極高真空電界電子放出と韓国の極高真空技術*

趙 福來^{*1,3}・鄭 錫珉^{*2}・大島 忠平^{*3}Field Electron Emission under Extreme High Vacuum and
Extreme High Vacuum Technology of KoreaBoklar CHO^{*1,3}, S. CHUNG^{*2} and Chuhei OSHIMA^{*3}^{*1}Precursory Research for Embryonic Science and Technology (PRESTO),

Japan Science and Technology Agency (JST), Saitama 332-0023, Japan

^{*2}Pohang University of Science and Technology, Pohang, Kyungbuk 790-784, Korea^{*3}Kagami Memorial Laboratory for Material Science and Technology, Waseda University,
2-8-26 Nish-waseda, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0051, Japan

(Received August 1, 2007, Accepted February 9, 2008)

An extreme high vacuum field emission microscope (XHV-FEM) was constructed for the study of inherent fluctuations of field emission (FE) current. The damping and fluctuation behaviors of FE from clean W(111) tips at 90 K were observed using the XHV-FEM. The noise of FE currents ranging from 10 pA to 100 μ A was measured under $\sim 7 \times 10^{-10}$ Pa. Stepwise features were routinely observed in damping curves of the FE current, indicating remarkable sensitivity of the FE current measuring system. The lowest frequency measurement of shot noise was recorded even at 4 Hz. Semilogarithmic damping curves of FE currents were linear in our thoroughly degassed XHV-FE system. The slope of semilogarithmic damping curves was linearly proportional to the operation pressure, suggesting a method of measuring pressure in an XHV range. An introduction to the XHV technology of Korea is also presented.

1. ま え が き

コヒーレントな電子線を得る唯一な方法である電界電子放出現象は真空と密接な関係がある¹⁾。電界電子放出電子源の表面にガスが吸着すると放出電流量は不安定になるが、圧力を下げて電界放出電子源に吸着するガスの量を減らすことで、電界放出電流の安定性は向上する。 10^{-10} Pa 台の極高真空では数ヶ月以上、安定した電子線がタングステン電界放出電子源から放出される。

近年、放出領域が 1 nm 以下である様々なナノ電子源が開発された^{2)~4)}。ナノ電子源から放出される電子線は高いコヒーレント性を持ち、電子顕微鏡等の電子線装置への適用でその性能向上が期待されている⁵⁾。ナノ電子源は、電子放出領域が原子数個で形成されているため、その周辺に分子 1 個が吸着しても電界放出の様子は大きく変わり、その安定な動作には極高真空が必要だといわれる。一方、電子が原子数個程度の領域を通して放出されると、電子線の電子同士の量子相関が強まり、電界放出電流固有のショット雑音量の変化が予測されている⁶⁾。

極高真空下では吸着分子による揺らぎが排除され、電界放出現象本来の揺らぎが顕著となる。そのため筆者らはナノ電子源の安定な動作条件と電界放出現象本来の揺らぎを研究する目的で、極高真空低温電界電子放出顕微鏡を作製し、テストを行った。本稿ではこの装置の動作特性を議論する。そして W(111) 針を用いて極高真空下で行ったショット雑音と圧

力測定について記述し、期待される今後の展開について述べる。この装置の開発には韓国の極高真空技術も応用されており、韓国の極高真空研究についても紹介したい。

2. 極高真空低温電界電子放出顕微鏡

Fig. 1 は作製した極高真空低温電界電子放出顕微鏡の概略図を示す。真空容器の内壁と電界電子放出顕微鏡の全ての金属部品には電解複合鏡面研磨を施した⁷⁾。研磨後 1×10^{-4} Pa 程度の真空中で、真空容器と導入端子は 350°C、他の金属とセラミック部品は 450°C で 24 時間以上加熱処理し、事前にガス出しを行った。真空システムはターボ分子ポンプを除いた全てをオープンで囲うことで 170°C、48 時間の均一なベ

Fig. 1 Schematic diagram of the extreme high vacuum field emission system.

* 2007年3月 第54回応用物理学関係連合講演会極高真空シンポジウムにて講演

^{*1} 鈾科学技術振興機構 さきがけ研究, blcho@waseda.jp

^{*2} Pohang University of Science and Technology, Pohang, Kyungbuk 790-784, Korea

^{*3} 早稲田大学 各務記念材料技術研究所 (〒169-0051 東京都新宿区西早稲田 2-8-26)

キングを行った。オープンの中の温度の分布むらは (5°C 以内であった。

イオンポンプは 10^{-9} Pa 台前半以下では殆ど排気作用がなくなるので、極高真空領域では TSP (チタンサブリーメーションポンプ) だけで排気する方が、イオンポンプ+TSP で排気するより到達圧力を下げられるとおもわれる。しかし実際の実験装置ではフィラメントのアニール、部品のガス出し、実験用ガスの導入など、圧力が上昇する場合がある。そのため実用的には、ガス放出量が極めて少ないイオンポンプ+TSP が最適であると考え、排気システムを構成した。ベーキング前及びベーキング中の排気はターボ分子ポンプを用いた。ベーキングの終了後、ターボ分子ポンプと真空容器をつなぐオールメタルゲートバルブを閉め、第5節で記述する純クロム酸化膜作製法で処理された極高真空用のイオンポンプ⁸⁾と TSP で排気した。その結果、ベーキング後24時間に到達圧力は $4\sim 6\times 10^{-10}$ Pa に到達した。フィラメント、蛍光スクリーンと電界放出電子源のガス出しを行った後、圧力は少し上がり $7\sim 8\times 10^{-10}$ Pa になった。

電子源周辺の部品に電子線が当たると、電子衝撃脱離 (Electron Stimulated Desorption : ESD) により、分子及びイオンが脱離して電子源に吸着する。大電流が求められる実際の電子線装置では、ESD による吸着量も多くなり、安定な電子線放出のためには、圧力を下げることと共に電子源周辺の徹底的なガス出しが必要である。

電子源、引き出し電極、そして電子線が当たる部品のガス出しを行う目的で、下記の4点を考慮して新型の引き出し電極 (Fig. 2) を作製した。

1) 引き出し電極に残留している吸着ガス量を減らすため、引き出し電極の面積を小さくする。

2) 真空中で引き出し電極を 1500°C 以上に加熱し、吸着ガスを脱離させて引き出し電極の表面を清浄化する。加えて加熱時に引き出し電極から熱電子を放出させ、電子源や電子源周辺の電子線が当たるレンズ、電極等に衝突させて吸着分子を除去出来るようにする。

3) 引き出し電極の加熱時に放出される数十 mA 程度の熱電子を加速させて電子源に衝突させ、電子源の清浄化が出来るようにする。

4) 上記の条件 1), 2), 3) を満たしながら、従来の引き出し電極で形成されるのと同様な電界が電子源周辺に作られるようにする。

以上すべてを満たすものとして、電極を細く薄いドーナツ

Fig. 2 Schematic diagram of the extractor electrode (a), and its picture of on heating (b).

形にし、効率よく加熱するために熱伝導の悪い細い電線で接続し、通電加熱を行うものとした。電極材料は融点が 3422°C であるタングステンの箔 (厚さ 0.015 mm) を用い、レーザ加工で、Fig. 2(a) の様な電極形状に加工した。電子が主に当たる中心部分は 9 mm² 以下の狭い面積であり、ガス分子の吸着量は板状の引き出し電極より極めて少ない量だと考えられる。

Fig. 2(b) で示されたように引き出し電極は 2.5 A の通電電流で白熱し、自身に吸着しているガス分子を除去するのに十分な温度の 1000°C 以上になる。 4.5 A の通電電流で引き出し電極は 2000°C 以上になり、電極に -50 V 以下の負の電位をかけると、 20 mA 以上の多量の熱電子が電極から放出される。

電子源、引出し電極、スクリーンを含む電界電子放出顕微鏡は液体窒素タンクの底に設置し、全ての部品を 90 K 以下に冷却することができる。特に電界放出電子源である金属針先端部の視野内にある全てのものは 90 K の温度を保ち、それから脱離する水分子等のガスが電子源に吸着しないようにした。

電子源の清浄化の後、清浄な表面に残留ガス (主に水素) が吸着すると表面の仕事関数が増加し、放出電流量が減少する。表面が残留ガスで飽和して吸着が止まると、放出電流は一定になる。 Fig. 3 は作製した極高真空装置で W (111) 電子源を洗浄した後、放出電流の減少の様子を示す；比較のため別の超高真空装置で得たデータ (曲線 D : 1.5×10^{-8} Pa, 温度 ~ 70 K) も示す。 1.6×10^{-9} Pa の圧力 (曲線 B) はターボ分子ポンプを繋ぐゲートバルブを開けて、 7×10^{-9} Pa の圧力 (曲線 C) は水素ガスを真空容器に導入して調節した。

作製した極高真空装置では放出電流は圧力の上昇にともない、より速く減衰し (曲線 A, B, C) 最終的には清浄化した直後の電流値の $1/100$ 程度で一定になった。一方、別の超高真空装置では放出電流 (曲線 D) の減衰する速さは相対的に遅く、一定になる電流値は清浄化した直後の $1/20$ 程度であった。曲線 D だけは、別の超高真空装置で行った実験で

Fig. 3 Damping behavior of FE current after flash heating of an FE tip under 7.5×10^{-10} Pa (A), 1.6×10^{-9} Pa (B), 7×10^{-9} Pa (C) in our XHV FEM, and under 1.5×10^{-8} Pa (D) in a UHV FEM system.

Fig. 4 Close view of damping curve D under 1.5×10^{-8} Pa (a) and of curve A under 7.5×10^{-10} Pa (b) in Fig. 3 at the initial stage of FE current damping.

ありガス出しが不十分であったため、真空中の水素以外のガス分子が電子源表面に吸着して起きたことと思われる。

作製した極高真空装置において洗浄後の放出電流の揺らぎは極めて小さく、デジタル電流計 (Advantest Inc., R8340A) の分解能 (0.01%) 以下であった。Fig. 4 に30秒間測定した極高真空装置と超高真空装置での放出電流の様子を示す。超高真空装置では、放出電流の吸着による減少傾向は揺らぎに埋もれて殆ど見えなかった。一方、極高真空装置で得た電流値は、30秒間という短時間でも、その揺らぎが電流計のデジタルステップが明確に見えるほどに抑えられ、放出電流が吸着によって落ちる様子がはっきりと現れた。

更に極高真空装置では吸着によって電流が減少する時、Fig. 5 のような階段構造が常に見られた。このような階段構造はナノスケールポイントコンタクト等でよく観察されており、その原因は電気伝導度の量子化もしくは、ポイントコンタクトを構成する原子の再構成によるという議論がある^{9)–11)}。電界電子放出の場合、電流値が変わる唯一の理由は吸着分子等の動的運動である。よって Fig. 5 は、電子源表面一部の再構成により階段構造が現れることを示している。

3. 電界放出電流のショット雑音測定

10^{-8} Pa 台の超高真空下における電界放出電子源からの放

Fig. 5 A stepwise damping behavior of the FE current for a short period of time.

出電流の揺らぎには、吸着分子によるフリッカー雑音 (Flicker Noise) とショット雑音 (Shot Noise) が含まれている¹⁾。フリッカー雑音は電界放出電子源の表面でガス分子が吸着、表面拡散、脱離等の動的運動をすることで仕事関数 ϕ が変化して発生する。放出電流値 I_{FE} は以下の Fowler-Nordheim 式で表される¹²⁾。

$$I_{FE} \propto \frac{(\mu/\phi)^{1/2}}{(\phi + \mu)} \exp(-C \cdot \phi^{3/2}) \quad (1)$$

ここで C は電子源の大きさ (針先端の曲率) と電界の強度で決められる比例定数、 μ はフェルミレベルである。変動 ΔI は仕事関数の変化 $\Delta \phi$ が小さいとき $\Delta I \propto -\Delta \phi$ になり、仕事関数がゆらぐと電流はそれに比例して揺らぐ。

吸着分子による電流変動の電力スペクトル密度 (Power Spectrum Density : PSD) は電流量の二乗に比例し ($N_f \propto I^2$)、周波数のべき乗には反比例 ($N_f \propto 1/f^\alpha$) することがよく知られている。一方ショット雑音は、その電力スペクトル密度が周波数全領域で一定 ($N_s = 2eI$, e は電子の電荷の絶対値) の白色雑音である¹³⁾。超高真空領域で電界放出電流の電力スペクトルを観察すると、1 kHz 以下の低周波領域ではフリッカー雑音に埋もれてショット雑音は観察できない。Kleint らにより、徹底的な周辺電極のガス出しのあと 10^{-9} Pa 前半の真空下で 100 Hz までショット雑音を測定した例があり、それはこれまで最も低い周波数で行われたショット雑音測定であった¹⁴⁾。

雑音の測定はスペクトラムアナライザ (Agilent 4396B) を用いて行った。 7×10^{-9} Pa 程度の極高真空中で W (111) 電子源を洗浄した後 1 kV 程度の電圧を引き出し電極にかけ、10 pA から 100 μ A までの電界放出電流のスペクトル密度を得た¹⁵⁾。Fig. 6 に数十 Hz 以下の低周波で測定したスペクトル密度を示す。4 Hz では 10 pA から 1 nA までスペクトル密度はショット雑音の理論値 (実線, $N_f = 2eI$) とよく合ったが、1 nA 以上では理論直線 (実線) をうわまわる傾向を見せた。高い周波数になるとスペクトル密度の実測値がより広範囲で理論曲線に合い、20 Hz 程度では 10 pA から 50 nA までほぼ理論と一致した。100 nA 以上におけるスペクトル密度は電流の二乗に比例し、周波数のべき乗には反比例するフリッカー雑音になった。この雑音は清浄化後表面に残ってい

Fig. 6 Spectral intensity of the noise of small FE currents at low frequencies.

Fig. 7 Spectral intensity of the noise of a clean and contaminated tip at 9 Hz.

るガス分子,あるいは表面のタングステン原子の動きで発生すると考えられる。

電界放出電子源の表面でのガス分子の吸着量が増えるにつれて,雑音のスペクトル密度は増加し,雑音のスペクトルは平坦なショット雑音的から $1/f^\alpha$ タイプのフリッカー雑音的に変化した。2日間電子源を 1×10^{-9} Pa の真空中で放置すると,吸着により雑音は増加して, N_f が I_2 に比例するフリッカー雑音に典型的な電流依存性を示した (Fig. 7)。

4. 電界放出電流の減少速度を利用した圧力測定

超高真空の圧力は一般的にイオンゲージで測定される。イオンゲージはフィラメントから熱放出される数 mA の電子を残留ガスに衝突させ,イオン化されたガスのイオン電流を測って圧力を読む。イオンゲージでは熱電子が電極に衝突するとき出る X 線や ESD イオンが雑音となる。 10^{-10} Pa 台の極高真空になると,イオン電流が数百 fA レベルに下がり, X 線や ESD イオンによる雑音に埋もれ,圧力測定が極めて難しくなる¹⁶⁾。発生する X 線や ESD イオンを防ぐため巧妙な機構が開発されたが^{17)–19)},構造が複雑であり普及していない。 10^{-10} Pa 台の極高真空領域の圧力を測定するに

は,根本的に違う原理で働く圧力ゲージが必要だともいえる。

電界放出電子源を清浄化した後,真空中に放置すると表面に残留ガス分子が吸着して仕事関数 ϕ が増え,放出電流が減少する。放出電流 I の減少速度が圧力に比例することは経験的によく知られていて,その比例関係を圧力測定に利用しようとする試みは昔からあった。実際,大島らは電流値が洗浄後の 80% になる時間 τ と圧力 P の積 $P \cdot \tau$ が一定であることを示し,その関係から 10^{-10} 台の圧力を見積もった²⁰⁾。しかしその方法は圧力を測定するために毎回電子源を加熱して洗浄し,電流が減るのを待つという時間がかかるプロセスであり,圧力のその場測定は出来なかった。

吸着量が少なく,仕事関数の増加量 $\Delta\phi$ が元の仕事関数 ϕ_0 比べて小さいとき式(1)は下式に近似できる。

$$\log I_{FE} \approx -\frac{3}{2} C \phi_0^{1/2} \Delta\phi + \log I_0. \quad (2)$$

ここで I_0 は初期の電流値である。 N 個の分子が電子源に吸着したとき,分子の電気双極子モーメントを D とすると,仕事関数の変化量 $\Delta\phi = 2\pi ND$ である¹²⁾。吸着分子の数 N は圧力 P と時間 t に比例する。放出電流の対数を縦軸に,時間を横軸とした片対数グラフは理論的には直線になり,その傾きは圧力 P に比例して一定になる。しかし放出電流対時間 t の片対数グラフが長時間直線になったという報告はまだ無かった。

我々は電子源周辺の電子線衝突によるガス出しを行った後,周辺の部品を液体窒素温度に冷却し,放出電流片対数グラフが長時間直線になることを見出した²¹⁾。電子源を清浄化した直後,放出電流を 2 nA に調整して引き出し電圧を一定に維持し,放出電流の減少の様子を観察した。 Fig. 8 は $7 \times 10^{-10} \sim 3 \times 10^{-9}$ Pa の圧力下で測った放出電流の片対数グラフである。圧力の調整は,極高真空中の残留ガスの 99% 以上を構成する水素を,真空容器に導入して調節した。 Fig. 8 の片対数グラフは点線 (200 pA) の上ではほぼ直線であった。点線の以下では減少速度が次第に落ち,最終的には一定になった。

グラフの点線の上の部分はほぼ完璧に (相関係数 $R^2 > 0.999$) フィッティングされ,その傾きは圧力に比例する傾向を見せた。 Fig. 9 は片対数グラフ (Fig. 8) の傾きを縦軸に,イオンゲージ (Leybold IM540 コントローラと IE514 ゲージヘッド) の測定圧力 P_1 を横軸に取ったグラフである。グラフを見ると, 10^{-9} Pa 台では測定圧力 P_1 と傾きが比例関係を満たすが, 10^{-10} Pa 台では傾きが比例関係 (点線) から下にずれることが分かる。 10^{-9} Pa 台の片対数グラフの傾きと測定圧力 P_1 をフィッティングして (Fig. 9 の実線) 比例定数 α を求めた。 Table 1 にはその α を用いて,片対数グラフの傾きを換算した圧力値 (P_F) と P_1 とを比較した。 10^{-10} Pa 台で, P_F が P_1 より低いのは,イオンゲージは 10^{-10} Pa 台で測定値の信頼性が低く, 10^{-10} Pa 台での実際の圧力がイオンゲージの測定値より低かったことを示すと考えられる。

作製した極高真空電界放出システムで電流の揺らぎが極めて小さい ($\Delta I/I < 0.01\%$) 特性を生かして,短時間の片対数グラフの傾きから圧力を測定することも可能であった。 Fig.

10には2.5分間0.5秒毎に取った300個の放出電流データの片対数傾きを換算して得た圧力値 (P_F) を示す。イオンゲージの測定値が平均値 $P_I = 7.5 \times 10^{-10}$ Pa を中心に (10%以上変動する真空の中で、10時間測定した P_F の値は平均 5×10^{-10} Pa、標準偏差10%以下の分布を見せた。データの個数を100個 (50秒間)、50個 (25秒間) に減らすと標準偏差はそれぞれ13%, 21%に増えた。

5. 韓国の極高真空技術

作製した極高真空電界放出システムのメインポンプであるイオンポンプには、韓国浦港工科大学校と韓国浦港加速器研究所 (Pohang Accelerator Laboratory : PAL) で開発された純クロム酸化膜作製法が応用されている。純クロム酸化膜

Fig. 8 Damping curves of field emission currents on a semi-logarithmic scale under pressures ranging from 3×10^{-9} Pa down to (7×10^{-10}) Pa. The pressure values are the readings of an extractor ionization gauge.

Fig. 9 Slope of semilogarithmic damping curve Vs. the pressure readings of an extractor ionization gauge.

作製法は現在韓国で様々な極高真空装置作製に応用されているので、その概要と応用事例を簡単に紹介する^{21)~27)}。

真空システムの主な材料であるステンレス鋼は、鉄、クロム、ニッケルが主成分であるが、表面はクロムリッチ酸化膜で覆われて、酸化等の化学的反応に対して安定性を持つ。製造過程で形成されるステンレス鋼の酸化膜は多量の鉄酸化物を含有しており、化学的に安定なクロム酸化物の含有率を上げることで酸化膜の品質を向上させる可能性がある。クロム原子は鉄原子より酸素に対して大きい結合エネルギーを持ち、移動度は低い。そのため、低温かつ高い酸素分圧下でステンレス鋼を酸化させると表面に到達するクロム量が足りないため余分な酸素は結合エネルギーの低い鉄と結合してしまう。

実際に、 10^{-8} Pa 台の超高真空システム中でステンレス鋼試料を400, 450, 500℃で、それぞれ酸素を導入し酸化処理を行い、X線光電子分光法 (X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS) を用いて形成された酸化膜の組成を調べた。その結果、酸化膜中のクロム酸化物の割合は酸素分圧 (温度) が上がる (下がる) につれて増加することが明らかになった。450℃で酸素分圧 P_o を 1.33×10^{-6} Pa 以下に下げて作製した酸化膜の成分はほぼ100%クロム酸化物であったが、 $P_o > 1.33 \times 10^{-5}$ Pa で作製された酸化膜は多量の鉄酸化物を含有して、 $P_o = 1.33 \times 10^{-2}$ Pa になると酸化膜の主な成分は鉄酸化物になった。酸素分圧を $P_o = 1.33 \times 10^{-6}$ Pa に固定して温度を変えて酸化させると、450, 500℃では純クロム酸化膜が形成されたが400℃では鉄クロム混合酸化膜が形成された²⁴⁾。

ステンレス鋼のガス放出量等の真空特性を決定するのは表面の状態であり、極表面の組成等の変化を調べるために、放射光を用いて通常の XPS よりも低いエネルギーの X 線を照

Fig. 10 Pressure value P_F extracted from slopes of semi-logarithmic damping curve of FE currents.

Table 1 Pressure value P_F extracted from FE data Vs. Pressure reading P_I of the extractor ionization gauge

P_F (Pa)	5.1×10^{-10}	6.5×10^{-10}	1.2×10^{-9}	1.9×10^{-9}	3.3×10^{-9}	4.7×10^{-9}	5.4×10^{-9}	6.7×10^{-9}
P_I (Pa)	7.0×10^{-10}	9.0×10^{-10}	1.1×10^{-9}	2.0×10^{-9}	3.3×10^{-9}	4.5×10^{-9}	5.2×10^{-9}	6.8×10^{-9}

Fig. 11 The evolution of the relative amounts of trivalent (●), metallic (▲), hexavalent (◆) Cr, and Fe (■) from as-received (open symbol) with vacuum annealing and subsequent oxygen exposure at two partial pressures P_{O_2} of oxygen, namely (a) $P_{O_2} = 1.33 \times 10^{-7}$ Pa and (b) 1.33×10^{-5} Pa. The intensity of the Cr_2O_3 satellite peaks (1) is also shown. Results have been obtained as a result of deconvolution of the photoemission spectra during oxidation of the 304 stainless steel surface at 450°C . The photon energy and the experimental resolution were set at $h\nu = 143$ eV with high surface sensitivity (electron escape depth ~ 6 Å) and $\Delta E = 0.4$ eV respectively. The inset in (a) shows the wide-scan photoemission spectrum at 3.6 L oxygen.

射する軟 X 線光電子分光法 (Soft X-ray Photoelectron Spectroscopy : SXPS) を用いた。SXPS 法では発生する光電子のエネルギーが低く表面に敏感な手法として知られている。酸化による表面付近の成分変化をその場 (in-situ) で調べる SXPS 実験は韓国浦港加速器研究所の 2B1 Beamline で行った。SXPS スペクトルから得た表面成分の変化を示す **Fig. 11** より、 450°C で鉄クロム混合酸化膜がクロム酸化膜に置換される過程が分かる。異なる酸素分圧で得たスペクトルを比較すると、 450°C では酸素分圧 $P_{O_2} < 1.33 \times 10^{-6}$ Pa が純クロム酸化膜の作製条件である^{25,26)}。

酸化条件によって酸化膜の成分と共に変化する表面粗度は原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy : AFM) を用いて測定した。測定結果は純クロム酸化膜の場合は鉄クロム混合酸化膜に比べ表面粗度が低くなることを示している (**Fig. 12**)。混合酸化膜の場合、数 μm 程度の結晶粒が鮮明に観察できる粗い表面の AFM 像が得られたが、純クロム酸化膜の AFM 像では結晶粒は観察されず、表面は極めて滑らかであった²⁴⁾。

1.33×10^{-4} Pa 以下の高真空、超高真空領域では真空容器表面に残っている吸着分子の放出量によって到達圧力が決まる。従って、真空容器表面の粗度が低いほど、水等のガス分子が吸着する絶対量が減少し、低い圧力の真空が得られる可能性が高い。同量の水分子を表面に吸着させて昇温脱離ガス分析法で調べた結果は、鉄クロム混合酸化膜に比べ純クロム酸化膜に吸着する水分子の量が 50 分の 1 以下であることを示した²⁵⁾。

純クロム酸化膜作製法で適用して作製した真空容器の圧力

Fig. 12 Atomic force microscopy images of stainless steel surfaces oxidized at 450°C under (a) $P_{O_2} = 1.33 \times 10^{-2}$ Pa and (b) 1.33×10^{-7} Pa.

は、いずれも極高真空用のイオンゲージ (Leybold IM540) では計測不能な 10^{-11} Pa 台領域に到達した。この技術を応用した実用的な実験システムとしては、韓国浦港加速器研究所と標準科学研究所で稼動中の様々な表面分析装置がある。その装置の到達圧力は 10^{-10} Pa 後半 $\sim 10^{-9}$ Pa 前半台であった²⁸⁾。純クロム酸化膜作製法は製品のイオンポンプにも応用された。容器の内壁とステンレス部品を処理したイオンポンプは、非蒸発型ゲッターポンプ (Non-evaporable getter Pump : NEG) と組み合わせて $3 \sim 4 \times 10^{-10}$ Pa、イオンポンプ単体でもネオジウム磁石で磁場を増加すると $\sim 4 \times 10^{-10}$ Pa の到達圧力を実現した²⁹⁾。

6. む す び

極高真空はほぼ真空容器とポンプだけで構成されたシステムで実現され、複雑な実験用の装置に役に立つのかという疑問が多かった。本稿では、極高真空の有用性という立場から、作製した極高真空システムとそれに応用された韓国の極高真空技術、そして極高真空下で行った筆者らの二つの電界電子放出に関する研究事例を紹介した。その研究はまだ初期段階であるが、極高真空という極めて清浄な環境下で筆者らは前例の無い精度のデータを得ることに成功し、極限技術の重要性を再び痛感することになった。今後は様々な真空部品の処理法を開発して、電界放出現象だけでなく表面科学や原子物理等の分野にも極高真空技術を普及させたい。

〔文 献〕

- 1) 山本恵彦：真空ナノエレクトロニクスの基礎 (独立行政法人日本学術振興会 真空ナノエレクトロニクス第158委員会)。

- 2) Vu Thien Binh, S. T. Purcell, N. Garcia and J. Doglioni: Phys. Rev. Lett. **69** (1992) 2527.
- 3) K. Nagaoka, H. Fujii, K. Matsuda, M. Komaki, Y. Murata, C. Oshima and T. Sakurai: Appl. Surf. Sci. **182** (2001) 12.
- 4) Tsu-Yi Fu, Lung-Chieh Cheng, C.-H. Nien and Tien T. Tsong: Phys. Rev. B **64** (2001) 113401.
- 5) Tsuyoshi Ishikawa, et al.: Appl. Phys. Lett. **90**, (2007) 143120.
- 6) N. D. Lang, A. Yacoby and Y. Imry: Phys. Rev. Lett. **63** (1989) 1499.
- 7) Ultrafinish Co., <http://www.uft.co.jp/english/index.html>.
- 8) VMT Co. <http://www.vmt.co.kr/>
- 9) M. Dreher, F. Pauly, J. Heurich, J. C. Cuevas, E. Scheer and P. Nielaba: Phys. Rev. B **72** (2005) 075435.
- 10) L. Olesen, E. Laegsgaard, I. Stensgaard and F. Besenbacher, J. Schio/tz, P. Stoltze, K. W. Jacobsen and J. K. No/rskov: Phys. Rev. Lett. **72** (1994) 2251.
- 11) J. M. Krams, C. J. Muller, N. van der Post, F. R. Postma, A. P. Sutton, T. N. Todorov and J. M. van Ruitenbeek: Phys. Rev. Lett. **74** (1995) 2146.
- 12) Robert Gomer, "Field Emission and Field Ionization", (American Institute of Physics New York, 1993).
- 13) SH. Kogan, "Electronic Noise and Fluctuations in Solids", Cambridge University Press, New York, 1996.
- 14) Ch. Kleint and H. J. Gasse: Naturforsch **15a** (1960) 87.
- 15) B. Cho, T. Itagaki and C. Oshima: Appl. Phys. Lett. **91**(5) (2007) 051916.
- 16) Fumio Watanabe: Vacuum **53** (1999) 151.
- 17) A. Otuka and C. Oshima: J. Vac. Sci. Technol. A **11** (1993) 240.
- 18) F. Watanabe: F. J Vac Sci Technol A, **11** (1993) 1620.
- 19) C. Oshima, T. Satoh and A. Otuka: Vacuum **44** (1993) 595.
- 20) C. Oshima, R. Souda, M. Aono and Y. Ishizawa: Appl. Phys. Lett. **43** (1983) 611.
- 21) B. Cho, T. Itagaki, T. Ishikawa and C. Oshima: Appl. Phys. Lett. **91**(1) (2007) 012105.
- 22) Boklae Cho, Sangtae Lee and Sukmin Chung: J. Vac. Sci. Technol. A **13** (1995) 2228.
- 23) Inkyu Chun, Boklae Cho and Sukmin Chung: J. Vac. Sci. Technol. A **14** (1996) 2636.
- 24) Boklae Cho, Eunseo Choi and Sukmin Chung: Appl. Phys. A **69** (1999) 625.
- 25) Boklae Cho, Eunseo Choi, Sukmin Chung, Kijeong Kim, Taihee Kang, Chongdo Park and Bongsoo Kim: Surf. Sci. **439** (1999) L799.
- 26) Boklae Cho, Sangwoon Moon, Sukmin Chung, Kijeong Kim, Taihee Kang and Bongsoo Kim: J. Vac. Sci. Technol. A, **19**(3) (2001) 998.
- 27) Opti Naguan Chung and Sukmin Chung: J. Vac. Sci. Technol. B **21**(4) (2003) 1297.
- 28) Chongdo Park, private communications.
- 29) Taekyun Ha, private communications.