

極高真空用材料評価のためのガス放出速度測定(その1)

Outgassing rate measurement for testing the materials for extreme high vacuum uses (Part 1)

後藤克巳*・藤田大介*・本間禎一*
Katsumi GOTO, Daisuke FUJITA and Teiichi HOMMA

1. はじめに

近年、極高真空領域(1×10^{-14} mbar以下)の半導体産業や物性研究への需要は著しく、この圧力領域を比較的容易に到達させる技術開発(特に材料開発)が行われている。

到達真空度 P_{∞} を決める要因は

- 1) ポンプの排気速度 S (ℓ/s)
- 2) 系内からのガス放出速度 Q ($mbar \cdot \ell/s$)

であり次式の関係で表される。

$$P_{\infty} = Q/S \quad (1)$$

S を桁違いに大きくすることは困難であるため Q を低減させることが重要な問題となる。

Q の値は①素材 ②素材の加工法 ③表面皮膜 ④表面の平滑化等によって大きく変わるものと思われる。したがって、材料開発のためにはガス放出速度 Q を定量的に評価することが必要である。本研究は、さまざまな表面処理をした試料のガス放出特性を測定することにより、極高真空用低ガス放出材料の開発を行うことを目的とする。本研究では、オリフィス法によるガス放出速度測定装置の試作を行った。今回は、②~④の表面処理のうちで表面の平滑化の効果について検討した。「バフ研磨処理」「電解複合研磨処理」の2種類を選び、それぞれのas recにおけるガス放出速度の測定を行った。

2. 実験概要

2-1 実験装置

本研究ではスループットの原理を用いたガス放出速度測定装置を製作した。この装置の概略図を図1に示す。本装置の排気系は主排気用が液体窒素トラップ(VG CCT100)つきの油拡散ポンプ(エドワーズEO4)で排気速度は232 ℓ/s である。また、補助排気用として液体窒素シュラウドつきのチタンサブリーメーションポンプをもっており到達真空度は 1×10^{-14} mbarである。

*東京大学生産技術研究所 第1部

排気速度(7.6 ℓ/s :20°C air)一定の $\phi=10$ mm $t=2$ mmオリフィスで隔てられた2つのエクストラクターゲージ(ライボルト社:IM-520)で真空度を測定する。これらはGP-IBによりコンピュータ制御され、試料のガス放出速度の評価を行うことができる。

またこの装置の大きな特徴は、

- (1) 実際の真空容器を試料とするため使用状態に合わせてガス放出速度測定が可能
- (2) 試料取付部にオールメタルゲートバルブを用いているため試料交換、大気暴露の際にOリングやその溝への気体の吸着やため込みがない
- (3) 装置全体をオープンで覆い最高250°Cでベーキングが可能

と、いう点である。

さらに四重極子型マスフィルターを取り付け分圧の測定も行う予定である。

試料を取りつけた装置図を図2に示す。手前の長いパイプが試料でありゲートバルブより奥が測定装置本体になっている。

2-2 試料

試料は実際の真空容器そのものとする。今回測定を行った2つのチャンバーは、形状は同じで、SUS304製、ICF203フランジ付きの外径152mm、内径146mm長さ

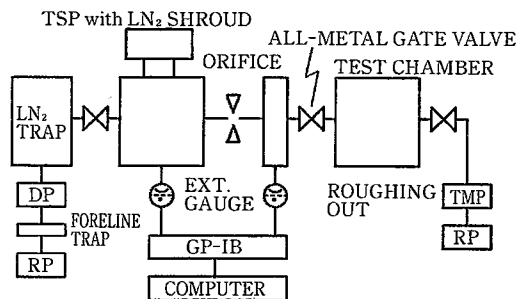


図1 装置の概略図

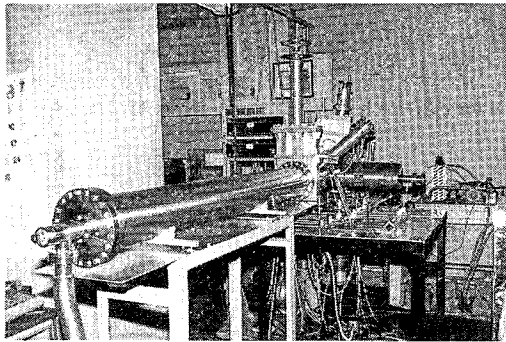


図2 ガス放出速度測定装置

1500mmのもので内表面積 $6.9 \times 10^3 \text{cm}^2$ 容積25.1ℓである。表面処理にあつては以下のそれぞれである。

- A. 機械研磨(バフ研磨#400)によるもので研磨面は、 $1 \sim 5 \mu\text{mR}_{\text{max}}$ とし、中性洗剤による脱脂後アセトンにてふきとり洗浄したもの
- B. 電解複合研磨により $0.1 \mu\text{mR}_{\text{max}}$ の超鏡面仕上げとし中性洗剤による脱脂後アセトンにてふきとり洗浄したもの

2-3 実験方法

装置本体をベーキング後で、 10^{-11}mbar 台の真空を保った状態で試料を取り付けた。ターボ分子ポンプで試料を45分間程度荒引きし 10^{-5}mbar 台とした後オールメタルゲートバルブを開きガス放出速度測定を開始する。測定は試料Aで250時間、試料Bでは400時間にわたり行った。なお測定中は室温を $23 \sim 24^\circ\text{C}$ に保つようにした。

3. 実験結果

図3はそれぞれの試料の場合のエクストラクターゲージによって測定された圧力変化である。 P_1 はオリフィスより装置本体側の圧力、 P_2 は試料側の圧力であり、 P_2 は複合電解研磨の試料のほうがバフ研磨のものより常になくなっている。

これら試料の真空性能を評価するための単位面積当たりのガス放出率 q ($\text{mbar} \cdot \ell / \text{s} \cdot \text{cm}^2$)は、ポンプ側の圧力 P_1 (mbar)、試料側の圧力 P_2 (mbar)、オリフィスの排気速度を S (ℓ / s)、容器の内表面積を A (cm^2)とすると、

$$q = (S/A) (P_2 - P_1) \quad (2)$$

と、与えられる。

図4はこうして求めた試料のガス放出率である。なお、試料側のチャンパー取付部からの放出ガスは無視した。図からわかるように排気開始後、試料Aでは $5.3 \times 10^4 \text{s}$ (約15h) で $q = 10^{-10}$ ($\text{mbar} \cdot \ell / \text{s} \cdot \text{cm}^2$) 台に入っている

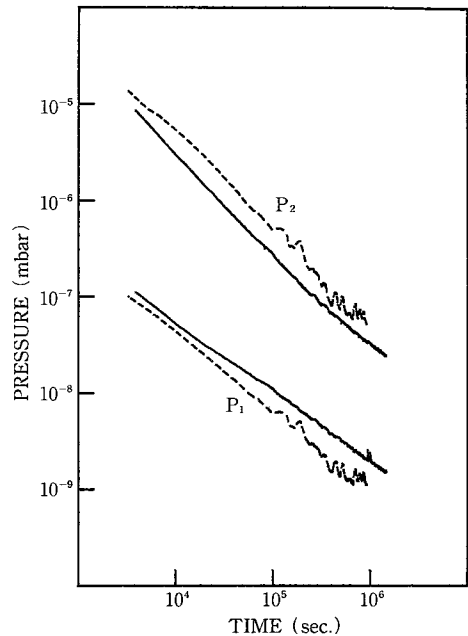


図3 排気開始後の圧力変化
 試料A ——— 試料B
 P_1 :ポンプ側の圧力
 P_2 :試料側の圧力

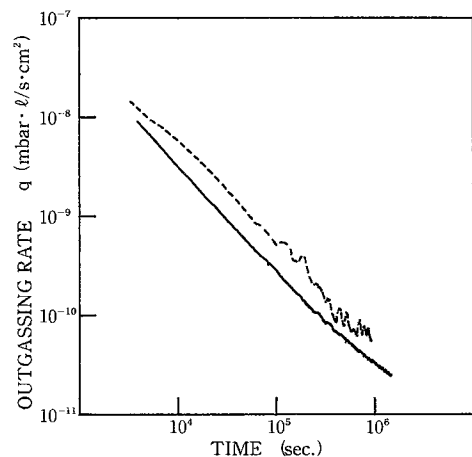


図4 ガス放出率qの変化
 試料A ——— 試料B

るが試料Bは $3.0 \times 10^4 \text{s}$ (約8.5h) で $q = 10^{-10}$ 台に入った。また $q = 10^{-11}$ 台に入ったのはAで $5.0 \times 10^5 \text{s}$ (約140h)、試料Bでは $2.6 \times 10^5 \text{s}$ (約72h)であり、これらの圧力領域までの到達時間はBがAの半分程度となった。このように電解複合研磨(表面の超鏡面仕上げ)による表

研究速報
面の平滑化は放出ガスの低減効果があることが示された。

q の時間依存性についてみると排気開始後 3×10^5 s 前後において、どちらの試料の場合も傾きが変化している。q の時間依存性を近似すると、

$$\sim 2 \times 10^5 \text{ s} \begin{cases} A : q = 2.75 \times 10^{-4} t^{-1.15} & (3) \\ B : q = 6.26 \times 10^{-4} t^{-1.07} & (4) \end{cases}$$

$$3 \times 10^5 \text{ s} \sim \begin{cases} A : q = 5.26 \times 10^{-8} t^{-0.51} & (5) \\ B : q = 5.06 \times 10^{-7} t^{-0.70} & (6) \end{cases}$$

となる。

t の次数が A で $-1.15 \rightarrow -0.51$, B では $-1.07 \rightarrow -0.70$ へ変化しているのは、ガス放出の律速の要因が、表面の吸着ガスの脱離によるものから、拡散によるものへ変化したためと考えられる²⁾。

4. ま と め

スルーブット法ガス放出速度測定は定量的に極高真空

用材料の評価に有効であり、as rec.での比較ではバフ研磨処理より電解複合研磨処理をしたチャンバーのほうが、低ガス放出材料であることがわかった。今後ベーキング後のガス放出速度および薄膜被覆による低減効果を調べる予定である。

本研究の一部は文部省科学研究費補助金の援助によりおこなわれた。ここに感謝の意を表します。

(1989年11月27日受理)

参 考 文 献

- 1) 後藤・藤田・本間：日本金属学会秋期大会一般講演概要，p441 (1989)
- 2) ジョン・F・オハンロン：真空技術マニュアルp118，産業図書 (1983)

