

超高真空系をもつ簡易形反射電子線回折装置

A Simple RHEED Apparatus with UHV-System

本間禎一*・米岡俊明*・一色貞文*

Teiichi HOMMA, Toshiaki YONEOKA and Sadabumi ISSIKI

固体表面の上で起こる、いわゆる“surface monolayer process”の観察および表面形成物の同定に LEED (低エネルギー電子線回折) と RHEED (反射高エネルギー電子線回折) が利用できることは良く知られている。しかしもし表面形成物がでたらめな方位をもつ多結晶状態の場合には LEED では同定が困難となり、RHEED が有効となる。RHEED は一般に表面の“あらさ”に敏感でもあって形成物が規則的形状をもつときに回折パターンからその様子を知ることができる。形成物や表面付着物の検出感度も $10^{-8} \text{ g cm}^{-2}$ のレベルにあり、また回折パターンの分解能 (Resolving Power) も LEED に比べて高い。以上の様な特長をもつことから、最近、金属表面の特性の研究や高温酸化の研究に RHEED が利用されている。著者らも数年来金属の高温酸化に関する研究を市販の電子顕微鏡を利用して RHEED の手法によって行なってきたが、酸化の初期過程を超高真空系をもつ電子線回折装置によって研究する必要が生じたので簡易形 RHEED 装置を試作した。同様な装置は、Leggett と Armstrong¹⁾ によって作られているが、本試作装置はとくに高温酸化の研究に用いる目的で作ったものであり、金属製容器による簡易形である。本報告は装置の構造およ

び性能を示し、合わせて使用経験に基づく二、三の知見を紹介するものである。

1. 装置の構造

試作した RHEED 装置は大きく分けて 4 部分から構成されている。

- (1) 回折室・本体(電子銃、マニピュレータを含む)
- (2) 排気系(8l/S イオンポンプ、チタン蒸発ポンプ)
- (3) 制御系(排気系制御器、高圧電源制御器、真空計)
- (4) ガス導入系(リークバルブ、ガス溜)

写真 1 に装置の外観を示した。中央の横向きの円筒が回折室本体であり、その右方の細長い円筒部は電子銃部である。本体の下に排気系およびマニピュレータがあり、手前に液体窒素トラップとガス導入系がある。写真的左側のラックに制御器類がある。

本装置の特色の一つは電子銃であって、市販のカラー TV の電子銃を利用している点にある。図 1 に本体内部の概観を示す。試料は中央のマニピュレータの上に置かれ、上下動、回転、傾斜動が可能なマニピュレータによって電子ビームが試料表面に $<3^\circ$ の入射角で入る様に

調整される。電子ビームはアパチャ (開孔部 $1\text{mm}\phi$) を通って試料に入射し、ケイ光スクリーン上で収束する。スクリーン上のビーム径は約 $0.5\text{ mm}\phi$ 程度に収束が可能である。試料はマニピュレータ上部の加熱炉によって約 700°C まで加熱することができる。

電子の加速電圧は約 30kV まであって、最適電圧は約 20kV である。

2. 試験結果

試験段階で 2 種類の電子銃による比較を行なった。すなわち、市販のカラー TV 用電子銃は 3 電子銃であって、配列の仕方が異なる 2 種類が用いられている。一つは

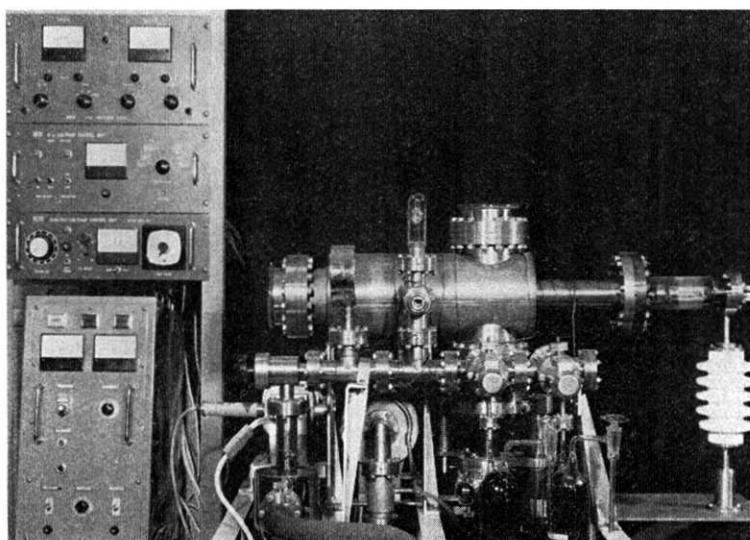


写真 1

* 東京大学生産技術研究所 第1部

研究速報

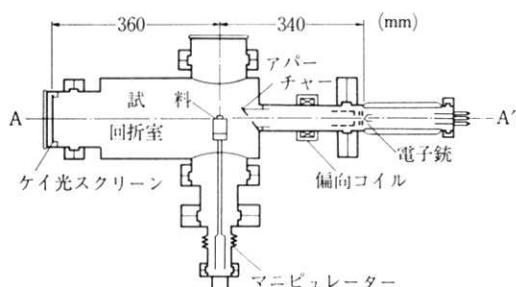


図 1

同一平面上に電子銃を3本並べた方式であり、他は束状に3本を合わせた方式である。前者は、電子光学系の軸(図1のAA')と電子銃(3本の中の中央の1本)を一致させることができ容易であるが、後者の場合は一致させることができ困難であった。その結果、電子ビームのスポットサイズは前者の方が容易に小さくすることができた。従って、本装置の電子銃としては前者を採用することにした。

次に、本装置の排気性能について述べる。

試作したRHEEDは試料の表面清浄化をイオン衝撃法で行なう代りに化学処理法によって行なった。その理由はイオン衝撃法の場合、表面上にファセット構造が導入される可能性があったのでそれを避けるために別の処理法を採用した。化学処理法は酸化還元および脱ガスアニールを行なう方法であって、この場合に 1×10^{-3} Torr程度の水素雰囲気中で450°C、約10分の還元処理を行ない、続いて $10^{-7} \sim 10^{-9}$ Torrで脱ガスアニールを行なう。実際問題として、可能な限り短時間にこの処理を行なうことが望ましく、そのため排気性能が重要な因子となる。清浄な表面であることを判断する一つの規準としてRHEEDパターンが吸着2次元構造によるパターンを示さないで下地からのストリークパターンのみを示すことによって判断することにして、本装置でこの様な清浄表面が得られる処理条件を以下に示す。

還元処理 $\rho_{H_2} = 10^{-3}$ Torr, 450°C, 10 min

脱ガスアニール 約3 hr で 10^{-9} Torrに到達
 10^{-9} Torr, 550°C, 12~15 hr

この様にして得られた清浄表面からのRHEEDパターンを写真2Aに示した。この試料は(001)面が試料表面に平行である銅単結晶である。電子ビームはこの結晶の<110>方位から入射している。加速電圧は20kVであった。同写真Bは $\rho_{O_2} = 10^{-4}$ Torr, 400°Cで4 hr酸化した表面からの回折パターンであり、入射方位はAと同じである。しかしこの場合には分数次パターンが観察される。同様に同写真Cは入射方位が<100>であってBと同

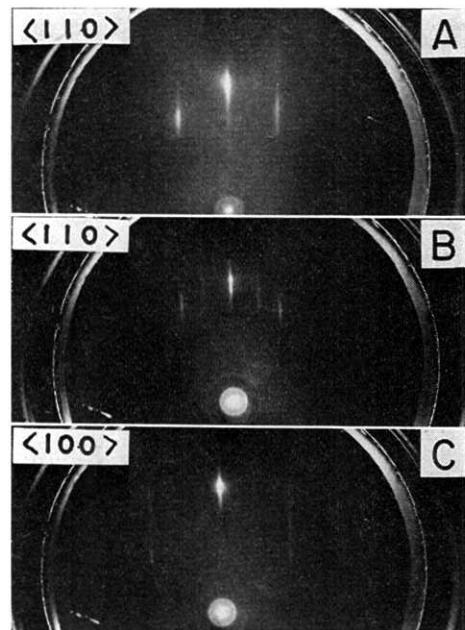


写真 2

じ様な分数次パターンが認められる。

3. 検討とあとがき

試作したRHEED装置の試験の結果、実用的に使用できることが明らかとなった。今後の改良点としては、電子銃の寿命を伸ばし、スポットの明るさを増すために電子銃部をヘヤピン形のものに改造することが望ましい。これは現在進行中である。また、清浄化処理のために、イオン衝撃も併用できる様に改良することが望ましい。

なお、将来の計画として試料表面の付着物を分析するために電子分光分析ができる様にすると共にLEED観察もできる様にしたい。

終りに、本装置の試作は47年度の本所選定研究費によって行なわれたもので、開発にあたって本所の辻教授から多くの助言を受けた。合わせてここに謝意を表する。

また、試験用の電子銃の提供を受けたソニー株式会社と日電バリアン社および回折パターン撮影に際してボラロイドカメラ使用の便を受けた本所の今岡研究室に謝意を表する。

(1972年11月6日受付)

参考文献

- Monica R. Leggett and R. A. Armstrong, Surface Science, 24 (1971) 404-416