

JAERI-Tech
2001-009



JP0150711



表面アトムプロセス評価装置の設計・製作

2001年 3月

吉越 章隆・寺岡 有殿

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越してください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 2001

編集兼発行 日本原子力研究所

表面アトムプロセス評価装置の設計・製作

日本原子力研究所関西研究所放射光科学研究センター
吉越 章隆・寺岡 有殿

(2001年1月25日受理)

固体表面上で起きる化学反応を原子・分子レベルで解析することを目的として、表面アトムプロセス評価装置を設計・製作した。本装置の目的は、反応初期の固体表面および吸着表面の原子配列の解析ならびにこれらの表面原子の持つ電子状態を走査型トンネル顕微鏡 (STM) および原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて超高真空中 (UHV) において原子分解能で明らかにすることである。本報告では、表面アトムプロセス評価装置の設計・製作に関する技術情報を詳細に述べる。

Design and Manufacture of Apparatus for Analysis of Atomic Process on Solid Surfaces

Akitaka YOSHIGOE and Yuden TERAOKA

Synchrotron Radiation Research Center
Kansai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Mikazuki-cho, Sayou-gun, Hyogo-ken

(Received January 25, 2001)

In order to analyze the chemical reactions on solid surfaces with atomic resolution, new apparatus for the analysis of atomic process on solid surfaces has been designed and manufactured. By means of STM (scanning tunneling microscope) and AFM (atomic force microscope) with atomic resolutions, the surface structures are characterized and the surface electronic states are measured in ultrahigh vacuum condition (UHV) before and after the surface reactions. This report describes the design, the setup and the adjustment of this apparatus in detail.

Keywords; Scanning Tunneling Microscope (STM), Atomic Force Microscope (AFM), Atomic Resolution, Atomic Process, Surface Structure, Electronic States, Nd;YAG Laser

目 次

| | |
|-------------------------------------|----|
| 1. 緒言 | 1 |
| 2. 目的 | 1 |
| 3. 超高真空走査型プローブ顕微鏡 | 1 |
| 3.1 仕様の概要 | 1 |
| 3.2 超高真空走査型プローブ顕微鏡本体 | 2 |
| 3.2.1 基本仕様 | 2 |
| 3.2.2 STM 機能 | 2 |
| 3.2.3 AFM 機能 | 2 |
| 3.2.4 原子操作（マニピレーション）およびナノ描画機能 | 2 |
| 3.2.5 除振機能 | 3 |
| 3.2.6 試料位置合わせ機能 | 3 |
| 3.3 超高真空走査型プローブ顕微鏡用制御およびデータ処理システム部分 | 3 |
| 3.4 超高真空観察室 | 4 |
| 3.5 試料導入室 | 5 |
| 3.6 試料、STM 探針および AFM カンチレバーホルダー | 6 |
| 3.7 探針製作装置 | 6 |
| 3.8 LEED/AES システム | 6 |
| 3.9 波長可変 Nd:YAG Laser システム | 6 |
| 3.9.1 目的 | 6 |
| 3.9.2 概要 | 7 |
| 3.9.3 システム構成 | 7 |
| 3.9.4 励起用レーザー | 7 |
| 3.9.5 波長可変レーザー | 8 |
| 3.9.6 試験・検査 | 9 |
| 3.10 ガス供給装置 | 9 |
| 3.10.1 全体構成 | 9 |
| 3.10.2 各部仕様 | 9 |
| 3.10.3 試験検査 | 10 |

| | |
|---------------------------------|----|
| 4. 表面アトムプロセス評価装置の性能評価 | 10 |
| 5. まとめ | 11 |
| 参考文献 | 11 |

Contents

| | |
|---|----|
| 1. Introduction..... | 1 |
| 2. Purpose of Apparatus..... | 1 |
| 3. Ultra-high Vacuum Scanning Probe Microscope (UHV-SPM)..... | 1 |
| 3.1 Outline of UHV-SPM System..... | 1 |
| 3.2 UHV-SPM..... | 2 |
| 3.2.1 Fundamental Specification..... | 2 |
| 3.2.2 Scanning Tunneling Microscope (STM)..... | 2 |
| 3.2.3 Atomic Force Microscope (AFM)..... | 2 |
| 3.2.4 Atom-manupiration and Nano-lithography..... | 2 |
| 3.2.5 Vibration Damping System..... | 3 |
| 3.2.6 Sample Position Control System..... | 3 |
| 3.3 Control and Data Processing System..... | 3 |
| 3.4 UHV SPM Observation Chamber..... | 4 |
| 3.5 Sample Load-lock Chamber..... | 5 |
| 3.6 Sample, STM Tip and AFM Cantilevar Holder..... | 6 |
| 3.7 STM Tip Manufacture..... | 6 |
| 3.8 LEED/AES system..... | 6 |
| 3.9 Variable Wavelength Nd;YAG Laser System..... | 6 |
| 3.9.1 Aim..... | 6 |
| 3.9.2 System Outline..... | 7 |
| 3.9.3 System Components..... | 7 |
| 3.9.4 Laser for Excitation..... | 7 |
| 3.9.5 Variable Wavelength Laser..... | 8 |
| 3.9.6 Test Report..... | 9 |
| 3.10 Gas Supply System..... | 9 |
| 3.10.1 Outline of Gas Supplu System..... | 9 |
| 3.10.2 Detail Specification..... | 9 |
| 3.10.3 Test Report..... | 10 |
| 4. Performance of Apparatus for Analysis of Atomic Process on Solid Surfaces..... | 10 |
| 5. Conclusions..... | 11 |
| References..... | 11 |

This is a blank page.

1. 緒 言

固体表面上（金属、半導体、絶縁体）で起こる化学反応素過程を明らかにするうえで、表面構造および表面電子状態を原子分解能で調べることは、現在の表面科学の研究において必要不可欠となっている。表面化学研究グループでは、これまでSPring-8軟X線ビームラインBL23SUに表面化学反応研究用の実験ステーション（以下、表面化学ステーション）の建設を行った。主な研究テーマは、並進運動エネルギーの可変な中性分子ビーム（超音速分子線）と固体表面との反応素過程を”その場観察”放射光光電子分光法により明らかにすること、および放射光軟X線による基板、吸着原子あるいは分子の内殻電子励起に起因した表面光化学反応の素過程を明らかにすることである。

ところで、固体表面に存在するステップ、キンク、付加原子、欠陥が、光あるいは中性分子ビーム照射により引き起こされる固体表面化学反応において重要な役割を担っていると考えられている。また、このような表面吸着系の持つ多種多様な側面が表面化学反応の特殊性、特異性を現している。しかし、上記の実験ステーションでは、これらの点を考慮した研究を行うことは困難である。そこで、反応前後の表面構造解析装置として原子分解能をもつSPM装置と固体および吸着分子の電子励起を可能とするレーザー装置を複合した表面アトムプロセス評価装置を設計、製作した。本報告書は、装置の設計、製作に関する技術情報をまとめたものである。

2. 目 的

走査型トンネル顕微鏡（Scanning Tunneling Microscopy; STM）および原子間力顕微鏡（Atomic Force Microscopy; AFM）は、原子分解能で固体表面を実空間観察できる表面分析装置である。現在では、総称して走査型プローブ顕微鏡（Scanning Probe Microscopy; SPM）と呼ばれる、さまざまな顕微鏡が開発されている¹⁻⁴⁾。SPMは、原子および分子の観察以外に固体表面の電子状態の測定や固体表面上の原子を任意の位置に移動可能であり、物性測定ばかりでなくナノオーダー領域に限定した化学反応制御技術としても注目されている。このようにSPMを用いて、固体表面上の結晶構造および電子状態を調べ、表面原子操作（マニピレーション）技術を開発して化学反応制御およびナノデバイス作製を試みるのが主な目的である。

3. 超高真空走査型プローブ顕微鏡

3.1 仕様の概要

表面アトムプロセス評価装置は、STMおよびAFMを用いて固体表面（金属、半導体、絶縁体）の表面結晶構造、吸着構造およびそれらの電子状態を明らかにし、それらの情報をもとに固体表面上で起きる化学反応素過程を原子レベルの分解能で評価および分析するものである。また、原子マニピレーションなどのナノオーダー領域に限定した化学反応制御に関する研究を行うものである。

表面アトムプロセス評価装置に要求される機能を以下に示す。

- 1) 単結晶固体表面を研究するために、加熱処理による清浄表面作成装置を備える。加熱によりSi(111)-7×7表面超構造を形成するために必要な機能を持つものとする。

- 2) 単結晶固体表面の原子像が、超高真空中 (1.0×10^{-8} Pa 以下) において STM および AFM による観察できる。
- 3) 走査型プローブ顕微鏡 (STM および AFM) を用いて単結晶固体表面上において原子操作 (マニピレーション) およびナノ描画の機能を備える。

3.2 超高真空走査型プローブ顕微鏡本体

3.2.1 基本仕様

図1に走査型プローブ顕微鏡部分の全体を示す。

走査プローブ顕微鏡部分は、ICF規格のフランジにボルトオンで超高真空観察室に取り付け可能な構造であり、超高真空中 (1.0×10^{-8} Pa) において単結晶固体表面上の原子像を STM および AFM を用いて観察する。AFM に関しては、接触 (contact) および非接触 (non-contact) モードの観察モードを有する。また、単結晶固体表面上の原子操作 (マニピレーション) およびナノ描画機能を有する。

STM 探針および AFM カンチレバーホルダーをヘッドの同一位置に取り付け可能である。ホルダーを変えることにより超高真空中において試料位置を変えることなく STM および AFM 観察ができる。

3.2.2 STM 機能

STM 機能に関しては、Constant Current (トンネル電流一定走査) モードおよび Constant Height (可変電流高さ一定走査) モードを有する。それぞれの観察モードで Si(111)-7×7 表面構造を観察でき、探針のアプローチ時間は、開始から終了まで5分以内である。

走査型トンネル分光 (Scanning Tunneling Spectroscopy; STS) および、CITS (Current imaging tunneling spectroscopy) の機能を有する。バイアス機能により探針の清浄化ができる。

±10V 以上のバイアスを制御プログラム上で瞬時に変化できる。

3.2.3 AFM 機能

AFM 機能に関しては、超高真空中において接触 (Contact) および非接触 (non-contact) モードを有する。接触モードに関しては、マイカ、グラファイトあるいは MoS_2 の原子像観察、非接触測定モードに関しては、ガラスあるいは Si 基板上に蒸着された Au の原子ステップ観察と導電性カンチレバーを用いることにより Si(111)-7×7 の観察が可能である。カンチレバーのセットから、アプローチ終了まで10分以内である。

AFM の力の検出は、カンチレバーのたわみによる光の反射角の変化を4分割された光ダイオードに入射する光の相対強度変化として検出する光てこ方式である。これにより、表面に垂直および水平方向の力を同時に検出できる。

LFM (Lateral Force Microscopy) モードを有し、超高真空中において原子分解能を持って NaCl 単結晶表面の観察ができる。また、MFM (Magnetic Force Microscopy) モードの機能を有する。

3.2.4 原子操作 (マニピレーション) およびナノ描画機能

STM あるいは AFM の観察モードにおいて、Si(111)-7×7 などの単結晶固体表面の原子像を観

察しながら、探針にバイアスを加えることにより、原子マニピレーションあるいはナノ描画（文字を描く等）が可能である。

3.2.5 除振機能

エディーカレントダンパー式の除振機能を有し（図1）、ターボ分子ポンプおよびロータリーポンプを組み合わせた排気システムを動作させた状態で原子像の観察が可能である。原子像観察には、除振台などの別の除振機器を必要としないものである。

3.2.6 試料位置合わせ機能

3.2.6.1 STM観察モード

STM観察モードでは、探針と試料位置をCCDカメラとモニターを組み合わせる観察し、リモコン操作によって位置合わせする。その後、トンネル電流による探針の試料表面への自動接近が可能である。

3.2.6.2 AFM観察モード

カンチレバーへの光軸調整は、ミラーをピエゾ素子により微動駆動し（図2）、CCDカメラおよびモニターを用いてリモコン操作により調整する。カンチレバーの試料表面への接近は、CCDカメラおよびモニターを用いながらリモコン操作により接近した後、自動接近する。

3.2.6.3 その他

粗動は、ピエゾ素子（シングルチューブ型ピエゾスキャナー）による慣性駆動方式で行う。粗動範囲は、 $6 \times 6 \text{ mm}^2$ (X, Z)であり、粗動ステップサイズは、20～150 nmである。スキャナー電圧範囲は、 $\pm 140 \text{ V}$ であり、スキャン範囲は、 $8 \text{ mm} \times 8 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ である。トンネルギャップ電圧は、 $\pm 0.5 \text{ mV} \sim \pm 10 \text{ V}$ （デジタル設定）である。表面垂直方向0.01 nm以下、表面水平方向0.2 nm以下の分解能を有する。

力の分解能は $3 \times 10^{-12} \text{ N}$ 以上（接触モード測定）、0.5 Hz以上の周波数分解能（非接触モード測定）を持つ。

STM用探針およびAFM用カンチレバーは、市販品が使用できる。

試料、探針およびカンチレバーの交換は、超高真空中で行える。

3.3 超高真空走査型プローブ顕微鏡用制御およびデータ処理システム部分

超高真空走査型プローブ顕微鏡の電気および機械的な制御を行い、データ収集、データ加工（画像処理など）、データ変換、データの保存および画像の印刷を一台のコンピュータおよびプログラムを用いて行う。

超高真空走査型プローブ顕微鏡用制御器を図3に示す。詳細を以下に示す。

- 1) 信号検出方法としてトンネル電流一定走査（Constant Current）、可変電流高さ一定走査（Constant Height）および走査トンネル分光（STS）の各測定モードを有し、STSでは、CITS（Current Image Tunneling Spectroscopy）が可能である。
- 2) AFMに関しては、4分割光ダイオードを用いてカンチレバーの歪み測定により接触

- (Contact)、非接触 (Non-Contact)、LFM および MFM の測定が可能がある。
- 3) 信号入力チャンネルは、2 個以上のチャンネルからなり、異なった種類の情報を同時に取り込み、さらに同時に表示が可能である。
 - 4) 電気ノイズを避けるために、信号源に極力近づけることを目的として、信号検出アンプを真空中に備える (図1)。
 - 5) STM ヘッド部分を、計算機の指令により制御する機構を独立に有する。
 - 6) D/A 変換器の分解能は、16bit を有する。
 - 7) 計算機制御は、VME バスによりおこなわれる。
 - 8) 制御器は、VME バス付き UNIX マシンであり、CPU ボードは、SUN 社 SPARC-II 計算機と完全互換である。
 - 9) 64MB の RAM、2GB のハードディスク、8GB の DAT 記録装置を備える。
 - 10) OS として、SUN Solaris を用いる。モニターは、20 インチ (1152×900 ピクセル) である。イーサネット (AUI)、セントロニクス、SCSI、RS232C のポートを有する。
 - 11) イーサネットを介して、ネットワークプリンターを利用して画像の印刷ができる。
 - 12) イーサネットを介して、Windows95 で動作するパソコン上に、TIFF,GIF,BMP,PICT など画像フォーマットデータを、画像の質を落とすことなく転送できる。
 - 13) 記述言語は IDL である。
 - 14) 走査を止めることなく制御プログラム上で瞬時にバイアスを変えることができる。

3.4 超高真空観察室

加熱による単結晶清浄表面の作成および超高真空中で走査型プローブ顕微鏡による観察を可能とする真空チャンバーであり、以下の仕様で製作した。

(1) 図4に表面アトムプロセス評価装置の超高真空観察室の全体図を示す。

目的別にポートを示す。

| | | |
|------|-----------------|------------------|
| (1) | SPM 用 | CF200-158 × 1 個 |
| (2) | VIEWPORT | CF150-108 × 1 個 |
| (3) | VIEWPORT | CF200-156 × 1 個 |
| (4) | VIEWPORT | CF70-41T × 1 個 |
| (5) | WOBBLESTICK 用 | MC10-061-4 × 1 個 |
| (6) | ガス導入用(ブランク付加) | CF70-41 × 1 個 |
| (7) | VIEWPORT | CF70-41 × 1 個 |
| (8) | VIEWPORT | CF70-41 × 1 個 |
| (9) | 質量分析器用 (ブランク付加) | CF150-108 × 1 個 |
| (10) | 予備ポート (ブランク付加) | CF114-70 × 1 個 |
| (11) | 試料導入室接続用 | CFR70-41 × 1 個 |
| (12) | 予備ポート (ブランク付加) | CFR70-41 × 1 個 |
| (13) | LEED 用 (ブランク付加) | CF200-156 × 1 個 |
| (14) | VIEWPORT | CF114-70 × 1 個 |
| (15) | 予備ポート (ブランク付加) | CF70-41 × 1 個 |

| | | |
|------|-----------------|-----------------|
| (16) | 予備ポート (ブランク付加) | CF70-41 × 1 個 |
| (17) | イオンゲージ用 | CF70-44 × 1 個 |
| (18) | イオンガン用 (ブランク付加) | CF70-44 × 1 個 |
| (19) | トランスファーロード用 | CF150-108 × 1 個 |
| (20) | イオンポンプ用 | CF150-108 × 1 個 |

- 2) 材質は、ステンレスで、超高真空を確保するためバフ研磨、電解研磨、真空熱処理が施されている。
- 3) 主排気ポンプは、イオンポンプ (Varian社製 VacIon Plus 150 Combination Pumps sidemounted TSP) である。
- 4) ターボ分子ポンプとロータリーポンプを組み合わせた排気システムにより、大気圧から 1×10^{-4} Pa までの荒引きが可能である。
- 5) 24時間のベーキングを行うことにより、 1.0×10^{-8} Pa の真空が維持できる。
- 6) カバー方式による均一なベーキング (最高 200°C 以上) が可能である。ベーキング温度は、計測されてタイマーによる自動運転が可能である。
- 7) 真空の測定は、イオンゲージにて行う。
- 8) Si基板を加熱するために、ヒーターによる傍熱加熱 (最高 900°C) および直接通電加熱 (最高 1250°C) 方式を採用している。Si(111)- 7×7 清浄表面が作成でき、これらの基板温度は、熱電対により計測される。試料加熱ホルダーは、 360° の回転機構 (目盛り付き) である。
- 9) 試料および探針ストック部分：試料、STM用探針またはAFMカンチレバーを最大8個観察室にストックできる機能を有する。
- 10) 試料加熱部分、試料・探針ストック部分、超高真空走査型プローブ顕微鏡の観察部分へ試料、STM用探針およびAFMカンチレバーを移動するためトランスファーロードおよびウォーブルスティックを備える。
- 11) 窒素ガスによるリークポートを有する。
- 12) 図5に全体の写真を示す。

3.5 試料導入室

大気圧から超高真空観察室への試料、STM探針およびAFMカンチレバーの導入を行う高真空チェンバーである。以下の仕様で製作した。

- 1) 図5に試料導入室を示す。材質は、ステンレス製とし、バフ研磨、電解研磨、真空熱処理がされている。
- 2) 超高真空観察室と試料導入室の間にゲートバルブを備える。
- 3) 真空測定は、ピラニーゲージで行う。
- 4) ターボ分子ポンプとロータリーポンプを用いて真空排気する。ターボ分子ポンプとロータリーポンプの間にはオイルのが急流を防ぐためにフォアライントラップを備える。
- 5) ターボ分子ポンプ以降には、NW25規格の真空配管部品を使用し、O-リングにはバイトンを使用する。

- 6) メタルリークバルブを通して手動で窒素ガスリークが可能。
- 7) 大気圧から試料、STM探針およびAFMカンチレバーの導入が速やかに行える構造と機能を有し、超高真空観察室の試料加熱部分および観察部分へ試料、STM探針およびAFMカンチレバーが移動できる。
- 8) ベーキングは、観察室と一体化したベーキングシステムである。

3.6 試料、STM探針およびAFMカンチレバーホルダー

通電加熱用試料マニピレーター先端およびホルダーの構造を図6に示す。モリブデン、タンタルおよびアルミナなどの材質を用いた部品からなる。タンタルおよびステンレスを材質とした常温観察用試料ホルダーを備える。STM探針およびAFMカンチレバーホルダーの材質は、ステンレスである。

3.7 探針製作装置

図7にSTM用探針製作装置の全体図を示す。電気化学エッチング法を用いてタングステンに材質とするSTM探針を製作する装置である。直流および交流を用いたエッチングが行える。

3.8 LEED/AES システム

SPECS社製ErLEED150をLEED (Low Energy Electron Diffraction) およびAES (Auger Electron Spectroscopy) として備える。その主な仕様を以下に示す。

- 1) 本体は、ミューメタルシーリングされた、4枚グリッドタイプの抑止電場型エネルギー分析器である。
- 2) ベーキングは、250℃まで可能である。
- 3) AuコートされたMo製4枚グリッドを採用している。
- 4) 酸化チタンコーティングされたP43蛍光体である。
- 5) 電子銃の大きさは、15mmである。
- 6) 0～3000eVまでエネルギー可変である。
- 7) 試料位置合わせのために100mmの直線移動機構を有している。
- 8) 電子銃には、LaB₆を使用している。
- 9) スポットサイズは、300mm以下である。
- 10) ビーム電流は、15μm以上(1keV)である。
- 11) AESのエネルギー分解能は、0.5%以上である。
- 12) 制御は、ErLEED Digitalを用いている。制御ソフトとしては、Windows95状で動作するAIDA-PCおよびRFA-PCである。性能評価の例として、図8に、Si(111)-7×7のLEED像およびSi-LMM Augerスペクトルを示す。

3.9 波長可変Nd:YAG Laser システム

3.9.1 目的

走査型プローブ顕微鏡の超高真空観察室内へレーザー光を導入するためのレーザーシステムである。紫外線から赤外線までの幅広い波長のレーザー光を用いることによって、超高真空観

察室内に固定した固体試料、または、それに吸着した気体原子・分子の価電子を電子励起することができる。それによって固体表面に入射する気体分子の吸着確率の変化、固体表面上での分子の光分解等を研究する。さらに、レーザー光を集光することによって多光子吸収を誘起することもできる。これによって吸着系の多光子分解による表面構造制御の可能性を探る。

3.9.2 概要

レーザー装置を設置する除振台は縦4 m、幅1.5 mである。この除振台上にレーザー装置とその制御用パーソナルコンピュータを設置する。制御電源は除振台に近接した床上に設置する。レーザー装置と制御電源の外観図を図9に示す。また、冷却装置は室外に設置し、2次冷却水を制御電源に供給することで制御電源がレーザー装置に供給する1次冷却水を冷却する。冷却装置の外観図を図10に、構造図を図11に、動作機構図を図12に示す。レーザー装置ではNd:YAGレーザーを励起光として光パラメトリック発振レーザーを発生させることで望みの波長のレーザー光を得る。さらに、第二高調波発生器を設置することで、その倍波を得ることもできる。Nd:YAGレーザー、光パラメトリック発振器、第二高調波発生器は同一の筐体内に設置され、制御用パーソナルコンピュータで一括して制御可能である。レーザー光の線幅(エネルギー分解能)は全ての発振波長で10cm⁻¹以下である。発振波長領域は基本波で420nmから709nm、および、2300nmから709nmである。

3.9.3 システム構成

- (1) Nd:YAGレーザー励起光パラメトリック発振レーザー: 1台
筐体内には主に以下の装置が組み込まれている。
 - i) Nd:YAGレーザー: 1組
 - ii) Nd:YAGレーザーの第二高調波用結晶: 1個
 - iii) Nd:YAGレーザーの第三高調波用結晶: 1個
 - iv) 光パラメトリック発振器: 1組
 - v) 光パラメトリック発振レーザー光の第二高調波発生器: 1組
- (2) 冷却装置: 1台
- (3) 制御用パーソナルコンピュータ: 1組
- (4) 制御電源: 1台
- (5) インターフェイスボックス: 1台

3.9.4 励起用レーザー

Nd:YAGレーザーの光学素子配置を図13に示す。Oscillator (DPMO: Diode Pumped Master Oscillator) 部分でダイオードレーザーを種光としてNd:YAGレーザーを発振させる。次のFaraday IsolatorはDPMOとAmplifierの間に設置され、これら増幅器間のレーザー光を遮断して寄生発振を抑制する。AmplifierでDPMOからのレーザー光をさらに増幅して大きなパワーを得る。主増幅器の2本のアンプロッドの光学的な中間位置にDelay System Vacuum Cellを置くことによって、2本のアンプロッドに同じレーザービーム形状をつくることができる。さらに、SBS (Stimulated Brillouin Scattering) Cellは位相共役ミラーとして機能する。これによって入射光と全く逆方向にレーザー光を反射させることができる。最終的に400mJ/pulse以上の

大きなパワーの 1064nm の Nd:YAG レーザー光が得られる。

- 1) レーザー形式 : Nd:YAG レーザー
- 2) 繰り返し周波数 : シングルショットから 100Hz の領域で連続的に光学調整せずに可変である。
- 3) 出力パワー : 100Hz 且つ第三高調波 (355nm) において 160mJ / パルス以上の出力を持つ。
- 4) パルス幅 : 355nm において 4 .0ns 以下である。
- 5) ビーム径 : 取り出し口において直径 5.5mm 以下である。
- 6) ビーム広がり角 : 0.7mrad 以下である。
- 7) タイミングジッター : 500psec rms 以下である。
- 8) ビーム品質 : M^2 値が 1.5 以下である。
- 9) マスター発振器 : レーザーダイオードを採用している。
- 10) 増幅段 : 位相共役ミラーおよびリレーイメージング光学系を採用している。

3.9.5 波長可変レーザー

光パラメトリック発振器の光学素子の配置を図14に示す。光パラメトリック発振器では、まず、1064nm の Nd:YAG レーザー光を受けて 532nm の第二高調波を SHG 結晶で発生させる。さらに、THG 結晶で 1064nm 光と 532nm 光の周波数混合を起こさせて、355nm の第三高調波を発生させる。これを OPO (Optical Parametric Oscillation) Cavity に導いてシグナル光 (短波長) とアイドラー光 (長波長) を発生させる。355nm のレーザー光 1 光子からエネルギー保存則に従ってシグナル光 1 光子とアイドラー光 1 光子が発生する。シグナル光のチューニング曲線を図 15 に、アイドラー光のチューニング曲線を図 16 に示す。

- 1) レーザー形式 : 光パラメトリック発振方式を採用している。
- 2) エネルギー安定性 : 5.0%rms 以下である。
- 3) 出力パワー : 100Hz 且つ 355nm レーザー光による励起において 20mJ / パルス以上の出力を持つ。
- 4) パルス幅 : 3ns 以下である。
- 5) ビーム径 : 取り出し口から 50 cm の距離において半値全幅 3.3mm 以下である。
- 6) 波長範囲 : シグナル光で 420nm から 709nm の領域を含む。アイドラー光で 709nm から 2300nm の領域を含む。
- 7) タイミングジッター : 1nm rms 以下である。
- 8) 波長再現性 : 線幅の 10% 以下である。
- 9) 偏光方向 : 水平偏光である。
- 10) 線幅 : 420nm から 709nm の領域で 10cm^{-1} 以下である。
709nm から 2300nm の領域で 10cm^{-1} 以下である。
- 11) 第二高調波発生器 : 同一の筐体内に設置可能である。

1 2) 第二高調波の範囲 : 250nm から 350nm の領域を含む。

3.9.6 試験・検査

光パラメトリック発振レーザー光の基本波とその第二高調波の出力をパワーメータを用いて計測した。その結果をそれぞれ表1と表2に示す。また、CCD受像機を用いて撮影したシグナル光とアイドラー光の二次元パワー分布をそれぞれ図17と図18に示す。

3.10 ガス供給装置

3.10.1 全体構成

本装置は走査型プローブ顕微鏡の超高真空観察室内に反応ガスを導入することに用いられる。また、イオン銃に原料ガスを供給することにも用いられる。

ガス供給装置の全体構成を図19に示す。最下段に排気ユニットを収容し、中段にガスポンペを固定し、最上段に減圧弁および配管等を固定したパネルを設置する。幅500mm、奥行き500mm、高さ1600mm程度である。架台は銅板製で扉のない開放型とし、震度5程度の強震でも転倒せず、損傷を受けない程度に堅牢に製作された。使用するガスはイオン銃用に希ガス、反応ガスとしては当量酸素を使用する予定である。3.4リッターのガスポンペ2本を中段に置いて固定し、どちらか一方のガスを選択して減圧し、スローリークバルブを通してガスを実験装置側に供給する。配管内のガス圧をコンベクトロンゲージで読み取る。ポンペ交換時に配管内に入り込む空気はベントできるようにしている。さらに、配管を100℃程度に加熱しながら専用の排気ユニットを用いて管内を真空排気できるようにしている。

3.10.2 各部仕様

- 1) 架台にはストッパー付きのキャスタを4個取り付けているため、実験室内での移動が容易である。
- 2) 希ガスおよび酸素ガスの3.4リッターポンペを中段に2本ならべて固定可能である。
- 3) 連結管は2系統とし、1/8インチのステンレス管を使用している。
- 4) 高圧ラインフィルターを1箇所設けてダストを除去している。
- 5) 減圧バルブを1箇所設けて1気圧程度に減圧する。
- 6) 配管には1/4インチ SUS316L 製 EP 管相当品を使用し、清浄度を保っている。
- 7) スローリークバルブを用い、減圧したガスを流量制御しながら装置に供給可能としている。
- 8) 高圧手動バルブを連結管の上流側に2箇所設けて、ポンペ交換の便宜を図っている。
- 9) 低圧手動バルブを減圧弁の下流側に5箇所設けた。ベント用に1箇所、スローリークバルブの上流側に1箇所、スローリークバルブのバイパス用に1箇所、排気用に1箇所、供給用末端に1箇所である。
- 10) 開閉状態が目視で識別できる手動駆動バルブを採用している。
- 11) バルブ類の内面処理はEP管級としている。
- 12) 接続継手にはVCR継手相当品およびコンフラットフランジを採用している。
- 13) 排気系統を除くガス供給系統の配管、バルブ、減圧弁等にヒーターおよび熱電対を取り付け、温調器にて100℃以下に温調可能としている。

- 1 4) 温調する部分の配管、バルブ、減圧弁等は 100℃程度までの耐熱性を有している。
- 1 5) スローリークバルブの下流側にゲージポートを設け、ICF34 ミニフランジ付きのコンベクトロンゲージを取り付けて、ガス供給時の圧力をモニタできるようにしている。
- 1 6) 排気ユニットの構成は以下の通りである。
- a) 排気速度 50 リッター／秒以上のターボ分子ポンプ
 - b) 油回転ポンプ
 - c) ピラニー真空計または同等品
 - d) ピラニー測定ゲージまたは同等品
 - e) ピラニー測定ケーブルまたは同等品
 - f) 架台
 - g) オイルミストフィルター
 - h) 空冷ファン
 - i) ソレノイドエア導入バルブ
 - j) ターボ分子ポンプ用コントローラ

3.10.3 試験検査

3.10.3.1 減圧バルブ 1 次側の気密試験

- 1) ボンベ取付口部から減圧バルブ 1 次側までを N₂ 加圧法により検査した。
- 2) 100kgf/cm² 以上の圧力にて加圧し、12 時間以上放置した。
- 3) 合格基準は、放置後減圧バルブ 1 次側圧力指示計の指示の降下が目視にて認められないこと、あるいは降下が認められた場合には、放置前後の温度変化による圧力変化の範囲内であることとした。

3.10.3.2 減圧バルブ 2 次側の気密試験

- 1) 減圧バルブ 2 次側を N₂ 加圧法により検査した。
- 2) 5 kgf/cm² の圧力で加圧し、12 時間以上放置した。
- 3) 合格基準は、放置後減圧バルブ 1 次側圧力指示計の指示の降下が目視にて認められないこと、あるいは放置前後の温度変化による圧力変化の範囲内であることとした。

3.10.3.3 ガス供給配管の加熱試験

ガスボンベの連結管（ブランク止め）からガス供給口（バルブ閉）まで、中間のバルブを全開にして、排気ユニットを用いて真空排気し、80℃以上を 1 時間以上維持できることを確認した。

4. 表面アトムプロセス評価装置の性能評価

表面アトムプロセス評価装置の性能評価の結果を示す。

図 20 に Si(111)-7×7 清浄表面の STM 像 (V_s=1V) を示す。超高真空中での通電加熱により 7×7 超構造が作成でき、STM により明瞭に観察できた。表面のアドアトムの原子欠陥、単原子ステップも鮮明に観測された。温度によるピエゾ素子のドリフトなども非常に小さく、安定し

た像が得られた。図21に接触モードAFMにより観察されたマイカ像を示す。マイカ表面に特徴的な、ハチの巣状の周期的な構造が観察できた。ここに示した像は、TMPおよびロータリーポンプを動作した状態で観察でき、除振も十分な性能を有することが明らかとなった。

5. まとめ

固体表面上で起きる化学反応を原子・分子レベルで解析することを目的として、SPring-8表面アトムプロセス評価装置を設計・製作した。本装置の目的は、反応初期の固体表面および吸着表面構造の解析ならびにこれらの表面構造の持つ電子状態を走査型トンネル顕微鏡 (STM) および原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて超高真空中 (UHV) において原子分解能で明らかにすることである。製作の結果、 1×10^{-8} Paの超高真空を達成し、その状態で、STMによりSi(111):7×7単結晶表面が観察された。接触モードAFMによりマイカの原子像が観察できた。以上により、反応初期の固体表面および吸着表面構造の解析ならびにこれらの表面構造の持つ電子状態を観察できることが明らかとなった。

参考文献

- 1) 森田清三著、「走査型プローブ顕微鏡のすべて」、工業調査会
- 2) C.J.Chen, 「Introduction to scanning tunneling microscopy, Oxford university press, 1993
- 3) 西川治編著、「走査型プローブ顕微鏡 -STM から SPM へ」、丸善株式会社
- 4) 森田清三著、「走査型プローブ顕微鏡 -基礎と未来予測-」、丸善株式会社

This is a blank page.

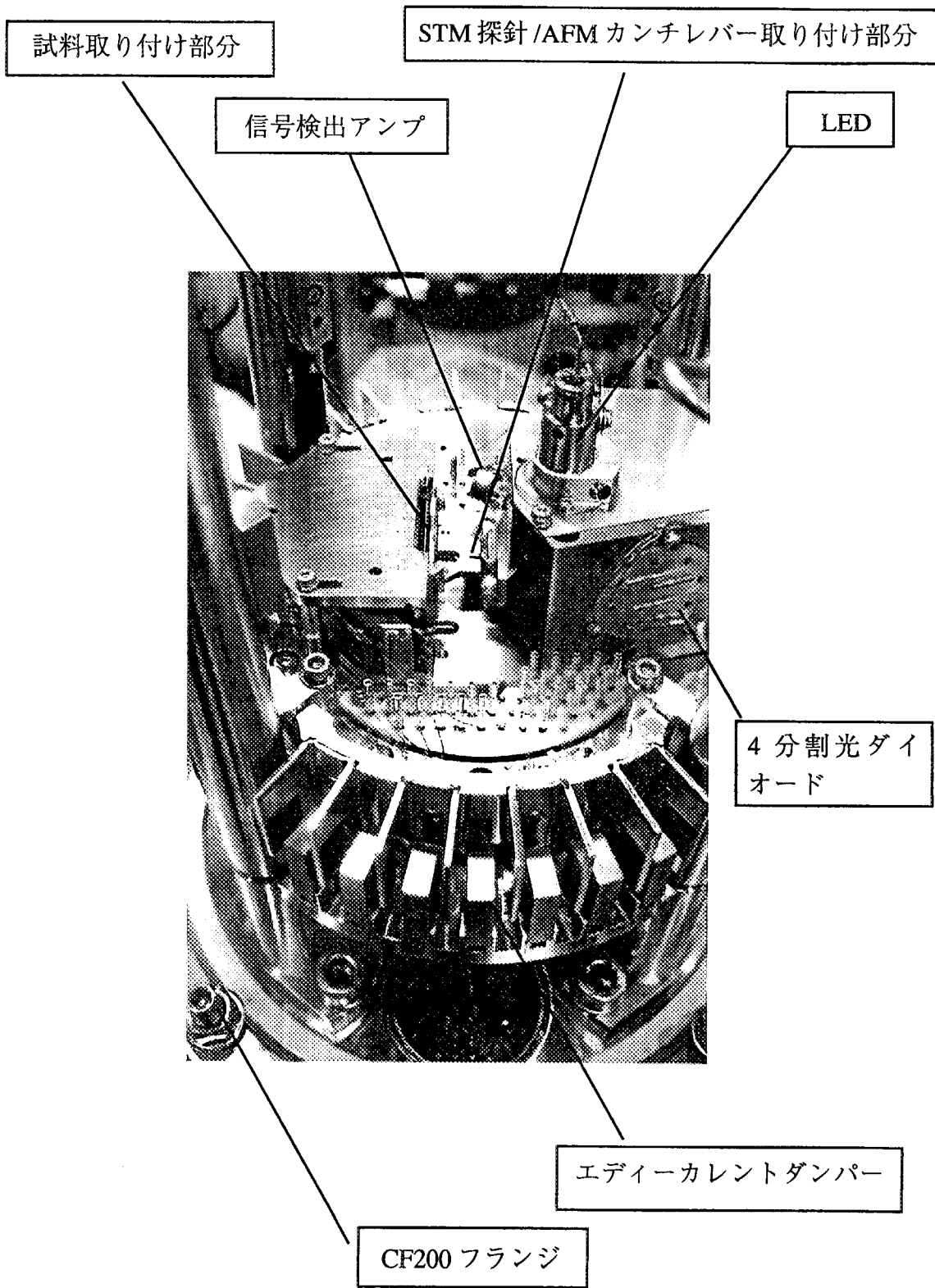


図1；走査型プローブ顕微鏡部分の外観写真

This is a blank page.

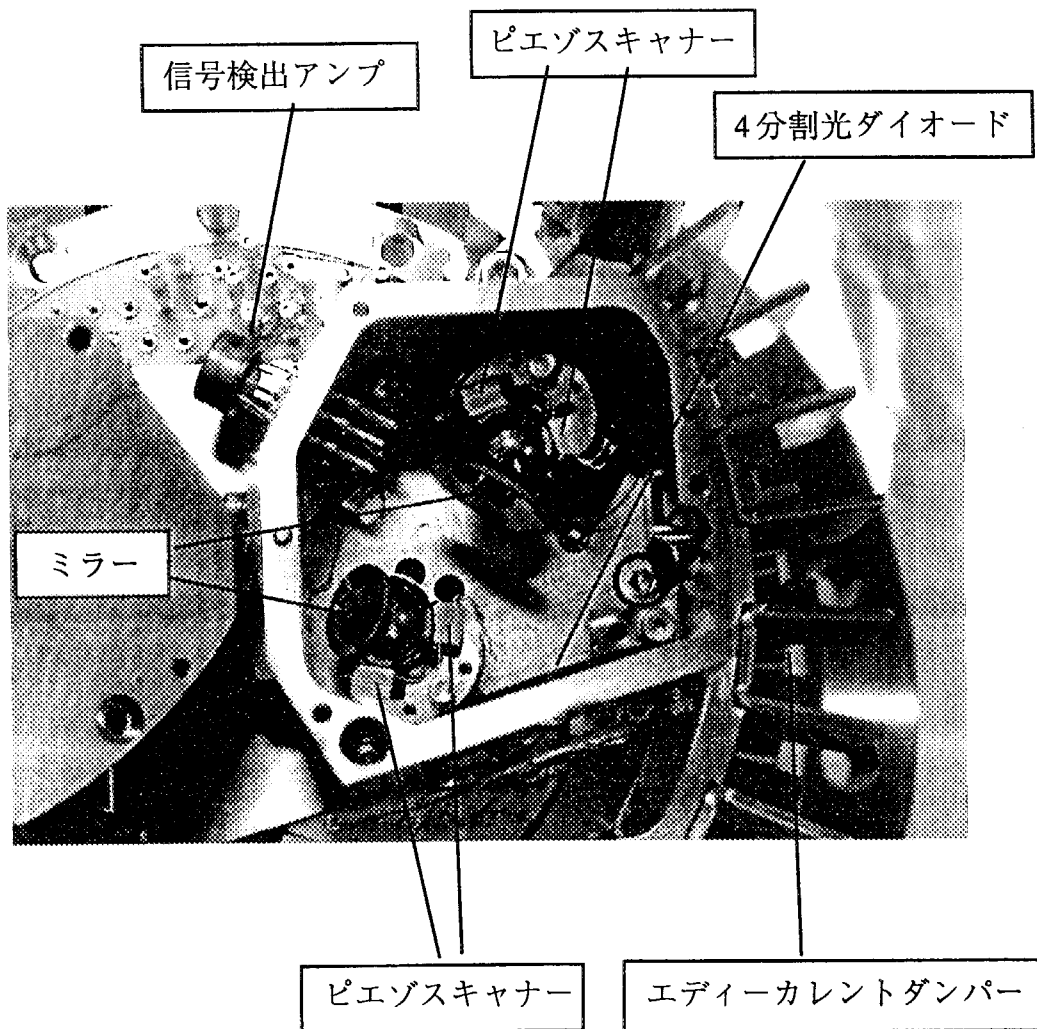


図2；AFM 検出器部分の外観写真

This is a blank page.

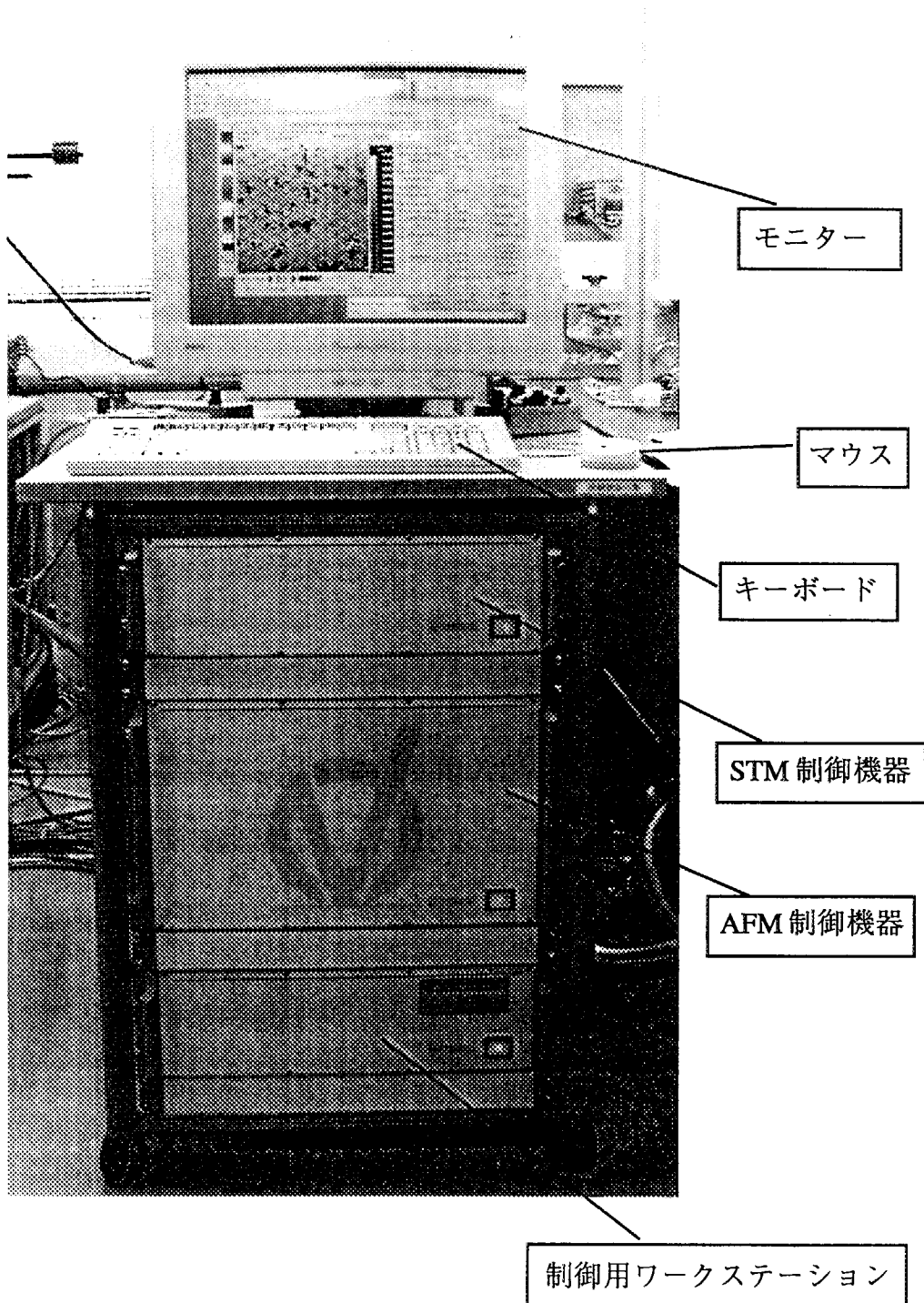


図3；超高真空走査型プローブ顕微鏡用制御器の外観写真

This is a blank page.

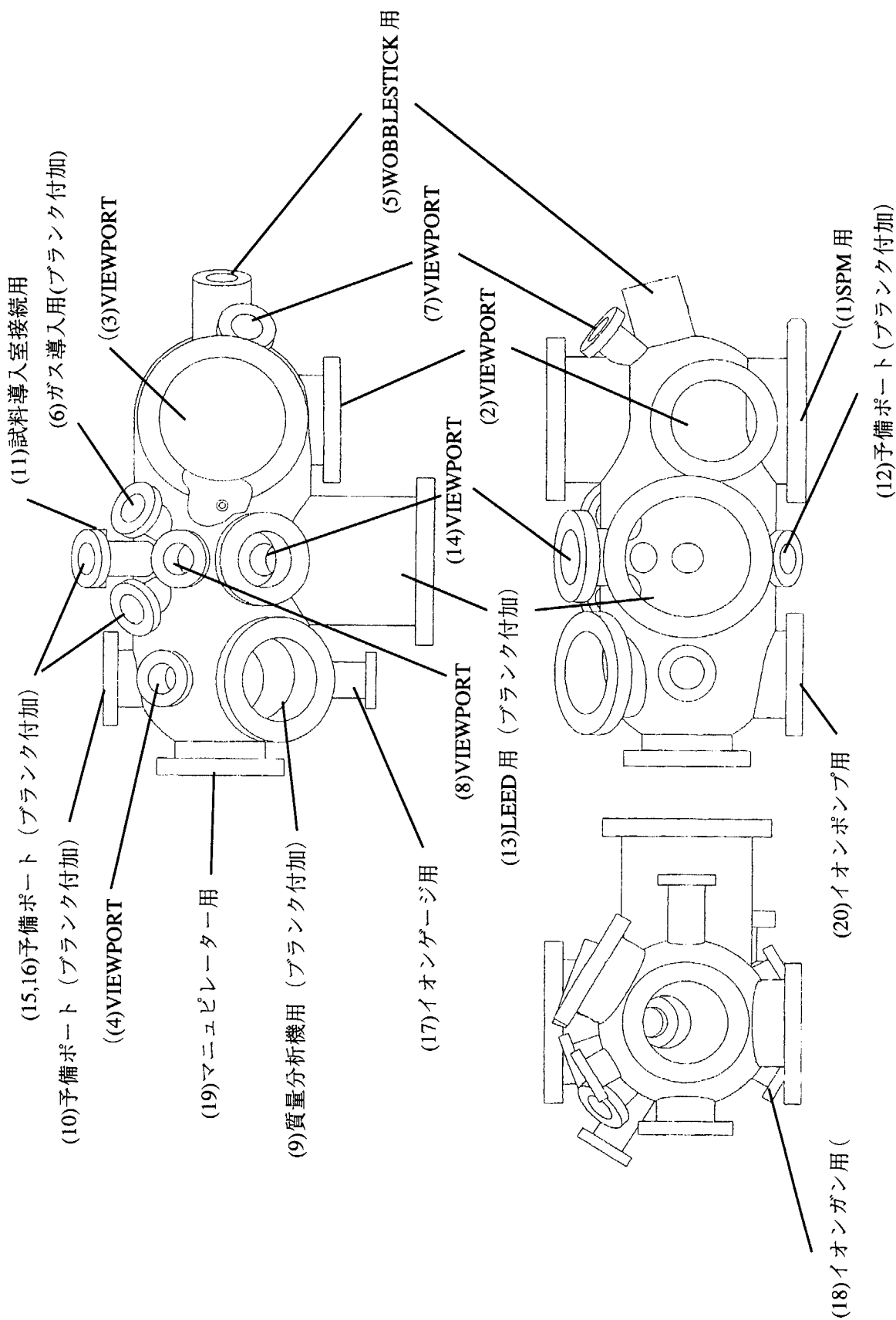


図4；表面アトムプロセス評価装置の超高真空観察室の外観

This is a blank page.

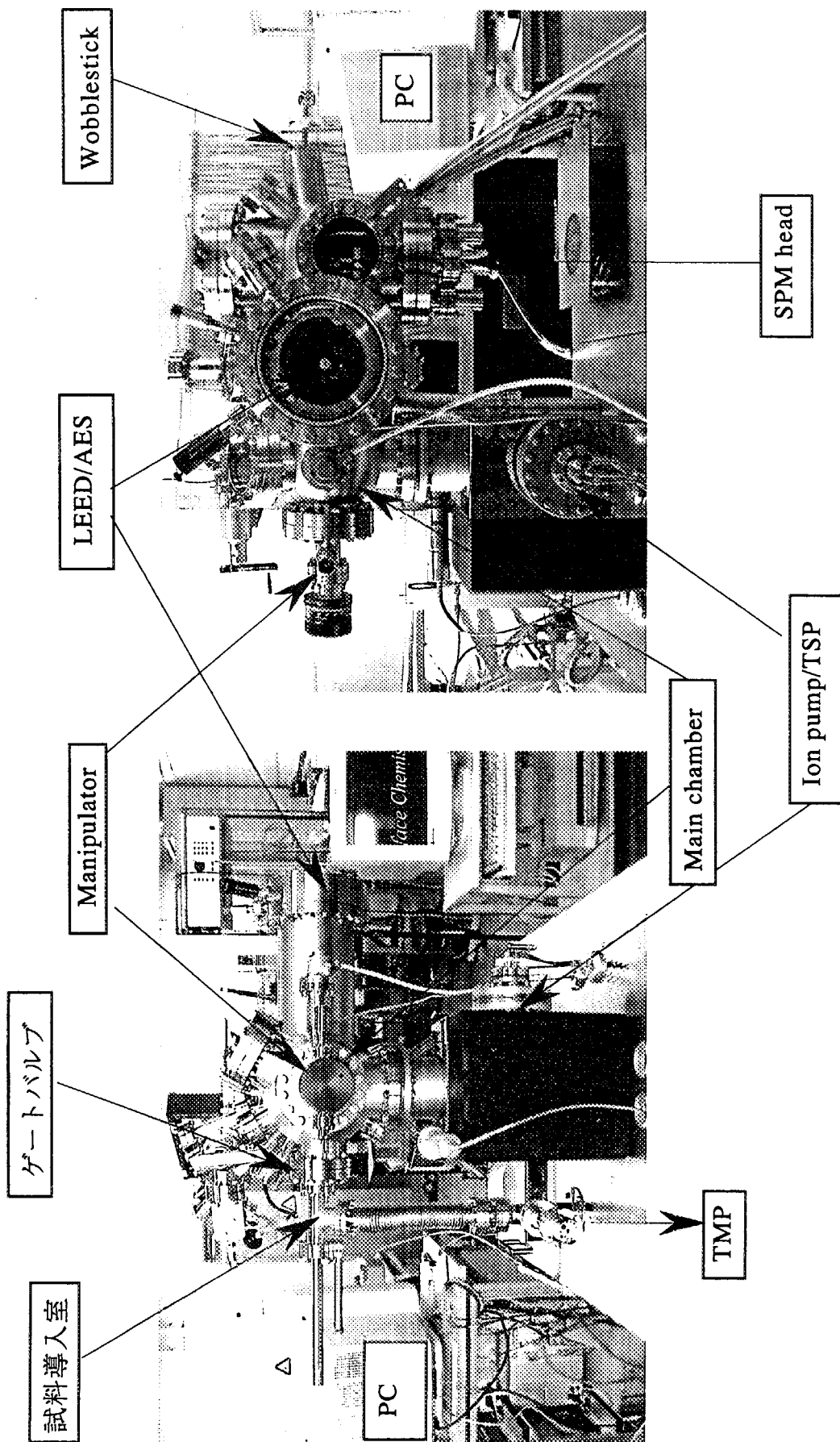


図5；表面アトムプロセス評価装置の超高真空観察室の外観写真

This is a blank page.

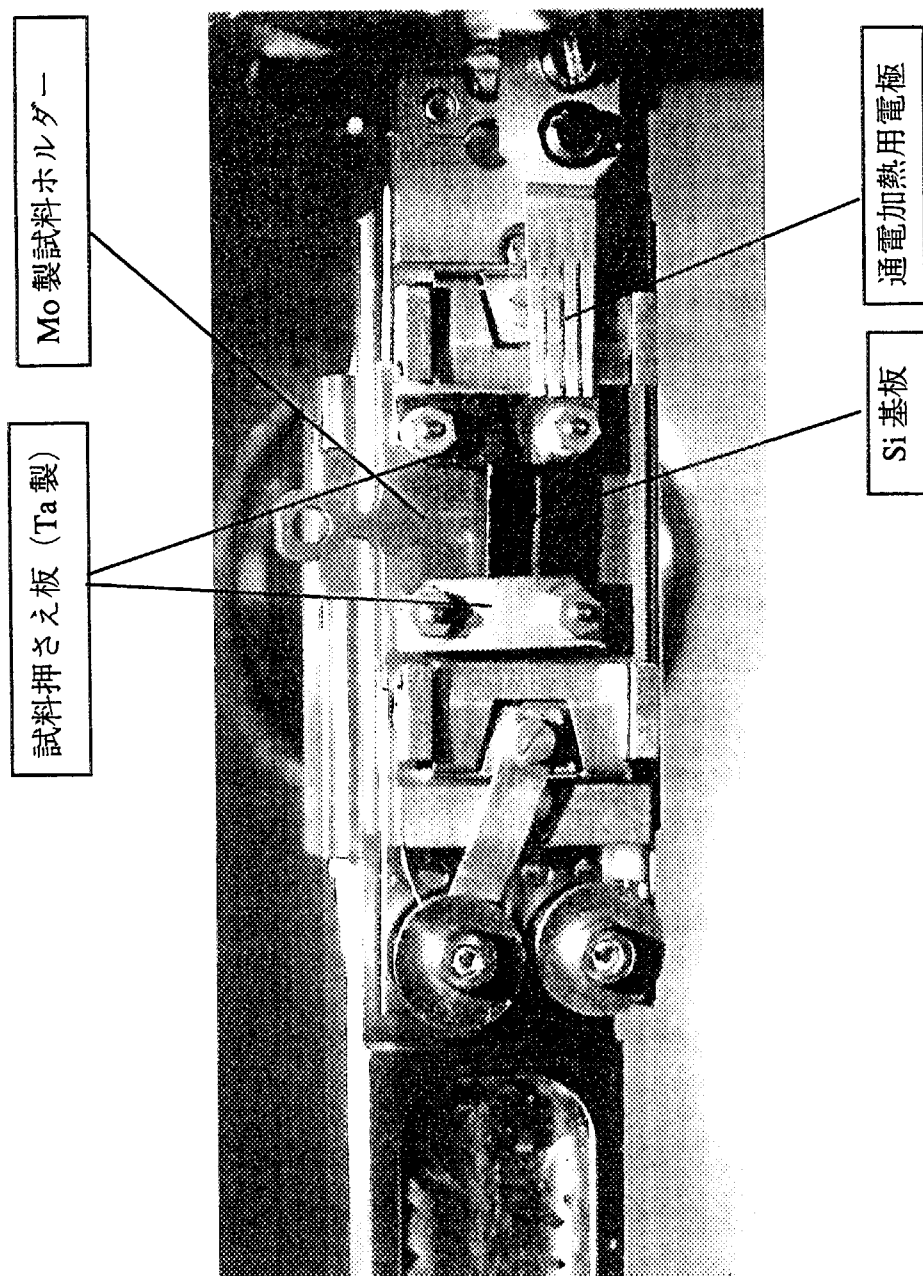


図6；通電加熱用試料マニピレータと通電加熱用試料ホルダーの外観写真

This is a blank page.

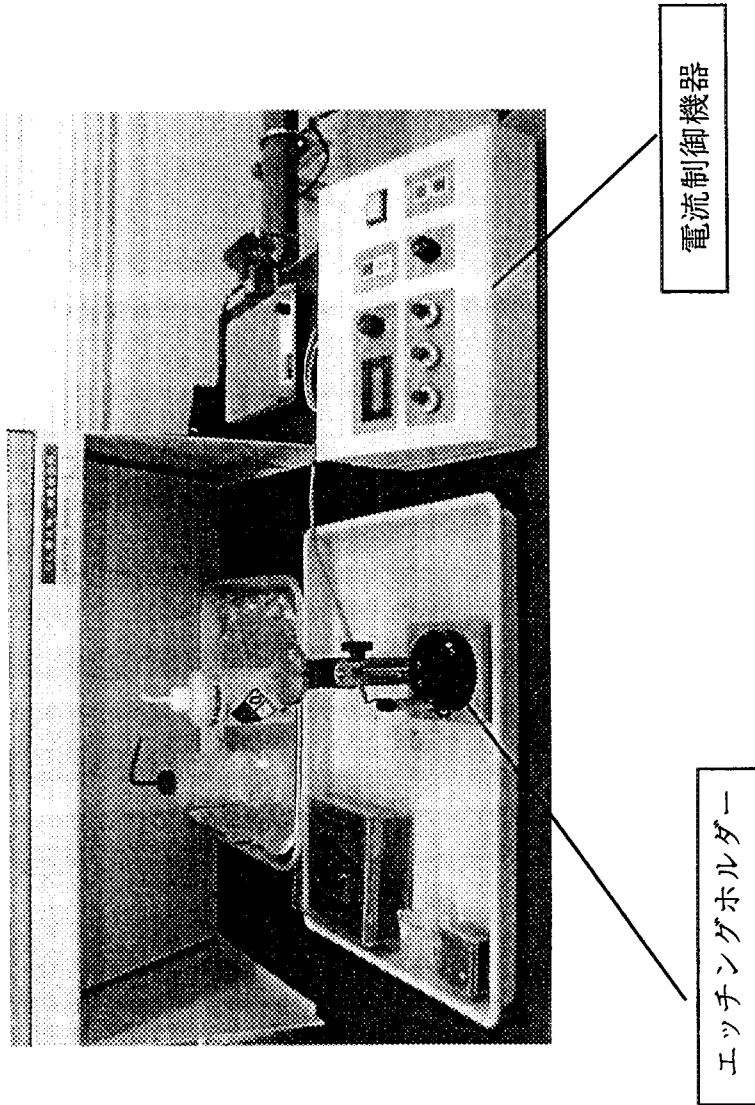


図7; STM用探針製作装置の外観写真

This is a blank page.

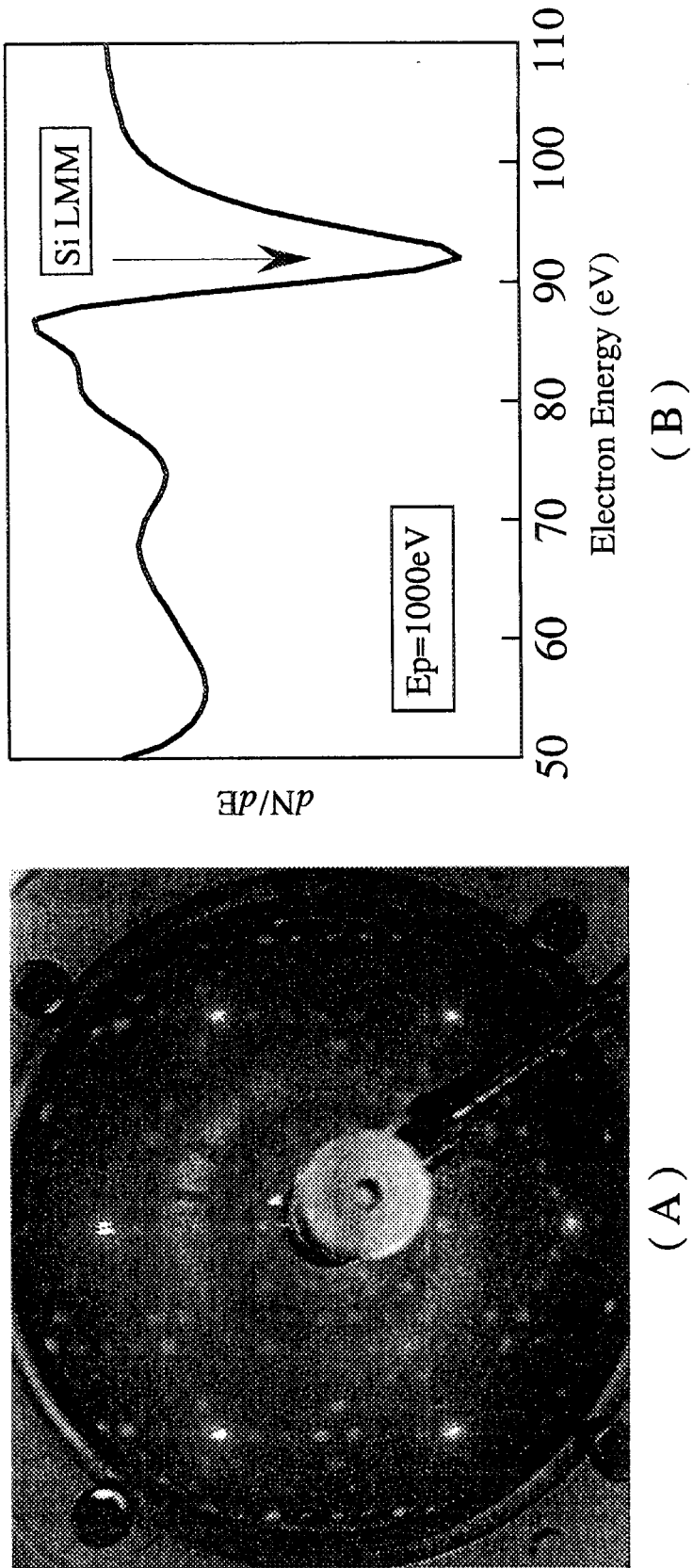


図8；設置したLEED/AESシステムにより観察したSi(111)-7×7 LEED像とその表面のSi-LMMAugerスペクトル

This is a blank page.

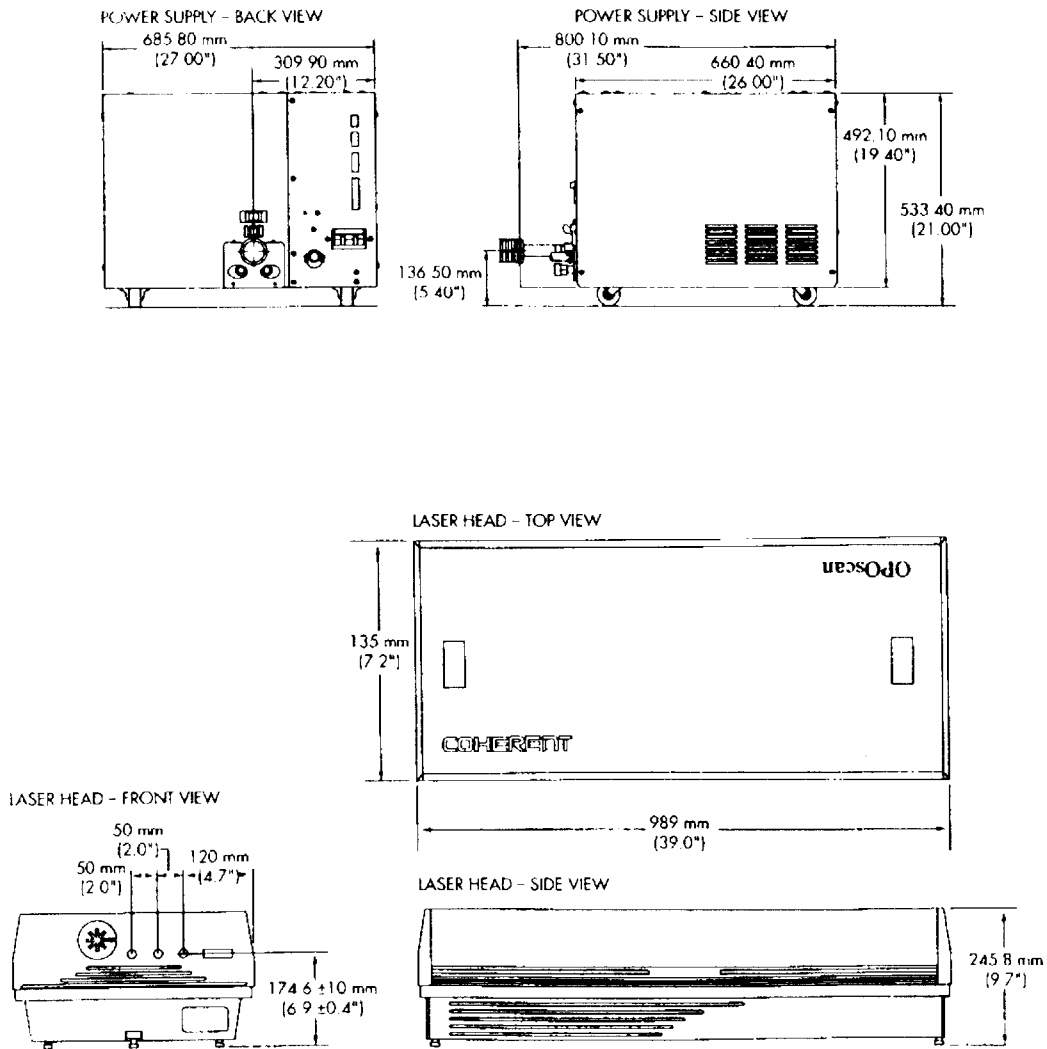


図9；レーザー装置の外観

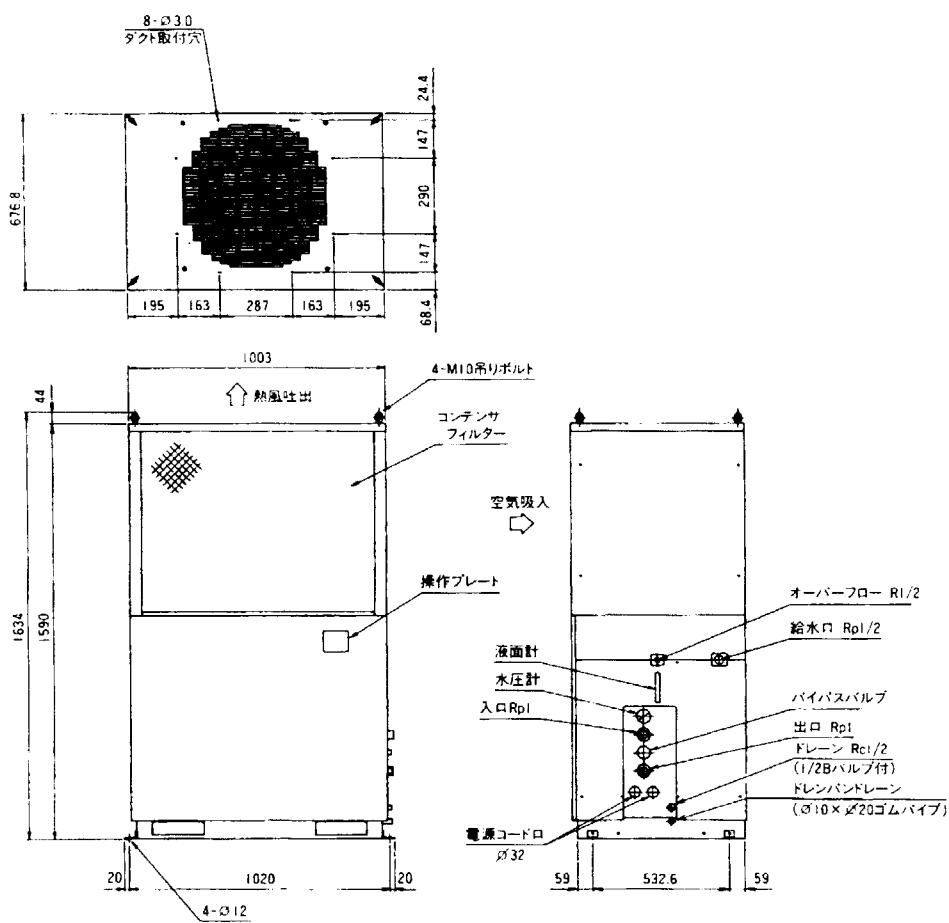


図 10 ; 冷却装置の外観

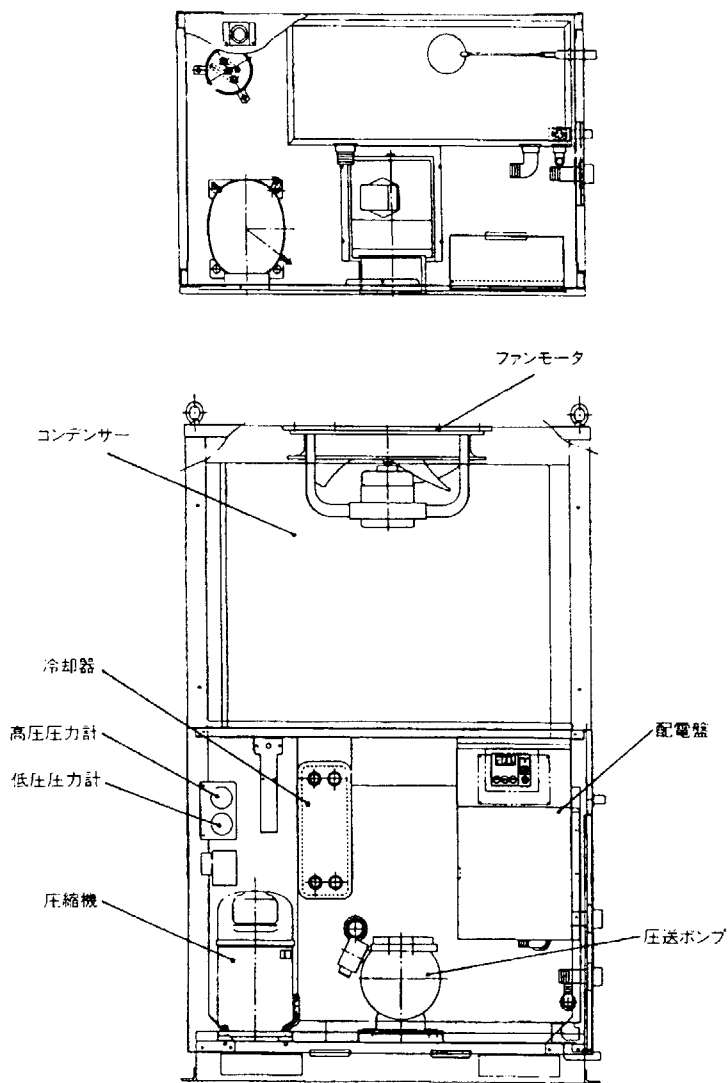


図 11 ; 冷却装置の構造

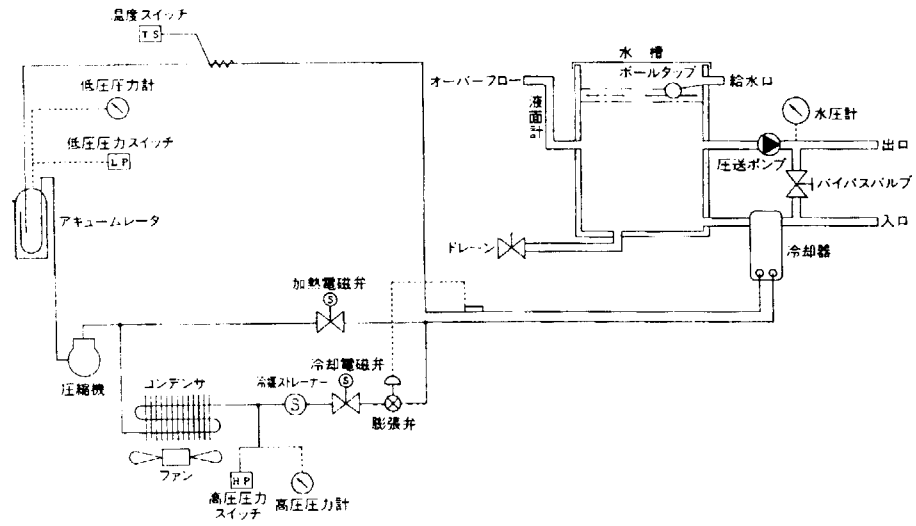


図 12；冷却装置の動作機構

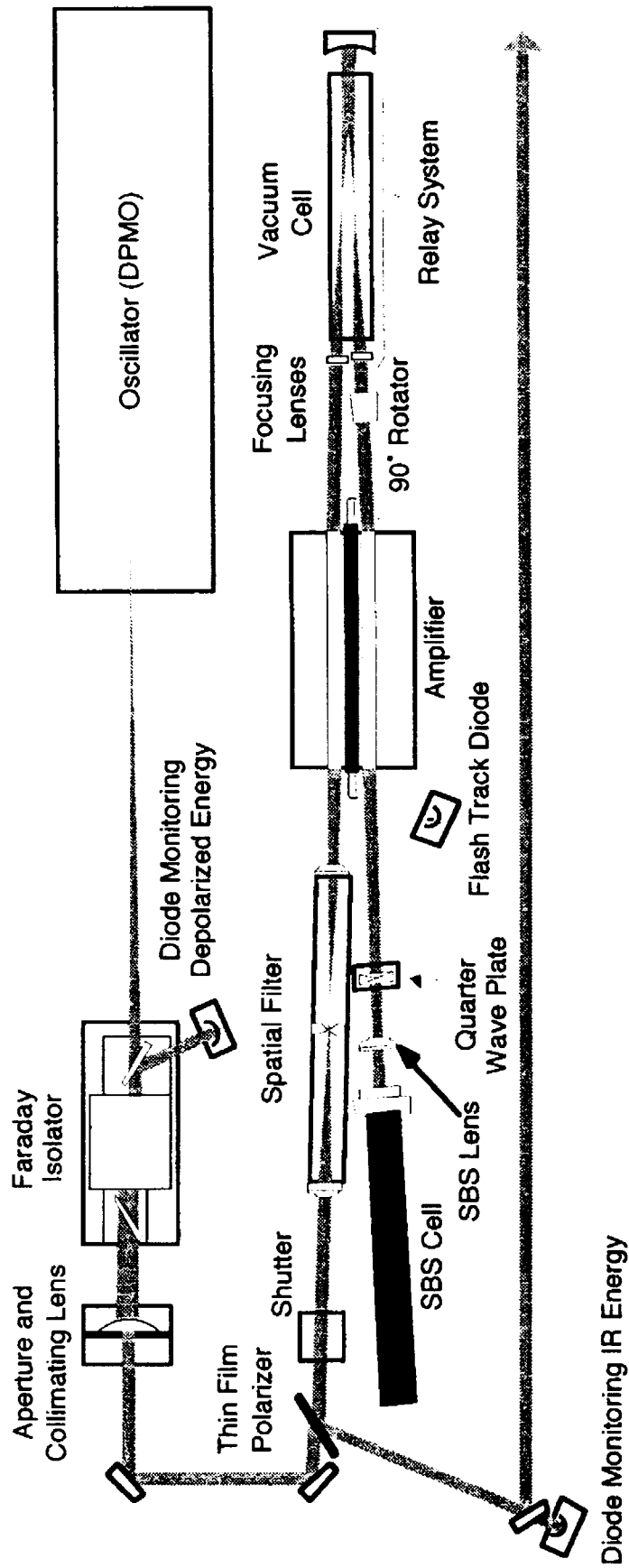


図 13 ; Nd:YAG レーザーの光学素子配置

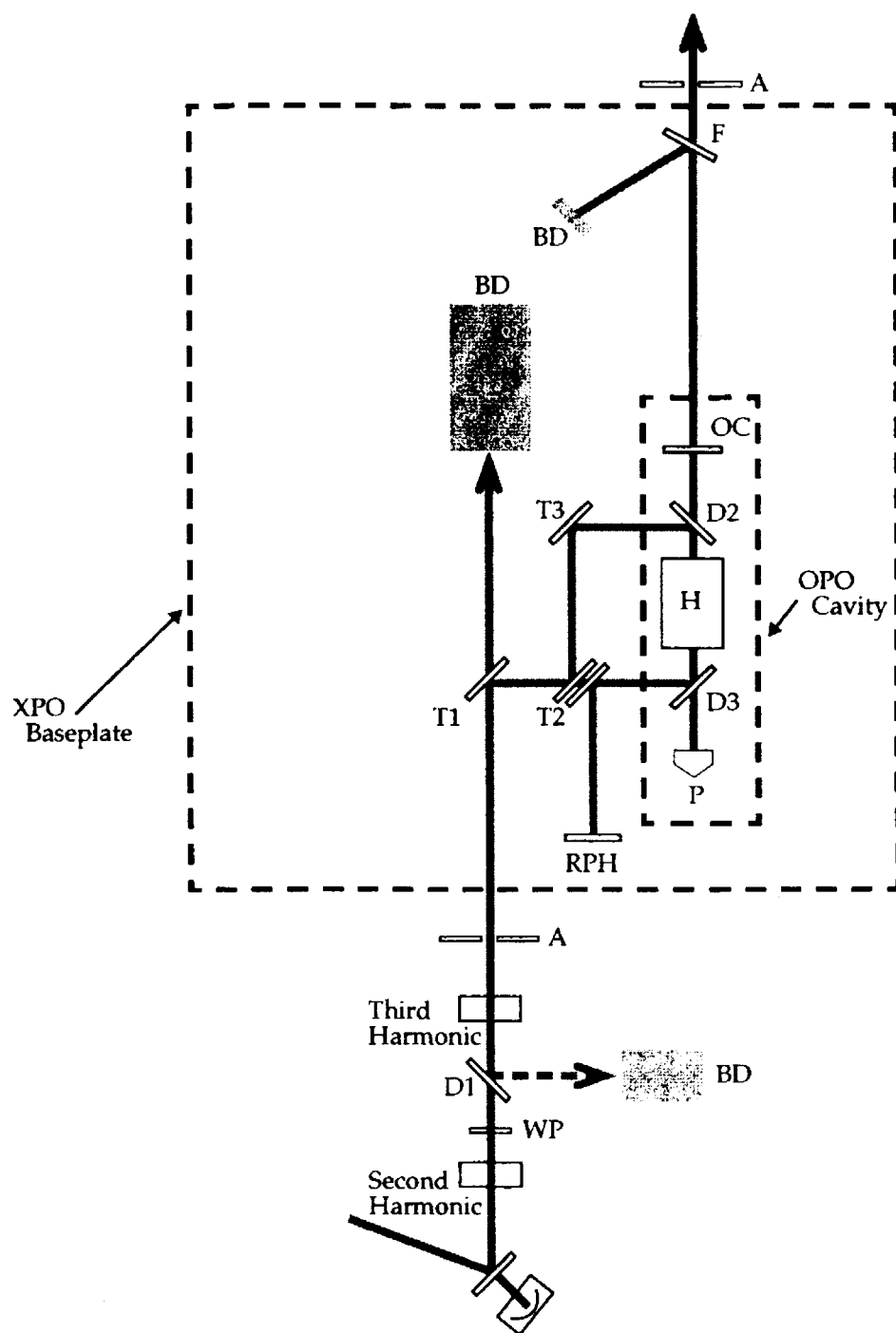


図 14；光パラメトリック発振器の光学素子配置

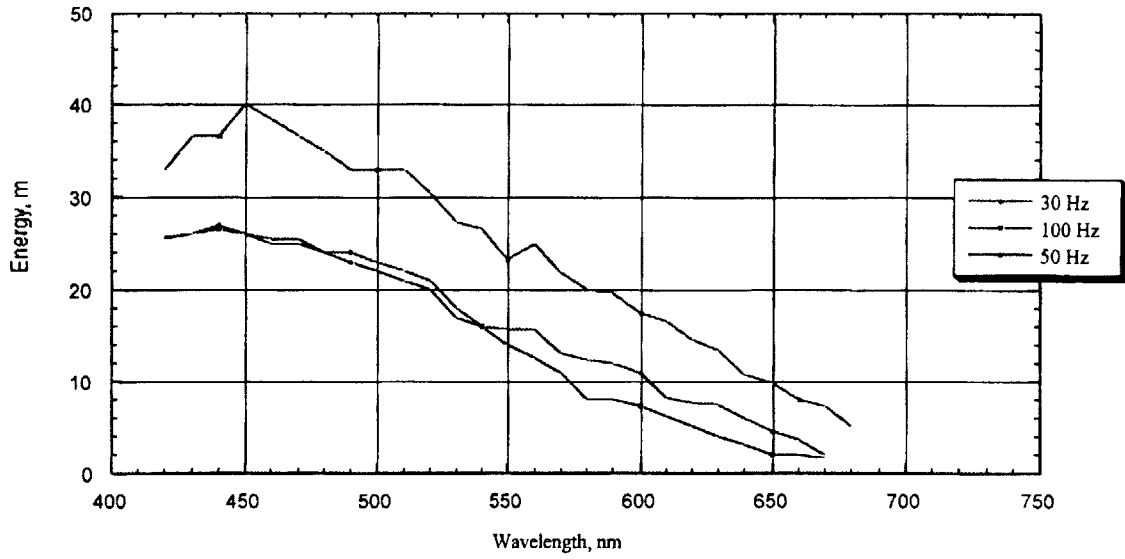


図 15 ; シグナル光のチューニング曲線

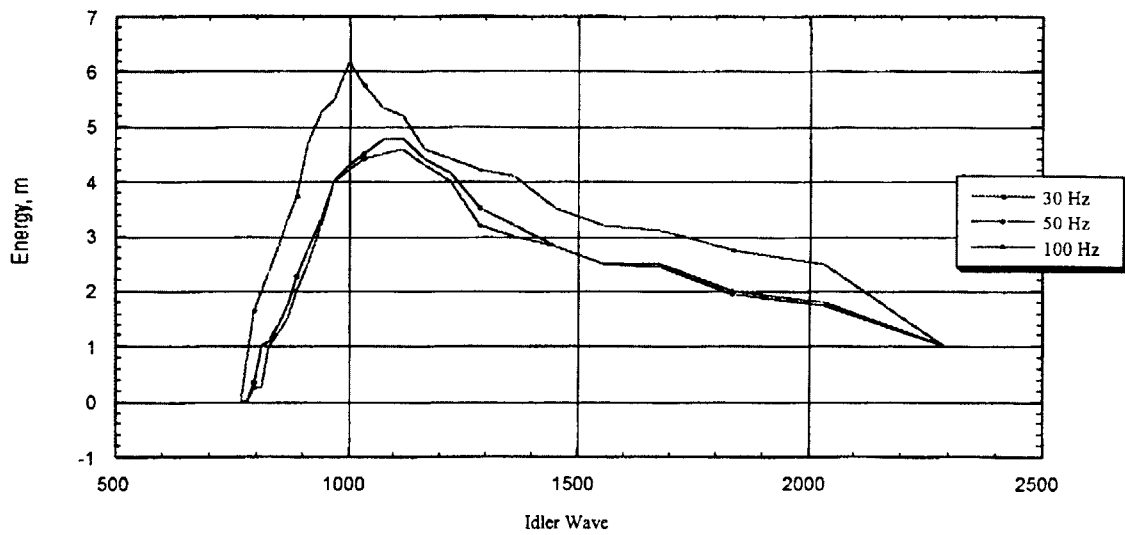


図 16 ; アイドラー光のチューニング曲線

This is a blank page.



図 17；シグナル光の二次元パワー分布

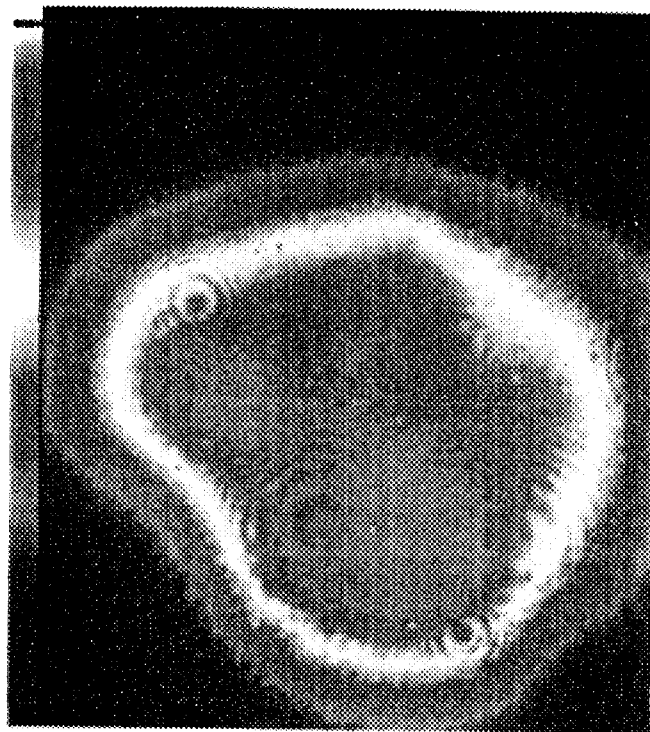


図 18；アイドラー光の二次元パワー分布

This is a blank page.

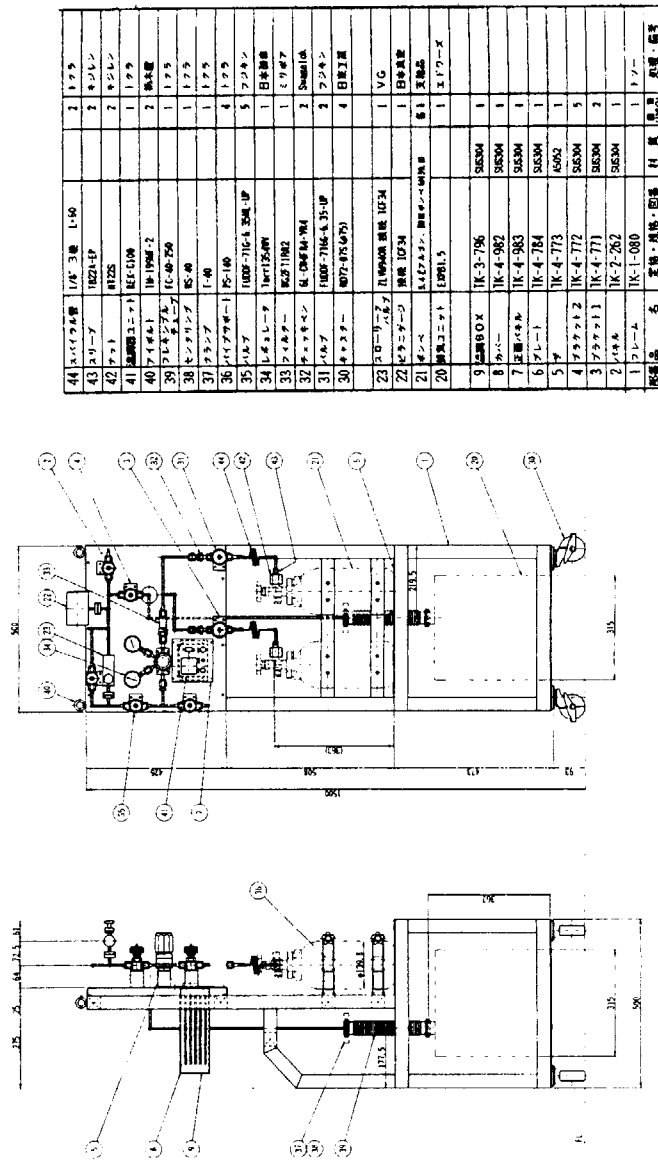
表1；シグナル光の基本波のパワー

| Repetition /Hz | Laser Power/W | | | | |
|-------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|
| | 450nm | 500nm | 550nm | 600nm | 650nm |
| 10 | 0.5 | 0.45 | 0.4 | 0.25 | 0.15 |
| 30 | 1.5 | 1.25 | 1.1 | 0.75 | 0.37 |
| 50 | 2.4 | 2 | 1.6 | 1.1 | 0.5 |
| 100 | 4 | 3.3 | 2.5 | 1.35 | 0.5 |

表2；シグナル光の倍波のパワー

| Fundamental wavelength /nm | SHG Power mJ/pulse | Moter Count | Calibration File Name |
|----------------------------------|--------------------------|----------------|-----------------------------|
| 515 | 6 | 1476817 | 513shg10 |
| 550 | 5 | 1183969 | 550shg10 |
| 600 | 5 | 867277 | 598shg10 |
| 610 | 4 | 826389 | 609shg10 |

Repetition: 10Hz



| | | | | |
|----|----------|--------------|---|---------|
| 41 | パイロットバルブ | 1/4" 3線 1-10 | 1 | 1779 |
| 43 | バルブ | 10214EP | 2 | 8326 |
| 42 | バルブ | R125 | 2 | 8326 |
| 41 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |
| 40 | 調整用バルブ | R125 | 2 | 8326 |
| 39 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |
| 38 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |
| 37 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |
| 36 | 調整用バルブ | R125 | 4 | 1779 |
| 35 | 調整用バルブ | R125 | 5 | 2200 |
| 34 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 日本製鋼 |
| 33 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |
| 32 | 調整用バルブ | R125 | 2 | Shimada |
| 31 | 調整用バルブ | R125 | 2 | 2200 |
| 30 | 調整用バルブ | R125 | 4 | 日本製鋼 |
| 23 | 調整用バルブ | R125 | 1 | VG |
| 22 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 日本製鋼 |
| 21 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 日本製鋼 |
| 20 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |
| 9 | 調整用バルブ | R125 | 1 | SUS304 |
| 8 | 調整用バルブ | R125 | 1 | SUS304 |
| 7 | 調整用バルブ | R125 | 1 | SUS304 |
| 6 | 調整用バルブ | R125 | 1 | SUS304 |
| 5 | 調整用バルブ | R125 | 1 | AS62 |
| 4 | 調整用バルブ | R125 | 5 | SUS304 |
| 3 | 調整用バルブ | R125 | 2 | SUS304 |
| 2 | 調整用バルブ | R125 | 1 | SUS304 |
| 1 | 調整用バルブ | R125 | 1 | 1779 |

図 19；ガス供給装置

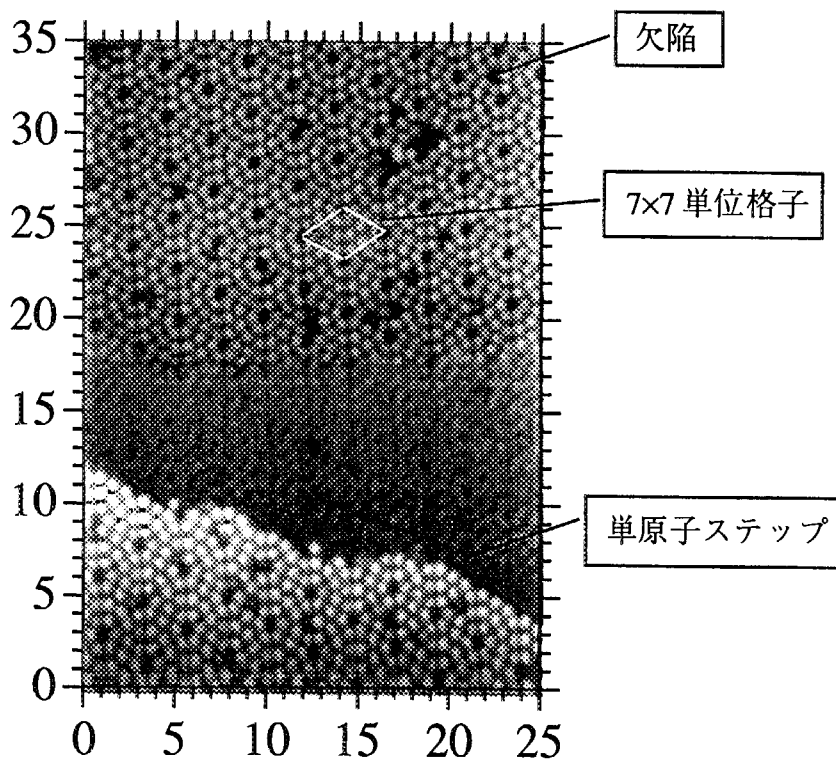


図 20 ; Si(111)-7x7 の STM 像

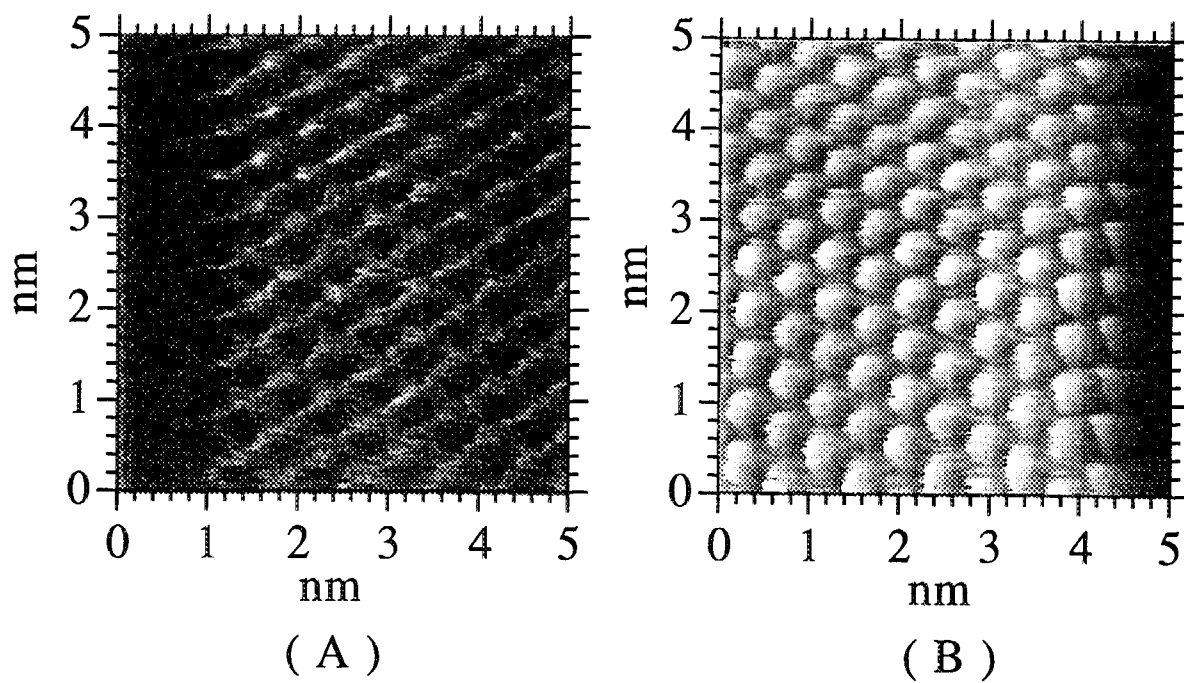


図 21 ; 接触モード AFM により観察されたマイカ表面の原子像

This is a blank page.

国際単位系 (SI) と換算表

表1 SI基本単位および補助単位

| 量 | 名称 | 記号 |
|-------|--------|-----|
| 長さ | メートル | m |
| 質量 | キログラム | kg |
| 時間 | 秒 | s |
| 電流 | アンペア | A |
| 熱力学温度 | ケルビン | K |
| 物質質量 | モル | mol |
| 光度 | カンデラ | cd |
| 平面角 | ラジアン | rad |
| 立体角 | ステラジアン | sr |

表3 固有の名称をもつSI組立単位

| 量 | 名称 | 記号 | 他のSI単位による表現 |
|---------------|--------|----|---------------------|
| 周波数 | ヘルツ | Hz | s ⁻¹ |
| 力 | ニュートン | N | m·kg/s ² |
| 圧力, 応力 | パスカル | Pa | N/m ² |
| エネルギー, 仕事, 熱量 | ジュール | J | N·m |
| 工率, 放射束 | ワット | W | J/s |
| 電気量, 電荷 | クーロン | C | A·s |
| 電位, 電圧, 起電力 | ボルト | V | W/A |
| 静電容量 | ファラド | F | C/V |
| 電気抵抗 | オーム | Ω | V/A |
| コンダクタンス | ジーメンズ | S | A/V |
| 磁束 | ウェーバ | Wb | V·s |
| 磁束密度 | テスラ | T | Wb/m ² |
| インダクタンス | ヘンリー | H | Wb/A |
| セルシウス温度 | セルシウス度 | °C | |
| 光度 | ルーメン | lm | cd·sr |
| 照度 | ルクス | lx | lm/m ² |
| 放射能 | ベクレル | Bq | s ⁻¹ |
| 吸収線量 | グレイ | Gy | J/kg |
| 線量当量 | シーベルト | Sv | J/kg |

表2 SIと併用される単位

| 名称 | 記号 |
|---------|-----------|
| 分, 時, 日 | min, h, d |
| 度, 分, 秒 | °, ', " |
| リットル | l, L |
| トン | t |
| 電子ボルト | eV |
| 原子質量単位 | u |

1 eV = 1.60218 × 10⁻¹⁹ J

1 u = 1.66054 × 10⁻²⁷ kg

表4 SIと共に暫定的に維持される単位

| 名称 | 記号 |
|----------|-----|
| オングストローム | Å |
| バーン | b |
| バル | bar |
| ガリ | Gal |
| キュリー | Ci |
| レントゲン | R |
| ラド | rad |
| レム | rem |

1 Å = 0.1 nm = 10⁻¹⁰ m

1 b = 100 fm² = 10⁻²⁸ m²

1 bar = 0.1 MPa = 10⁵ Pa

1 Gal = 1 cm/s² = 10⁻² m/s²

1 Ci = 3.7 × 10¹⁰ Bq

1 R = 2.58 × 10⁻⁴ C/kg

1 rad = 1 cGy = 10⁻² Gy

1 rem = 1 cSv = 10⁻² Sv

表5 SI接頭語

| 倍数 | 接頭語 | 記号 |
|-------------------|------|----|
| 10 ¹⁸ | エクサ | E |
| 10 ¹⁵ | ペタ | P |
| 10 ¹² | テラ | T |
| 10 ⁹ | ギガ | G |
| 10 ⁶ | メガ | M |
| 10 ³ | キロ | k |
| 10 ² | ヘクト | h |
| 10 ¹ | デカ | da |
| 10 ⁻¹ | デシ | d |
| 10 ⁻² | センチ | c |
| 10 ⁻³ | ミリ | m |
| 10 ⁻⁶ | マイクロ | μ |
| 10 ⁻⁹ | ナノ | n |
| 10 ⁻¹² | ピコ | p |
| 10 ⁻¹⁵ | フェムト | f |
| 10 ⁻¹⁸ | アト | a |

(注)

- 表1-5は「国際単位系」第5版, 国際度量衡局 1985年刊行による。ただし, 1 eV および 1 uの値はCODATAの1986年推奨値によった。
- 表4には海里, ノット, アール, ヘクトールも含まれているが日常の単位なのでここでは省略した。
- barは, JISでは流体の圧力を表わす場合に限り表2のカテゴリーに分類されている。
- EC閣僚理事会指令ではbar, barnおよび「血圧の単位」mmHgを表2のカテゴリーに入れている。

換 算 表

| 力 | N (=10 ⁵ dyn) | kgf | lbf |
|---|--------------------------|----------|----------|
| | 1 | 0.101972 | 0.224809 |
| | 9.80665 | 1 | 2.20462 |
| | 4.44822 | 0.453592 | 1 |

粘 度 1 Pa·s (=N·s/m²) = 10 P (ポアズ) (g/(cm·s))

動粘度 1 m²/s = 10⁴ St (ストークス) (cm²/s)

| 圧 | MPa (=10 bar) | kgf/cm ² | atm | mmHg (Torr) | lbf/in ² (psi) |
|---|----------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|----------------------------|
| | 1 | 10.1972 | 9.86923 | 7.50062 × 10 ³ | 145.038 |
| 力 | 0.0980665 | 1 | 0.967841 | 735.559 | 14.2233 |
| | 0.101325 | 1.03323 | 1 | 760 | 14.6959 |
| | 1.33322 × 10 ⁻⁴ | 1.35951 × 10 ⁻³ | 1.31579 × 10 ⁻³ | 1 | 1.93368 × 10 ⁻² |
| | 6.89476 × 10 ⁻³ | 7.03070 × 10 ⁻² | 6.80460 × 10 ⁻² | 51.7149 | 1 |

| エネルギー・仕事・熱量 | J (=10 ⁷ erg) | kgf·m | kW·h | cal (計量法) | Btu | ft·lbf | eV | 1 cal = 4.18605 J (計量法) = 4.184 J (熱化学) = 4.1855 J (15 °C) = 4.1868 J (国際蒸気表) |
|-------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------|--|
| | 1 | 0.101972 | 2.77778 × 10 ⁻⁷ | 0.238889 | 9.47813 × 10 ⁻⁴ | 0.737562 | 6.24150 × 10 ¹⁸ | |
| | 9.80665 | 1 | 2.72407 × 10 ⁻⁶ | 2.34270 | 9.29487 × 10 ⁻³ | 7.23301 | 6.12082 × 10 ¹⁹ | |
| | 3.6 × 10 ⁶ | 3.67098 × 10 ⁵ | 1 | 8.59999 × 10 ⁵ | 3412.13 | 2.65522 × 10 ⁶ | 2.24694 × 10 ²⁵ | |
| | 4.18605 | 0.426858 | 1.16279 × 10 ⁻⁶ | 1 | 3.96759 × 10 ⁻³ | 3.08747 | 2.61272 × 10 ¹⁹ | 仕事率 1 PS (仏馬力) = 75 kgf·m/s = 735.499 W |
| | 1055.06 | 107.586 | 2.93072 × 10 ⁻⁴ | 252.042 | 1 | 778.172 | 6.58515 × 10 ²¹ | |
| | 1.35582 | 0.138255 | 3.76616 × 10 ⁻⁷ | 0.323890 | 1.28506 × 10 ⁻³ | 1 | 8.46233 × 10 ¹⁸ | |
| | 1.60218 × 10 ⁻¹⁹ | 1.63377 × 10 ⁻²⁰ | 4.45050 × 10 ⁻²⁶ | 3.82743 × 10 ⁻²⁰ | 1.51857 × 10 ⁻²² | 1.18171 × 10 ⁻¹⁹ | 1 | |

| 放射能 | Bq | Ci |
|-----|------------------------|-----------------------------|
| | 1 | 2.70270 × 10 ⁻¹¹ |
| | 3.7 × 10 ¹⁰ | 1 |

| 吸収線量 | Gy | rad |
|------|------|-----|
| | 1 | 100 |
| | 0.01 | 1 |

| 照射線量 | C/kg | R |
|------|-------------------------|------|
| | 1 | 3876 |
| | 2.58 × 10 ⁻⁴ | 1 |

| 線量当量 | Sv | rem |
|------|------|-----|
| | 1 | 100 |
| | 0.01 | 1 |

表面アトムプロセス評価装置の設計・製作