

試料搬送用超高真空チャンバーの試作

藪田 豊^{A)}、宮本浩之^{A)}、中西規雄^{A)}、石本正治^{A)}、塩見昌弘^{A)}、松下詔宣^{A)}、坂口 明^{A)}、山口周宏^{A)}、片山昌造^{A)}、西山雅祥^{A)}、石塚 守^{A)}、吉川孝雄^{A)}、岡田美智雄^{B)}、後藤征士朗^{B)}、渡辺伸一^{B)}、笠井俊夫^{B)}

^{A)}大阪大学工作センター

^{B)}大阪大学大学院理学研究科

概要

よく制御された固体表面の研究には、 10^{-8} Pa 程度の超高真空が必要となる。そのため研究用チャンバーは超高真空に対応する必要がある、材料選びから製作過程にいたるまで工夫が必要となる。今回は測定用超高真空チャンバー内に試料を搬送するための中間接続チャンバーの製作を行った。大阪大学工作センターではこれまで 10^{-5} Pa 程度の高真空に対応したチャンバーの製作経験しかなく、今回初めて超高真空チャンバーの製作を行ったのでその製作過程を以下に報告する。

1 製作する超高真空チャンバー

製作した超高真空チャンバーの模式図を図 1 に示す。

152 コンフラット(CF)フランジのポートを3つ、70 CF フランジのポートを6つ、35 CF フランジのポートを1つ備えたチャンバーである。それぞれ、排気ポンプを接続したり、試料トランスファー用のロッドを接続できるようになっている。最終的な排気はターボ分子ポンプ、イオンポンプ、チタンサブレーションポンプを併用して 1×10^{-8} Pa の超高真空が得られるように設計している。

2 超高真空チャンバー製作用材料と NC フライス機での切削加工

ステンレス鋼製チャンバー製作において一番重要なのが材料の選択である。一般的には SUS304 または SUS304L が用いられる。SUS304L は SUS304 に比べてカーボンの含有量が少なく溶接に適している。よってチャンバー製作では溶接は不可欠であるから SUS304L を使う方が良い。また、真空用フランジの材料には板材または鍛造品を使う。これは材料のピンホールを避けるためである。チャンバーに丸棒を使うのだけは避けた方がよい。板材でもピンホールがあることがあるので鍛造品の方が良いが価格が割高なので質の良い板材を使うのがベストである。また、パイプはつなぎ目のない引き抜き鋼管をもちいるのがよい。以上の事に気を付けて材料を選び、チャンバーづくりに必要な部品を NC フライス機により精密加工を行った。今回は CF フランジの加工を含め、すべて工作センターで行ったが、溶接前の物品はなるべく既製品を購入したほうが効率は良いようである。

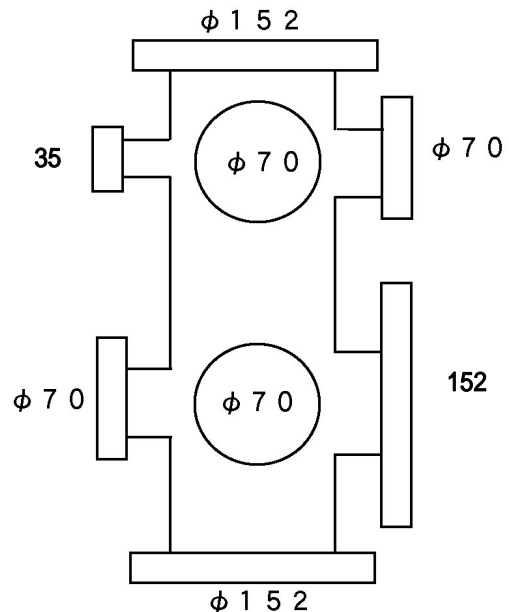


図 1 . 製作する超高真空チャンバーの模式図

3 アルゴン溶接

NC フライス機で切削加工した部品は、アセトン中での超音波洗浄により十分に脱脂を行った後に溶接を行う。これは、溶接部位に切削加工した油成分等が残り、それが残留ガスとして真空チャンバーを汚すのを防ぐためである。このことに関連して、溶接はなるべく内溶接だけですませられるようにあらかじめ設計段階から考慮しておく必要がある。溶接して出来上がった状態の真空チャンバーを図2に示す。この段階で溶接部分にリークがないことは、ヘリウムリークディテクターを用いて確認しておく必要がある。

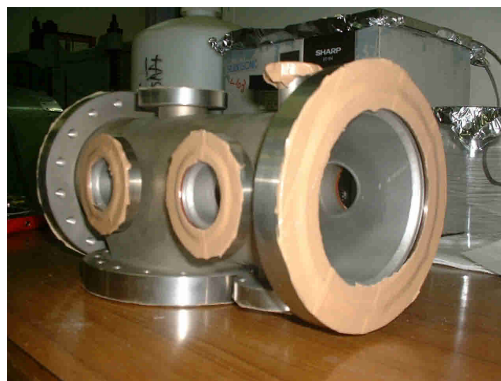


図2 . アルゴン溶接後の超高真空チャンバー

4 電解研磨

超高真空をつくるためには、チャンバー内の壁面からの脱ガスを極力減らす必要がある。つまり、チャンバー内部の壁面をなめらかにして表面積を減らすことが不可欠となる。そのためにチャンバー内壁をバフ研磨して、その後電解研磨を行った。もちろんバフ研磨の後は、残留研磨材やバフ材を除くために十分洗浄した。電解研磨の様子を図3に示す。まず、チャンバーを電解液の中に浸し、フランジについているネジ穴を利用して1つの電極を取る。対電極としてチャンバーの内側と外側に円筒形のステンレスパイプを配置して電解研磨をした。電解研磨後は蒸留水で十分洗浄し、さらに続けてアセトン、エタノール、蒸留水の順に超音波洗浄した。その後、

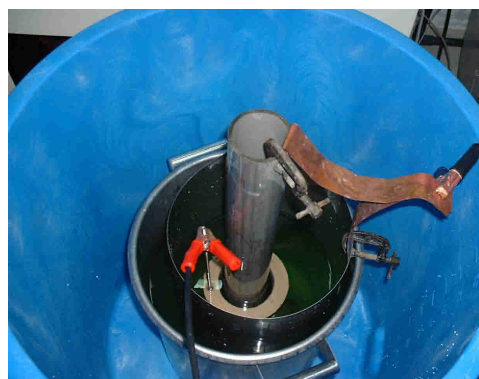


図3 . 電解研磨の様子

130 に保温した乾燥機に入れチャンバー

5 真空漏れ試験

超高真空チャンバー完成後、実際に装置に取り付ける前に真空漏れ試験を行った。その様子を図4に示す。ヘリウムリークディテクターによる真空漏れ試験の結果、真空漏れはないということがわかった。実際には、超高真空を得るためには150 ~ 200 程度で1昼夜加熱(ベーキング)する必要があるが、そのベーキングでリークを生じる可能性もある。そのため、最終的には装置に取り付け実際に使用するセットアップを組んだ後、超高真空にしてみる必要がある。最終的なリークチェックはチャンバーに取り付けた四重極質量分析計で行った。



図4 . リークテストの様子

6 超高真空チャンバーの性能

完成した超高真空チャンバーに排気速度 250l/sec のターボ分子ポンプとロータリーポンプを取り付け、真空引きを行った。その結果 10^{-6} Pa 程度の真空が得られた。その後排気したまま 200 で 48 時間ベーキングを行った後、イオンポンプとチタンサブレーションポンプを併用して 1×10^{-8} Pa の超高真空を得ることができた。

7 超高真空内ガス導入用のジョイント製作

大阪大学工作センターでは超高真空に純度の高いガスを導入するためガラスとステンレス部品をコバルガラスにより溶接することも行っている。図5にその写真を示す。この接続により純度の高いガスを超高真空に導入することが可能となっている。ステンレス配管を通してポンベからガス供給する場合よりも水等の不純物のないガスが導入できる。超高真空にガスを導入する場合のように流量の小さい場合にはこの方法が適している。

8 製作した超高真空チャンバーを用いた研究例^[1]

今回製作した 1×10^{-8} Pa の超高真空チャンバー内で Si(001)表面を清浄化した後、走査型トンネル顕微鏡チャンバーに真空内を移送した後その原子像を見た例を図6に示す。Si(001)表面は通常非常に良い真空度のもとでのみ清浄化が可能であるので、超高真空チャンバーの出来具合を判断するためには格好の材料である。今回製作した超高真空チャンバーでの清浄化では Si と Si が表面で 2 量体を形成するダイマー構造がはっきりと見られた。また、その原子像のフーリエ変換から 2×1 の再構成構造がきれいに形成されていることもわかった。これらのことから今回製作した超高真空チャンバーは固体表面の研究に十分に対応できるものであったと言える。



図5 . 超高真空内にガスを導入するための
ジョイント

参考文献

[1] A. Woelke, S. Imanaka, S. Watanabe, S. Goto, M. Hashinokuchi, M. Okada and T. Kasai, “Dissociative Adsorption of Methyl Chloride on Si (001) Studied by Scanning Tunneling Microscopy”, to be published.