

超高真空環境の構築に関する研究

山田 健二

Research on the construction of ultra-high vacuum environment

YAMADA Kenji

Regarding the construction of an ultra-high vacuum environment necessary for the analysis of solid surfaces, the change in vacuum degree was indeed measured using a gas transport vacuum pump (TMP: turbo molecular pump) and gas storage vacuum pump (ion pump or getter pump). Because the compression ratio of TMP is constant, the ultimate pressure of TMP can be reduced by lowering the exhaust port pressure. Notably, the method of connecting two TMPs in series had a higher exhaust speed than the method of connecting them in parallel. In the future, we plan to use the vacuum environment for electron spectroscopy experiments on the surface of solid materials.

Keywords: Ultra-high vacuum, Turbo molecular pump, Compression ratio, Getter Pump, Ion pump

1. はじめに

電子線や励起種を用いた表面分析は超高真空装置内で行われる。例えば、酸素分子が室温で Si (100) 面の試料表面に衝突し、すべて解離吸着すると仮定した場合、付着係数を 1 として装置内の真空度を 1×10^{-4} Pa の高真空状態に準備したとしても Si 原子が酸素原子と結合してしまう時間は約 1.3 秒となる。この真空度を 1×10^{-8} Pa の超高真空に準備したとすると、同様の計算によって試料表面の Si 原子が酸素原子と結合してしまう時間は約 3.6 時間となる。これだけ長く清浄表面が保たれると、表面への付着や汚染の影響を受けずに分析評価が可能となる。実験方法や測定時間にもよるが、表面分析には超高真空環境が必要とされる。

真空ポンプは気体輸送式真空ポンプと気体ため込み式真空ポンプの 2 種類に大別される¹⁾。前者のポンプとしてターボ分子ポンプ(TMP)と後段のロータリーポンプ(RP)がよく用いられる。TMP では圧縮比が、ポンプの到達圧力を決定し、真空ポンプの排気口での圧力を吸気口の圧力で割った値となる^{1), 2), 3)}。したがって排気口側の圧力を下げることで真空度が高められることが期待される^{2), 3)}。そこで TMP の排気口側に TMP をもう 1 台直列接続したタンデム運転がされている。ため込み式ポンプとしては、ゲッターポンプが注目されている。近年は装置への設置が容易なことから、比較的小型のポンプの普及が進んでいる。

本研究では TMP のタンデム運転による超高真空への到達状況やゲッターポンプの排気性能を調べ、超高真空環境の構築方法を検討すること目的とする。

2. 超高真空装置について

2.1 超高真空状態の準備

本研究で用いた真空チャンバーは、2 枚グリッドの低速電子回折(LEED: Low Energy Electron Diffraction)が装備されたもので、主に半導体表面の結晶構造評価に用いられてきた⁴⁾。装置外観の様子を図 1 に示す。

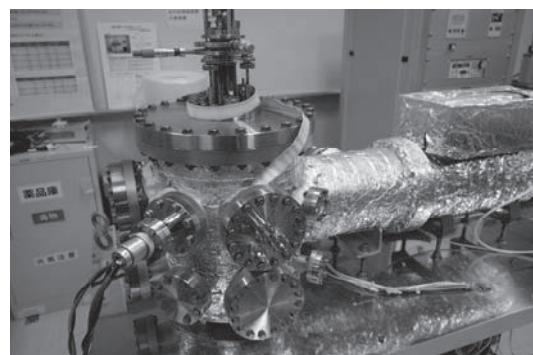


図 1 真空チャンバーの外観写真

また図 2 に真空排気系統図示す。ロータリーポンプ (RP) で粗びきした後、ターボ分子ポンプ (TMP) で真空排気を行う。低真空領域はピラニゲージ (PG) で測定し、高真空領域から超高真空領域はイオンゲージ (IG) で測定する。RP と TMP の間にフォアバルブ (FV) を、TMP とチャンバーの間にメインバルブ (MV) を設置してある。 10^{-6} Pa 台の高真空状態に入ったら、真空装置に巻かれたヒーター線を加熱して 24 時間ほどベーキングを行う。保温のために装置全体がアルミホイルで覆われる。ベーキングによってチャンバー内壁のガス分子が排気される。ベーキング後は真空計フィラメントや試料表面に電流を流して、付着しているガスを放出する。これらはガス出しと呼ばれる。その後、イオンポンプ (IP) を動作させる。イオンによるスペッタ（衝突）によってチタン原子が叩き出され、そのチタン原子が活性ガス分子を吸着することで真空中度が向上する。またチタンサブリメーションポンプ (TSP) はチタンが巻かれた棒に電流を流してチタンを壁面に蒸着させると、そのチタン膜にガスが吸着することを利用して真空中度が向上する。本装置には、IP と TSP が複合化されたユニットポンプ (PUT) を装備している。排気ポンプの仕様や型式を表 1 に示す。ユニットポンプの TSP を定期的に使用することで 1×10^{-8} Pa 以下に準備できる。大気に戻す際はバリアブルリークバルブ (VLV) を用いて大気をチャンバー内に流入させる。

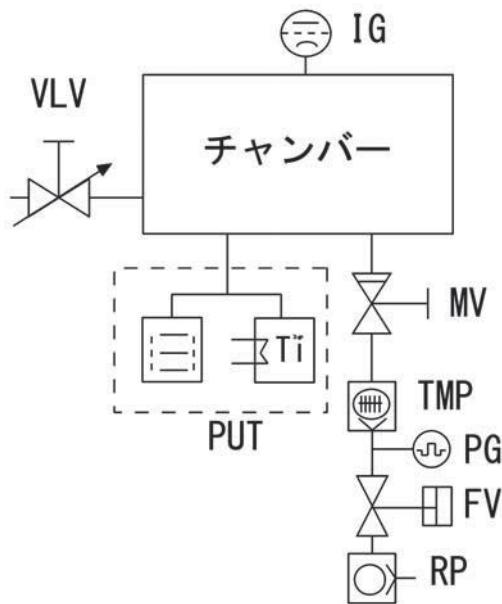


図 2 真空排気系統図

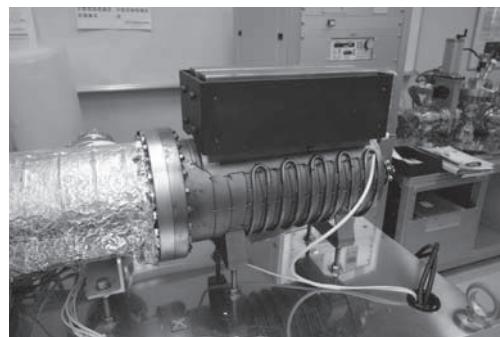
表 1 排気ポンプの型式と仕様

排気ポンプ	型式	排気速度
ターボ分子ポンプ TMP	ULVAC UTM 50	N ₂ 50 ℓ/s H ₂ 40 ℓ/s
ロータリー ポンプ RP	ULVAC GVD-050A	60 ℓ/min
ユニット ポンプ	ULVAC PUT-3 型	N ₂ 100 ℓ/s SIP N ₂ 1500 ℓ/s TSP

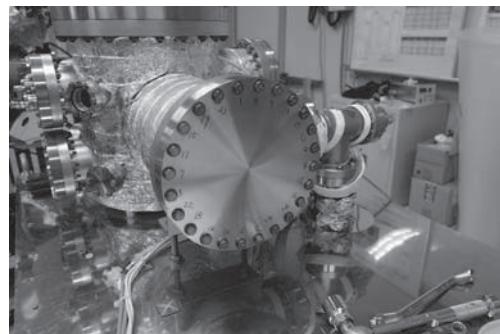
2.2 真空排気系のメンテナンスと改善

本装置は 1994 年に設置された機器である。ほぼ毎日使用している場合、RP のオイル交換を年に 2 ~ 3 回ほど行う必要がある。TMP は定期的なオーバーホールが勧められる。SIP は特に定期的なメンテナンスを必要としないが、陽極と陰極で構成されたポンプセルの劣化によって真空排気能力の低下が生じる。セル交換には新しく購入する程度の費用がかかる。装置を設置した当初は 7.8×10^{-9} Pa の超高真空に到達できたこともあったが、長年使用してきた結果、ユニットポンプの中の SIP の排気能力が大きく下がり、その後故障した。

故障したユニットポンプを取り外し、フランジ (ICF253) で閉じた。取り外す前の様子を図 3 (a) に、取り外した後の様子を図 3 (b) に示す。



(a) ユニットポンプを取り外す前の様子



(b) ユニットポンプを取り外しフランジで閉じた様子

図 3 ユニットポンプの取り外し

ユニットポンプの代替えとしてネクストールポンプを取り付けた。このポンプの型式と仕様を表2に示す。ゲッターポンプとイオンポンプを融合したポンプで、重さが2.2kgと軽量であり、装置に取り付けやすい特徴がある。設置したポンプは、取り付け法兰ジサイズが直径70mm(ICF70 フランジ)と小さい。このサイズの法兰ジは装置の予備ポートとして数多く取り付けられていることが多い。ネクストールポンプを取り付けた様子を図4に示す。

表2 ネクストールポンプの型式と仕様

排気ポンプ	型式	排気速度
ネクス	SAES	ゲッターポンプ
トル	Group	N ₂ 40 ℓ/s
ポンプ	NEXTorr	H ₂ 150 ℓ/s
Z 100		イオンポンプ CH ₄ 15 ℓ/s

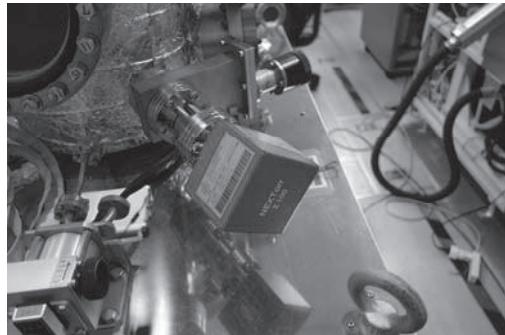


図4 ネクストールポンプを取り付けた様子

高真空領域まで真空排気した後、ベーキングを始めてからの真空度変化を測定した。真空ポンプは、TMP1台とネクストールポンプの併用である。この結果を図5に示す。25時間付近で真空度が悪化しているのは、ベーキングを止めたタイミングでネクストールポンプの活性化を行っているためである。吸収された水素などの放出によって真空度が悪化していると理解できる。ベーキング後もしばらく排気することで 8.16×10^{-8} Paに到達した。ユニットポンプに比べて排気スピードは小さいが10のマイナス8乗Paの真空度に到達できた。

TMPからの異音が発生するようになり、その後、故障した。取り外してみると羽根が全く回転しない状況になっていた。そこで新たに TMP の購入を検討するが、納期もかかることから中古の TMPを探したところ、同じタイプの本体が見つかり購入

した。しばらくその中古の TMP を用いて実験し、その後、新たな TMP が納品された。表3に型式と仕様を示す。排気速度は表1の TMP より高い。また新たに購入した RP についても表3に示す。

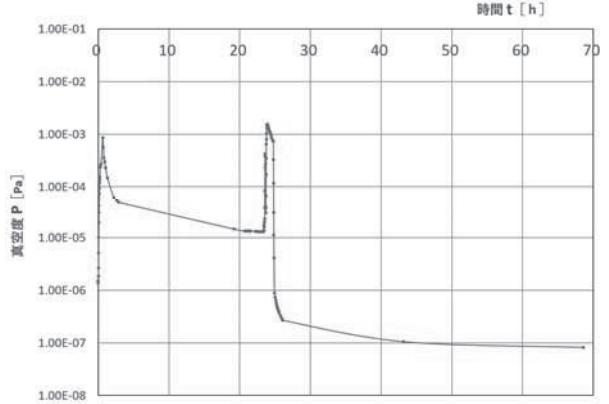


図5 TMPとネクストールポンプを併用した場合の真空度変化

表3 新たに購入した TMP および RP の型式と仕様

排気ポンプ	型式	排気速度
ターボ分子ポンプ TMP	ULVAC UTM 70B	N ₂ 70 ℓ/s H ₂ 49 ℓ/s
ロータリーポンプ RP	EDWARD RV3	75 ℓ/min

3. ターボ分子ポンプによる真空排気

3.1 直列接続と並列接続の比較

TMPの圧縮比(排気口圧力/吸気口圧力)は一定のため、TMPの到達圧力は排気口圧力を下げればよいことが分かる。表4にUTM 70Bの最大圧縮比の仕様を示す。圧縮比が最も大きくなるのは気体の移動量、すなわち流量がゼロになったときで、この時の圧縮比が最大圧縮比と呼ばれる。ターボ分子ポンプの最大圧縮比は気体の分子量に依存する。表4に示されるように窒素に比べて軽い水素の方が圧縮比は小さくなる。

一般に TMP を 2 台直列接続したタンデム運転がされている。そこで、この直列接続の効果を確認するため、直列接続と並列接続の運転で到達真空度を比べた。

表4 TMP UTM 70B の最大圧縮比

排気ポンプ	型式	最大圧縮比
ターボ分子ポンプ TMP	ULVAC UTM 70B	N ₂ 1×10^9 H ₂ 4×10^5

TMP の UTM70B の方は、横向きに取り付けても排

気が可能である。一方、UTM50 の方は縦方向に設置するため、変換レジューサーを用いて UTM50 とフレキシブルチューブを接続し、UTM 70B と直列につないだ（図 6）。並列接続では、TMP 2 台にそれぞれ表 1 と表 3 の RP を接続して運転した。

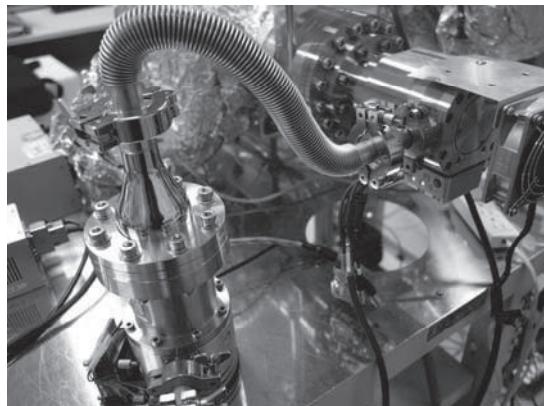


図 6 TMP の直列接続（タンデム運転）

排気時間に対する真空度変化の様子を図 7 に示す。排気初期では直列接続と並列接続の排気スピードに違いはなかったものの数時間後には直列接続の方の真空度が良くなっていた。

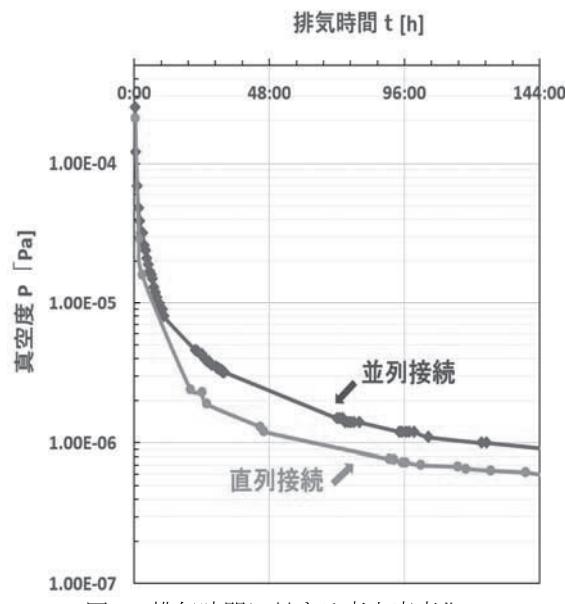


図 7 排気時間に対する真空度変化

図 7 に示されるように 6 日間(144 時間)の真空排気によって、直列接続は 5.0×10^{-7} Pa に到達し、並列接続は 7.3×10^{-7} Pa に到達した。その後、30 時間のベーキングをした後は、並列接続が 2.0×10^{-7} Pa に対し、直列接続は 2.9×10^{-7} Pa に到達した。特に大きな差は見られないものの、直列接続の方が到達圧力は低いことがわかった。文献 1)によれば排気口圧力を十分低く保てば、気体の排気速度は気体の種類にそれほど依存しない。ある程度、排気口圧力が低ければ、吸気口圧力への影響も小さくなると考えられる。この到達圧力の比

較実験において、表 2 のネクストールポンプは取り外して行われた。

3.2 TMP のタンデム運転とネクストールポンプの併用

TMP 2 台によるタンデム運転とネクストールポンプを併用させて真空度変化を調べた。30 時間のベーキングとネクストールポンプの併用によって真空度は、 8.02×10^{-8} Pa に到達した。並列接続では RP を 2 台必要とするのに比べて、直列接続では、RP は 1 台でよく、真空チャンバーとの間に設置するゲートバルブも 1 台でよい。このため設備費用面からも直列接続が安価に抑えられる。

4. 簡易型電子エネルギーアナライザーの試作

超高真空環境が準備できると材料表面の分析が可能となる。何らかの励起ビーム源と検出器があればよい。

比較的製作が容易な阻止電場型アナライザーを試作した。この外観を図 8 に示す。電子増倍管（チャンネルトロン）はテキサスインスツルメンツ社製のもの（型式 34152PS）を利用した。ステンレス製の薄板（0.2 mm）に直径 12 mm の穴を開け、タンクステン 30 メッシュをスポット溶接して 3 枚のグリッドを作成した。これをチャンネルトロンの入り口に設置する。1 枚目と 3 枚目をアースとし 2 枚目に阻止電圧を加える。電流導入端子はチャンネルトロンに 3kV の高電圧を印加するため、高電圧用の電極とした。ICF70 のフランジ面からの大きさは、幅 27 mm、高さ 20 mm、奥行き 130 mm となった。ICF70 のフランジサイズにしたことで、真空チャンバーに取り付けやすい。

測定では電極からの信号を增幅してカウンターで取り込む。負の阻止電圧の大きさを PC 制御によって上昇させながらパルスをカウントすることで、PC に取り込まれたデータは積分型データとなる。この波形を微分することでスペクトルが得られる。励起ビーム源としては、ヘリウムガスが比較的簡単な構造であり、放電によってイオン生成も容易なため、また加速電圧を工夫することでスペッタ源としても利用できることから、ヘリウムガスを用いた励起イオン源とし、これを用いた電子分光実験を予定している。



図 8 試作した簡易型電子エネルギーアナライザー

5.まとめ

固体表面の分析に必要な超高真空環境の構築について、気体輸送式真空ポンプ（ターボ分子ポンプ）や気体ため込み式真空ポンプ（ゲッターポンプ、イオンポンプ）を用いて実際に真空度変化を測定した。ターボ分子ポンプ2台を直列接続する方法が、並列接続する方法よりも排気スピードが高いという従来の知見を確認できた。ただし、ターボ分子ポンプ単独でも排気時間をかければ超高真空環境に準備できることも合わせて確認できた。ターボ分子ポンプの圧縮比によって到達圧力が決まるため、適宜、ゲッターポンプを併用した実験環境が推奨される。

今後はこの真空環境を用いて、固体材料表面の電子分光実験に利用していく予定である。

謝辞

本装置を長年の間、筆者の担当する卒業研究等で利用してきた。LEEDによる半導体表面構造について、梶 祐介君（平成7年度卒）、中村 嘉男君（平成9年度卒）、浅井 綾さん（平成10年度卒）、木戸 しのぶさん（平成11年度卒）、泉 智君・津田 敏宏君（平成12年度卒）、的場 隆一君（平成15年度電子機械工学専攻修了）、菅野 佑哉君（平成16年度卒）、森田 真琴さん（平成17年度卒）には実験で多くの協力を得た。装置の真空環境について、英 良祐君（令和元年卒）、中村 隆浩君（令和3年度卒）、浜本未海さん（令和4年度卒）には真空度向上を目指した実験で多くの協力を得た。

本研究は、JSPS科研費22K02955、および澁谷学術文化スポーツ振興財団の助成を受けて準備された。

参考文献

- 1) 日本表面科学会編：表面科学の基礎と応用、エヌ・ティー・エス、pp. 361-362、(2004)
- 2) 尾高憲二：ターボ分子ポンプ、真空、第40巻、第10号、pp. 761-766、(1997)
- 3) 尾高憲二：タンデム運転によるターボ分子ポンプ自身のガス放出量変化の定量評価、真空、第49巻、第8号、pp. 466-469、(2006)
- 4) 山田健二：Si(111)7×7表面のLEED観察、石川高専紀要、第30号、pp. 57-61、(1998)