

超高真空仕様CMA（円筒鏡面型電子エネルギー分析器）製作技術

物質構造科学研究所 間瀬 彦

1.はじめに

分子研は優れた技術者を擁する装置開発室を有しており、独創的な装置を開発する環境に恵まれている。しかしながら優れた装置を製作するためには、研究目的と実験内容を十分に理解した研究者が参加し、製作担当の技術者とディスカッションを重ねることが不可欠である。そこで技術者はもちろん、研究者も装置製作に関する一通りの知識を学び、ある程度の技術を習得しておく必要がある。本稿では、筆者が分子研において光電子-光イオン・コインシデンス分光装置を世界で初めて開発したときの経験を基に、超高真空(ベーキング温度：150～200℃、到達真空度： $\sim 10^{-9}$ Pa)仕様のCMA(円筒鏡面型電子エネルギー分析器)製作技術について解説する。電子分光を利用した装置開発を志す研究者や技術者の一助となれば幸いである。

CMAはオージェ電子分光¹⁾や電子-イオン・コインシデンス分光²⁾など、さまざまな実験に使用されている応用範囲の広い機器であるが、構造は単純であるので初心者でも容易に製作することができる。市販品は性能に制約があり高価でもあるが、自作すれば実験の目的に合わせて装置を設計することもできるし、少ない費用と数日の労力で組立てることができる。また、製作を通して超高真空実験装置作りの基礎技術を習得できるので、さきざき独創的な超高真空実験装置を開発する場合に役立つ。本稿では基本技術の解説は省略したので、超高真空実験技術の解説書である文献3-5)も併せて参照してほしい。

2.CMAの設計

CMAの構造上のパラメーターは実験の目的に合わせて決定する。本稿で

紹介するCMAは電子-イオン・コインシデンス分光に用いることを目的としたので、

- ・ ICF203 フランジ取付
 - ・ 分解能： $E/\Delta E=50$
 - ・ 取り込み角： $\alpha = 28^\circ \sim 55.6^\circ$
 - ・ CMA 先端から試料までの距離：11mm
 - ・ ICF203 フランジから試料までの距離：200mm
 - ・ 位置微調整機構内蔵
 - ・ 飛行時間型イオン質量分析器内蔵可能
- という条件で設計した(図1a参照)。オージェ電子分光に用いるCMAは

- ・ ICF152 フランジ取付
- ・ 分解能： $E/\Delta E=500$
- ・ 取り込み角： $\alpha = 42^\circ \pm 6^\circ$
- ・ CMA 先端から試料までの距離：10mm
- ・ CMA 端面の切り落とし角： 40°

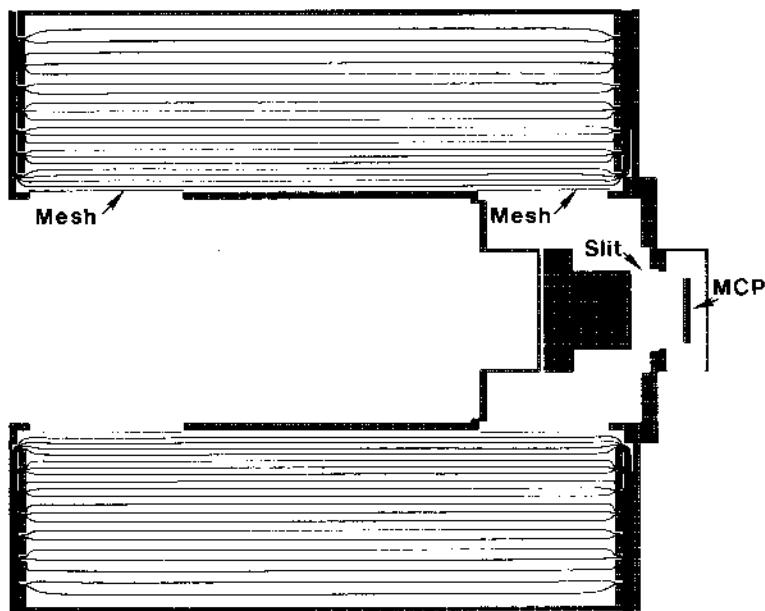


図1 a) SIMION 3D version 6.0によるCMA内部の電位シミュレーション。CMAの同軸を含む断面図で示した。外円筒の電位は-100V、補正電極の電位は外側から-85.8V、-74.8V、-63.8V、-51.6V、-38.0V、-22.3V、内円筒の電位は0Vである。外円筒、内円筒、補正電極によってCMA内に同軸状の等電位面が形成されていることがわかる。

・位置微調整機構内蔵、電子銃内蔵

という条件で設計するとよい。本稿で紹介する技術を応用すれば、オージェ電子分光用CMAも容易に製作することができる。

CMA内における電子の軌跡のシミュレーションにはSIMION 3D version 6.0(定価11万円、アカデミック版9万円、ホームページ：<http://www.sisweb.com/simion.htm>)を用いる。本稿で紹介するCMAでは分解能が $E/\Delta E=50$ の条件で電子の捕集効率が最大になるようにスリットの形状を決定した。CMA内の電位と電子の軌道のシミュレーション結果を図1bに示す。

設計図の誤りは数分で修正できるが、部品が完成してしまってから修正しようとするとは相当の労力と予算を浪費する。このため、設計する際には経験者と加工業者の助言をおおぎ、時間をかけて完成度の高い図面をまとめることが重要である。設計のポイントを以下にまとめる。

- ・機械的強度、加工性、熔接性、真空特性、非磁性などの特性を考慮して材料を決める。
- ・加工と組立が容易になるように各部品は単純で対称性の高い形状にする。
- ・友玉園セラミックスのアルミナブッシングなど優れた市販品を利用する。
- ・部品図と組立図を見比べて設計上の誤りがな

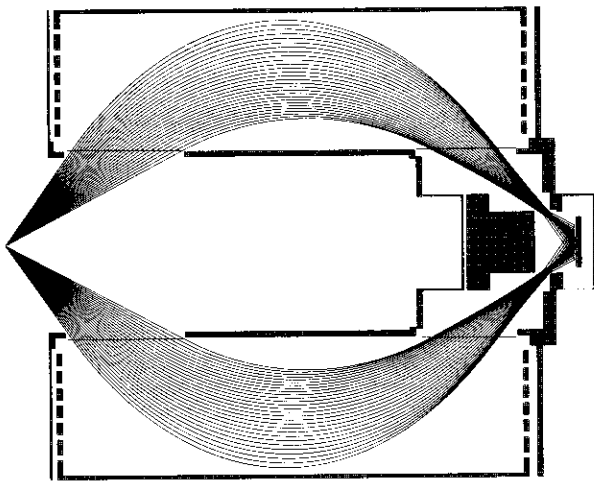


図1 b) SIMION 3D version 6.0による電子の軌道のシミュレーション。電子の運動エネルギーは145eV、CMA内の電位はa)と同じである。方位角 $\alpha = 28^\circ \sim 55^\circ$ に放出された電子がスリットを透過してMCPに入射することがわかる。

いことを確認する。

3. 材料と予算

主な材料の一覧と予算の概要を以下に示す。

- ・MCP(浜松ホトニクス、F4655、1個)、18万円
- ・MCPホルダー部品(日本真空光学、1式)、4万円
- ・CMA部品(日本真空光学、1式)、57万円
- ・CMAメッシュ(日本フィルコン、2枚)、17万円
- ・磁気シールド部品(日本真空光学、1式)、27万円
- ・ICF203フランジ加工、支柱(日本真空光学、1式)、27万円
- ・基板、カバー、取手(ミスミ、2式)、2万円
- ・位置微調整機構(ムサシノエンジニアリング、MAU、1個)、18万円
- ・10ピン電流導入(ISI、1932004、1個)、5万円
- ・MHV電流導入(山本真空研究所、MHR-1M、3個)、8万円
- ・配線部品(テフロン被覆SUS316線、同軸線用ステンレス網ケーブルなど)、1万円
- ・絶縁部品(ブッシング、数珠玉碍子、ポリイミドチューブなど)、10万円
- ・合計：167万円

浜松ホトニクスの小型MCPアセンブリF4655はゲインが大きく、小型、廉価であるのでCMA用の電子検出器として最適である。CMAの金属材料としてはSUS310Sを用いる。SUS310Sは、加工しても磁化しない、放出ガス量が少ない、加工しやすい、スポット熔接しやすいなどの点でCMAの電極材料として適している。筆者は日本真空光学に加工を依頼したが、依頼先は経験豊富な超高真空部品加工業者であれば問題ない。絶縁部品としてはアルミナ製ブッシング(友玉園セラミックス、CA-1)とステアタイト製数珠玉碍子(友玉園セラミックス、A-1)を使う(代理店：山本真空研究所あるいはアイリン真空)。絶縁特性がよい、放出ガス量が少ない、廉価である、という点で優れている。また、薄い絶縁スペーサーはFrialit degussit社のアルミナ管を切断研磨して作ることもできる(代理店：パスカル)。地磁気を遮蔽するための磁気シールド部品は、厚さ1mm程度のミューメタルを加工後、水素雰囲気下で焼鈍して製作する(焼鈍は日本バックスマタル、代理店：アイリン真空)。配線材料とし

てはテフロン被覆 SUS316 線(ニラコ、781286)を用いる。さらにポリイミドチューブ(ケミックス、代理店:アイリン真空)、あるいは数珠玉碍子を被せると耐電圧が増大する。シグナル線のシールドにはステンレス網線 (ISI、9941001)を用いる。

4. 準備

本稿で述べる水準の超高真空仕様装置の製作ではクリーンルームは必要ない。しかし、実験室は清浄に保つ、装置組み立て前に手を洗う、部品を洗浄乾燥したらすぐに清浄なチャック付きポリ袋(井内盛栄堂研究用総合カタログ 30000(以下は井内カタログと記す、p923)に保管するなどの習慣を身につけた方がよい。洗浄後の部品は洗浄した専用工具で扱う。また、作業の際は新しい使い捨て手袋を使う。工具と保管箱の内側は特級エタノールで洗っておく。工具の一例を以下に示す。使い捨て手袋(井内カタログ p1160)、ティッシュワイパー(井内カタログ p950)。セラミック製ピンセット(井内カタログ p1338)、ステンレス製ピンセット(HOZAN, P-892)、精密ドライバーセット(HOZAN, D-22)、ニッパー(HOZAN, N-31)、ワイヤストリッパー(HOZAN, P-952、テフロン被覆 SUS316 線のテフロン被覆を剥がすために使用する)、セラミック製はさみ(井内カタログ p1033)、ステンレス製はさみ(HOZAN, N-838)、専用工具用容器(井内カタログ p714)、超音波洗浄器

(井内カタログ p1040)、スポット溶接機(井内カタログ p998、ピンセット型電極と足踏み型スイッチの品が使いやすい)。

加工後の金属部品は無リン中性洗剤(井内カタログ p1059)で5分間超音波洗浄して脱脂したのち、純水で2、3回超音波洗浄して洗剤をおとす。トリクロロエチレンは有毒であるばかりでなく環境も汚染するので使用してはならない。洗浄用の有機溶媒としては生分解性で毒性の低い特級エタノールが最善である。アセトンは手の脂や洗瓶容製のナベビスや小径ワッシャ、ナットはブンゼンバーナー(あるいはガスコンロ)で赤熱して消磁する(写真1)。絶縁部品は特級エタノールで5分間超音波洗浄したのち乾燥して使用する。セラミック部品を取り扱う場合は絶縁特性を劣化させないためにセラミック製ピンセットを用いる。

5. 組立

5.1. MCPホルダーの組立

MCPホルダーを組み立てる場合は、MCP表面上に埃が付着しないよう MCPを上向きにおいて放置しない、MCPの絶縁特性を劣化させないために金属製工具では触れない、などの点に気をつける。組立の手順を以下に示す。

- (1) MCPの電極(MCP-in、MCP-out、アノード)を3mm 残してニッパーで切る(写真2)。
- (2) テフロン被覆 SUS316 線のテフロン被覆を3mm 程度剥がして MCPの電極(MCP-in、MCP-out、アノード)にスポット溶接する。このとき、スポット溶接の銅ピンセットが MCPの側面に触れないように十分注意する(写真3)。



写真1) SUS304 製のナベビスの消磁。ブンゼンバーナーで赤熱後冷却すると消磁される。表面は酸化されて黒くなるが、性能上は問題ない。金属技研に依頼して真空中で焼鈍すると表面を酸化させないで消磁できるが、コストが増える。

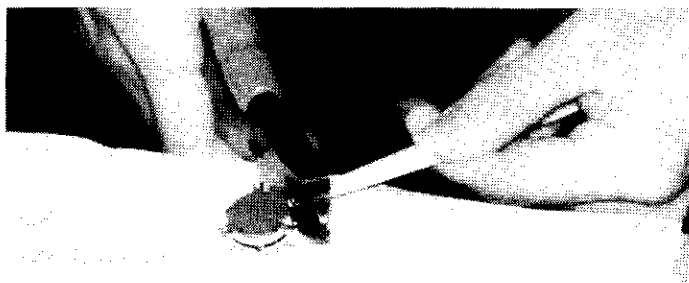


写真2) MCPの電極の切断。今回のCMAではMCPホルダーをコンパクトにするために電極を切断したが、ホルダーを大きくしても差し支えない場合は電極を切断する必要はない。

(3)MCPホルダーとMCPを組立る(写真4)。

(4)各電極のテフロン被覆SUS316線には数珠玉碍子を被せて絶縁する。MCPアノードに繋げたシグナル線は数珠玉碍子を被せた上にステンレス網ケーブル(ISI)を被せてシールドする(写真5、図2)。

5.2. CMA 内円筒の組立

板メッシュ(図3)が内円筒(写真6)のふちにきち

んと垂直にあたるようにしながら、メッシュの中心を内円筒の支持部にスポット熔接する。ティッシュワイパーをつかい、メッシュを内円筒に巻き付ける。この際、メッシュと内円筒の間に隙間ができないよう細心の注意を払う。隙間が出来るとメッシュ部がゆがむ。隙間がないことを確認して、端部をスポット熔接する。入射、出射メッシュともに以上の手順で固定する。メッシュ部に力を加

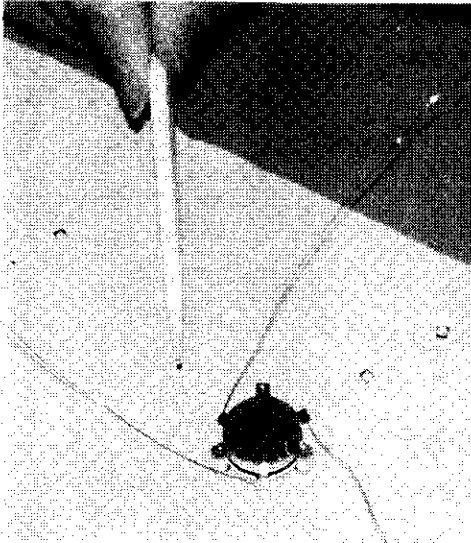


写真3) MCPの電極にテフロン被覆SUS316線をスポット熔接したところ。テフロン被覆線の両端の被覆は3mm程度剥がしておく。

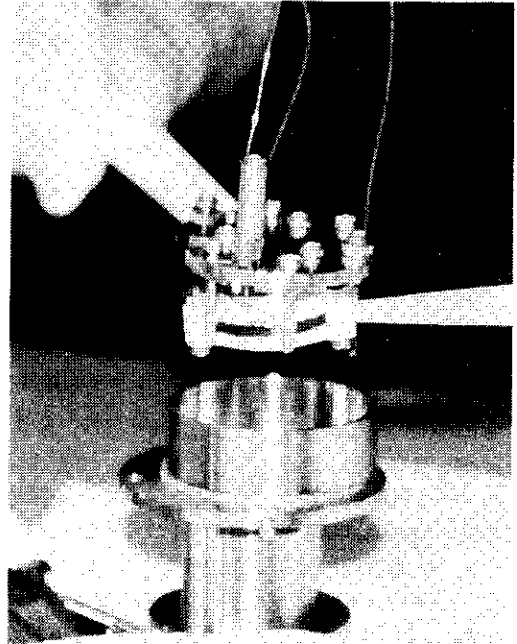


写真4) MCPホルダー部品の組立。MCPホルダー部品は上円盤($\phi 28 \times \phi 17 \times t1$ 、組立てのためのキリ穴、M2タッパ付き、MCPの電子入射側に取り付ける)、円筒($\phi 28 \times \phi 26.2 \times t8.5$ 、上円盤と下円盤の間に挟む)、下円盤($\phi 28 \times t1$ 、組立てのためのキリ穴、テフロン被覆SUS316線を通すための $\phi 4$ の切り穴3箇所付き、MCPの背面側に取り付ける)から構成されている。

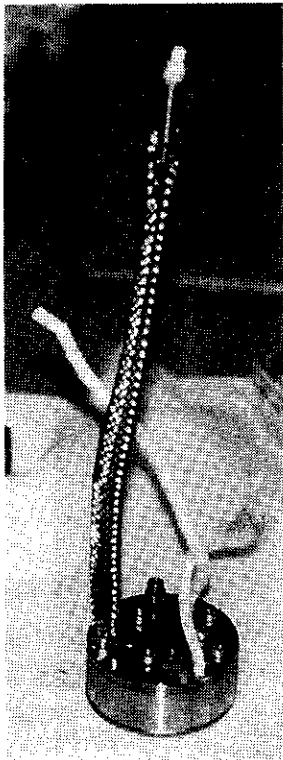


写真5) MCPの配線を行なったところ。MCPホルダー上円盤を下にして置いてある。

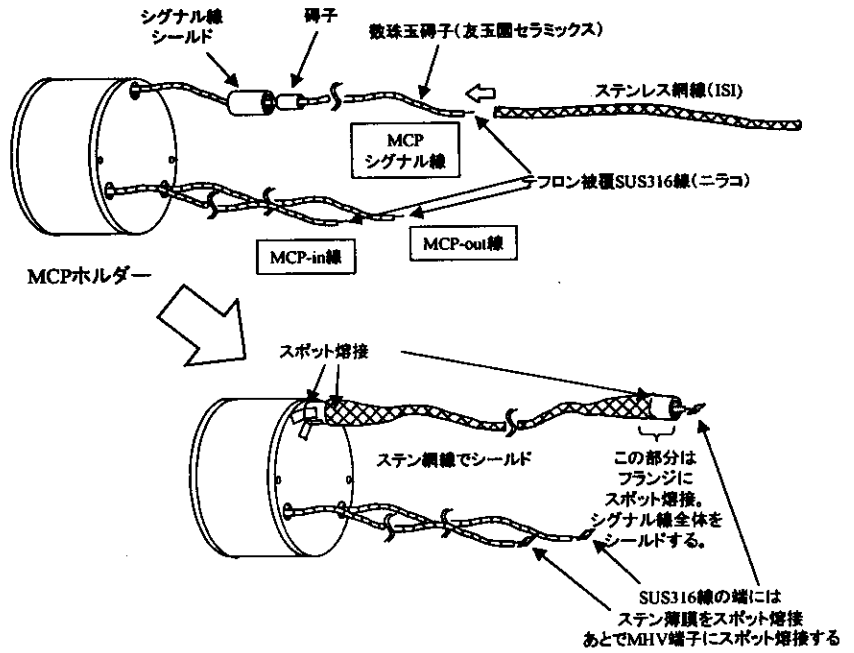


図2) MCPの配線の模式図。MCP全体をホルダーでシールドし、MCPシグナル線はステンレス網ケーブルを被せてシールドすることによってノイズを減らしている。

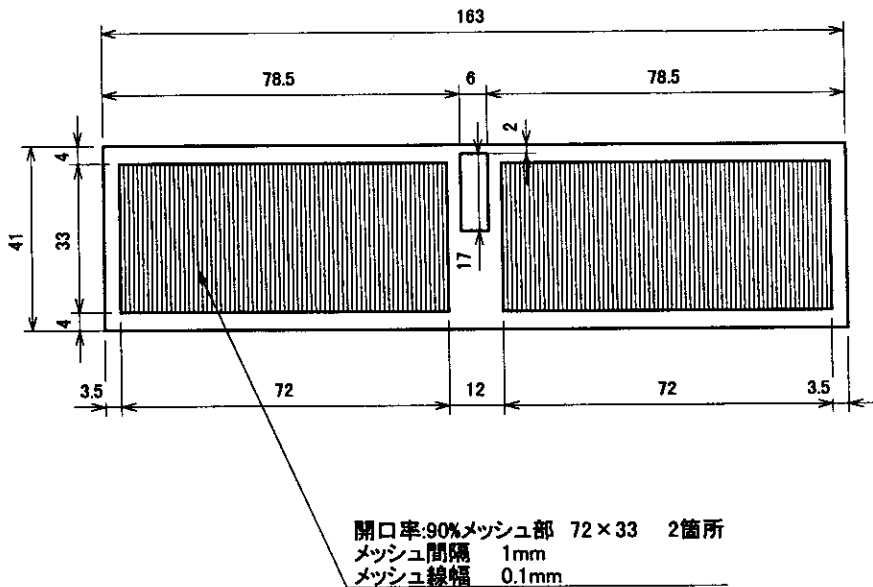


図3) 板メッシュ(SUS316、 $t=0.1$)の図面。中央の17×6の窓は本稿のCMA製作上は必要ない。

えるとメッシュがゆがむので注意する。

5.3. CMA 端板の組立

端板の3.3mm ϕ のキリ穴の上にアルミ製ブッシング(あるいはアルミナスペーサー、 $\phi 4 \times \phi 2 \times t1.0$)を介して、補正電極をSUS304ナベビス(M2

$\times 6\text{mm}$)で固定する(写真7、8)。力をかけすぎてブッシングを割らないように注意する。試料側の端板とMCP側の端板をそれぞれ組立てる。

5.4. CMA 内円筒、端板、外円筒の組立

(1)補正電極を取付けた端板を内円筒のつばにナ

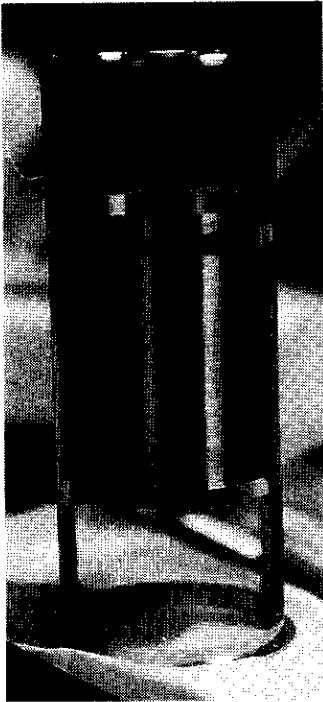


写真6) 内円筒。外径 $\phi 54.0$ 、内径 $\phi 50.0$ 、長さ139.7、両端に端板を取り付けるためのつば(外径 $\phi 60.0$ 、M2タップ付き)が付いている。電子が透過する部分に板メッシュをスポット溶接で取り付ける(図1b参照)。

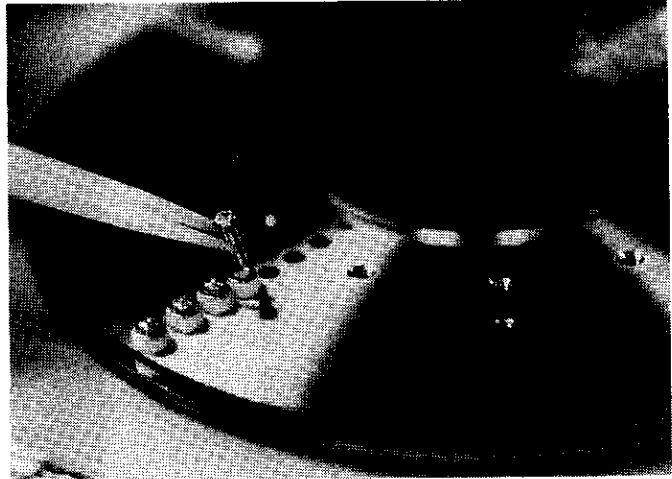


写真7) 端板と補正電極の組立。組立てやすいようにアルミ製の治具を端板中央に取り付けている。端板は外径 $\phi 134.0$ 、内径 $\phi 50.0$ 。補正電極を取り付けるためのキリ穴($\phi 3.3$ 、28箇所)、内円筒に取り付けるためのキリ穴($\phi 2.2$ 、8箇所)などが付いている。補正電極は6種類のドーナツ状の円盤で、それぞれの端板に取り付けるためのM2タップ4箇所がある。

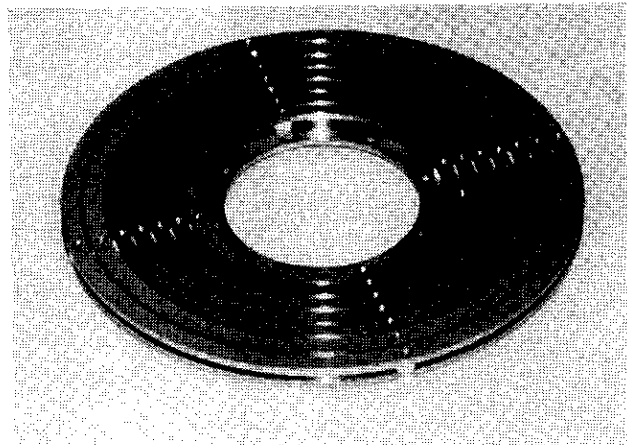


写真8) 組立てた端板と補正電極。

ベビス(M2×4)で固定する(写真9)。次いで外円筒を挟んで反対側にもう片方の端板を取り付ける。もう片方の端板を取り付け、ナベビス(M2×4)で固定する。外円筒はSUS316箔t0.03を介して最外部の補正電極にスポット溶接して固定する。

(2) テフロン被覆SUS316線を用いてCMAの両端の補正電極をスポット溶接によって配線する(写真10)。

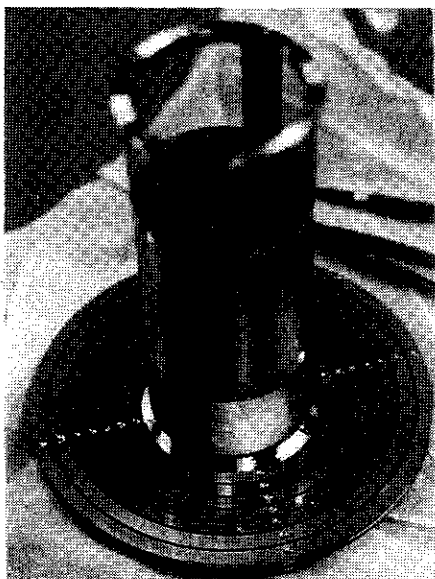


写真9) 端板を取り付けた内円筒。

(3) MCP側の端板に磁気シールドをナベビス(M2×4)で取り付ける(写真11)。

5.5. スリットの組立

(1) スリット部はスリット下板($\phi 36.0 \times \phi 18.0 \times t2.0$)にスリットスペーサー($\phi 4.8 \times \phi 2.1 \times 17.0$, 2本)、スリット上板($\phi 27.6 \times \phi 18.0 \times t7.0$)、スリット棒($\phi 18.0 \times 20.0$)から構成される。スリット上板はスリットスペーサーを介してスリット下板にM2×

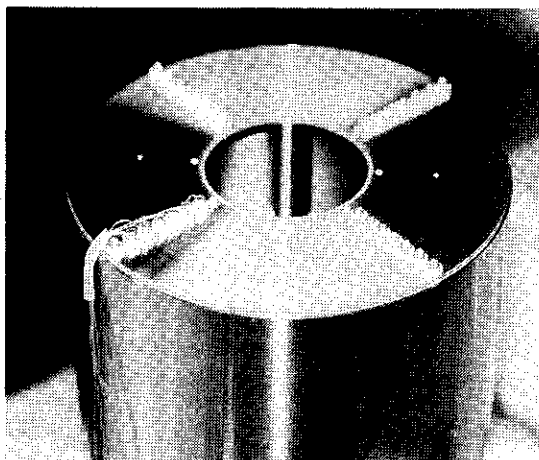


写真10) 内円筒、端板、外円筒を組立て、両端の補正電極を配線したところ。外円筒は外径 $\phi 136$ 、内径 $\phi 133.0$ 、長さ136.7、両端は補正電極とハマアイの加工を施してある。

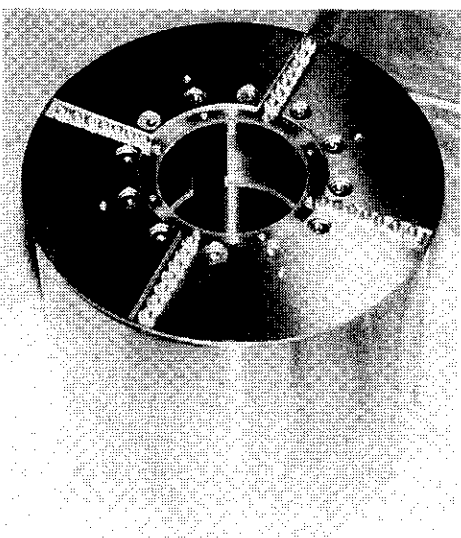


写真11) MCP側の端板に磁気シールドを取り付けたところ。

20のナベビスで取り付ける。スリット上板にスリット棒を通し、スリット上板側面のトメビス(M3)で固定する(写真12)。スリット下板とスリット棒の間のスペース($\phi 18.0 \times 4.0$)を透過した電子のみがMCPによって検出される(図1b参照)。

(2) スリット部をスリット支持板にナベビス(M2×4)で取付ける(写真13)。

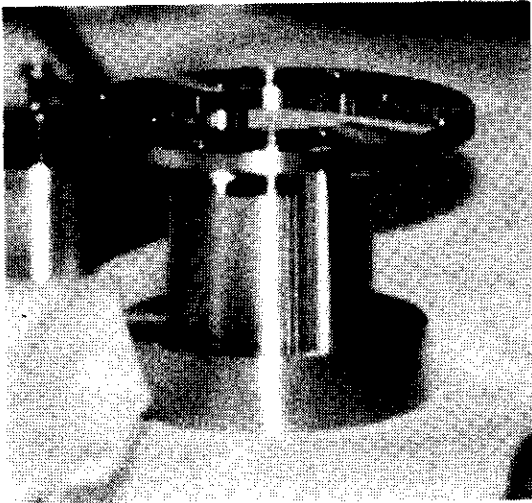


写真12) 組立てたスリット部。スリット上板が下になるようにおいてある。

(3) スリット背面にメッシュをスポット溶接で取り付ける(写真14)。このメッシュの役割はMCPにかかる電位による電場がCMA側に染み出ることを防ぐことである。

5.6. CMAのフランジへの組立

(1) CMAの組立て作業を考えると、取手と支持板も製作しておくことと便利である。取手2組は取手(ミスミ、UAFL-20-141)、ジョイントブ

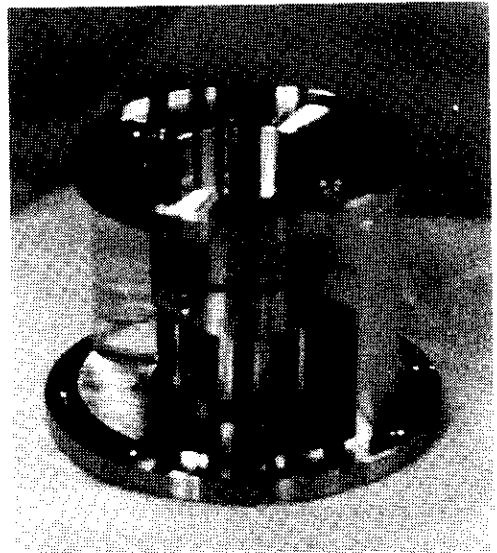


写真13) スリット支持板に取り付けたスリット部。スリット下板が下になるようにおいてある。スリット支持板にはCMA中央の空間に飛行時間型イオン質量分析器(TOF-MS)を取り付けるためのTOF-MS支持板が取り付けられている。スリット支持板はTOF-MSの配線を通せるように複雑な形状をしている。

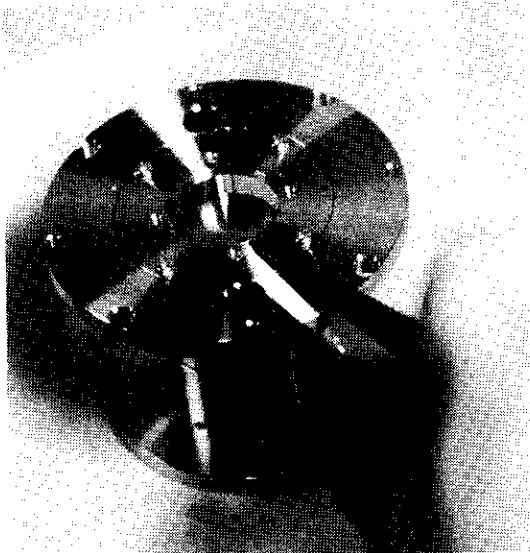


写真14) スリット下板にタングステン金メッキメッシュ(ニラコ、W-468071、100mesh)をスポット溶接したところ。

レート(ミスミ、JTAA-SP-A20-B140-T3.2-X10-Y6-G128-N6-L0-S40-W60-MA6)、スチールブラケット(日本エヌ・アイ・シー、BLSM-3085-6)、とキャップスクリューM6×8を用いて製作する。フランジ支持板はスチールブラケット(日本エヌ・アイ・シー、BLSM-3085-6)、ジョイントプレート(ミスミ、SLDA-SP-A160-B100-T4.5-X30-Y20-M6)とキャップスクリュー

- リューM6×6を用いて製作する。取手と支持板をICF203フランジに取り付ける(写真15)。
- (2) 磁気シールドをICF203フランジにスポット溶接して固定する。SUS316箔(厚さ0.03mm)を介してスポット溶接すると固定しやすい(写真16)。
 - (3) CMA支柱を取り付けたICF70加工フランジ(写真17)を位置微調整機構(ムサシノエンジ

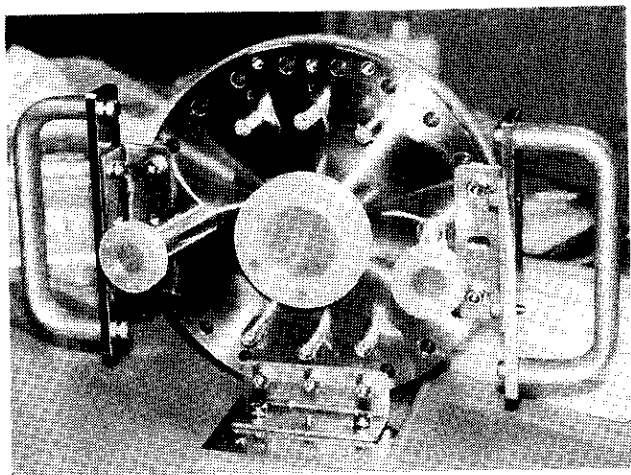


写真15) 取手と支持板を取り付けたICF203フランジ。ICF203フランジにはMCPの配線用のMHV端子6個、電流導入取付のためのICF34ポート2個、位置微調整機構取付用のICF70ポート1個が溶接されている。

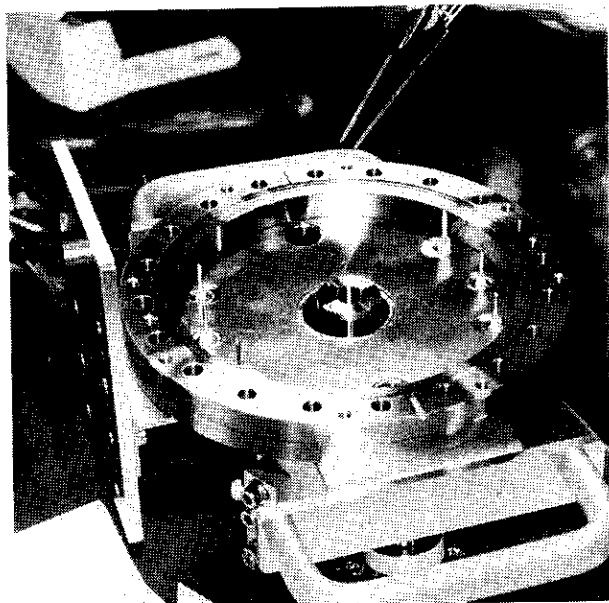


写真16) 磁気シールドをICF203フランジにスポット溶接したところ。

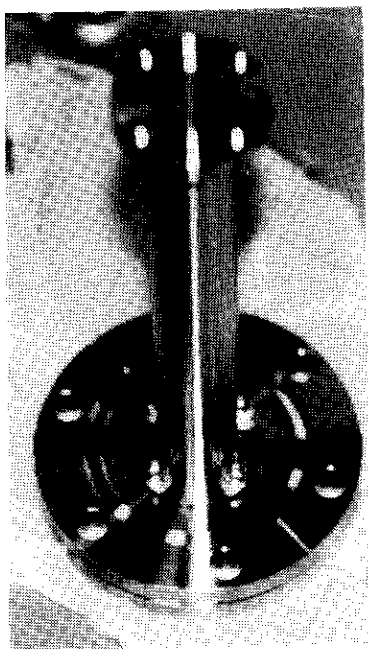


写真17) CMA支柱を取り付けたICF70加工フランジ。

- ニアリング、写真18)に取り付ける。
 (4) CMAの後ろ側の端板に支柱を4本取り付け、支板を介してCMA支柱に固定する(写真19)。CMAの位置調整が必要な実験では位置調整機構は必須である。

- (5) ICF203フランジのMHV端子にMCPの配線をスポット溶接する(写真20)。
 (6) ICF203フランジのICF34ポートに10ピンの電流導入を取付け、CMAの外円筒と補正電極の配線をスポット溶接にて行なう。

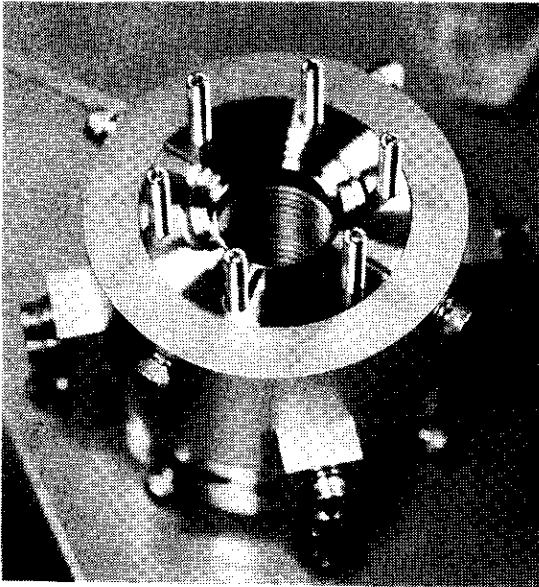


写真18) ムサシノエンジニアリング製の位置微調整機構。

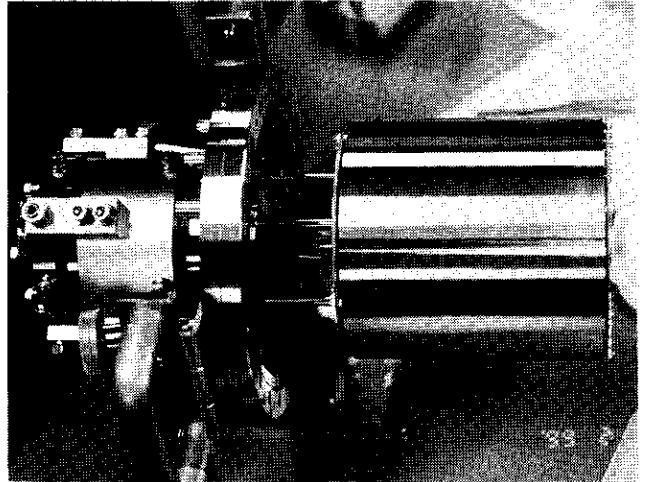


写真19) 支柱と支板、CMA支柱、ICF70加工フランジ、位置微調整機構を介してICF203フランジに取り付けたCMA。



写真20) MHV端子にMCPの配線をスポット溶接しているところ。

(7) CMAの保管を考えると、アクリル製防塵カバーも製作しておくとも便利である。アクリル製防塵カバーはベアリングカバー(ミスミ、BCAA-AM-H200-T14-V149.4-Q181.1-M8)、アクリルパイプ(井内カタログp905、 ϕ 150 \times

ϕ 144 \times 300、実際の外径は ϕ 149.2くらい)、アクリルカバープレート(ミスミ、PNPA-AP-A149-B149-T3-X49.5-Y49.5-J50-G50-M3-WRC74.5)とアクリル用接着剤(井内カタログp1029)を用いて製作する(写真21)。

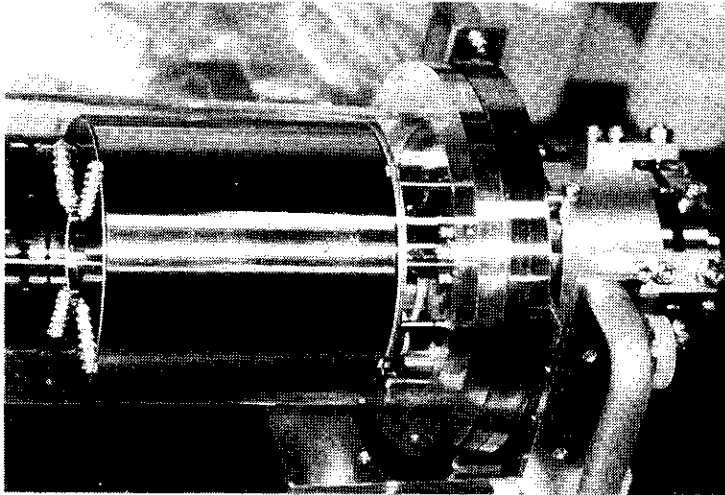


写真21) アクリル製防塵カバーを被せたCMA。磁気シールドは外してある。

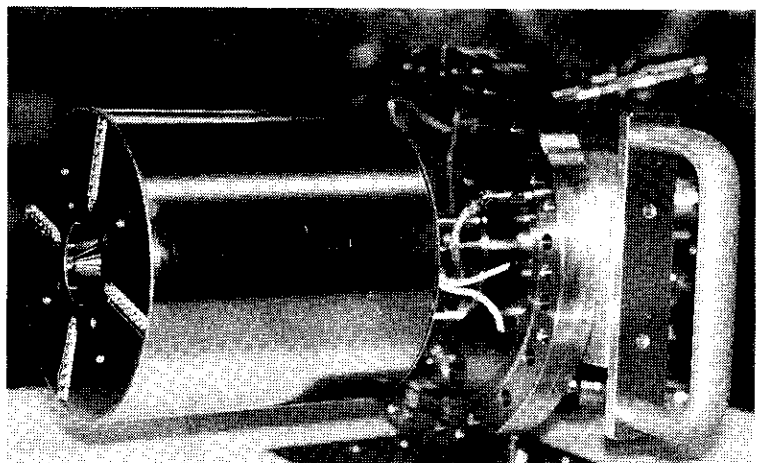


写真22) 本稿の手順にしたがって製作したCMAの内部にTOF-MSを組み込んだ電子・イオン・コインシデンスアナライザー。磁気シールドは取り付けられている。紙数がないのでTOF-MSの製作組み込み手順については省略する。

6. おわりに

本稿では実用的な CMA 製作技術を具体的に解説した。紙数の関係で実際の図面と CMA 用電源や測定系の製作については省略したので詳細を知りたい方は筆者まで問い合わせしてほしい。本稿は筆者が分子科学研究所にて開催した CMA 製作技術講習会(計 2 回、それぞれ 3 日間)のテキストに基づいて執筆した。講習会参加者のほとんどは初心者であったにもかかわらず、完成した CMA は設計どおりの性能を発揮し、現在も分子科学研究所 UVSOR で電子-イオン・コインシデンス実験に用いられている(写真 22)⁶⁾。

謝辞

CMA 製作技術を詳しく教えてくださった山本進一郎氏(山本真空研究所)に感謝いたします。また、山本倫氏(山本真空研究所)と CMA 製作技術講習会に参加した下條竜夫、林憲志、渡辺一也、田中慎一郎(分子研)、高見知秀(東北大科研)、池永英司(広大理)、下山巖(原研先端研)、松家則孝(名大理)の各氏には本稿をまとめるにあたり、いろいろ協力していただきました。本研究は日本学術振興会、未来開拓学術研究推進事業、「光科学」内殻励起による化学反応制御分子メスの支援を受けました。

文献

- 1) D. ブリッグス、M. P. シーア編、「表面分析(上・下)」(アグネ承風社、1990)。
- 2) 間瀬一彦、永園充、田中慎一郎、真空、42 (1999) 84。間瀬一彦、永園充、田中慎一郎、長岡伸一、放射光、10 (1997) 375。
- 3) 日本真空協会編、「超高真空実験マニュアル」

ル]、(日刊工業新聞社、1991)。

- 4) J. T. Yates, Jr., Experimental innovations in surface science. -A Guide to Practical Laboratory Methods and Instruments- (Springer Verlag, New York, 1998)。
- 5) 青野、塚田、八木、小間編、「表面物性工学ハンドブック」丸善、1987。
- 6) 間瀬一彦、化学と工業、53 (2000) 111。

業者リスト

- ・アイリン真空、TEL: 052-401-2061、FAX: 052-401-6960、日本真空光学、友玉園セラミックス、日本バックスメタルなどの代理店。
- ・金属技研、TEL: 03-3318-1271、FAX: 03-3314-3966、SUS304 部品の真空焼鈍による消磁、磁気シールド部品の水素焼鈍。
- ・ケミックス、TEL: 045-742-2092、FAX: 045-742-8192、ポリイミドチューブの販売。
- ・テックサイエンス、TEL: 0489-64-3111、FAX: ムサシノエンジニアリング、TEL: 048-756-8792、FAX: 048-756-8793、位置微調整機構など。
- ・山本真空研究所、TEL: 0427-92-6960、FAX: 0427-92-6970、MHV、BNC 付き ICF34 フランジなど、CMA の製作も行なう。
- ・友玉園セラミックス、TEL: 03-3726-4455、FAX: 03-3726-4458、ブッシング、数珠玉碍子など。
- ・リッチモアインターナショナル、TEL: 03-3440-0027、FAX: 03-3440-0127、MDC / I S I の日本輸入総代理店。