極高真空への試料導入の検討*

尾高 憲二**・高橋 主人**・上田 新次郎**

(受付1993年2月4日, 掲載決定1993年4月3日)

Study on Specimen Transportation into Extremely High Vacuum from Atmospheric Pressure

Kenji ODAKA, Kazue TAKAHASHI and Shinjiro UEDA

(Mechanical Engineering Research Laboratory, Hitachi Ltd., 502 Kandatsu, Tsuchiura-shi, Ibaraki)

(Received February 4, 1993, Accepted April 3, 1993)

Specimen transportation into extremely high vacuum was investigated using an apparatus consisting of three chambers: a main chamber, a preparation chamber and an entry chamber. Transport operation took four hours from the entry chamber at atmospheric pressure to the main chamber at 7×10^{-10} Pa with a titanium sublimation pump and a turbo molecular pump. Residual gas analysis showed that pressure recovery in the 10^{-10} Pa region is governed by desorption of water introduced into the main chamber during transport. It was also found that methane is released from the transport equipment during operation. Therefore, the main chamber must be equipped with a pump which can evacuate methane.

1. はじめに

単原子操作技術による新機能素子や新材料の開発, あるいは表面, 界面の超精密測定等の進展を目指し, 極高真空の利用高率向上のためには, 極高真空を維持したまま試料を交換することの出来る, 導入装置が不可欠である。これまでの極高真空の研究^{1)~11)}は発生が主であり, 利用技術の開発は始まったばかりである¹²⁾。

初期の極高真空は, 系全体を液体ヘリウムに浸して¹⁾²⁾, 或は液体ヘリウム冷却のクライオパネルを用いて³⁾達成された。これは, 極低温での水素の凝縮を利用しており, 極高真空の先駆的研究として興味深い, システムの実用化には問題が多い。1980年頃から, チタンサブリメーションポンプ (TSP) のシュラウドを液体窒素で冷却した, 実用性の高いシステムの検討が盛んになった。容器は, ステンレス鋼製が多いが, アルミニウムも用いられている⁶⁾⁹⁾¹⁰⁾。クライオポンプを主ポンプとして, 10^{-11} Pa 台の極高真空の発生も報告されてい

る⁹⁾¹⁰⁾。

極高真空における試料導入においても, 超高真空の場合と同様, 圧力の高い試料導入室から流入するガスと, 搬送操作に伴い機器から放出されるガスの2点が問題であろう。しかし, 従来の超高真空装置についても, ガス放出のデータは殆どない。このため, 極高真空への試料導入の研究を始めるに当たって, 現在の搬送機器からどのようなガスがどのように放出されるのか, という基礎的な検討から始めなければならない。

既に報告したように, 筆者らは SUS304 ステンレス鋼製の容器を, ターボ分子ポンプ (TMP) とチタンサブリメーションポンプ (TSP) とで排気し, 10^{-11} Pa を発生した⁷⁾⁸⁾。この装置を TMP のみで排気したときの到達圧力は, 10^{-9} Pa 台である。しかし水冷の TSP を用いると, ゲートバルブ (GV) を開いて TMP から水素の逆流がある状態で, 3×10^{-10} Pa が得られた⁷⁾。そしてこの圧力は, チタンを補充蒸発することなく, 1週間以上維持された。このことは TSP で極高真空に排気された部屋と, TMP で超高真空に排気された部屋とを GV で隔離しておき, 試料搬送時に2つの部屋を接続しても, 極高真空は容易に回復されることを示唆する。即

* 平成4年10月29日 第33回真空に関する連合講演会で講演

** 株式会社日立製作所機械研究所 (〒300 茨城県土浦市神立502)

ち、現在の搬送機器を用いて極高真空中へ、試料を搬送できる可能性は大きい。

本研究では、まず現在の超高真空用搬送機器を用いて、極高真空への導入装置を試作した。そして、この装置を用いて実際に搬送操作を行い、全圧並びにガス組成の変化を詳細に測定することによって、試料導入の可能性と問題点を明らかにすることとした。

2. 実験方法

極高真空の主室に接続される処理室を、常に超高真空に保つため、装置は導入室を備えた3室構造とした。3つの部屋はそれぞれ、GVで仕切られて独立に排気され、主室はTMPとTSPとで極高真空中に、処理室はTMPで超高真空中に、常に保つことができる。試料を大気中で導入室に装填し、大気圧から 10^{-6} Paまで排気した後、試料は処理室へ搬送される。試料は、必要に応じて処理室内で、試料脱ガス装置を用いて加熱脱ガス処理された後、主室へ搬送される。試料の移動は、マグネットカップリング駆動の直線導入機 (linear motion drive) で行われる。本研究では、実際に試料は搬送せずに機器の操作のみを行い、装置のガス放出特性、及び極高真空

への適用の可否を調べた。

試作した導入装置の処理室 (preparation chamber) 及び主室 (main chamber) の形状を、Fig. 1 に示す。導入室は、処理室の後ろ (紙面裏側) に位置している。装置の仕様を以下に記す。

(1) 容器：材質はSUS304市販材で、溶接組立てののちバフ研磨と、リン酸主体の電解液を用いた電解研磨で鏡面仕上げした。その後、 $450^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ h}$ (10^{-3} Pa) の予備ベーキングを行った。主室の寸法は $\phi 100 \times 600$ 、処理室は $\phi 200 \times 400$ である。

(2) ゲートバルブ (VAT, 10840-CE44)：ステンレス鋼製で、開口径は $\phi 100$ である。開口部はバイトンOリングでシールされるが、筐体はペローズ及びメタルガスケットでシールされている。ベーキング最高温度は 150°C である。ニューマチック操作で開閉される。準備室と主室との間に組込んだ状態を、Fig. 1 に示す。

(3) 直線導入機 (日本ビーテック, VM-011)：細長い円筒状のステンレス鋼製ケース (外径 $\phi 34$) の内部に、ステンレス鋼製の円棒 (外径 $\phi 10$) がベアリングで支持されており、ケースの外側からマグネットカップリングで軸方向に駆動される。ケース内面は電解研磨さ

Fig. 1 Side view of the preparation chamber and the main chamber. The entry chamber is located just behind the preparation chamber.

れ、ベアリングの潤滑材は二硫化タングステン (WS_2) である。ストロークは700 mm、ベアリング最高温度は250°Cである。準備室に取り付けた状態をFig. 1に示す。

(4) 主室のマニピュレータ (日本真空, TSU-40F) : ベアリングと移動機構は大気側にあつて、溶接ベローでシールされている。ストロークは40 mm である。

(5) 処理室のマニピュレータ (北野精機, KL-100Z) : 移動機構は溶接ベローでシールされるが、真空中にガイド用のベアリングがある。ストロークは100 mm である。

(6) 排気装置 : 主室は、チタンサブプリメーションポンプ (TSP), 及びダイヤフラムポンプ (Balzers, MD 4) をバックポンプとするターボ分子ポンプ (TMP: Balzers, ワイドレンジターボ180 H) で排気される。TSP のチタン源であるチタンボールは、米国 Alta 社製 99.99% チタンを使用し、日電アネルパに依頼して市販型蒸発源に加工した。ポンプ容器の材質、処理は(1)の容器と同じである。排気に寄与しないステンレス鋼の表面積を減らすため、容器の壁面をチタン蒸着面とした。排気口径は247 mm で、水冷ジャケット付である。TMP の到達圧力は 3×10^{-9} Pa, 公称排気速度は $0.18 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ である。

処理室は、TMP (Balzers, ワイドレンジターボ180 H) で排気される。

(7) 試料脱ガス装置 : 直径65 mm の螺旋状に巻いた、太さ0.5 mm のタングステン線のヒータで加熱する。その内部に、温度を均一にするために、 $\phi 55 \times 60$ のタンタル製の内壁を設けている。ヒータの外側及び試料を出し入れする開口部は、タンタルの熱遮蔽板 ($t 0.1$, 5枚) で囲われている。試料を収納した空間内の温度を熱電対でモニターし、PID 制御によって温度コントロールされる。

(8) 装置のベアキング : シースヒータを容器表面に貼り付け、数本毎にサーマルリレーで温度制御した。均一加熱及び断熱のため、ヒータの上から $t 0.05$ のアルミ箔を8枚重ねて被った。GV 及び四重極質量分析計 ($Q = \text{マス}$) はマントルヒータを用いて加熱した。ベアキング温度はGVが150°C, Q マスが350°Cで、その他の部分は200°Cである。

(9) 計測 : 主室は全圧及び残留ガスを、処理室と導入室は全圧のみを測定した。全圧測定には、スピニングロータゲージを用いて感度校正をした、エクストラクタ型電離真空計 (Leybold-Heraeus, IE514 (ヘッド), IM520 (コントローラ)) を用いた。

残留ガス測定には、四重極質量分析計 (Balzers,

QMG420C) を用いた。ガス放出を少なくするためイオン源はグリッド型とし、軟X線等のノイズを低減するため90° off axis SEM を採用した。予め選択した質量数のピークを、ms オーダーで切り替えつつ高速で測定が可能である。

3. 実験結果及び検討

3.1 極高真空排気

装置のベアキングを200°Cで30時間行った。直線導入機も、操作用マグネットを取り付けたまま、マグネット以外の部分を200°Cで加熱した。この間 TSP のチタンボールに4.5 V を印加し、180 W で加熱、脱ガスした。この後、水冷ジャケットに通水しつつ、チタンボールに6 V を印加し、蒸発速度 $J_w = 2 \times 10^{-6} \text{ g} \cdot \text{s}^{-1}$ でチタンを蒸発した。20時間で0.14 g のチタンを蒸発し、 7×10^{-10} Pa の圧力が得られた。この後、以下に述べる実験の期間を含めて4週間に亘り、チタンの補充蒸発を行わずに $5 \sim 7 \times 10^{-10}$ Pa が維持された。 10^{-10} Pa 台の極高真空は、液体窒素を用いずに室温のままで達成、維持できる⁷⁾ことが確かめられた。

3.2 導入室の排気

乾燥空気を流しつつ、バイトンOリングシールの扉 ($\phi 100$) を3分間開放した後に排気を行い、2時間で 3×10^{-6} Pa に達した。乾燥空気で大気圧にした後、扉を開放せずに排気すると1時間以内に同じ圧力に達する。実験室の大気を導入すると、同じ圧力まで4時間を要した。更に排気時間を短縮するには、大気に直接触れる部分が極く少ない、試料装填方法が必要である。

3.3 導入室から処理室への搬送

3×10^{-6} Pa の導入室から 10^{-8} Pa の処理室への搬送操作では、処理室の圧力は一時的に 10^{-6} Pa 台に上昇する。しかし150秒の操作の後、GV を閉じて2つの部屋を仕切ると、1時間以内に処理室の圧力は元の値に戻った。圧力回復は、後に述べる主室の場合と同様に、壁面に吸着した水の再脱離挙動に、支配されると推定される。

3.4 処理室での試料の加熱、脱ガス

試料を装填せずに、試料脱ガス装置内の温度を100°Cから800°Cまで変化させ、脱ガス装置からのガス放出による処理室の圧力上昇の様子を調べた。その結果、400°Cまで 10^{-8} Pa を保って加熱できることが分かった。試料を加熱する雰囲気として、不純物の少ない良好な状態である。

3.5 処理室から主室への搬送

3.5.1 搬送に伴うガス放出挙動

3×10^{-8} Pa の処理室から 7×10^{-10} Pa の主室へ、搬送

Fig. 2 Variation in the pressure of the main chamber during operation of transport instruments as a function of time. The gate valve (GV), linear motion drive (LM) and manipulator operate in that sequence during specimen transportation.

操作を行ったときの主室の圧力変化を Fig. 2(a)に示す。操作を終了してGVを閉じた後の、 10^{-10} Pa台における圧力回復の様子を Fig. 2(b)示す。LMは直線導入機(linear motion drive)を表す。GVの開閉時間は105秒で、マニピュレータへの試料の受渡し操作の、必要最小時間である。GVの開閉に伴って、圧力は 10^{-8} Paまで上昇する。一方、直線導入機やマニピュレータを操作すると、圧力上昇は 10^{-9} Paである。これは、GVからのガス放出が多く、かつ直線導入機と違って主室に隣接して設置されているために、主室の圧力変化に与える影響が大きいためと考えられる。しかし、GVを閉じると約25秒で 10^{-10} Pa台に入る。この後圧力は図(b)に見られるようにゆるやかに減少し、約1800秒(30分)で操作前の圧力 7×10^{-10} Paに戻る。この搬送操作によるガス組成変化を、Fig. 3に示す。質量 $m/e=2$ (H_2), 15 (CH_4), 16 (CH_4), 18 (H_2O), 28 (CO) 及び 44 (CO_2) の6成分を測定した。測定時間は、各成分につき0.125秒で、1サイクル(6成分)につき0.750秒であった。ここには示さないのがGVの開閉のみのデータと比較すると、処理室からのガス流入による一定の圧力上昇に、直線導入機やマニピュレータの操作で放出されるガスのピークが、重ね合わされたものであることが分かる。全圧の変

Fig. 3 Variation in the gas components in the main chamber during operation of transport instruments as a function of time. The gate valve, linear motion drive and manipulator operate in that sequence during specimen transportation.

化がガス組成変化に比べて緩やかなのは、エクストラクタゲージの時定数が大きいためである。

以下に、各ガス成分の挙動を詳細に見てゆく。

(1) 水素 H_2 : Fig. 3の一番上の図に、水素 ($m/e=2$) の変化の様子を示す。水素はGVの開閉に伴って、多量に放出される。直線導入機やマニピュレータの操作時に放出される水素は、量が少なくバックグラウンドに隠されたり、後に述べる計測時間とタイミングの関係で、検出されないことがある。GVを開くときと閉じるときを比べると、水素のレベルに大きな差が見られるが、Fig. 2の全圧にはあまり差が無い。真空計の時定数が大きく、また自動レンジ切替に時間を要するため、GV閉閉に伴う速い圧力変化に追従できないためと考えられる。GV開閉後84秒から99秒の間に見られる水素のレベルは、GVを開く前の1.8倍で、処理室から流入する水素がポンプの排気速度とほぼ平衡していると考えられる。GVを閉じると水素の分圧は急激に下がり、数秒以内にGVを開く前のレベルに戻る。これは、水素は壁面に吸着せず、速やかに排気されることを示す。従って、水素は試料導入の障害とならない。

(2) メタン CH_4 : Fig. 3の一番上の図に、水素と共

に、メタン ($m/e=16$) 及びそのフラグメント (15) の変化を示す。GVを開く前の $m/e=16$ のイオン電流は、Qマスのイオン源からの電子衝撃脱離 (electron stimulated desorption, ESD) により発生する、 O^+ イオンによるものである¹³⁾。詳細は後述する。

図よりGVの開閉、直線導入機やマニピュレータの操作に伴い、メタンが水素と同等、或いはそれ以上に増加することが分かる。GVを開いたときの $m/e=15$ 及び16のピークは、 1×10^{-9} Paに平坦な部分を有する。これは、測定レンジの設定が低くスケールオーバーしているため、実際には H_2 とほぼ同じレベルである。機器操作に伴うメタンピークの半値幅は1秒以下で、メタンが短時間に放出、排気されることを示す。短時間の排気は、TMP 併用の効果である。また、機器操作時に発生する鋭いピークを除いた部分では、16と15の差が大きく、16がESDによる O^+ であることが分かる。GVを開く前に比べて O^+ のレベルが高いのは、 H_2O や CO 、 CO_2 等の増加によって、イオン源への酸素の吸着量が増加するためと推測される。

メタンは、次に述べる実験結果から、系内にチタン膜が存在しない場合にも、バイトンOリング及び搬送機器の金属表面から放出されると考えられる。

本実験に使用した直線導入機及び主室のマニピュレータを、TMPのみで排気され、Ti膜を一切含まないステンレス鋼製の容器に取り付け、操作に伴って放出されるガスを分析した。GVはTMPの入り口に取り付けた。 $200^\circ C \times 17$ hのベーキングを行い、 1.3×10^{-8} Paのベース圧力で実験した。直線導入機の測定結果を、Fig. 4に示す。移動距離は装置の制約から200 mmとし、手動により約5秒間で操作した。測定時間は各成分につき0.066秒で、1サイクル(6成分)につき0.4秒であった。操作に伴い、全圧は 1×10^{-6} Paまで上昇した。このとき水素、メタン、CO及び CO_2 が同時に放出されることが分かる。水素の増加は他のガスの100倍と大きく、ピークが長く尾を曳いて減衰は緩やかであり、操作前のレベルに戻るのに時間を要する。これは水素に対する、TMPの排気速度が小さいためと考えられる。 $m/e=15$ はメタンのフラグメント CH_3^+ であるから、 $m/e=15$ 及び16を加え合わせたものがメタンの量に対応し、 $m/e=16$ の約2倍となる。従って、メタンに対する感度がCOの1.4倍 (Balzers社のQマスの資料) であることを考慮しても、メタンはCOや CO_2 より多く放出されている。メタン、CO及び CO_2 は、導入機の操作を終了して20秒後には操作前のレベルに戻る。これは、水素の場合と違って、TMPの排気速度が十分大きいことを示す。 H_2O の放出は観測されなかった。ピークの幅が導

Fig. 4 Outgassing from the linear motion drive (LM). The testing vacuum system is composed of a stainless steel chamber and a turbomolecular pump, and does not include any titanium film. Methane ($m/e=16$) is desorbed as the LM works.

入機の種類で異なっているが、伸ばす場合 (LM: forward) に導入機の抵抗が少し大きく、手動操作のために所用時間が長くなったことを示す。

GV及びマニピュレータについても、直線導入機と同じように、水素と共にメタン、CO及び CO_2 の放出が確認された。マニピュレータのガス放出量は直線導入機よりも少ない。GVの場合は排気速度が変化するので、ガス放出量の比較はできなかった。

以上の測定を終了した後に装置を大気へ開放し、実験を繰返したところ同じ結果が得られ、データの再現性が確認された。

直線導入機やマニピュレータは、バイトンOリングのような有機化合物を含まないが、メタン、CO及び CO_2 を放出することが明らかになった。これまで、機械的刺激によって放出されるこれらのガスには、注意が払われなかった¹⁴⁾¹⁵⁾。それはFig. 4に見られるように、超高真空においては、水素が残留ガスの主成分であったためである。ポンプの水素排気能力が高められて極高真空になると、Fig. 3に見られるように、搬送操作に伴うメタン、CO及び CO_2 の放出が、水素と同等の重要性を持つようになる。特に、液体窒素冷却しないTSPを極高真空排気に用いる場合には、メタンの排気能力が殆

ど無いことから⁷⁾, TMP やイオンポンプ等を併用する必要がある。また, メタン生成のメカニズム及びその量的評価は, 興味ある問題であり, 今後の課題である。

(3) 一酸化炭素 CO 及び二酸化炭素 CO₂: Fig. 3 の中央の図に CO ($m/e=28$) 及び CO₂ (44) の測定結果を示す。2つのガスのレベルはほぼ等しく, 重なり合って表示されている。機器の操作に伴い, 水素やメタンと共に短時間に放出され, 短時間に排気されることが分かる。70秒付近にメタンのピークが存在するが, CO と CO₂ のピークが見えない。これは, 各成分を順番に計測し, かつ計測値の変動を小さくするため, 計測時間を1成分当たり0.125 s と長く設定していることが原因である。このため, $m/e=28$ 及び44を計測するとき, メタンと一緒に放出された CO と CO₂ は, 既に排気されて検出されないことがある。1成分当たりの計測時間を0.03 s, 成分数を2として時間分解を10倍にした実験を行い, メタンと CO 及び CO₂ が常に一緒に放出されることを確かめた。GV を閉じると, CO と CO₂ はメタンと同様に速やかに排気され, 搬送操作前の値に戻る。容器に吸着する量は少ないと判断され, 水素同様試料導入の障害とならないことが分かった。

(4) 水 H₂O: Fig. 3 の下の図に H₂O ($m/e=18$) の測定結果を示す。水は上に述べた4種のガスとは, 異なる振舞いを示す。機器の操作に伴う, 水の放出は観測されない。GV を開くことにより, 超高真空側から流入するのみで, GV を開いている期間中, 同じレベルを保つ。そして, GV を閉じた後も非常に緩やかに減少する。これは, 水が主室の壁に吸着し, ゆっくりと脱離するためと考えられる。この水の減少は, Fig. 2(b) の圧力の減少と対応しているように見える。Fig. 2(b) では, 135秒における 1×10^{-9} Pa から1800秒における 7.5×10^{-10} Pa まで, 圧力は25%減少している。一方, Fig. 3 を用いて見積もった圧力の減少は約10%で, 全て水の減少によってもたらされる(付録参照)。これは圧力(真空計指示値)の減少の40%に相当し, 主室の壁面に吸着した水の再脱離が, 圧力回復を遅らせる大きな要因であることが分かる。しかし Fig. 2(b) の圧力の減少は, この水の分圧の低下のみでなく, 真空計近傍に吸着したガスの熱脱離や電子衝撃脱離が, 圧力測定に及ぼす影響も含むと思われる。いずれにしても, 処理室は充分ベークングして, 水の放出を低減することが重要である。

(5) ESD イオン: Fig. 3 で, GV を開く前に見られる $m/e=16$ の信号はメタンではなく, Q マスのイオン源から ESD により発生する, O⁺イオンである。本実験で用いた Q マスでは, メタンの場合はフラグメントの $m/e=15$ が, 16の85%検出される。しかし, GV を開く前

は15が16の約10%と小さいことから, 16は殆ど ESD の O⁺と推定できる。加えて, ESD によるイオンが気相起源のイオン(残留ガス)に比べ, エネルギーが数 eV 高い¹³⁾ことを利用し, 次のようにして確認した。Q マスのイオン化室と四重極電極(Q ポール)との間には, イオンを効率よく取り込むために, 約10 V のバイアス電圧が印加されている。このバイアス電圧を小さくすると, 気相起源のイオンは検出器に到達できなくなり, ESD イオンのみが検出される。搬送開始前の 7×10^{-10} Pa における, 実験結果を Fig. 5 に示す。バイアス電圧 E_b を4 V に下げると, 10 V の場合とほぼ同じ高さの $m/e=16$ 及び19のピークのみが観察される。これが ESD イオンで, O⁺及び F⁺と考えられる。

3.5.2 マニピュレータからのガス放出

実験中は, マニピュレータの全ストローク40 mm を, 50秒間で伸縮させた。伸縮は手動の回転ノブを, 出来るだけ様な速さで回して行った。マニピュレータは, 溶接ベローズでシールされており, ガスはベローズから放出される。Fig. 3 の鋭いピークを示すガス放出は, ベローズを伸ばしているときに限られる。伸展中にバンッという音がして, ノブを回している手に振動が伝わる時に, 必ずガス放出が見られる。滑らかに伸縮しているときには, 圧力上昇は約 1×10^{-10} Pa と小さい。マニピュ

Fig. 5 Variation in the residual gas spectra at 7×10^{-10} Pa as a function of bias voltage (E_b) between the ion source and the Q-poles. The peaks at $m/e=16$ and 19 are attributed to electron stimulated desorption (ESD) ions from the ion source.

Fig. 6 Nonuniformity of the bellows of the contracted manipulator. Thin stainless steel disks of the bellows are compressed at the points designated by arrows. Sudden release of some stainless steel disks causes a large amount of outgassing from the bellows.

レータを縮めて最も短くした状態を、**Fig. 6** に示す。ベローズの変位は均一ではなく、矢印で指示した部分では、隣り合う薄板が、かたまってくっついていて、ベローズを伸展すると、かたまった薄板は1枚ずつ順次離れるのではなく、間を置いて数枚或はさらに多くの板が一度に離れる。この時の衝撃が、ガス放出を引き起こしている。以上の実験の結果から、衝撃を与えなければ、溶接ベローズからのガス放出は多くはなく、極高真空を保って伸縮できることが分かった。このことから、ベローズは滑らかに、連続的に伸縮する構造のものが望ましい。

3.5.3 極高真空の回復

搬送操作を終了してGVを閉じた後の、主室の圧力回復の様子を、**Fig. 7** に示す。横軸はGVの開放時間で、縦軸はベローズ圧力 7×10^{-10} Paを基準とした、圧力の上昇値である。GV封止後600秒（10分）経過した場合（■）と、1800秒（30分）経過した場合（○）の圧力を示す。3.5.1に述べた、搬送操作に要した105 sの約3倍に当たる300 sまでGVを開放して測定した。データに少しバラつきがあるが、GVを閉じて30分経過すると、圧力は元に戻る事が分かる。従って、実験に用いた搬送機器は 10^{-11} Paまで使用可能と判断される。圧力回復の時間が、GV開放時間に依らないのは、水が短時間で極高真空容器の壁に、吸着するためと考えられる。

3.6 大気中から極高真空への搬送

上述のガス放出に関する基礎実験から、極高真空への試料導入の見通しが得られた。そこで、実際に 3×10^{-6}

Fig. 7 Recovery time of extremely high vacuum after operation of transport instruments. The background pressures are 3×10^{-8} Pa and 7×10^{-10} Pa, respectively, in the preparation chamber and the main chamber.

Paの導入室から、 7×10^{-10} Paの主室へ連続搬送操作を行なった。3室の圧力変化を、**Fig. 8** に示す。図の横軸は排気時間を表し、導入室を3分間大気に開放した後、排気を開始した時点を経験時刻（0）とした。導入室の圧力は、既に述べたように、排気4時間で 3×10^{-6} Paに達した。しかし、更に8時間経過した実験開始時点では 2×10^{-6} Paであった。導入室にリークがあると考えられるが、圧力が2桁低い準備室への搬送に対する影響は小さいと判断して、実験を行った。処理室内では、 200°C で1時間の加熱脱ガス操作のため、昇温と降温の過程を含めて2時間を費やした。この脱ガス操作を含めて4時間で、導入室からの搬送操作を完了し、主室の圧力は元の 7×10^{-10} Paに戻った。試料からのガス放出が少なく、加熱処理を省略できる場合は、導入室から主室へ2時間で搬送可能である。

3.2に述べたように、導入室を 3×10^{-6} Paにするために、試料をセットした後2時間の排気が必要である。従って、大気中で試料をセットした後4時間で、極高真空中での実験を開始することができる。

今回の実験では、各室の圧力が完全に元に戻るのを待って、次の搬送操作を行ったため、4時間を必要とした。しかし、試料からの脱ガス法（温度、時間）や、各室の圧力回復と搬送のタイミングとの関係などの最適化を図ることにより、極高真空までの導入時間は、さらに短縮できる。

4. おわりに

3室構造の試料導入装置を用いて、大気中から 10^{-10}

Fig. 8 Pressure variations in the three chambers. The transport instruments operate in sequence during specimen transportation from the entry chamber (EC) to the main chamber (MC) through the preparation chamber (PC).

Paの極高真空への試料導入を検討し、以下の結果を得た。

(1) 大気中から 10^{-10} Paの主室まで、4時間以内に試料を導入できる。

(2) チタンサブリーメーションポンプ (TSP) を液体窒素冷却せず室温のままで、 10^{-10} Paを発生した。さらに、Tiの補充蒸発を行わないで、数十回の搬送操作の後、初期の圧力 7×10^{-10} Paを維持できた。

(3) 本研究で用いた超高真空用の搬送機器は、少なくとも 10^{-11} Paまで、搬送に用いることができる。

(4) 搬送操作時にGV、直線導入機及びマニピュレータから H_2 , CH_4 , CO 及び CO_2 が放出される。主室には、チタンサブリーメーションポンプの他に、 CH_4 を排気することの出来る、ターボ分子ポンプやイオンポンプ等を併用する必要がある。

今後の課題として、実験の際の大きなガス負荷の下での極高真空の維持、機器の CH_4 の発生機構の解明が挙げられる。

謝 辞

本研究は、科学技術庁の平成3年度科学技術振興調整費による「極高真空の発生・計測・利用技術の開発に関する研究」の一環として行われた。

付 録：Qマスのイオン電流値に基づく全圧の計算

真空系の残留ガスが n 種類の気体からなるとき、

p_j : j 番目の気体の圧力

I_{eG} : 真空計のエミッション電流

I_{eQ} : Qマスのエミッション電流

S_{Gj} : j 番目の気体に対する真空計の感度

S_{Qj} : j 番目の気体に対するQマスの感度

とすると、真空計の出力 I_e 及び j 番目の気体に対するQマスのイオン電流 I_{Qj} は、それぞれ次式で表される¹⁶⁾。添え字 G 及び Q は、それぞれ真空計及びQマスを表す。

$$I_e = \sum_j S_{Gj} \cdot p_j \cdot I_{eG} \quad (A1)$$

$$I_{Qj} = S_{Qj} \cdot p_j \cdot I_{eQ} \quad (A2)$$

相対感度は次式で表される (添え字は省略)。

$$R_j = \frac{S_j}{S_{N2}} \quad (A3)$$

式(A2)及び式(A3)を式(A1)に代入すると、真空計の出力をQマスのイオン電流で表す、次式が得られる。

$$I_e = \frac{I_{eG} \cdot S_{GN2}}{I_{eQ} \cdot S_{QN2}} \left(\sum_j \frac{R_{Gj}}{R_{Qj}} \cdot I_{Qj} \right) \quad (A4)$$

右辺の括弧の前のエミッション電流 I_e 、及び窒素に対する感度 S_{N2} は一定と考えられるので、 I_e の変化の割合を求める場合には、括弧内の和のみを計算すればよい。

R_{Gj} に文献17)記載の電離真空計の感度に関する値を、 R_{Qj} に Balzers 社のQマスの感度に関するデータを、それぞれ用いて計算した相対感度の比を、付表1に記す。Fig. 3の135秒及び1800秒における I_{Qj} と、式(A4)右辺の括弧内の和の計算値を付表2に記す。2つの計算値の比が圧力の相対変化を表し、2.51から2.26へ10%の減少と見積もられる。

〔文 献〕

- 1) W. D. Davis : Proc. 4th intern. Vac. Congr., (1968) 605-608.
- 2) W. Tompson, and S. Hanrahan : J. Vac. Sci. Technol., **14** (1977) 643-645.
- 3) C. Benvenuti : Proc. 7th Intern. Vac. Congr. & 3rd Intern. Conf. Solid Surfaces, (Vienna 1977) 1-8.
- 4) 大島, 佐右田, 青野, 石沢 : 真空, **26** (1983) 726-730.
- 5) T.S. Chow and Z. Q. Tang : J. Vac. Sci. Technol., **A4** (1986) 2280-2283.
- 6) H. Ishimaru : J. Vac. Sci. Technol., **A7** (1989) 2439-2442.

- 7) 尾高, 上田: 真空, **34** (1991) 29-36.
- 8) 尾高, 上田: 真空, **34** (1991) 596-600.
- 9) 伊藤, 小室, 藁谷, 石垣: 真空, **33** (1990) 387-389.
- 10) 松井, 大空, 由井, 山川: 第32回真空に関する連合講演会講演予稿集 (1991) 9-10.
- 11) 小泉, 川崎, 栗田, 近藤, 林: 真空, **34** (1991) 505-509.
- 12) 土佐: 第32回真空に関する連合講演会講演予稿集 (1991) 227-228.
- 13) P. A. Redhead: Vacuum, **13** (1963) 253-258.
- 14) Y. Ishikawa and T. Yoshimura: J. Vac. Sci. Technol., **A9** (1991) 2021-2024.
- 15) P. Repa: Vacuum, **43** (1992) 367-371.
- 16) 熊谷, 富永, 辻, 堀越: “真空の物理と応用” 裳華房 (1981) p331.
- 17) G. H. Metson: Brit. J. Appl. Phys., **2** (1951) 46.

付表 1 相対感度の比

	H ₂	H ₂ O	CO	CO ₂
$\frac{R_{Gj}}{R_{Qj}}$	0.8	2.0	1.05	2.09

付表 2 イオン電流値と式 (A4) の和の値

	I_{QH_2} 10 ⁻¹⁰ A	I_{QH_2O} 10 ⁻¹⁰ A	I_{QCO} 10 ⁻¹⁰ A	I_{QCO_2} 10 ⁻¹⁰ A	$\sum_j \frac{R_{Gj}}{R_{Qj}} \cdot I_{Qj}$ 10 ⁻¹⁰ A
t=135s	2	0.35	0.08	0.06	2.51
t=1800s	2	0.25	0.07	0.04	2.26