

研究ノート(利用者の声)

地球科学試料の水素分析真空チャンバー

加速器センター 古野 興平

1. はじめに

地球は水の惑星と言われている。われわれの身近にある水は、海水、河川や湖の水、大気中の水蒸気、及び地下水であるが、地殻から地球芯部（コア）に至る部分にも様々な水が存在する。それらは岩石や鉱物の割れ目に存在する液体としての水、鉱物粒子の粒界に存在する H_2O 分子、鉱物の結晶構造中に存在する結晶水、並びにマグマから鉱物に固まる際に鉱物中の泡として取り込まれた水である。

地殻からコアにかけて存在する水は、われわれの日常生活にも深いかわりを持つ現象に対して非常に重要な役割を演ずる。たとえば鉱物中の水は珪酸塩における Si-O 結合を切断し、鉱物の機械的強度の低下を招く。その結果、鉱物の集合体である岩石の強度低下を来し、岩石の変形や地殻中の断層形成を促進する。このことは地震発生と密接な関係がある。また、地球内部は高温・高圧状態にあり、水はいわゆる超臨界状態にあるから、他の元素との反応性が極めて高い。この反応によって鉱物や岩石中から各種元素の溶脱が起こり、それが地表に現れたときには鉱床が形成される。各種の貴金属鉱床の形成にも、地殻の水が一役買っているわけである。さらに水を含むマグマが地表に移動すると、圧力が下がるためにマグマが発泡して火山の水蒸気爆発を引き起こす。したがって過去の噴火によって生成された火山灰中に泡として取り込まれた水の量を調べれば、火山噴火のメカニズムや噴火予知に関する情報が得られる。

このように岩石や鉱物に含まれる水の地球科学的研究は非常に重要であるが、岩石や鉱物の内部に存在する水の定量分析は以外に困難である。最も単純な方法は、岩石をこなごなに砕いて粉状にし、それを加熱して水蒸気あるいは水素ガスにして追い出してから、加熱の前後の重量を比べて加熱後の減量から水の濃度を評価する。しかしこの方法では平均の濃度しか分からない。ところが上に記した地殻変動機構その他、地球科学上興味のある水は、岩石中の異なる鉱物の境界やマグマから鉱物に固化する際に取り込まれた小さな泡の中にある。したがって岩石や鉱物における特定の微小領域に含まれる水の濃度を測定しなければならない。このために現在次の二つの方法が確立している。

第1の方法は数ミクロンに絞った赤外線を目標とする部分に照射して、赤外線の吸収量からOH基または H_2O 濃度を求める(FTIR法)。これに対する高精度の装置も市販されているが、赤外線の吸収には試料の厚さ全体が寄与するから、試料内に水やOH基が一様に分布しているときは良いが、不均一分布の場合、深さ方向の分布の形が分からない。第2の方法は2次イオン質量分析(SIMS)と呼ばれ、セシウムなどの比較的重いイオンを数10ミクロンに絞って研磨した鉱物表面に照射し、そこか

らスパッタリングで飛び出してくる原子をイオン化して質量分析器にかける。この方法では水素イオンの形で測定され、その個数を H_2O 濃度に換算する。SIMSの精度は高いが、スパッタリングという現象が複雑で、目的試料と同じ組成と同じ物性定数を持ち、しかも水素濃度が予め分かっている水素標準試料を作成しなければならない。またSIMSでは分析可能な深さがせいぜい10数ミクロンしかない。さらに鉱物中に取り込まれた泡の分析では、もし存在状態が気体であったとするとスパッタリングによって泡に孔が開いた時、内部の気体が何処へ飛散するかが分からず、したがって泡の分析には適さない。

これに対して加速器から得られる高エネルギーのイオンが物質に入射すると、入射イオンは物質内部で原子と衝突して入射イオンの散乱、衝突した相手原子の反跳、入射イオン原子核と物質原子の原子核との核反応を起こし、2次電子、X線、ガンマ線、核反応生成粒子が発生する。例えば高エネルギーの陽子（水素の原子核）と物質中の水にある水素原子の原子核（すなわち陽子）との間に起こる陽子-陽子散乱は加速器を用いた水素濃度測定における一つの手段として有望である。SIMSと同様に水の濃度を直接測定することはできないが、高エネルギーの陽子線は高い透過力を持つからSIMSよりも遥かに深い層まで分析可能である。また、標準試料も分析対象の試料と同じである必要は無く、ただ水素濃度が正確に分かっていれば良い。

たまたま比較的大型の科学研究費が認められたので、加速器センターにおいて高エネルギーイオン線を用いた地球科学試料の分析に特化した水素分析法の開発を行った。このためには地球科学試料分析の特殊性を考慮した設計に基づき、照射試料を収める真空チャンバーを新たに製作する必要があった。一通りの設計を終えて幾つかのメーカーに見積もりを依頼したところ、その製作費用は最低でも600万円程度であり、とても科学研究費補助金の中で賄いきれるものではなかった。そこで工作センターの京藤助教授、長田講師、及び内田技術専門官から助言を戴きながらチャンバー本体、試料駆動機構の組立図とすべての部品図を約2ヶ月かけて書き上げて、工作センターにおいて製作して戴いた。以下、その真空チャンバーの概要を記す。

2. 試料照射チャンバーに対する要求仕様

加速器から得られる高エネルギー・イオンビームを利用する場合、特に陽子のような軽いイオンならば、イオンビームを薄い窓を通して大気中に取り出して大気中の試料に照射することも可能である。しかしながら本報告に記した真空チャンバーは、地球科学研究において鉱物中で数10ミクロンの微小領域に存在する水素の定量分析に使用すること目的としており、イオンビームのサイズもそれに応じて数10ミクロンにしなければならない。イオンビームは薄い物質層を通過するとき、イオンが物質中で多重散乱を起こして横方向に広がる。したがって大気中へのビーム取り出しは、数10ミクロンのビームサイズを実現するためには非常に不利と言わなければならない。そこで試料を真空中に入れて、それにイオンビームを照射するために真空チャンバーが必要になる。この真空チャンバーに対する要求や制限は、表-1に他の地球科学研究における要求仕様も合わせてまとめた。

項目1は30ミクロンのビームサイズを実現するために、試料の直前に置くビーム収束用4重極電磁石の出口から試料表面までの距離を極力短くしなければならないことから、真空チャンバーのビーム

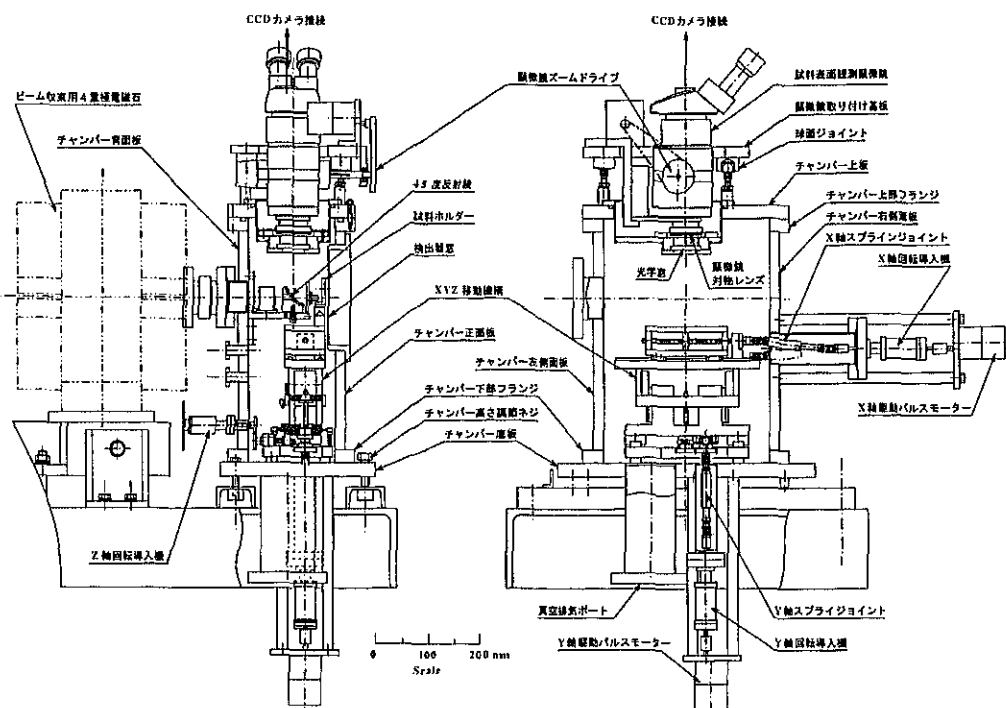
表-1 真空チャンパーに対する要求仕様

1	イオンビーム 照射面積	30ミクロン以下	
2	分析可能な深さ	30ミクロン以上	珪酸塩試料
3	深さ方向分解能	10ミクロン以下	
4	検出限界	50wt. H ₂ O ppm以下	
5	定量精度	ppm レベルで±15%以下	
6	試料ホルダーサイズ	28×48mm 長方形スペース 2箇所	岩石薄片試料装着用 ガラス板2枚分
7	ファラデーカップ	1個	ビーム電流測定用
8	蛍光板	1個	ビームスポット観測用
9	標準試料装備		
10	試料観測 光学顕微鏡装備	1ミクロンの物体が識別可能	透過・反射証明付
11	試料移動機構	X, Y, Z 3方向 位置決め精度 ±2ミクロン以下 再現性 ±2ミクロン以下 位置決め速度 可変のこと	コンピュータによる 遠隔制御
12	到達真空度	1.33×10^{-4} Pa以下	

方向の長さを制限する。項目2から5までは真空チャンパーとは直接関係がない。項目6以下で最も設計に苦心したのは11であった。それらについては後に記すとおりである。

3. 全体設計

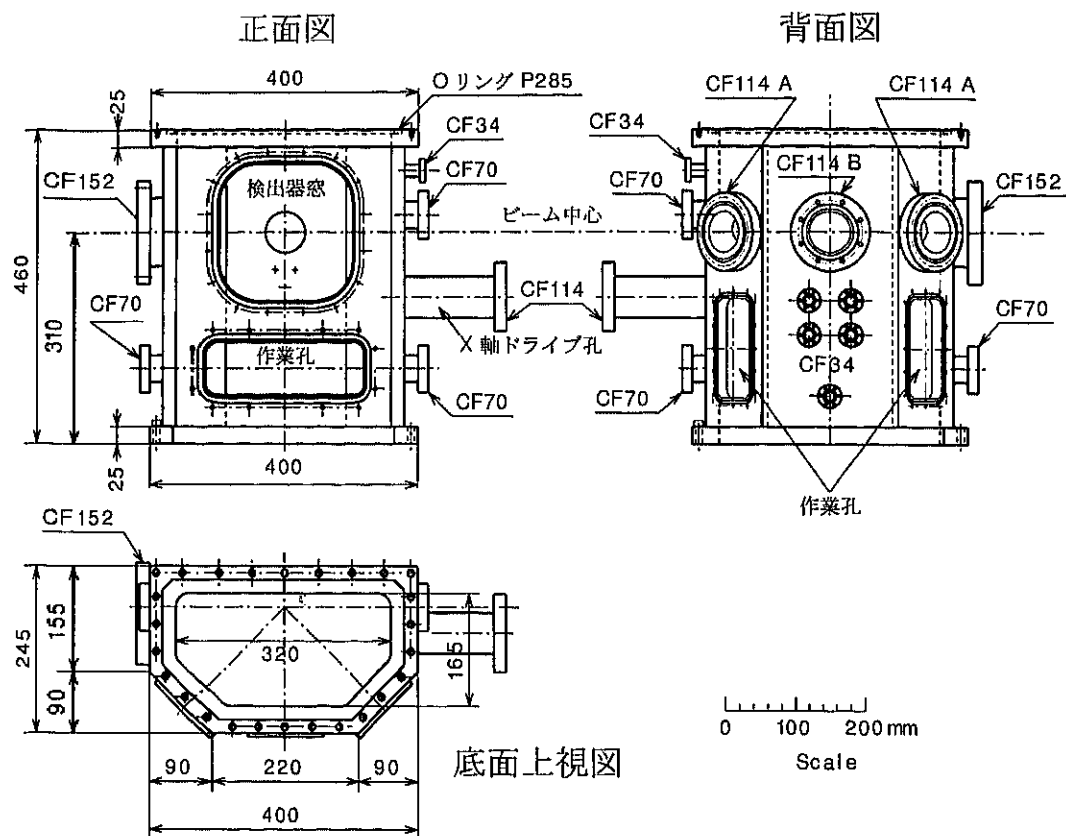
図-1にチャンパー全体の概要を示す。ビーム収束に対するイオン軌道計算の結果、収束用4重極電磁石の磁極から試料ホルダーまでの距離が350mmに制限される。一方、検出限界を高くするために、ガンマ線や陽子検出器は試料ホルダーにできるだけ近くなければならない。この条件を満たすために、図-1の左側に示すようにチャンパーはビームの方向に薄いものとなる。横幅については2枚の28×48mmガラス板をどのように配置するかについては幾つかの選択肢があり、それによってビームと直角な面内の移動距離が異なるから、横幅もそれに依拠して決まってくる。2枚のガラス板をどのように配置してもあまり大きな差が無いので、既存の試料ホルダーに合わせて48mmの長手方向2枚並べることとした。その結果、試料ホルダーの長さは約120mm程度になり、試料ホルダーのどの位置にもビームが照射できるようにすると、移動距離±60mmが必要になる。したがってチャンパーの横方向の寸法は300mm程度になる。チャンパー内で下の方に試料移動機構を組み込み、ビームが通過するライン上には顕微鏡で試料表面を観察するときに必要な45度反射鏡や電子サプレッサー等を取り付け、チャンパー上部には光学顕微鏡を取り付けてある。到達真空度に対する仕様を満たすためと、実際の使用にあたって真空の排気時間を短縮するために、真空排気はチャンパー底板から内径96mmの直管を通じてストレートに接続されたターボ分子ポンプによって行われる。後の記述に対して水平方向にX軸、上下方向にY軸、ビーム方向にZ軸を取る。



図－1 「水素分析真空チャンパーの組立て概念図」

4. チャンパー本体

前節に記した概念設計に基づいてチャンパー本体を設計した。材質にSUS304を選び、板を溶接する設計とした。図－2にその概要を示す。正面図においてイオンビームは紙面裏側から表側に向かって通過する。ビーム出口側板にはガンマ線または陽子検出器を挿入するために200×200mmの窓が開けてある。また下の方に移動機構をチャンパー内部に組立てる際に必要な作業孔（236×78mm）を開けた。これらの窓はそれぞれJIS-G230及びJISG200番Oリングで真空を保つ。背面図はイオンビーム入射側から見た図である。CF114Bがビーム導入孔フランジで、その下の方に複数のビーム電流読み出しと、試料ホルダーのZ軸方向移動用回転導入機を取り付けるCF34フランジを設けた。ビーム入射側はビームに対して後方135度に検出器を挿入するか、その必要が無いときには覗き窓（CF114Aフランジ）を付けるため45度に切り落とした構造になっている。この二つの45度側面板にも146×66mmの作業孔を設け、JIS-G135番Oリングで真空を保つようにした。ビーム進行方向に対して直角方向の一面に、試料ホルダーをX軸方向に移動させるための回転導入機とスプラインジョイントを取り付けるため、CF114フランジ付きポートを設けた。この他、真空ゲージ、移動機構のリミットスイッチからのリード線用マルチピン・コネクタ、並びに真空荒引き用のポートとしてCF70フランジをとりつけた。また、試料ホルダーやファラデーカップの電子サプレッサーのためのCF34フランジと、近い将来、チャンパー本体の真空を破らずに試料交換を行うことを考えて、CF152フランジにレーストラック型断面を持つ管を付けたポートも設置した。



図－２ 「水素分析真空チャンバー本体の概念図」

主として底面上視図から分かるように、このチャンバーの形はかなり複雑である。最大の懸念は溶接に伴う歪みと、チャンバーを真空にしたときの歪みであった。しかしながら、このチャンバーの使用目的が照射試料を真空内に設置することであり、機能として重要なことは試料の中で分析を目的とする微小部分とイオンビームが正確に一致するように制御し得ることであるから、チャンバーの外形が僅かに歪んでも大きな障害にはならない。したがって設計にあたって溶接後に面の要所を機械的に再加工する必要は無いものと判断した。板の厚さは側板がすべて20mm、上板と底板は25mmであるが、この厚さは単に経験から判断して決めた。溶接後の歪みが一番大きかったのは図－１の正面図において検出器窓のある板であり、検出器窓のＯリング溝の附近が左右の両端よりも約1mm程度内側に凹んでいた。しかし右と左の凹み方が殆ど同じであり、Ｏリングの当たり面附近では面の不均一性が小さく、この歪みは殆ど問題にはならなかった。また、溝の深さを標準よりも0.1mm浅く設計したので、検出器窓における真空漏れの問題は起こらなかった。この他の側板並びに上板と底板の歪みは殆ど見られなかった。

５．試料ホルダー

表－１の要求仕様の内、項目６から９までは試料ホルダーに課せられたものである。図－３に試料

ホルダーを示す。地球科学研究において薄片にした岩石や鉱物試料は、通常、厚さ1mmで28×48mmのガラス板に貼り付ける。このガラス板は横から溝に沿って中央の平行ピンに当たるまで差し込み、ガラス板の端を燐青銅の板バネで押さえる構造にした。できるだけガラス板の広い範囲が使えるように、ホルダーの打ち抜き窓は22×46mmとなっている。中央部にはビーム調整時に用いるファラデーカップと蛍光板及び標準試料を取り付けた。岩石や鉱物試料は一般に厚いのでビームが試料中で止まることが多い。試料ホルダーはL字型金具であり、この部分は窒化ホウ素の板を用いてチャンバーから電氣的に絶縁し、試料に入射したイオンビームを電流として測定できるようにした。

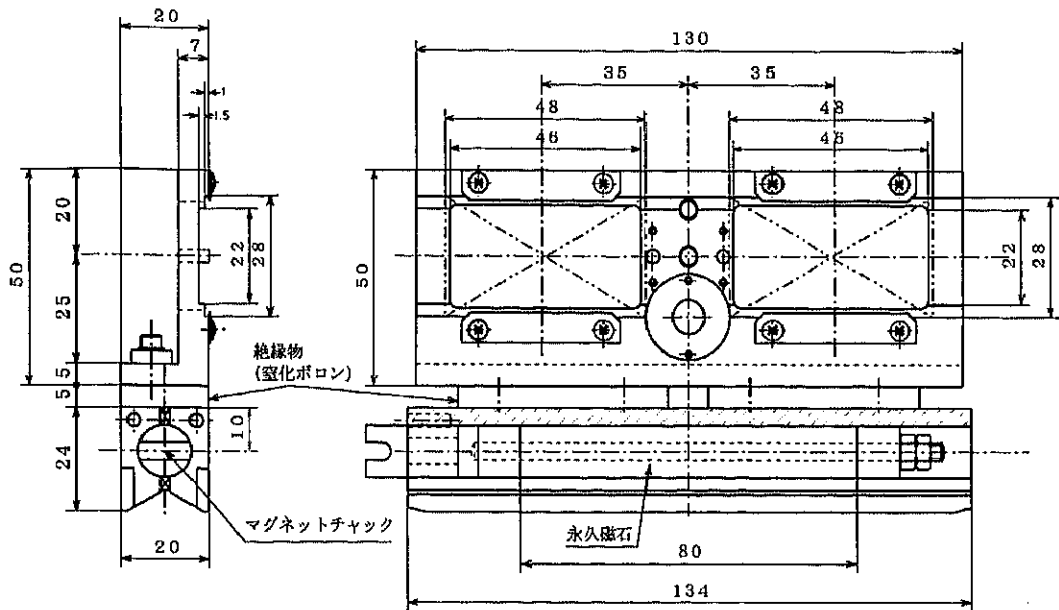


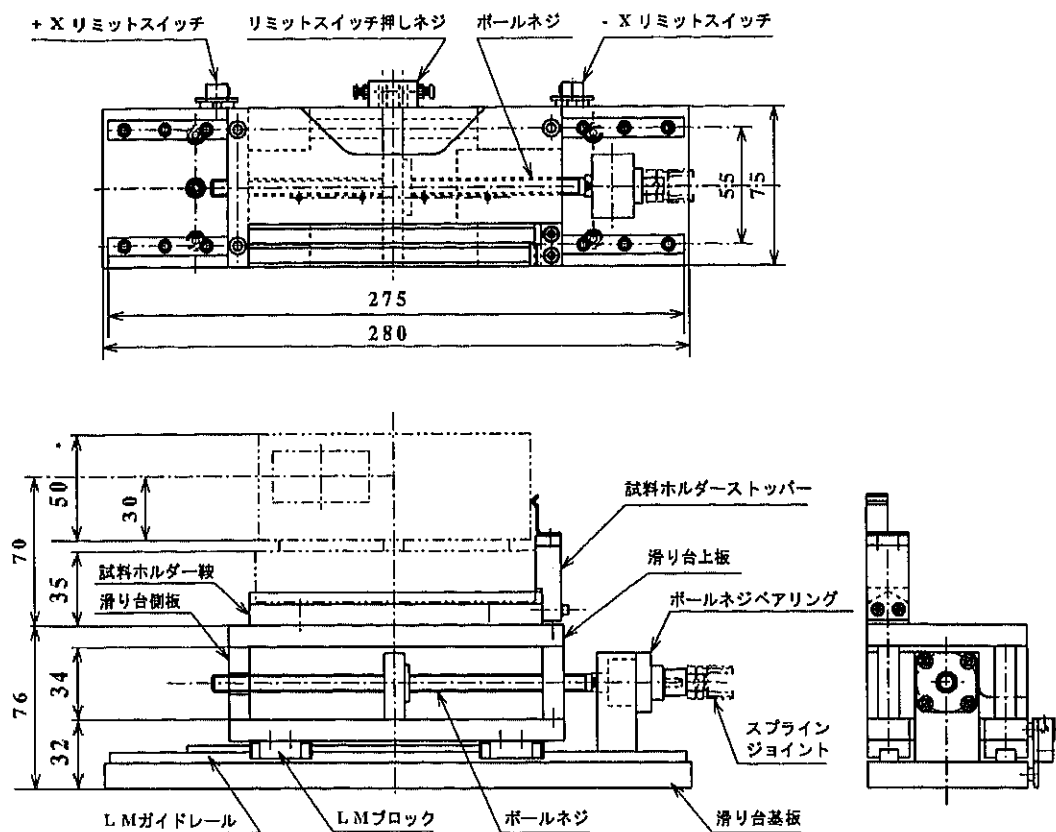
図-3 「試料ホルダー」

試料ホルダーはしばしば試料の交換のためにチャンバーからはずしたり取り付けたりしなければならない。この脱着を容易にし、かつ取り付けの再現性を確保する方法として、旋盤のベッドにある山型ガイドを参考にして120度の山型の背に鞍を載せる構造にした。この山型構造は工作センターの内田豊春技術専門官の示唆によるものである。固定と解除にはマグネットチャックを用いた。現在までの使用経験によれば、この構造は非常に満足の行くもので、脱着が容易でかつ取り付けの再現性も十分に良い。

6. X軸移動機構

図-4にX軸移動機構を示す。他のY軸もZ軸も同様であるが、構造をできる限り単純化し、動力の伝達には歯車等の使用を最小限に抑さえ、パルスモーターの回転ができるだけ少ない誤差で伝達されることを念頭に置いた。全体は厚さ12mmのSUS304基板上に載せ、ガイドにはTHK社製のLMガイドを2本レール状に並べて取り付けて、その上を試料ホルダー付滑り台が動くようになっている。LMガイドの当たり面は研削仕上げとした。滑り台の駆動にはやはりTHK社製の精密ボールねじを採用した。また基板全体がY軸及びZ軸方向に動くので、チャンバーの外から回転導入機によって導入される回転

をボールねじに伝達する際、長さが変化するジョイントでなければならない（図－1 参照）。これには協和工業株式会社製の中間スプライン軸付きユニバーサルジョイントを用いた。これらの購入部品の仕様は概略以下のとおりである。



図－4 「X軸移動機構」

(1) 精密ボールねじ（ナット付き）

THK Model BNK-0801-3G0-225L-C3-YM

ねじ呼び径=8mm, 公称リード=1mm, ねじ部長さ=225mm

累積リード誤差=0.7ミクロン（メーカー実測値）

(2) LMガイド及びLMブロック

THK model RSH-9KM

レール幅=9mm, レール厚み=5.5mm, ブロック幅=20mm, ブロック長=31mm

(3) ボールねじベアリング

THK FK-6

(4) ユニバーサルジョイント

協和工業株式会社, SP-08-00A,

軸径=8mm, 伸縮=30mm, スプライン=インボリュート $m=0.75, z=11$

Y軸もZ軸も移動距離が短いので、ガイドにはTHK社のクロスローラーテーブルを採用した。モデル番号はVRU-2065で幅40mm、厚み21mm、長さ65mmであり、最大ストロークは40mmである。カタログ性能では厚み方向の移動のずれが2ミクロン、幅方向の移動のずれが5ミクロンとなっているが、実際に使ってみると、ずれはそれより遥かに小さく、表-1の要求仕様±2ミクロン以内を充分満足することができた。図-5に示すとおり、まず厚さ20mmのアルミ合金でZ軸移動基板を作り、これに2個のクロスローラーテーブルを設置した。その上にY軸移動機構基板を載せ、一辺38mmの正方形断面を持つ支柱を2本立てて、その側面にクロスローラーテーブルを取り付けた。その外側に板を取り付けてX軸移動機構の基板を下から支える構造になっている。移動の送りねじには、長さは異なるがその他はX軸方向と同じ仕様の精密ボールねじを用いた。ボールねじとクロスローラーテーブルの真空を考慮した仕上げはX軸移動機構と同じである。X軸方向の移動はパルスモーターの回転を直接ボールねじに伝達する構造を採ることができたが、Y軸は駆動用ボールねじをX軸移動機構の中心に置くことと、チャンバー下部において真空排気管との場所の取り合いを両立させることができず、40mmほど隔てなければならなかった。このため歯車を介してパルスモーターの回転をボールねじに伝達した。歯車は協育歯車の3個のコイルバネを用いたバックラッシュレスタイプで、材質はステンレスである。これはピッチ円直径40mm、歯数80、モジュール0.5、圧力角20度の並歯である。カタログ標準品の表面はカジリ防止のためテフロン系の表面コーティングが施してあるが、このコーティングを剥すことはせず、単に表面をアセトンで軽く洗って組み込んだ。

Z軸方向の送りねじはチャンバー下部でピーム方向に設置されている。したがってこれにパルスモ

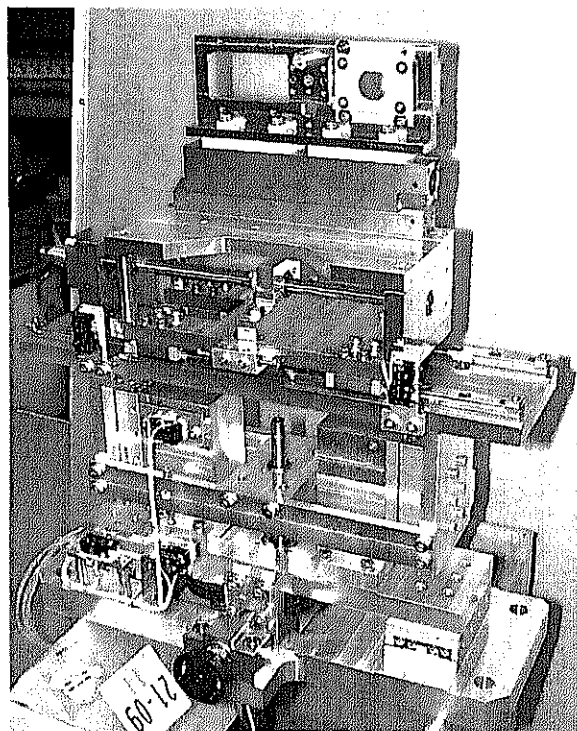


写真-1 「X, Y, Z 移動機構」

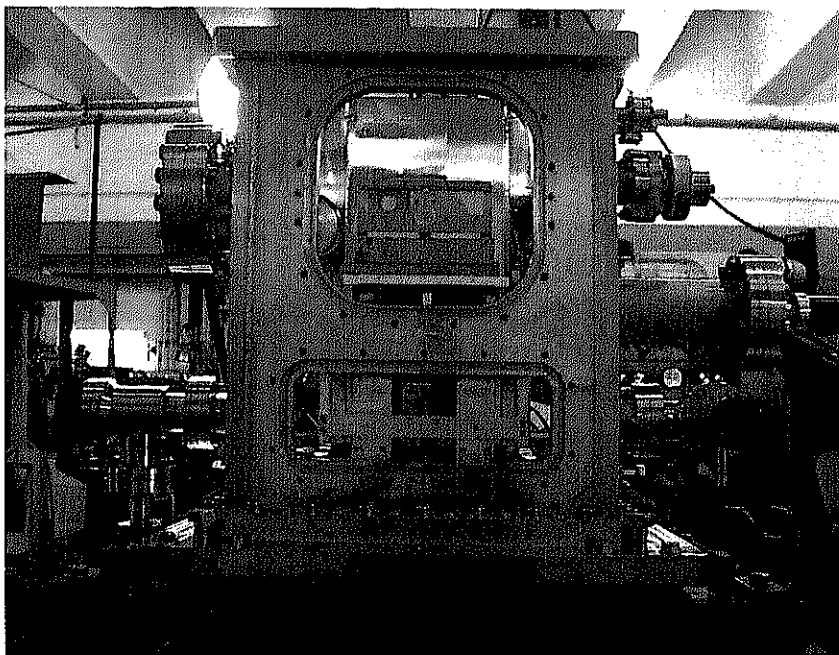


写真-2 「移動機構を組み込んでビームラインに据付けられたチャンパー本体」

ーターの回転を直接伝達しようとする、図-1において4重極電磁石の方へモーターを取り付けなければならない。しかしこちら側はビームサイズを30ミクロン以下するためのビーム光学上の制限から殆どスペースが無い。一方、Z軸方向移動は、予め設定された位置への移動ではなく、光学顕微鏡で試料を観察しながら像が最も鮮明になる位置へ動かせばよい。そこでZ軸移動はタイミングベルトを用いてチャンパーの下に設置したパルスモーターからボールネジに回転を伝える構造にした。写真-1に組み立てを終了し、チャンパー内に設置する前の移動機構を示す。また、写真-2にビームラインに据付けたチャンパー本体へ移動機構組み込んだ時点における状況を示す。

8. 総合性能

このチャンパーの重要な性能は、真空に対する性能と、試料ホルダー移動機構の精度と再現性である。真空については1気圧からロータリーポンプで排気を開始し、同時にターボ分子ポンプを起動すると約1時間で 6×10^{-3} Paに達し、この真空チャンパーがビームラインの終端に設置されていることから、イオンビーム照射が可能になる。物質科学における表面現象の研究と違って岩石・鉱物試料では表面よりも試料内部を問題にするので、上の真空度は實際上充分良い真空度と言える。72時間程度排気すると 1.3×10^{-4} Paに達する。この排気時間の長さは移動機構の部品取り付け部分にすべてガス抜き隙間を用意したとはいえ、複雑な構造における多くの微小な隙間に挟まれた空気が容易に抜けないことが原因であると考えられる。近い将来、試料交換予備室を取り付けてチャンパーを大気圧にせず試料交換をすれば、 10^{-4} Pa以下の真空度でビーム照射ができる。試料ホルダーの移動に対する精度は、試料ホルダーに顕微鏡倍率校正用スケールを取り付けて測定した結果、100mmまでの移動にお

いて、位置決め及び再現性のいずれも ± 2 ミクロンを実現することができた。これらの性能は表-1の要求使用を概ね満足するものである

9. 結 語

筑波大学工作センターにおいて、特殊な用途と複雑な真空内移動機構を備えた真空チャンバーが製作された。このチャンバーは、加速器センターのタンデム加速器から得られる高エネルギーイオンビームを照射領域30ミクロン程度に絞ったマイクロビームを生成し、これを用いて地球科学上の緊急課題とされている岩石・鉱物中の水素濃度を測定する専用装置の一部である。真空排気時間、到達真空度、真空内試料の移動に対する精度と再現性等において、概ね要求仕様を満足しており、現在、宮城県・蔵王町付近で採取した火山灰中の流体包有物の水素分析が始まっている。このチャンバーは今後の研究において、太平洋プレートの沈み込みのメカニズムなど、地球内部のダイナミックス解明に大いに寄与することが期待される。

10. 謝 辞

チャンバーの設計段階で、工作センターの京藤康正助教授、長田秀治講師、並びに内田豊春技術専門官に多くの助言を戴いた。また実際の製作に当たっては精密なフライス加工が多かったが、この仕事は吉住昭二、中村三郎、両技術専門職員によって丁寧な遂行された。本体の溶接とリークテストは内田豊春技術専門官によってなされた。この他、工作センターにおける殆どすべての職員の方々にお骨折りを戴いた。ここに深く感謝の意を表する次第である。