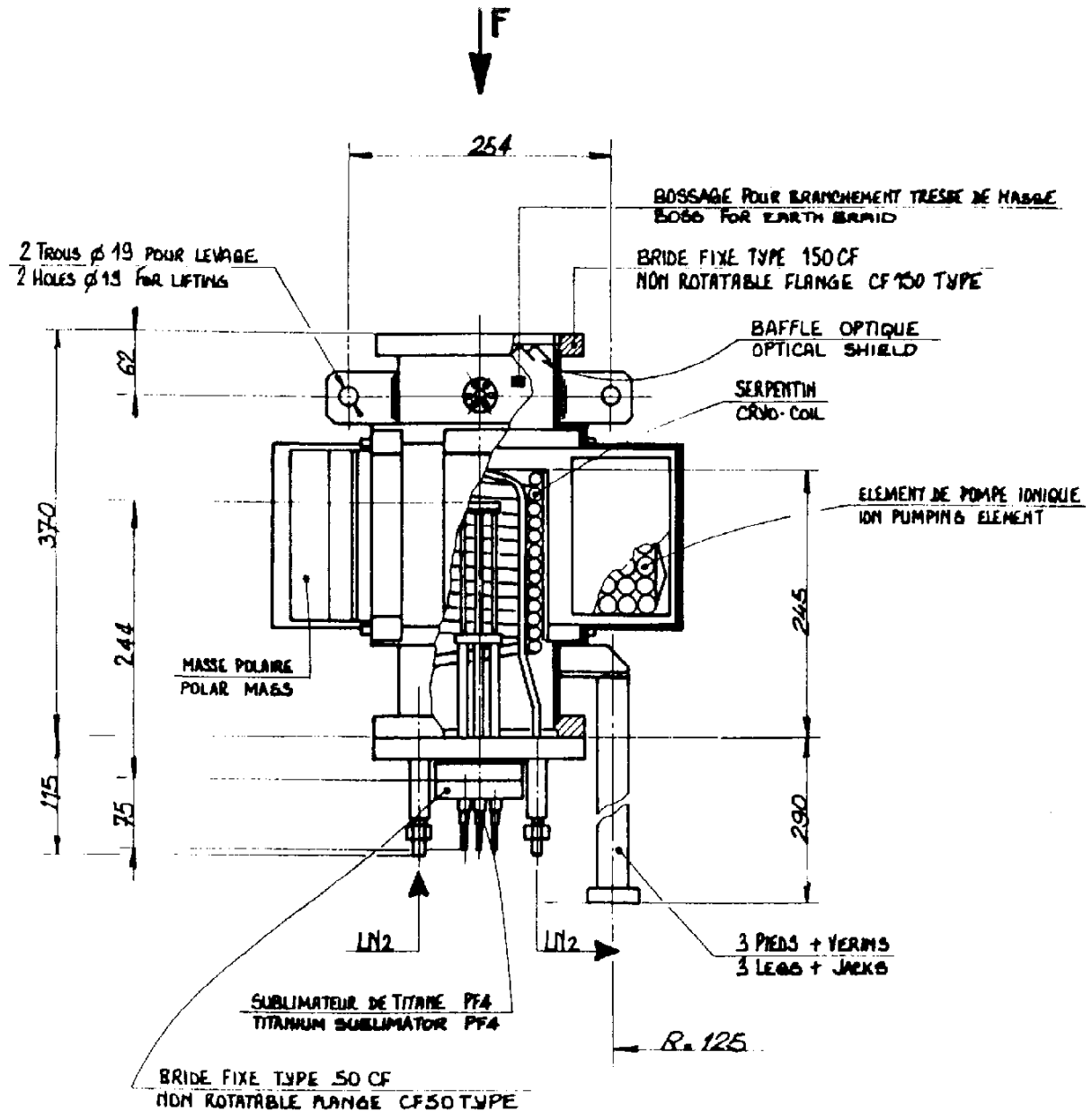


図 17: イオンポンプ (ion pump) の構造 (地域共同センター)。