

Thu. Nov 4, 2021

Room E

Vacuum Science Technology(VST)

[2Ep01-04] VST

Chair:Hajime Yoshida(AIST)

1:30 PM - 2:30 PM Room E (Naoshima)

[2Ep01] Evaluation of the vacuum firing effect by the buildup test

*junichiro kamiya¹, Kazuhiro Takano¹, Kaoru Wada²

(1. Japan Atomic Energy Agency, 2. Tokyo

Electronics Co.,Ltd.)

1:30 PM - 1:45 PM

[2Ep02] Characterization of small vacuum process vessels made of 0.2% Be-Cu material

*Takao Nakamura¹, Masahide Kuroiwa², Shinsuke

Kishikawa², Shuichi Hemmi², Ryuichiro Kamei³ (1.

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, 2. Tokyo Electronics, CO. LTD, 3. Seinan

Industry. LTD)

1:45 PM - 2:00 PM

[2Ep03] Surface analysis of surface finished aluminum alloys with low outgassing property

naoki ogawa^{2,1}, *hiroki kurisu², setsuo yamamoto²

(1. RORZE Corporation, 2. Graduate School Science and Technology for Innovation Yamaguchi

University)

2:00 PM - 2:15 PM

[2Ep04S] Characterization of Zr and Ti NEG films deposited by UHV sputtering

*Ryosuke Tsuchida¹, Md. Suruz Mian¹, Takeo

Nakano¹, Takashi Kikuchi², Kazuhiko Mase^{2,3} (1.

Graduate School of Science and Technology, Seikei University, 2. KEK, 3. SOKENDAI)

2:15 PM - 2:30 PM

Vacuum Science Technology(VST)

[2Ep01-04] VST

Chair:Hajime Yoshida(AIST)

Thu. Nov 4, 2021 1:30 PM - 2:30 PM Room E (Naoshima)

- [2Ep01] Evaluation of the vacuum firing effect by the buildup test
*Junichiro kamiya¹, Kazuhiro Takano¹, Kaoru Wada² (1. Japan Atomic Energy Agency, 2. Tokyo Electronics Co.,Ltd.)
1:30 PM - 1:45 PM
- [2Ep02] Characterization of small vacuum process vessels made of 0.2% Be-Cu material
*Takao Nakamura¹, Masahide Kuroiwa², Shinsuke Kishikawa², Shuichi Hemmi², Ryuichiro Kamei³ (1. Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, 2. Tokyo Electronics, CO. LTD, 3. Seinan Industry. LTD)
1:45 PM - 2:00 PM
- [2Ep03] Surface analysis of surface finished aluminum alloys with low outgassing property
naoki ogawa^{2,1}, *hiroki kurisu², setsuo yamamoto² (1. RORZE Corporation, 2. Graduate School Science and Technology for Innovation Yamaguchi University)
2:00 PM - 2:15 PM
- [2Ep04S] Characterization of Zr and Ti NEG films deposited by UHV sputtering
*Ryosuke Tsuchida¹, Md. Suruz Mian¹, Takeo Nakano¹, Takashi Kikuchi², Kazuhiko Mase^{2,3} (1. Graduate School of Science and Technology, Seikei University, 2. KEK, 3. SOKENDAI)
2:15 PM - 2:30 PM

Annual Meeting of the Japan Society of Vacuum and Surface Science 2021

ビルドアップによる Vacuum firing の効果の検証

○神谷 潤一郎¹, 高野 一弘¹, 和田 薫²¹ 日本原子力研究開発機構, ² 東京電子株式会社

1. はじめに

真空容器の圧力は、真空排気時間 t の逆数 t^{-1} に比例して減少していく表面気体分子の脱離が十分に小さくなった後は、 $t^{1/2}$ に比例して減少する材料内部の気体分子成分の表面への拡散、放出が支配的になるといわれている。後者の真空材料内部からの放出ガスを低減するための手法として vacuum firing とよばれる高真空下での高温熱処理がある。Vacuum firing の条件は欧州原子核研究機構(CERN)ではステンレス鋼に対して 900°C で 2 時間、大強度陽子加速器施設(J-PARC)ではチタン材に対して 850°C で 10 時間、等である。これらの条件は、バルク中の水素濃度の低減量、拡散距離、機械強度、ステンレスの場合は鋭敏化の影響などを考慮して総合的に決められている。Vacuum firing により材料の水素濃度や昇温脱離測定時の放出ガスが低減されることは、vacuum firing をしていない材料との比較から示されている[1,2]。放出ガス速度については vacuum firing したステンレス鋼の単位面積当たりの放出ガス速度はベーキング後に $10^{-11} \sim 10^{-10} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1} \text{ m}^{-2}$ 台と非常に低いという報告はあるものの、vacuum firing をせずに通常のベーキングのみをした場合と比較して明らかに低いという報告は見当たらない。今回 vacuum firing 実施、未実施の真空容器について、ビルドアップ試験により放出ガス特性に有意な差がでることがわかったので報告する。

2. ビルドアップ試験

試験対象には事前に 850°C で 10 時間 vacuum firing した真空容器と vacuum firing していない真空容器を用いた。図 1 にビルドアップ試験装置を示す。真空容器はメタルアングルバルブ(MV)を介してターボ分子ポンプで排気する。真空容器を 200°C から 400°C の各温度でベーキングして室温に戻った後、MV を閉にしてビルドアップを行う。真空容器材料がステンレス鋼 SUS316L の場合の代表的な結果を図 2 に示す。同じベーキング温度であってもビルドアップした際の圧力上昇が vacuum firing 実施の真空容器では大きく低減できているのがわかる。講演では質量分析の結果、チタ

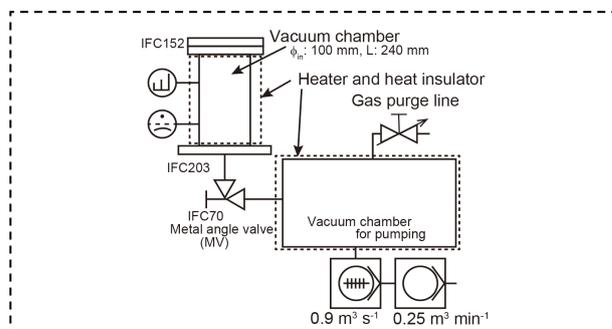


Fig. 1. Experimenta setup for the buildup test of the vacuum chamber with and without vacuum firing.

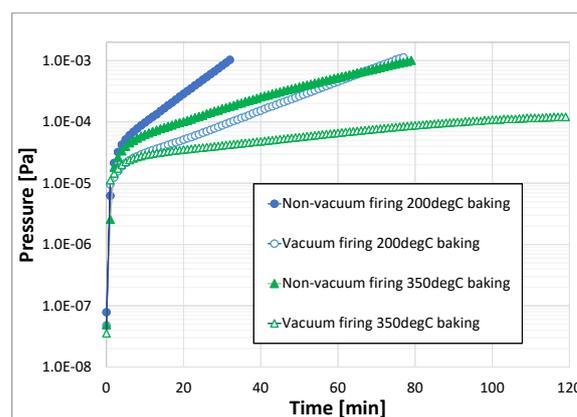


Fig. 1. Pressure during the buildup test for the vacuum chamber without and with vacuum firing. Experimenta setup for the buildup test of the vacuum chamber.

ン製真空容器の結果も報告する。さらに表面分析結果と合わせて、vacuum firing の効果を議論する予定である。

References

- 1) S. R. Serej and R. A. Outlaw, Thermal desorption of CO and H₂ from degassed 304 and 347 stainless steel, J. Vac. Sci. Technol. A12, 2814(1994).
- 2) Ogiwara *et al.*, Reduction of hydrogen content in pure Ti, J. of Phys.: Conf. Ser. 100, 092024(2008).

*E-mail: junichiro.kamiya@j-parc.jp

0.2%Be-Cu 材料で作製した小型真空プロセス容器の特性評価

○中村 孝夫¹, 黒岩 雅英², 岸川 信介², 辺見 修一², 亀井 龍一郎³

¹ 東京大学 生産技術研究所, ² 東京電子(株), ³ 誠南工業(株)

Characterization of small vacuum process vessels made of 0.2% Be-Cu material

○Takao Nakamura¹, Masahide Kuroiwa², Shinsuke Kishikawa², Shuichi Hemmi² and Ryuichiro Kamei³

¹ Institute of Industrial Science University of Tokyo, ² Tokyo Electronics, CO. LTD, ³ Seinan Industry. LTD.

1. はじめに

0.2%Be-Cu 材料 (以下 BeCu) は、SUS 対比で 13 倍の高熱伝導、1/7 以下の低熱輻射、低脱ガスという優れた特性があり超高真空システムにおける真空計などに適用されている¹⁻²⁾。また近年半導体多品種少量生産スキームとして産業技術総合研究所が主導して 1/2" ウエハを用いたミニマルファブシステムの実用化が加速している³⁾。ミニマルファブシステムでは小型真空容器を使用することになるが、ウエハ表面積と真空容器の表面積の比率が大型装置に比較して増大し、より真空容器表面品質がプロセスへの影響が必然的に大きくなる (約 30 倍)。今回 SUS 材料で作製されてきたミニマル装置の真空プロセス容器と同等の真空容器を BeCu で作製し、そのプロセス容器として要求される特性比較を行った。

2. 実験方法

比較対象とした SUS 真空容器はミニマル装置で実際に使用されている内部表面積 1382cm² (14x14cm x 6 面に各種フランジ付き、Oリングシール/Cu ガasket 併用、冷却機能付き)である。BeCu 真空容器では、すべてを BeCu で作製するのは実用上に難しく BeCu 容器に SUS 製の各種フランジを取り付けたものを作製した。BeCu と SUS の表面積はそれぞれ 860.5cm²、523.5cm² で SUS の比率は 38%とした。なおこの比率を変更した実験も行った。真空プロセス容器に使用する特性評価としては、1) ベーキングによる到達真空度とガス分圧、2) ゲートバルブ開閉による圧力上昇時間評価、3) 冷却水による真空容器の冷却効率、4) 容器内部に設置したフィラメントに電流を印加した場合の真空容器温度と真空品質、などである。なお排気系はターボポンプ/スクロールポンプ、ガス分析は QMS にて行った。

3. 実験結果と考察

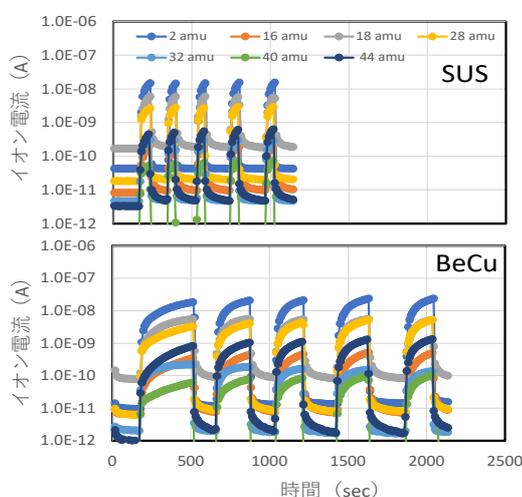


Fig.1. ゲートバルブ開閉による分圧変化

1) ベーキングによる到達真空度とガス分圧: 120°C/4h ベーキング後の到達真空度は SUS: 4.4E-5Pa、BeCu: 2.0E-5Pa、各ガス種の分圧も BeCu が低くなった。H₂について大きな傾向の違いは認められなかった。
2) ゲートバルブ開閉による圧力上昇: Fig. 1 はベーキング後にゲートバルブを 5 回開閉したときの各ガス種のイオン電流変化である (2E-3Pa 到達で開)。SUS 対比 BeCu の上昇時間は 4.1 倍となり脱ガス量が低下している。さらに BeCu 表面積比率を変化させると 11 倍となった。さらに 3)、4) の評価からも SUS 対比で BeCu の小型真空プロセス容器としての優位性が確認された。

文 献

- 1) 渡辺文夫: J. Vac. Soc. Jpn, **56**, 230 (2013).
- 2) <https://toel.co.jp> (最終アクセス 2021 年 7 月 30 日).
- 3) 原史郎他: 電子情報通信学会誌, **96**, 649 (2013).

*E-mail: nakamtko@iis.u-tokyo.ac.jp

低ガス放出な表面処理したアルミニウム合金の表面分析

○小川 直樹^{1,2*}, 栗巢 普揮¹, 山本 節夫¹¹ 山口大学院創成科学研究科, ² ローゼ株式会社

Surface analysis of surface finished aluminum alloys with low outgassing property

○Naoki Ogawa^{1,2*}, Hiroki Kurisu¹ and Setsuo Yamamoto¹¹Graduate School Science and Technology for Innovation Yamaguchi University, ²Rorze Corporation

1. はじめに

我々は、半導体デバイス製造装置の材料として多用されているアルミニウム合金 (A5052) の低ガス放出となる実用的な表面処理として工程を最適化した機械研削を開発してきた。通常の機械研削 MG, 工程を最適化した機械研削 OMG, さらに化学研磨と組み合わせた MG+CP, OMG+CP, 4 種類の試料のガス放出速度を調べた結果、ベーキング無しでは、 $10^{-7} \sim 10^{-8} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1} \text{ m}^{-2}$ が得られ、 $\text{MG} \gg \text{OMG} \approx \text{MG+CP} \geq \text{OMG+CP}$ の結果が得られた。またベーキング有りでは、全ての試料が $10^{-12} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1} \text{ m}^{-2}$ を示し、 $\text{MG} \gg \text{MG+CP} \approx \text{OMG} \approx \text{OMG+CP}$ の結果が得られた¹⁾。本研究では、OMGおよびCP処理したアルミニウム合金の低ガス放出特性の起源について調査することを目的とし、これら試料の表面形態観察と深さ方向分析を行った。

2. 実験

試料として MG, MG+CP, OMG, OMG+CP 処理したアルミにニウム合金を準備した。原子間力顕微鏡 (AFM) により表面形態および表面粗さを調べた。走査型 X 線光電子分光装置 (XPS) によりアルミにニウム (Al), 酸素 (O), 炭素 (C) の深さ方向プロファイル調べた。

3. 結果と考察

MG 試料の中心線平均粗さ R_a は約 80 nm, MG+CP の R_a は約 30 nm, OMG の R_a は約 3 nm, OMG+CP の R_a は約 7 nm であった。

Fig. 1. に示すように、MG 試料においてアルミニウム (Al) 濃度の上昇および酸素 (O) 濃度の減少が緩やかであった。一方、OMG, MG+CP, OMG+CP のそれらは急峻に変化した。酸素 (O) 濃度が最大値の 1/2 となる深さは MG 試料で 64 nm, OMG, MG+CP, OMG+CP

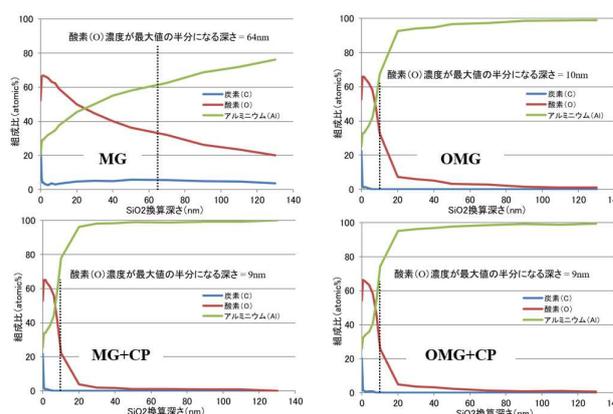


Fig. 1. 走査型 X 光電子分光装置 (XPS) によるアルミニウム合金試料の深さ方向プロファイル

試料では 9~10 nm と推定された。また、MG 試料では深い領域まで炭素 (C) 濃度が数%残留した。一方、OMG, MG+CP, OMG+CP 試料では深さ 10 nm 以上において炭素 (C) 濃度は 0% であった。

以上より、MG 試料の表面は研削の加工変質により粗い表面と欠陥の多い厚い酸化層を持ち、これが高いガス放出特性をもたらすと考えられる。一方、OMG, MG+CP, OMG+CP 試料は、平滑な表面を持ち加工変質していないことから低ガス放出特性を示すと考えられる。

4. 結論

工程を最適化した機械研削および化学研磨処理したアルミニウム合金は平滑な表面であり加工変質していない薄い表面酸化層を有することから低ガス放出特性を持つことがわかった。

文 献

- 1) N. Ogawa, K. Yokoyama, H. Teraoka, T. Ishii, K. Harima, M. Goto and R. Kittaka: J. Vac. Soc. Jpn. **60**, 450 (2017).

*E-mail: ogawa.naoki@rorze.com

超高真空スパッタ法で作製した Zr および Ti 非蒸発型ゲッタ薄膜の評価

○土田 遼介¹, モハメッド シュルズ ミヤ¹, 中野 武雄^{1*}, 菊地 貴司², 間瀬 一彦^{2,3}

¹成蹊大学大学院理工学研究科, ²高エネルギー加速器研究機構, ³総研大

Characterization of Zr and Ti NEG films deposited by UHV sputtering

○Ryosuke Tsuchida¹, Md. Suruz Mian¹, Takeo Nakano^{1*}, Takashi Kikuchi², and Kazuhiko Mase^{2,3}

¹Graduate School of Science and Technology, Seikei University, ²KEK, ³SOKENDAI

1. 緒言

非蒸発型ゲッタ (NEG) は清浄な超高真空 (UHV) 条件下で加熱したあと室温に戻すと、活性な残留ガスを排気する材料である。真空容器の内面に NEG を蒸着する技術 (NEG コーティング) は、ベーキング後に真空容器からの脱ガスを低減するとともに、活性な残留ガスを排気できることから 1997 年ごろより研究されている¹⁾。従来の NEG コーティングでは TiZr, TiZrV など合金のスパッタ膜が利用されていたが、最近 10^{-8} Pa 台の UHV 下で真空蒸着法により Ti 薄膜を作製し、大気リークの前に高純度 N_2 を導入することにより、良好な排気性能が得られることがわかった²⁾。しかし産業応用を考えると、蒸着速度が速く、大量蒸着が可能なスパッタ法の開発が望まれる。そこで今回の研究では、典型的な NEG 材料の一つである Zr あるいは Ti をスパッタ法で製膜し、排気性能を評価したので報告する。

2. 実験方法

Fig. 1 のような、到達圧力が 4×10^{-6} Pa のスパッタ装置に Ar ガス流量 10 sccm を導入して圧力 3.0 Pa とし、ふたつのカソードそれぞれに DC 電源を接続して、30 W で放電を行った。製膜時間は 70 min とし、膜厚 $1 \mu\text{m}$ の Zr 薄膜を得た。基板ホルダは 2 rpm で回転させ、傾斜角が約 13° の鋸歯形状基板へ Zr をスパッタ製膜した。また、Fig. 1 とは別の、 10^{-7} Pa 台まで到達可能なスパッタ装置を用いて Ti をスパッタ製膜した。各基板は UHV 装置で、150~200°C でそれぞれ 12~24 h 加熱し、 H_2 に対する排気速度を測定した。

3. 結果と考察

走査型電子顕微鏡 (SEM) で製膜した Zr 薄膜を観察した結果、柱状構造の断面が観察された。Fig. 2 は大気暴露した Zr を製膜した鋸歯形状基板を、各温度でベー

キングした際の容器内の圧力推移である。ベーキングの際にはタンデム TMP を用いて排気した。ベーキング後に Zr 薄膜の H_2 に対する排気速度を測定したところ、基板サイズの小ささもあり、検出限界以下であった。しかし、ベーキング後の圧力値が 10^{-8} Pa 台であったことから H_2O や CO に対する排気性能が示唆された。

発表では、Ti をスパッタ製膜した NEG 膜の H_2 に対する排気性能についても報告する。

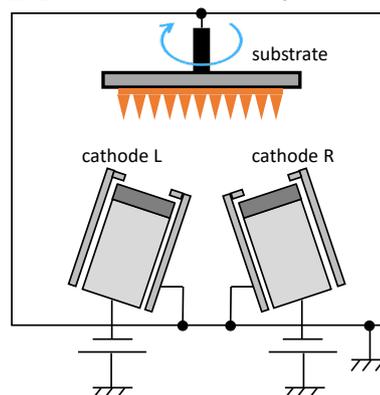


Fig. 1. スパッタ装置概要図

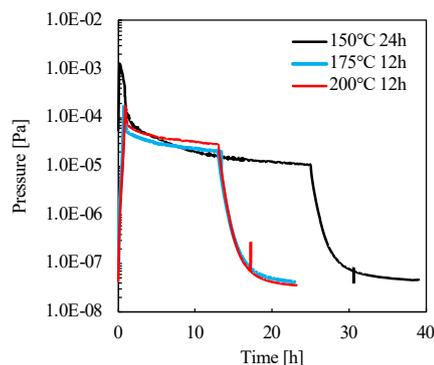


Fig. 2. Zr 鋸歯形状基板ベーキング時の圧力推移

文 献

- 1) C. Benvenuti *et al.*, JVSTA **16**, 148 (1998).
- 2) 小野, 他: PASJ2020 プロシーディングス, WEPP42 (2020).

*E-mail: nakano@st.seikei.ac.jp