連載 (講義)

SI につながる真の電子スペクトルを求める実験法(V)

後藤 敬典 名古屋工業大学 〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町

(2005年11月28日 受理)

前回までは、計測の基であるSI単位系の背景、SIの構成、並びに表面電子分光法の標準化の背景を報告した。標準電子分光器について、最も重要な項目は'Calculable'という特性であることを述べ、これが実現可能なことを解説した。今回は残留磁場について、その源である、地磁気、構成部品、電流による磁場を討論し、これらの項目に対する対策(磁気遮蔽、補償法)を述べる。

A way to get "true" electron spectra of SI compatible by experiments (V)

Keisuke Goto

Nagoya Institute of Technology, Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya 466-8555

(Received: November 28, 2005)

In the former issue, present units system of **SI** was viewed in perspective and the standardization in surface analysis was shown as well. In the present issue, for the CMA of 'calculable' prototype, avoidable residual magnetic fields are presented. The magnetic fields of the earth, of the constituent parts, and due to the electronic currents are discussed. Methods to reduce and compensate these residual magnetic fields actually performed in the CMA are shown.

8. 残留磁場

静電型エネルギー分析器(CMA, CHAなど)では 電場は直接軌道を決めるので厳密な計算や補正が 施される,しかしながら磁場については常に問題 になりながら決定的な解決法が実行されていない. これは同一設計の機種でも残留磁場はあらゆる条 件で個々に異なってくるからである;設計・材料・ 加工法・焼鈍(アニール)・配置場所・取り扱い方な どで様々な効果が発生する.今回はこれらの項目 につき一般的なことと実際に採用していることに ついて述べる.すべての部品は事前に残留磁場の 点検を実行している.

8.1 磁場による電子線の偏向

磁場の中を電子が運動すると電子は<u>ローレンツ</u>力を受けて軌道が曲がる. 典型的な CMA と CHA の電子の軌道長をそれぞれ 0.2 m と 1 m として均一な磁場中を電子が磁場に直角方向に走る最悪の場合を示したのが Fig. 8.1 である. 偏向量は距離の 2 乗に比例するので CHA は CMA に比べて約 25 倍の影響を受けることになる. 設計は検出スリット幅と対象とするエネルギーが規準となる. 例えば 100 eV以上のエネルギー領域を考えると, CMA と CHA のスリット幅をそれぞれ 0.2 mm と 2 mm として, いずれの場合も残留磁場は 1 mG 以下にしなければなら

Copyright (c) 2005 by The Surface Analysis Society of Japan

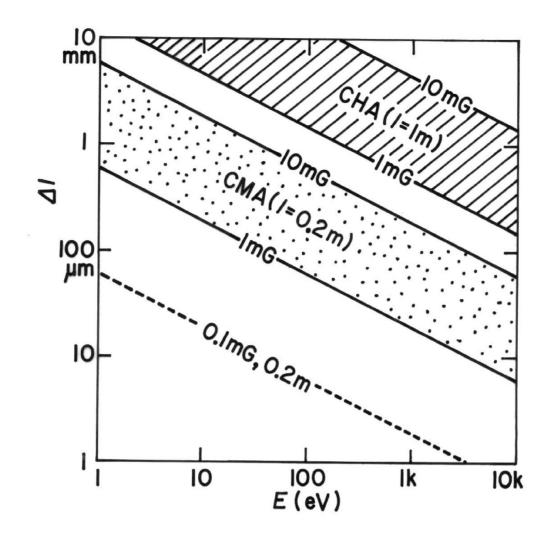


Fig. 8.1 Magnetic field and the deflection of electron beam.

ない.この条件は、実用上は非現実的であり、商業的には成り立たない.しかしながら度量衡的な計測ではこの条件を実現しなければそうと認められないだろう.

8.2 磁場計測法と計測例

上で述べたような条件を実現するには1 mG(10⁷T) の磁場計測ができる計測器が必要である. 感度について言えば、SQUID(超伝導量子力学的干渉素子) は究極の感度を有しているし、各種形態のフラックスゲート(電磁誘導の効果によりコイルに発生した起電力を測定して磁場を検出)も高感度のものがあるがセンサー部にコイルを巻かねばならず感度を得ようとすると大型になってしまう. 前者は装置も大きくまた液体 He を必要とするなど一般的ではない. 我々が使っているのは簡便な半導体ホール素子を使ったガウスメータである(F.W.Bell 社製、

モデル 620型). このガウスメータは1 mG の分解能 があるが、雑音とドリフトのために、使い方には 少々熟練を要する. 特に<u>温度ドリフト</u>が大きく1 mG の "差"(今回の目的には絶対的精度は特に要とし ない)を検出するときには体温も影響するので、頻 繁な"0"のチェックが必要である. 検出プローブ は、プローブの軸方向と軸と直角方向、さらに軸方 向に対し100倍の感度(0.01 mG;1 nT)を有する 'Mag Probe'の3本を準備した. Mag Probe を使えば容易 に高感度が得られるように見えるが, このプロー ブは μ -メタル(パーマロイ)に磁場を集めて、この 濃縮された磁場を半導体素子で検出するように なっている. したがって、この μ-メタルの残留磁 場がオフセットとなる可能性があり、単なる変動 分を検出するには威力があるが"0"を感度よく検 出する目的には使えなかった. 実際にミューメタ ル磁気シールドの特性を測っているところをFig.8.2



Fig. 8.2 A method to measure the residual magnetic field; external $\,\mu$ -metal shield.

に示す. 銀色の金属の筒がそれで、中央に写真の三 脚にホールプローブをつけた木製のプローブ移動 器(スライド式)が見える. これは合板に20-1/4の タップを立てて自在に固定位置を変え得るように してあるが, 完全非磁性でもあり大変重宝してい る. 磁場計測にはプローブをしっかりと固定する ことが重要である. ミューメタルの手前に小さく 黒く写っているのはプローブの"0"チェック用の 磁気暗箱(ミューメタルの片方を閉じた筒)である が、1 mGを計測するときには必須の道具である. こ れを扱うときには体温が伝わるので注意を要する. 伝わった熱で磁気暗箱の温度が変化するので, チェックのために挿入したプローブの温度も変 わってしまい、したがって"0"がずれてしまう. 銀色の磁気シールドの右に見えるのも片側を閉じ たミューメタルの磁気暗箱(黒く塗装)であるが、こ れでプローブの点検も行うが、この中に小さな部 品を入れ残留磁場の点検を行うのにも使っている. このような筒は3本(外形3, 4, 5 cm で深さ30 cm) 用意してあるが、十分なアスペクト比(少なくとも 2以上)を有しアニールしてあることが大事である. 真空槽など大型のものは磁気暗箱が準備できない ので, 多少感度は劣るが, プローブの空間的角度を 変えないように注意してプローブを物体に近づけ たり離したりして, それぞれの位置での指示値の 差を読んで、それをその場所の残留磁場とした. こ のようなとき"0"チェックの機能(ホールプロー ブの特殊性により範囲が大変広く、むしろ"0"サ プレスといったほうがあたっている)を用いて指示 値を'0'に追い込んで使うこともできるが、計測 器の直線範囲を超えてしまうこともあるので、仕 様書をよく読んでからにしたい.

すべての部品や真空槽は残留磁場の点検を行うが、この結果、少々磁場が残っていたからといって恐れることは無いことを実測により確かめることが重要である。要は電子が飛行する分析空間にその磁場が影響を与えるかどうかである。部品や加工による残留磁場の大概は、小さな磁気双極子であり 2 cm も離れると 1 mG 以下に急速(距離の3乗で)に減衰する。これは FD などの磁気的記憶媒体でも、磁気のドメイン(1 μ m以下)は強く磁化しているが普通には全く感じないのと同様である。計測して感じるものを挙げてみると:コヴァール(セラミックス、ガラスを金属と接合するときの中間の合金) はほとんど例外なしに、スプリングワッシャー、平ワッシャー、ネジ・ナットは、大体この

順で帯磁している.加工では強い応力で大きな切削屑を出すような方式、タップ立て、フライス、ボール盤、旋盤、鋸引き(金鋸で経験)の順である. 絞り加工もプローブを直接当てると1G程度を示した.細かい屑を出す、糸鋸加工、砥石・砥粒・研磨紙による加工などは磁区が小さいためかほとんど感じない.溶接は、よくアニールしたもの以外は不規則に帯磁している.特に帯磁していたのはスパッターイオンポンプのシェルの角であるがプローブを直接当てると20Gに帯磁していたが、角以外は普通であった.

8.3 消磁法

磁場を '経験'して帯磁したものは電磁気的な '消(脱)磁器'を用いて実用的なところまで残留磁 場を取り除くことができる. 使っている消磁器を2 つ Fig. 8.3 に示すが、銅線を巻いただけのコイルで ある. 左の内径28 cmのものは100 V/60 Hz を印加し たときにコイルの中央に45 Gの交流磁場を発生す る. これは装置全体を消磁するときに有用である. 同様に右の小型のものは230 Gを発生し工具などか なり強力に磁化したものにも有効である. 消磁の 原理は磁性物質のヒステリシス特性を利用して行 う. 電源を入れたら遠く(50 cm以上)から徐々に消 磁したい物体に近づける. コイルを物体の中央あ たりまで持ってくると大概の磁性材料は磁気飽和 (この状態までもってくるのがこの方法の基本)し た状態になる, すなわちヒステリシスループが対 称になる. この状態からコイルをゆっくり(ヒステ リシスループの刻みを細かくする)遠ざけるとヒス テリシスループは徐々に小さくなり, ついには "0"に収束して消磁が完了する. コイルの大きさ にもよるが、小さいものでも、50 cm以上可能な限 り離すのがよく, またコイルのループが物体と直 角になるようにもって行くとさらに効果的である. このとき急速に離したり, あるいは十分離さずに 途中で電源を切ったりすると磁化特性のヒステリ シスが残ってしまい, 残留磁場として残ってしま う. コイルのスイッチを切るときには, コイルに電 磁エネルギーがたまっており, スイッチを切った ときの位相により、このエネルギーが一気におそ らく数万ボルトの高圧アークとなって放電するの で注意が必要である. 私はこの放電に危機を感ず るのでスライダック(連続電圧可変器)で電圧を下 げてからスイッチを切るようにしている. コイル の距離を変える代わりに, スライダックなどを



Fig. 8.3 De-magnetizers; 28cm internal radius coil (left) and handy coil (right).

使っても同様の結果が得られるはずであるが、雑 音や不連続あるいは急速な変化, また残留電圧に 注意しないとヒステリシスループに偏りが生じて, それが残留磁場となる.強い磁場に曝されて単純 に磁化してしまったような場合は、ここで述べた やり方で消磁できる. ドライバーやピンセットな どは実用的な水準まで消磁できる. しかしながら, 機械的な加工歪により磁化したものは、この方法 である程度は減少するが限度がある. このような 磁化に対しては高温によるアニール以外には手段 が無いようである. 小さなものならガスコンロな どで800℃を経験させれば十分である. このときス テンレスなら青かアンバー色に酸化皮膜ができる が機能には影響ない. 大きなものであれば電気炉 で800℃くらいでアニールできる. 専門的には真空 炉あるいは水素炉でアニールするが, 空気中で 行っても同じ効果はある. ただし大気中でやると 酸化が激しくスケール(材料の不均一さにより模様 となり、少し膨れる)ができるが、見掛けが悪い以外、特に問題は無かった。これが気になるときは、機械的あるいは電気的研磨で除けばいいが、寸法精度は落ちていく。電気炉などで加熱できないものあるいは場所(ドリル加工やタップ孔)は赤外線ランプで加熱したが、その部分は酸化したがほぼ十分な消磁ができた。アニールを施すと大概変形するので注意して行わねばならない。アニールを施したものは表面がざらざらしており、精密加工したはめ合せなどは再研磨が必要であった。専門的には要求によりアニールを繰り返しながら加工していくらしい。

8.4 磁場遮蔽

残留磁場には、前述の、部品や装置から生じるものと外部から到来する、地磁気・電力配線・磁場を発生する装置・交通機関(電車、自動車も影響する)など不特定の様々なものがある。これらの外部磁

場(雑音)の対策を考えてみよう. 均一で変動の無 い静的な地磁気のようなものに対しては、 昔より ヘルムホルツコイル(通常、一対の円形コイルを半 径の距離だけ離して設定;中央にほぼ最適な均一 磁場空間が実現する)で逆方向の同じ大きさの磁場 を発生させて外部磁場を相殺する方法も取られて きた. この装置を効果的に使うには, 高感度で正確 な磁場検出装置とこの出力をコイル電流にフィー ドバックする仕掛けを備えている必要がある.複 雑で巨大(部屋くらい)な装置には威力を発揮して いるようであるが一般的とは言いがたい. また均 一度を上げるために3対のコイルを3次元に組み合 わせて(ベクトル合成)任意の逆磁場を発生できる ようにしたものもある. 我々も30 cm の対を試した が、相殺の効果をmGの程度までは確かめるにい たっていない.

UHVシステムではスパッタイオンポンプ(SIP)を使うことがほぼ常識であるが、これには強力な磁石が使われており、電子分光では常に問題になる.これが気になる人は5 mmくらいの鉄材で囲ったりしている例があるが一般には何も処置していないようである. SIP からの残留磁場は強力で50 cm離れても地磁気よりはるかに大きいのが普通である.我々が使っている、封じきりの大型電子管のアペ

ンデージポンプ(バリアン製; 2極型, 8 l/s)として特別に設計された,シールドつきのものは引き口と高電圧導入部を除いて 6 mm の軟鉄(磁気回路,ヨーク,を兼ねている)で覆われており磁気回路が閉じるようになっている.この SIP は引き口の 70 ϕ のフランジから 14 cm も離れると残留磁場は地磁気程度に減衰しており、我々の要求をほぼ満足している.しかしながらこれ1つで約 30 リットルの真空容量を引くには力不足である.これらのことを考えて、SIP4 個を組にして放射状に配し、CMA のあたりの地磁気も含めた磁場が最小になるように組み合わせた.その結果何も配慮しないときより低磁場を実現できた.

電子分光法などの電子線を扱う装置で一般的に使われているのは、高透磁率材料(一般に μ メタル;純鉄やパーマロイ合金)による磁場遮蔽であり、我々も採用している。 μ メタルによる磁場遮蔽は今ではソフトウエアである程度設計できるようであるが、材料・加工法で難しい問題があり、実験で確かめながらやるのがよさそうである。 μ メタルによる磁場遮蔽を模式的にFig. 8.4 に示す。磁場は透磁率の高いところ(磁気に対する抵抗が小さく、その分等価的な磁路が短くなる)を通る性質があるが、これは電流における電気抵抗と類似である。

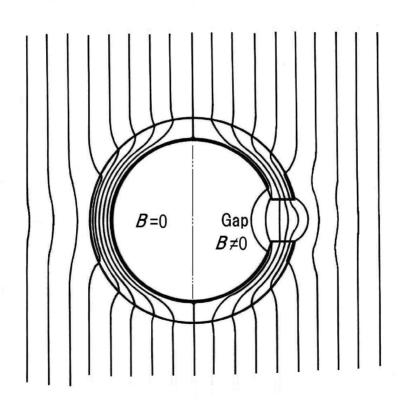


Fig. 8.4 Schematic μ -metal magnetic shield; closed sphere (left half) and with gap (right half).

真空の透磁率($\mu_A = 4 \pi \times 10^{-7} \text{ H/m}$)に比べて十分 大きい(相対透磁率 μ_{π} ; 純鉄で約100, パーマロイ でよくアニールしたものは10万にも達するが磁気 飽和しやすい)μメタル中では磁場は短絡状態にな る. 図の左半分は継ぎ目の無い殻を示したもので、 磁力線は透磁率の高い殻の部分を通り殻の中には 浸透してこない: すなわち磁場"0"が実現されて おり外部磁場はここで遮蔽されている. 図の右半 分は殻の途中に隙間(Gap)がある場合である.磁力 線は一旦は透磁率の高い殻に入るがギャップのと ころで磁気抵抗が高くなるので磁力線が空間(殻の 内部にも広がる)に広がってしまうが、再び殻を 通って出て行く. またギャップがあるとそこから 外部磁場が浸入して遮蔽効果を妨げる:このよう な接合は市販の CHA 装置の半球部分のシールドと その前段の静電レンズの磁気シールドによく見か ける. ここでは磁気回路はステンレスのフランジ で切れているわけであるが、著者はこのような系 については未経験である. すなわち磁気回路に切 <u>れ目</u>があるということは磁場遮蔽を考える上で極 めて重要なことである. μ メタルをつなぐときに は溶接して十分アニールして組成を均一にするの が最も良い方法だが、しかしギャップを設けざる を得ないときには、ギャップを最小にして磁気抵 抗が最小になるようにしなければ, たとえ高価な μメタルを完全にアニールして使ったとしても、 効果は期待できない. ギャップを小さくする代わ りに、μメタルの重ねあわせを十分に取ることも 同じ効果がある(電気の並列抵抗と同じ). なお高 透磁率材は飽和しやすいので、十分な厚さをとる ことが重要である.

8.5 CMA の磁場遮蔽

実際に CMA の磁場遮蔽に使用した μ メタルシールドを Fig. 8.5 に示す。 CMA 中を電子が飛行する軌道空間は細い実線の楕円で示されている。 磁気遮蔽の目的はこの空間の磁場を最小にするところにある。特に最も影響のある軸に対して直角方向の磁場が 1 mG 以下(0.1 mG)になるようにしたい。 μ メタルの材料は磁場の小さいところで優れた特性を持つパーマロイの PC-78 材(鉄・ニッケル)で厚みはすべて 1 mm であり、つなぎのところは十分重ねて(25 mm)溶接しアニールしてある(大多摩電気)。真空の内側のシールドは上方はフランジに取り付けるために磁気的には開放で下部には試料の出し入れのために直径 26 mm の開口が設けられている。

CMA の配置などは特に計算したわけではなくおお よその見当をつけてほとんど山勘で決めたが,地 磁気を磁場源にして計測してみるとほぼ最適配置 となっていた. CMA を囲む主シールド(mu-in)はこ のシールド単独で軸に直角方向の磁場は1 mG より 十分小さく(計れない)減衰しており、また軸方向 から地磁気を入れてみると軌道空間の点線の全域 で4 mG くらいであり目的にかなっていた. この シールドだけでも目的は達せられると思われたが, 念のため真空槽の外側にも外部シールド(mu-ext; Fig.8.2)を設けた. これは両端開放で、単独では、軸 方向の磁場に対しては中央部の10 cmで5 mGを示 し、また軸と直角方向の磁場に対しては中央の19 cmで1mGを示した.このシールドは分析空間に対 して上方に設定されており最適配置とはいえない が,これは各種フランジのためにやむを得ないこ とであった. なおこのような筒の遮蔽では開口の 部分に周りの磁場が集められているので, 何もし ないよりも磁場が強くなり複雑に分布するので注 意しなければならない(よく見かける市販のCMA では試料のあたりで最も強い磁場を示す). 分析軌 道空間の上方右側に小さいシールド(mu-fil.)がある が、これは直径 10 mm のパーマロイに直径 8 mm の 孔をあけてカソードフィラメントの配線を通すた めのもので、電流による磁場(後述)を遮蔽するも のである. この配線で一番大きな磁場を発生する のはカソードのタングステンへアピンフィラメン ト(Cathode)が形成する電流ループである.この部 分を撚線にするのは大変困難なので、直径 20 mm の パーマロイのバルク材をくりぬいてウエーネルト (Wehnelt)を作り、このループが発生する磁場を遮 蔽した. なお単線の発生する磁場は、単線をパーマ ロイの円筒などで囲ってもこれを透過する磁力線 はほんの一部であるので, 遮蔽効果はほとんど無 V١.

8.6 電流による磁場

電流が流れたときに発生する磁場もまた重大な影響をもたらすことを述べたが、我々は各種導体に電流が流れた時の磁場を実験とシミュレーションで確かめた。実験は、ホールプローブのセンサー部が相対的に小さくなるように、直径20~30 mmで長さ1 mのアルミパイプに導線を巻きつけて、あるいは二重パイプとして、電流を流し距離による誤差が少なくなるようにした。この結果を基にカソードフィラメント(約2 A)へのケーブルを決定し

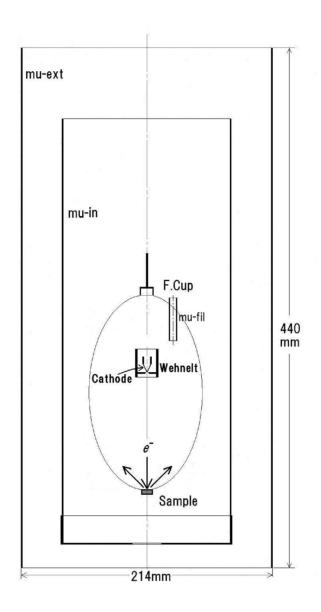


Fig. 8.5 Actual μ -magnetic shields; for external, internal, and filament electronic current.

た[1]. 無限遠の単線のときは、アンペールの法則により磁場がその回りに発生する(Fig. 8.6(a)). 電流をI(A)とすると半径r(mm)に発生する磁場B(G)は、 $B=2\times I/r$ となる. この磁場は電線からの距離に反比例する. 図の(b)に示すのは高周波領域でよく使われる同軸型のケーブルであるが、両方の軸が一致しておれば、電場も磁場もケーブルの外部へは洩れない. これは行きと帰りの電流によりケーブルの外部ではお互いの磁場は相殺するためである. これは理想的であり、最初この構成を試みた. 内部導体にはセラミックで被覆した導線(外形 $0.8 \ mm$)を使い、外部導体としては外形 $1.2 \ mm$ 内径 $0.9 \ mm$ の鍋パイプを用いて試作して使用した. 約1月は順調だったが、使っているうちにケーブルの中で短絡

してしまった. おそらくケーブルを曲げたところでセラミック線の絶縁皮膜がはがれて金属同士が接触してしまったものと思われた. このような事態は再発し易いと考えて以後は使わなかった. また同軸型は構造的に電気的に平衡が取り難く, 内・外の導線の電気抵抗が異なり, 従ってフィラメントの電子放射点の電位が変化する恐れがある. このような変化が生じると加速電位の推定が困難になる. この型のケーブルの両導体の中心が一致していない場合を示したのが図の(c)である. これは実験の結果それぞれの中心に導体を置いたもの,即ち平行ケーブル(d)で表せることが分かった. これは簡単に計算できるし, 実験も行った結果, ケーブルから十分離れたところでは, 磁場は距離の2乗

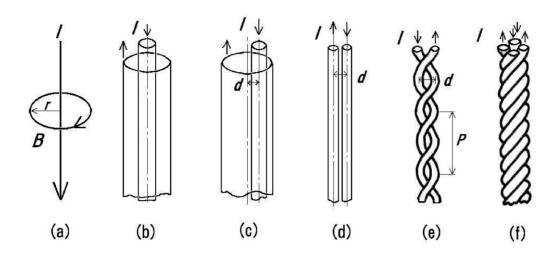


Fig. 8-6 Cables with reduced magnetic field; (a) Ampere's theory, (b) coaxial, (c) offset coaxial, (d) parallel, (e) twisted pair, and quadrapole.

で減衰することが分かった. 平行ケーブルを撚り 合わせたのが(e)であるが(Twisted Pair), これは双極 子が交互に極性を反転させながら並んだものとみ なせる. したがってこれによる磁場の相殺効果は 大きく, 十分離れたところでは, 磁場は導線からの 距離の3乗より急速に減衰する. これも実験により 確かめた. 現在CMAで使っているのはこの型の ケーブルである. ここでは絶縁に特に注意して、ガ ラスの網線で被覆した公称 0.5 mm のセラミックス 被覆線をピッチ4.4 mm で撚り合わせた. このケー ブルに2Aの電流を流して磁場を計測してみると, ケーブルの中心から約6 mmのところで5 mG, 10 mm では1mGであった.このケーブルはCMAの電子軌 道空間のすぐ近くを通っているがこのままでもほ とんど影響が無いことが分かったが、念のため μ メタルシールド(Fig. 8.5)も併用した. 図の(f)に示 すのは、さらに効果を狙って、4重極の構成にした ものであるが、効果はあると思われるが実用性に 欠けるので特に試さなかった.

参考文献

[1] 後藤敬典, 吉田勝治, 境悠治, 真空 33, 311 (1990).

〔次回予告〕エレクトロニクスの製作と校正,データーの取得,相対論,一次電子のリコイル,仕事関数の補正,試料,実験室,分光器の透過率計測,などにつき述べたい.なお最初に申し訳をしたよう

に、未だこの仕事は完成していない(透過率計測で 停滞中)ので、十分落ち着いて原稿を書けないこと をお詫びする.