

Wed. Nov 3, 2021

Room E

Vacuum Science Technology(VST)

[1Ea01-05] VST

Chair:Junichiro Kamiya(Japan Atomic Energy Agency)

9:00 AM - 10:15 AM Room E (Naoshima)

[1Ea01] Pressure measurements of argon gas at the entrance and the exit of micropipettes with various diameters

*Tomohide Takami¹, Naoki Kaneko¹, Kyo Shibuya¹, Kazuho Miyashita¹, Mizuki Ohta¹, Shiro Seki¹ (1. Kogakuin University)

9:00 AM - 9:15 AM

[1Ea02] Flow in the transition range and Knudsen minimum

*namio matsuda¹ (1. Tokyo Denki University)

9:15 AM - 9:30 AM

[1Ea03] Development of optical pressure standard -evaluating pressure from refractive index and temperature-

*Yoshinori Takei¹, Hajime Yoshida¹, Souichi Telada¹, Youichi Bitou¹, Tokihiko Kobata¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST))

9:30 AM - 10:00 AM

[1Ea05] Multiphysics simulations of rarefied gas flows using DSMC with quasi-Nanbu scheme

*Kazuki Denpoh¹ (1. Tokyo Electron Technology Solutions Ltd.)

10:00 AM - 10:15 AM

Vacuum Science Technology(VST)

[1Ep08-13] VST

Chair:Tomohide Takami(Kogakuin University)

3:15 PM - 4:45 PM Room E (Naoshima)

[1Ep08] Simple Method for Calculating the Flow Rate in a Cylindrical Tube of Arbitrary Length over a Whole Flow Regime

*Hajime Yoshida¹, Yoshinori Takei¹, Kenta Arai¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)

3:15 PM - 3:45 PM

[1Ep10] Quantification of ESD measurements using standard conductance elements

*Naoya Miyauchi¹, Taro Yakabe¹, Masahiro Kitajima¹,

Hajime Yoshida², Akiko N Itakura¹ (1. National Institute for Materials Science, 2. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)

3:45 PM - 4:00 PM

[1Ep11] Gas flow rate measurements of leak artefact for various gas species at its downstream side

*kenta arai¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST))

4:00 PM - 4:15 PM

[1Ep12S] Non-destructive beam profile diagnostic based on beam-induced fluorescence using a gas sheet

*ippei yamada^{1,2}, Motoi Wada¹, Junichiro Kamiya², Michikazu Kinsho² (1. Doshisha University, 2. J-PARC center, JAEA)

4:15 PM - 4:30 PM

[1Ep13] Amendment to JIS Z 8126-1 Vacuum technology– Vocabulary– Part 1 : General terms

*Hajime Yoshida¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)

4:30 PM - 4:45 PM

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)

[1Ea01-05] VST

Chair:Junichiro Kamiya(Japan Atomic Energy Agency)

Wed. Nov 3, 2021 9:00 AM - 10:15 AM Room E (Naoshima)

[1Ea01] Pressure measurements of argon gas at the entrance and the exit of micropipettes with various diameters

*Tomohide Takami¹, Naoki Kaneko¹, Kyo Shibuya¹, Kazuho Miyashita¹, Mizuki Ohta¹, Shiro Seki¹
(1. Kogakuin University)

9:00 AM - 9:15 AM

[1Ea02] Flow in the transition range and Knudsen minimum

*namio matsuda¹ (1. Tokyo Denki University)

9:15 AM - 9:30 AM

[1Ea03] Development of optical pressure standard

-evaluating pressure from refractive index and temperature-

*Yoshinori Takei¹, Hajime Yoshida¹, Souichi Telada¹, Youichi Bitou¹, Tokihiko Kobata¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST))

9:30 AM - 10:00 AM

[1Ea05] Multiphysics simulations of rarefied gas flows using DSMC with quasi-Nanbu scheme

*Kazuki Denpoh¹ (1. Tokyo Electron Technology Solutions Ltd.)

10:00 AM - 10:15 AM

様々な径のマイクロピペット出入口でのアルゴンガスの圧力計測

○高見 知秀^{1*}, 金子 直暉², 澁谷 興², 宮下 一帆², 太田 望月², 関 志朗²

¹工学院大学基礎・教養科, ²工学院大学先進工学部

Pressure measurements of argon gas at the entrance and the exit of micropipettes with various diameters

○Tomohide Takami^{1*}, Naoki Kaneko², Kyo Shibuya², Kazuho Miyashita², Mizuki Ohta², and Shiro Seki²

¹Division of Liberal Arts, Kogakuin University, ²School of Advanced Engineering, Kogakuin University

1. はじめに

ガラス製マイクロピペットは、細胞への化学物質の注入やイオン伝導顕微鏡のプロブなど様々な用途で用いられている。¹⁾ このマイクロピペットの非破壊検査法として、光学顕微鏡では先端内径が 1 μm 未満では観察が困難になり、電子顕微鏡では先端近傍のみの評価となる。一方、マイクロピペットの先端をメタノールなどの液体に浸した状態でピペット内に空気圧をかけて、先端から出る気泡の数や大きさによって検査する方法²⁾もあるが、この手法は先端内径が 1 μm 未満になるとガラスピペット内部に大気圧以上の高圧をかけることになり危険を伴う。

そこで我々は、ピペットの先端から気体を導入して、ピペットのガス導入の入口側と出口側の圧力を計測することで、先端や内部の状態を非破壊検査する手法の開発を行ってきた。³⁾ しかし通常の真空計では全圧測定となるため、真空槽内壁からの放出ガスの圧力測定への影響が無視できない。そこで本発表では、アルゴンガスを用いて出口側を質量分析器でアルゴンの分圧を測定することで、真空槽内壁からの放出ガスに影響されない分析法を開発したので報告する。

2. 実験

ホウ珪酸ガラス管(Narishige GD-1)をプラー(Sutter P-92IVF)で引っ張ってピペットを作製し、研磨機(Narishige EG-402)で先端径を調整した。SUS304 製のNW25 円盤板の中心に直径 1 mm の穴を開けて、そこにガラスピペットを突き通してアラルダイトで接着した。この円盤板をNW25 パイプに取り付けて、ピペット先端側からアルゴンガスを導入して、入口側の圧力(1 Pa~0.1 MPa)に対する出口側の圧力を計測した。圧力は、入口側はバロトロン(MKS, 626C13TQE), 出口側

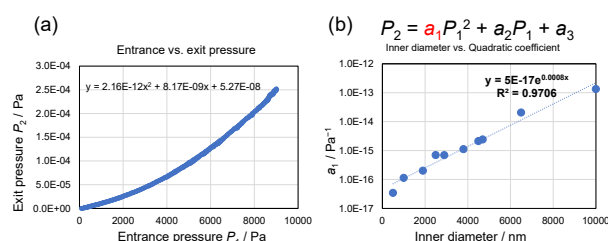


Fig. 1. ピペット入口側圧力 P_1 に対する出口側圧力 P_2 の変化(a)と、(a)のプロットの外挿から得られた二次関数の二次の係数 a_1 のピペット内径に対する変化(b)

は質量分析器(CANON ANELVA, M-101QA-TDM)でアルゴン分圧を測定した。

3. 結果と考察

図 1(a)に入口側圧力 P_1 に対する出口側のアルゴン分圧 P_2 の変化を示す。得られたプロットは二次関数で外挿できたが、指数関数では外挿できなかった。図 1(b)に様々なピペット内径に対して、その外挿で得られた二次関数の二次の係数 a_1 の値の変化を示した。このグラフを用いることで、本装置を用いて得られる P_2 の P_1 に対する圧力変化の二次の係数値からピペットの内径が求められるようになる。またこの圧力変化からピペット内部の清浄度が示唆される。

4. 謝辞

本研究について工学院大学教育支援機構の関口敦先生に貴重なご意見をいただきましたので感謝します。本研究は科研費(課題番号 19K05275)の補助のもとで行われました。

文 献

- 1) T. Takami, B. H. Park, and T. Kawai: Nano Convergence, **1**, 17 (2014).
- 2) S. Mittman *et al.*: J. Neurosci. Methods, **22**, 161 (1987).
- 3) T. Takami *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **55**, 125202 (2016).

*E-mail: takami@cc.kogakuin.ac.jp

遷移流領域の流れとクヌーセンミニマム

○松田七美男¹東京電機大学システムデザイン工¹

Flow in the transition range and Knudsen minimum

○ Namio Matuda¹School of System Design and Technology, Tokyo Denki Univ.¹

はじめに

長い円形導管（半径 a ，長さ L ）のコンダクタンスの値を全ての圧力範囲に渡って算出できる式として，Knudsen の式

$$C = \underbrace{\frac{\pi a^4 \bar{p}}{8\eta L}}_{C_v} + \underbrace{\sqrt{\frac{2\pi kT}{m}} \frac{4a^3}{3L}}_{C_m} \underbrace{\frac{1 + 2\sqrt{\frac{m}{kT}} \frac{a\bar{p}}{\eta}}{1 + 2.48\sqrt{\frac{m}{kT}} \frac{a\bar{p}}{\eta}}}_{Z_K} \quad (1)$$

は，よく知られている．ここに η は気体の粘性， $\bar{p}$ は管の両側の圧力の平均値， C_v は粘性流領域のコンダクタンス， C_m は分子流領域のコンダクタンスである．この式は，遷移流領域の流れを内壁でのすべりを考慮した粘性流として扱い，分子流コンダクタンスへの補正係数関数 Z_K を導入して得ることができる．しかし，この補正係数関数がどのように定まったかは Knudsen の原著を読んでもあまり明かではない．本報告では，この補正係数をパラメータを含む関数として一般化し，その調整によって結果が得られることを確認する．また，時間が許せば有理式以外の補正関数の可能性について言及する．

実験式の考案

すべり係数を考慮した粘性流コンダクタンス 遷移流領域では，流速分布が壁付近で急激に変化することが判っている．これを壁のすべり現象として定式化し，粘性流コンダクタンスに反映して遷移流コンダクタンスを計算することができる．すると詳細は省くが，遷移流領域の

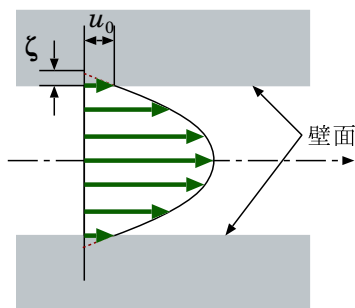


図1 すべり係数を考慮したポアズイユ流の流速分布

コンダクタンスは

$$C_t = C_v + \frac{3\zeta^*}{5} C_m \quad (2)$$

で与えられることになる．ここに ζ^* は，すべり係数が平均自由行程に比例するとした場合の比例係数である．すなわち，遷移流領域でも

$$\zeta = \zeta^* \lambda = \zeta^* \frac{\beta}{p} \quad (3)$$

が一般的に成立していると仮定している．(3) の右辺は平均自由行程が圧力に反比例することよりその係数を粘性係数を含めて $\beta = \frac{\pi \eta \bar{v}}{4} = \frac{\pi \eta}{4} \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}$ と置いている．

実験式の性質と関数形 さて，(2) は $a\bar{p}$ の関数としてみた場合には一次関数であり，単調増加となって「ミニマム」がないことは明らかである．また，(2) の第2項の定数 $3\zeta^*/5$ が1以外ではユニバーサル曲線とはならない．Knudsen はこの定数の代わりに Z_K を考案したのであるが，これは $\bar{\delta} = 2a\bar{p}/\beta$ を変数に選んだ関数

$$Z(\bar{\delta}) = \frac{3\zeta^*}{5} + \left(1 - \frac{3\zeta^*}{5}\right) \frac{1}{1 + \Omega \bar{\delta}} = \frac{1 + \frac{3\zeta^*}{5} \Omega \bar{\delta}}{1 + \Omega \bar{\delta}} \quad (4)$$

として一般化することができる．ここに Ω は調整パラメータである．この一般化補正関数は， $a\bar{p} \gg 1$ では元々の $3\zeta^*/5$ に近づき， $a\bar{p} \ll 1$ (分子流) では1に漸近するよう意図されたものである．最後に，係数 ζ^* と調整パラメータ Ω を定めれば (1) が得られる．具体的には

$$\frac{5}{3\zeta^*} = 1.24 \simeq \frac{5}{4} \rightarrow \zeta^* \simeq \frac{4}{3}, \quad \Omega = \frac{5}{4} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{2}} \quad (5)$$

となっている．定められた係数 ζ^* の値は1よりも大きく，すべり効果をやや大きく繰り入れたことになる．またこの値を用いた式には「ミニマム」も出現する．

まとめ

全ての圧力領域における一様円形断面導管のコンダクタンスを表す式としてよく知られた Knudsen の式 (1) の中の補正関数 Z_K の導出方法に関する一つの考え方を示した．

光学式圧力標準の開発 ～圧力を屈折率と温度から求める～

○武井 良憲^{1*}, 吉田 肇¹, 寺田 聡一¹, 尾藤 洋一¹, 小畠 時彦¹

¹産業技術総合研究所 計量標準総合センター

Development of optical pressure standard -evaluating pressure from refractive index and temperature-

○Yoshinori Takei^{1*}, Hajime Yoshida¹, Souichi Telada¹, Youichi Bitou¹, and Tokihiko Kobata¹

¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)
National Metrology Institute of Japan (NMIJ)

1. はじめに

圧力計や真空計を校正するための国の基準(国家標準)として、液柱差真空計、重錘形圧力天びん、膨張法装置、オリフィス法装置が、各国の計量研究所で採用されている。近年、将来の圧力の国家標準の一つとするために、光学式圧力標準の開発が進められている^[1-4]。光学式圧力標準では、式(1)に示すように、圧力 p を気体の屈折率 n_p と熱力学温度 T から求める。

$$p = \frac{2}{3} \frac{R}{A_R} (n_p - 1) T \quad (1)$$

ここで、 A_R と R はそれぞれ気体の分極率と気体定数である。なお、式(1)では簡単のために補正項は省略している。光学式圧力標準は、圧力以外の物理量(n_p , T , A_R)から圧力の絶対値を計測可能という利点に加えて、一台で幅広い範囲の任意の圧力を小さな不確かさで計測可能という利点もある。本研究では、1 Pa ~ 100 kPa の範囲の圧力の一次標準とすることを目標に、光学式圧力計測標準を開発している。

2. 光学式圧力標準の実験系と実験結果

開発した光学式圧力標準の実験系の概略を Fig. 1 に示す。気体には高純度ガス(6N ヘリウムと 6N アルゴン)を利用した。気体の屈折率 n_p はファブリ・ペロ共振器とレーザを用いて精密計測した。温度は恒温水を用いて安定させてサーミスタを用いて精密計測した。

光学式圧力標準を、従来の圧力標準(重錘形圧力天びんと膨張法装置^[5])で校正された高精度デジタル圧力計(RSG)やサファイア隔膜真空計(SCDG)と、10 Pa ~ 120 kPa の範囲で比較した結果を Fig. 2 に示す。赤の点線が光学式圧力標準の計測の不確かさを、青のエラーバーが SCDG の計測の不確かさを表している。光学式圧力標準の計測結果が従来の圧力標準と不確かさ

の範囲内で一致した。今後、光学式圧力標準の計測精度をさらに向上させ、圧力標準として確立させる。

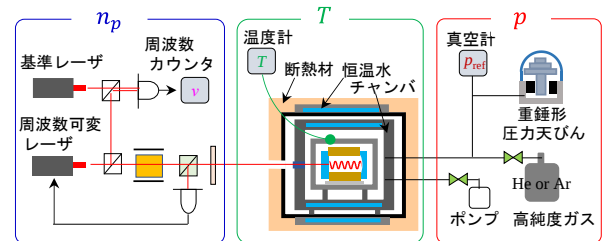


Fig. 1. 光学式圧力標準の実験系の概略

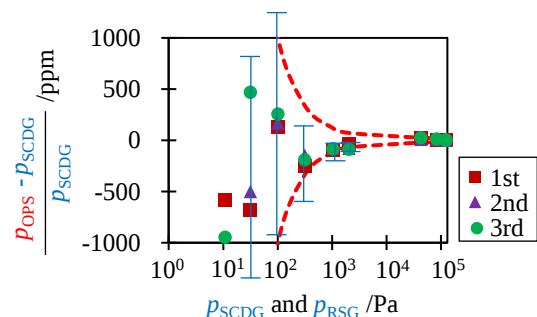


Fig. 2. 光学式圧力標準と従来の圧力標準の比較

謝 辞

本研究は JSPS 科研費 JP20K14758, JP18K13771 の助成を受けたものです。

文 献

- 1) P. Egan et al., Rev. Sci. Instrum., 87, (2016).
- 2) K. Jousten et al., Metrologia, 54, S146-S161, (2017).
- 3) Y. Takei et al., Measurement, 151, 107090, (2020).
- 4) Y. Takei et al., Measurement, 173, 108496, (2021).
- 5) Y. Takei et al., Vacuum, 187, 110034, (2021).

*E-mail: takei.yoshinori@aist.go.jp

疑似南部法を用いた DSMC による希薄流のマルチフィジックス解析

○伝宝 一樹^{1*}

¹東京エレクトロン テクノロジーソリューションズ(株)

Multiphysics simulations of rarefied gas flows using DSMC with quasi-Nanbu scheme

○Kazuki Denpoh^{1*}

¹Tokyo Electron Technology Solutions Ltd.

1. はじめに

前報^{1,2)}では, 新しい分子間衝突手法である疑似南部法¹⁾を開発し, COMSOL Multiphysics^{®3)}上に初の Direct Simulation Monte Carlo (DSMC)を創成. 単原子分子に加え, その後, 二原子分子や混合気体に拡張²⁾した.

本報では, この DSMC を用いた共役伝熱解析や, Test-particle(TP)法⁴⁾との連成解析を紹介する.

2. 共役伝熱解析

エッチング装置では, 伝熱効率向上のため, Si 基板(ウェーハ)とサセプタの隙間を He ガスで満たす. Figure 1 は, プラズマから基板へ流入する熱流束(2000 W/m²)に対し, 基板温度を求めるマルチフィジックス解析の一例である. 基板の厚さ(775 μm)方向は熱流束バランスと熱伝導方程式を, また, 隙間($h = 1 \mu\text{m}$)に 150 Pa で満たされた He 温度は DSMC で解き, 両者を連成している. 温度制御されているサセプタ温度(T_{sc})を 293 K とすると, 基板表面温度($T_{wf,s}$)および裏面温度($T_{wf,b}$), He 温度分布は Fig. 1 に示す結果となった.

3. DSMC-TP 連成解析

CVD 装置において基板端面～裏面の成膜を抑制するため, リングと基板端の隙間にパージガスを供給し, プロセスガスの侵入防止効果を検討した結果を Fig. 2 に示す. パージガスは DSMC で, また, その流れを遡って拡散するプロセスガスは TP で解析している.

文 献

- 1) 伝宝一樹: 表面と真空 **62**, 318 (2019).
- 2) 伝宝一樹: 表面と真空 **64**, 294 (2021).
- 3) <https://www.comsol.com> (referenced 2021-08-20).
- 4) 日本機械学会編, “原子・分子モデルを用いる数値シミュレーション”(コロナ社, 1996).

*E-mail: kazuki.denpoh@tel.com

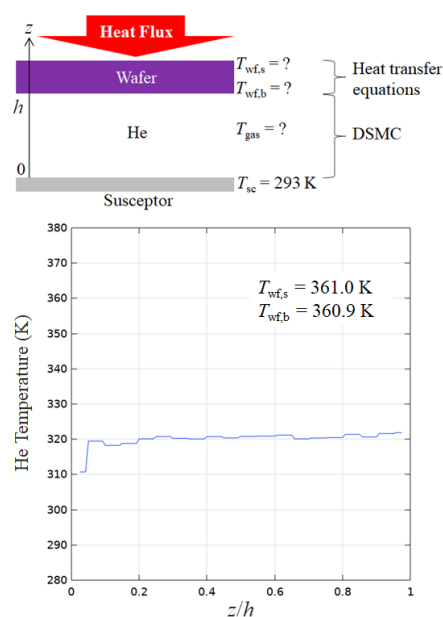


Fig. 1. ウェーハ温度の解析例

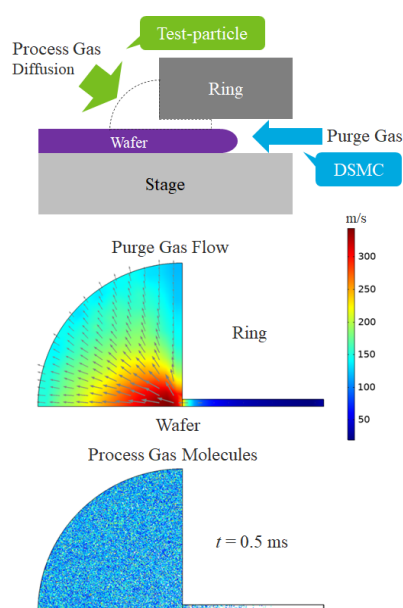


Fig. 2. パージ効果の検討例

Vacuum Science Technology(VST)

[1Ep08-13] VST

Chair:Tomohide Takami(Kogakuin University)

Wed. Nov 3, 2021 3:15 PM - 4:45 PM Room E (Naoshima)

- [1Ep08] Simple Method for Calculating the Flow Rate in a Cylindrical Tube of Arbitrary Length over a Whole Flow Regime
*Hajime Yoshida¹, Yoshinori Takei¹, Kenta Arai¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)
3:15 PM - 3:45 PM
- [1Ep10] Quantification of ESD measurements using standard conductance elements
*Naoya Miyauchi¹, Taro Yakabe¹, Masahiro Kitajima¹, Hajime Yoshida², Akiko N Itakura¹ (1. National Institute for Materials Science, 2. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)
3:45 PM - 4:00 PM
- [1Ep11] Gas flow rate measurements of leak artefact for various gas species at its downstream side
*kenta arai¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST))
4:00 PM - 4:15 PM
- [1Ep12S] Non-destructive beam profile diagnostic based on beam-induced fluorescence using a gas sheet
*ippeiyamada^{1,2}, Motoi Wada¹, Junichiro Kamiya², Michikazu Kinsho² (1. Doshisha University, 2. J-PARC center, JAEA)
4:15 PM - 4:30 PM
- [1Ep13] Amendment to JIS Z 8126-1 Vacuum technology– Vocabulary– Part 1 : General terms
*Hajime Yoshida¹ (1. National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)
4:30 PM - 4:45 PM

全流れ領域・任意長さの円筒導管を通過する気体流量の簡易計算方法

○吉田 肇^{1*}, 武井 良憲¹, 新井 健太¹¹ 国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター

Simple Method for Calculating the Flow Rate in a Cylindrical Tube of Arbitrary Length over a Whole Flow Regime

○Hajime Yoshida^{1*}, Yoshinori Takei¹ and Kenta Arai¹¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)

1. はじめに

配管内を通過する気体の流れは、圧力や配管径などに依存して、分子流（自由分子流）、中間流（遷移流、すべり流）、層流、乱流、臨界流（音速流、チョーク流れ）、亜臨界流（亜音速流）などの少なくとも6種類の特性の異なる流れ領域(flow regime)に変化する。したがって、配管内を通過する気体流量を計算する際には、計算の前に、流れ領域の判定が必要となる。しかし、この判定が容易でないことや、流れ領域の境界部では、計算結果が不連続になることが課題であった。

本研究では、分子流・層流・乱流・臨界流・亜臨界流を含む全流れ領域に適用可能で、且つ、オリフィスから長管まで、どのような形状(長さや直径の比, l/d)の円筒導管に対しても適用可能である気体流量の簡易計算式を提案する。“修正クヌーセンの式”と名付けたこの式を用いると、クヌーセン数、レイノルズ数、マッハ数という特性パラメータを計算することなく、円筒導管の直径 d と長さ l 、上流圧力 p_u と下流圧力 p_d 、温度 T 、およびガス種から、通過する気体流量 Q を求めることができる。

2. 修正クヌーセンの式

任意の l/d 比を持つ円筒導管を流れる気体流量 Q は、以下の式で表される。

$$Q = \frac{Q'_{VL} \cdot Q'_{TB} \cdot \left(Q_{CF} - \frac{Q_M}{1.235}\right)}{\sqrt{Q'_{VL}{}^2 Q'_{TB}{}^2 + Q'_{TB}{}^2 \left(Q_{CF} - \frac{Q_M}{1.235}\right)^2 + \left(Q_{CF} - \frac{Q_M}{1.235}\right)^2 Q'_{VL}{}^2}} + Q_M \frac{1 + \sqrt{\frac{M}{RT} \frac{d\bar{p}}{\eta}}}{1 + 1.235 \sqrt{\frac{M}{RT} \frac{d\bar{p}}{\eta}}}$$

ここで、 M は分子量[kg/mol]、 R は気体定数[J/mol K]、 T は温度[K]、 $\bar{p}$ は p_u と p_d の平均値[Pa]、 η は粘性係数[Pa・s]である。

Q'_{VL} は、層流を仮定して計算した流量で、

$$Q'_{VL} = \frac{\pi d^4}{128\eta(l + 0.41d)} \bar{p}(p_u - p_d)$$

Q'_{TB} は、乱流を仮定して計算した流量で、

$$Q'_{TB} = 1.015 d^{19/7} \left(\frac{\bar{v}^6}{\eta}\right)^{1/7} \left(\frac{p_u^2 - p_d^2}{l + 0.41d}\right)^{4/7}$$

Q_M は、分子流を仮定して計算した流量で、

$$Q_M = \frac{\pi d^2}{16} \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}} \cdot \frac{4(l/d) + 14}{3(l/d)^2 + 18(l/d) + 14} (p_u - p_d)$$

Q_{CF} は、圧縮流を仮定して計算した流量で、 p_d/p_u 比が臨界圧力比（空気の場合は 0.528）より小さい時は、臨界流となり、

$$Q_{CF} = Q_{CR} = C_d p_u A \sqrt{\frac{RT}{M}} \gamma \left(\frac{2}{\gamma + 1}\right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma-1}}$$

p_d/p_u 比が臨界圧力比より大きい時は、臨界流となり、

$$Q_{CF} = Q_{SC} = C_d p_u A \sqrt{\frac{RT}{M}} \frac{2\gamma}{\gamma - 1} \left[\left(\frac{p_d}{p_u}\right)^{\frac{2}{\gamma}} - \left(\frac{p_d}{p_u}\right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma}} \right]$$

となる。ここで γ は比熱比、 C_d は流出係数で、

$$C_d = 0.8623 - 0.2541 \left(\frac{p_d}{p_u}\right)$$

より、近似的に求めることができる。

修正クヌーセンの式の計算結果は、過去の実験結果やシミュレーションの結果と比較して、およそ 20% 以下で一致した。

謝辞

(株) フクダの皆様に、計算結果についてご議論頂きました。厚く御礼申し上げます。

文 献

- 1) 吉田肇, 武井良憲, 新井健太: 表面と真空, **31**, 123 (2010).
- 2) 吉田肇, 武井良憲, 新井健太: 表面と真空, **31**, 123 (2010).
- 3) H. Yoshida, M. Hirata, T. Hara, Y. Higuchi, Packag Technol Sci. 2021;34:557–566.

*E-mail: hajime-yoshida@aist.go.jp

標準コンダクタンスエレメントを用いた ESD 計測の定量化の試み

○宮内直弥^{1*}, 矢ヶ部太郎¹, 北島正弘¹, 吉田肇², 板倉明子¹

¹物質・材料研究機構, ²産業技術総合研究所

Quantification of ESD measurements using standard conductance elements

○Naoya Miyauchi^{1*}, Taro Yakabe¹, Masahiro Kitajima¹, Hajime Yoshida², and Akiko N. Itakura¹

¹National Institute for Materials Science, ²National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

1. はじめに

我々は金属材料を透過する水素の可視化法の開発を行ってきた¹⁻²⁾。オペランド水素顕微鏡は、試料を透過した水素を電子衝撃により試料表面でイオン化し脱離させることで(ESD 法)、存在位置を反映した画像化を行う。ここで計測した水素イオン信号から表面滞在水素密度や金属試料を透過した水素量を定量化するためには、試料表面と水素の相互作用やイオン化効率など様々な要因を検討する必要がある。標準コンダクタンスエレメント(SCE)は、各種ガスを粘性流から中間流を介さず直接分子流として定量導入できる焼結体からなる気体導入素子である³⁾。この SCE を用いて水素の導入流量と ESD による水素イオン信号の関係を調べた。

2. 実験条件

実験は、電解放出型高分解能オペランド水素顕微鏡を用いて行なった。到達真空度は 5.70×10^{-8} Pa, SCE 温度は、373 K, 供給水素圧力を 100~2000 Pa の範囲とした。積算像は、供給水素圧力 100 Pa, 1 画像を 200 秒で撮影し、168 時間の積算を行なった。また従来結果との比較のために四重極型質量分析器(QMS)での計測も行なった。

3. 結果

SCE を用い、QMS で水素イオンの計測を行い、本装置内での試料背面の供給水素圧力と QMS 信号の比例関係を確認した。ESD イオンも同様の比例関係を示した。しかし QMS で生じたイオンが ESD 検出器にも影響した。QMS を off し ESD のみの計測を行なった。励起源である電子ビームを off にしても ESD 検出器に信号が計測され、主排気を行っているイオンポンプが原因であることが判明した。これらを排除し供給水素圧力と ESD イオンの間に直線性を確認した。(図 1)

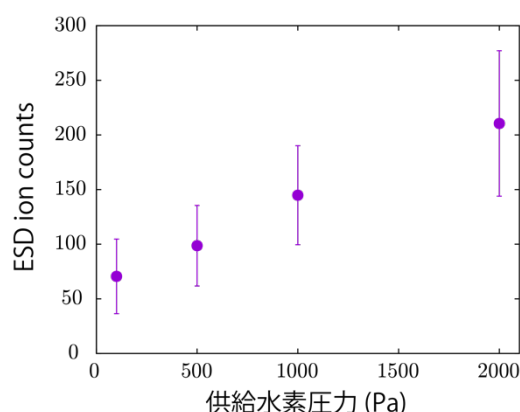


図 1 供給水素圧力に対する ESD イオン数

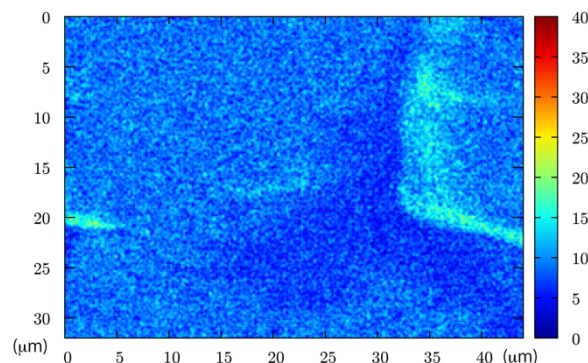


図 2 積算水素イオンマップ(168時間)

図 2 に積算 ESD 像を示す。ESD は表面吸着原子に敏感であり、SCE の空隙部分からは観測されず、焼結体構成粒の表面部分から信号が検出された。特に粒の外周部分の ESD 信号が強いことから、SCE を経由して導入される水素は分子状態で SCE を透過し、その後粒表面へ吸着が起こっている事が示唆された。

文 献

- 1) N. Miyauchi, et al., Scr Mater. **144**, 69 (2018).
- 2) N. Miyauchi, et al., Appl.Surf.Sci. **527**, 146710 (2020).
- 3) H. Yoshida, et al., Vacuum **86**, 838 (2012)

*E-mail: MIYAUCHI.Naoya@nims.go.jp

標準リークを通過する気体流量の下流側気体種に対する依存性

○新井健太^{1*}¹産業技術総合研究所 計量標準総合センター

Gas flow rate measurements of leak artefact for various gas species at its downstream side

○Kenta Arai^{1*}¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), NMIJ

1. はじめに

トレーサガスを用いた漏れ試験では、ヘリウムリークディテクタは良く用いられるが、冷凍空調機器に封入されている冷媒を用いた漏れ試験（スニファ法）も同様によく行われる。トレーサガス法では、校正された標準リークからの微小流量（リーク量）を基準にしてリークディテクタの感度を校正する。概ね 10^{-6} Pa m³/s 以上のリーク量では、狭窄させた細管を用いて基準となるリーク量を発生させる。ここで狭窄部を円形導管と仮定し 10^{-6} Pa m³/s のリーク量が流れた場合、狭窄部の寸法は最も狭い所を 10 μm とするとその長さは 10 mm、最も狭い所を 1 μm とするとその長さは 10 μm と計算される。大気圧での平均自由行程は約 0.1 μm であるので、スニファ法のような標準リーク下流側が大気圧の場合、狭窄部を通過する気体分子は分子流ではないが中間流で流れることが予想され、さらに分子流の影響が強い場合、下流側の気体種の影響が出ることが予想される。そこで、流量を狭窄させた標準リークの場合の標準リーク下流側の気体種による通過する気体流量の変化を詳細に調べた。

2. 実験方法

試験体を通過する流量の測定には、図 1 に示した装置を用いた。真空容器 A から容器 B に気体を流し、その間に試験体となる標準リークを設置した。標準リークとしては、狭窄細管 (CL) と標準コンダクタンスエレメント (SCE) を用いた。図中、点線で囲まれた範囲が流量計¹⁾である。気体流量の測定は、容器 B の容積と時間あたりの圧力上昇率から求めた。気体流量の最高測定能力は、拡張不確かさで 1.7 %であった。容器 A の気体種は窒素として標準リークを通過する気体種も窒素とし、容器 B の気体種は窒素及びヘリウムとした。

3. 結果

下流側が窒素とヘリウムの場合について、SCE を通過する気体流量の印加圧力に対する依存性を図 2 に示す。下流が窒素の場合、印加圧力が 100 kPa とし 1.04×10^{-5} Pa m³/s であり、印加圧力の増大に伴い 200 kPa では 2.31×10^{-5} Pa m³/s へと増えた。下流をヘリウムとした場合、いずれの印加圧力でも窒素の場合と比べて測定される気体量が約 10 %減少した。CL の場合、下流側気体種による通過する気体流量の差は見られなかった。詳細は、当日報告する。

文 献

- 1) K. Arai et al., Metrologia 51 (2014) 522.

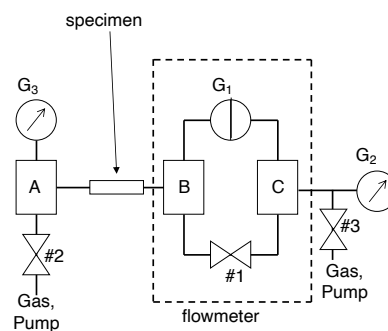


Fig. 1. 装置構成。

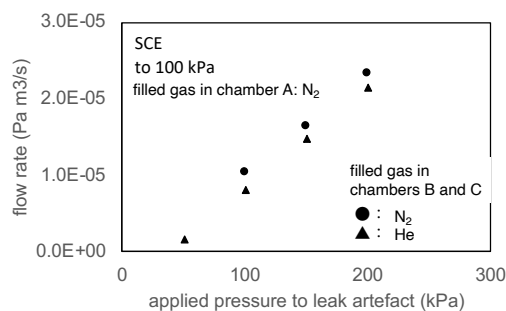


Fig. 2. SCE を通過する気体流量の印加圧力依存性。下流側の気体種は、窒素とヘリウムで変えた。

*E-mail: kenta-arai@aist.go.jp

シートガスを用いたビーム誘起蛍光に基づくビームプロファイルの非破壊診断

○山田 逸平^{1,2*}, 和田 元¹, 神谷 潤一郎², 金正 倫計²¹同志社大学, ²日本原子力研究開発機構 J-PARC センター

Non-destructive beam profile diagnostic based on beam-induced fluorescence using a gas sheet

○Ippei Yamada^{1,2}, Motoi Wada¹, Junichiro Kamiya², and Michikazu Kinsho²¹Doshisha University, ²J-PARC center, Japan Atomic Energy Agency

1. 研究背景

大強度陽子加速器 J-PARC のような大強度ビームの破壊型モニタによる診断は、ビームとの相互作用によるモニタの破損を引き起こす。そのため、非破壊型のモニタが要求される。本研究ではビーム断面形状（プロファイル）を非破壊で測定するために、Fig.1 のようなガスシートモニタの開発を行っている。このモニタはシート状に形成したガスとビームの相互作用により生じる光子を用いてビームプロファイルを得るものである。ガスシートに厚みがなく、シート部と周辺部に十分な密度差がある理想的な場合、ビームプロファイルは生成された光子の空間分布に一致する。しかし現実的な場合には、ガス密度空間分布を考慮したビームの再構成が必須である。本研究の目的は、ビームプロファイル再構成手法と、適切なガス密度分布測定手法を確立することである。

2. ガスシートモニタの原理

有限の厚みや分布の裾をもつ現実的なガスシートを考える場合、光子はビーム幅全域で生成され、検出器（CCD カメラ）方向に積算されて検出される。これ

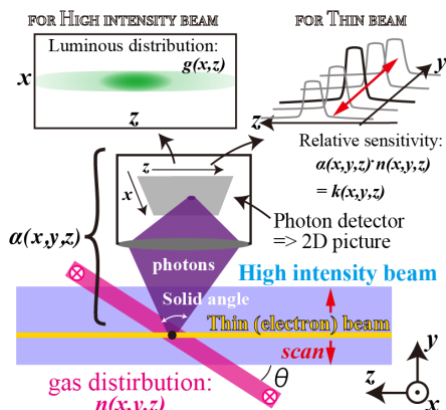


Fig. 1 The gas sheet monitor system.

を定式化すると、カメラで得られる写真の光子信号の分布 $g(x,z)$ とビームプロファイル $F(x,y)$ は、ガス密度分布やカメラ素子の効率分布などの効果を含めた感度空間分布 $k(x,y,z)$ を用いて以下で書ける。

$$g(x,z) = \int_D k(x,y,z) \cdot F(x,y) dy$$

ここで積分区間 D はビームパイプ直径である。つまり、感度分布 $k(x,y,z)$ を測定して上記積分方程式を解けば、原理的に正しいビームプロファイルを得ることができる。感度分布測定はガスシートモニタの原理を利用する手法を考案した。Figure 1 のように、ガスシートモニタに対して細いビームをスキャンして、得られる信号分布を並べることで感度分布が得られる。

3. ビームプロファイル再構成結果

Figure 2 に J-PARC の H-イオンビームの測定で得られた写真 $g(x,z)$ 、実測した感度分布 $k(x,y,z)$ 、および再構成されたビームプロファイル $F(x,y)$ の関係を示す。測定された感度分布はシート状のガス分布が形成されていることを示している。また、積分方程式を解き、空間分解能 1mm、解析の誤差 7% および測定の標準偏差 2% で二次元ビームプロファイルを得た。

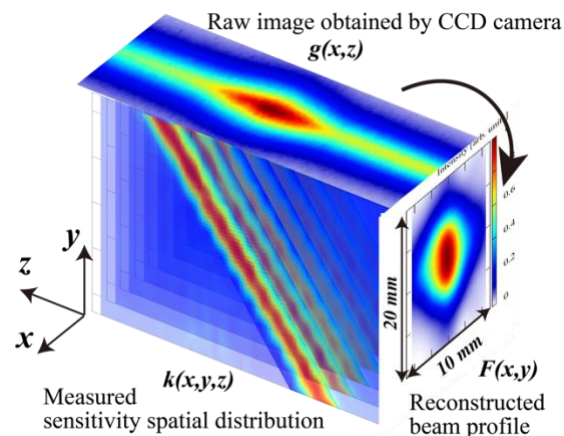


Fig. 2 Reconstruction of a beam profile

*E-mail: ip_yamada@icloud.com

JIS Z 8126-1 真空技術 一般用語の改正

○吉田 肇¹¹ 国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター

Amendment to JIS Z 8126-1 Vacuum technology–Vocabulary– Part 1 : General terms

○Hajime Yoshida¹¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)

1. はじめに

2019 年に、真空技術に関する一般用語の定義を規定した ISO 規格が 38 年ぶりに改正された。(公社)日本表面真空学会 規格標準化委員会と(一社)日本真空工業会 規格標準委員会が組織する規格標準合同検討委員会では、この ISO 規格の改正に対応するため、JIS 原案作成委員会を立ち上げ、JIS Z 8126-1 の改正作業を行った。改正された JIS は、2021 年 9 月に発行される。いくつか重要な改正点があるため紹介する。

2. 主な改正点

1) 気体の標準状態

旧 JIS では、気体の標準状態を、「温度 0 °C、圧力 101 325 Pa (=1 atm)の状態」と定義していた。しかし、新 JIS では、この温度圧力条件を除き、気体の標準状態の定義を「気体論における気体の標準的な状態を与える温度及び圧力の状態」に改定した。そして注釈に、「標準状態を記載する場合には、温度及び圧力を明記することが望ましい」と記載するとともに、代表的な温度圧力条件を三つ例示した。例 1 は、アトキンス 物理化学で採用されている条件で 25 °C、 1×10^5 Pa(=1 bar)、例 2 は、IUPAC Gold book で採用されている条件で 0 °C、 1×10^5 Pa(=1 bar)、例 3 は真空分野で古くから利用されている標準状態で 0 °C、101 325 Pa である。

2) 真空の領域

新 JIS では、真空の領域とは、「真空の圧力範囲に応じて定義される領域」と定義し、注釈にて、「各真空領域の境界となる圧力は、おおよその値である」とした上で、Table 1 のように定義改定した。

低真空の定義における大気圧の圧力範囲は、エベレスト山の山頂で気圧が低いときの気圧 (31 kPa) から死海で気圧が高いときの気圧 (110 kPa) の範囲とした。

Table 1. 真空の領域

	旧 JIS	新 JIS
低真空	圧力 100 kPa~100 Pa ($10^5 \sim 10^2$ Pa)の真空	大気圧 (31 kPa ~ 110 kPa) 未満、100 Pa 以上の真空
中真空	圧力 100 Pa~0.1 Pa ($10^2 \sim 10^{-1}$ Pa) の真空	圧力 100 Pa 未満、0.1 Pa 以上の真空
高真空	圧力 0.1 Pa~ $10 \mu\text{Pa}$ ($10^{-1} \sim 10^{-5}$ Pa) の真空	圧力 0.1 Pa 未満、 1×10^{-6} Pa 以上の真空
超高真空	圧力 $10 \mu\text{Pa}$ (10^{-5} Pa) 以下の真空	圧力 1×10^{-6} Pa 未満、 1×10^{-9} Pa 以上の真空
極高真空	圧力 1×10^{-9} Pa 以下 の真空*	圧力 1×10^{-9} Pa 未満 の真空

*参考情報として示されている

新 JIS における高真空の圧力下限は、旧 JIS により 1 桁下がった。これは、高真空とは、「真空用材料(ステンレス鋼、アルミニウム合金など)で作製された真空容器を用い、エラストマー(Oリング等)で締結部を真空封止し、高真空ポンプで真空排気することによって得られる真空」であるとしたためである。現在の真空技術では、この条件で 10^{-6} Pa 台が得られる。

3) 超清浄真空

半導体製造のある分野(例えば、極端紫外光(EUV)を利用した半導体露光技術)においては、プロセス中の圧力は中真空~高真空であるものの、その中の不純物ガスの分圧は超高真空レベルまで低くすることが求められている。こうした真空の状態を、超清浄真空と定義した。

講演では、その他の改定点についても紹介する。

*E-mail: hajime-yoshida@aist.go.jp

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

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℃ 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℃ 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℃ 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℃ から 400℃ 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

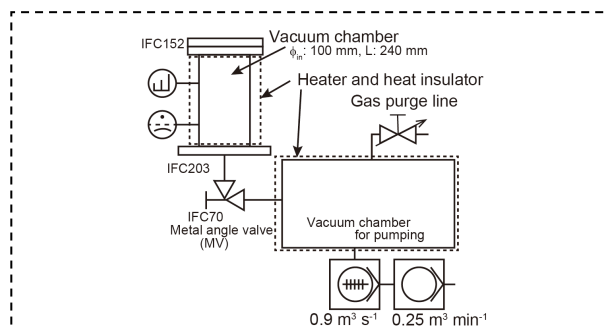


Fig. 1. Experimental setup for the buildup test of the vacuum chamber with and without vacuum firing.

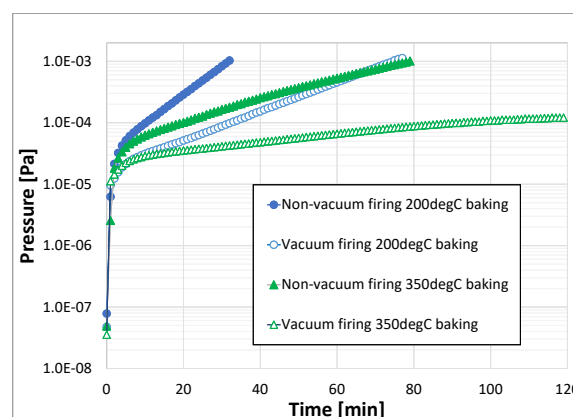


Fig. 1. Pressure during the buildup test for the vacuum chamber without and with vacuum firing. Experimental setup for the buildup test of the vacuum chamber.

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

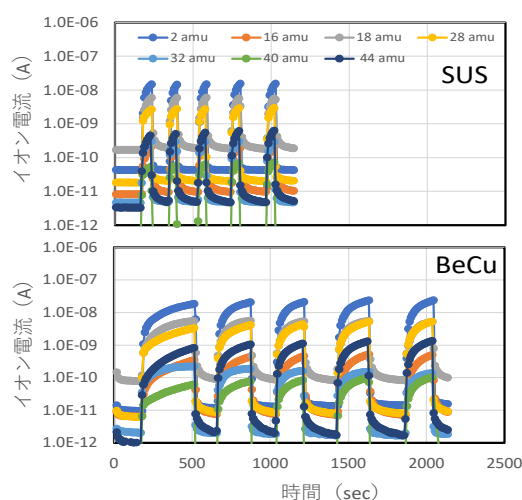


Fig.1. ゲートバルブ開閉による分圧変化

- 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: nakamtoko@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 Yamamoto¹¹ Graduate School Science and Technology for Innovation Yamaguchi University, ² Rorze 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、 $\text{MG} \gg \text{OMG} \approx \text{MG+CP} \approx \text{OMG+CP}$ 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を調べた。

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

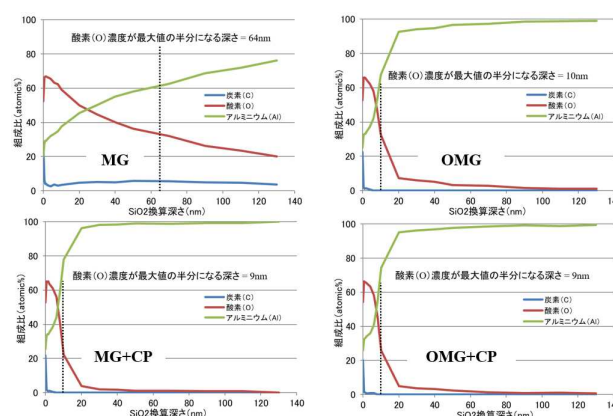


Fig. 1. 走査型 X 光電子分光装置 (XPS) によるアルミニウム合金試料の深さ方向プロファイル

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、 $150 \sim 200^\circ\text{C}$ 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。

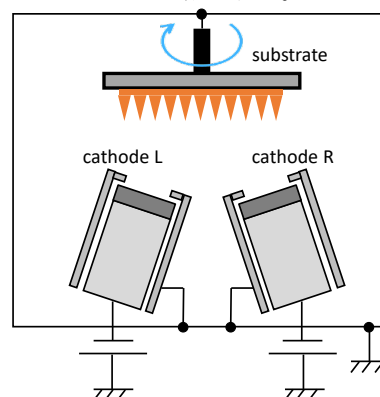


Fig. 1. スパッタ装置概要図

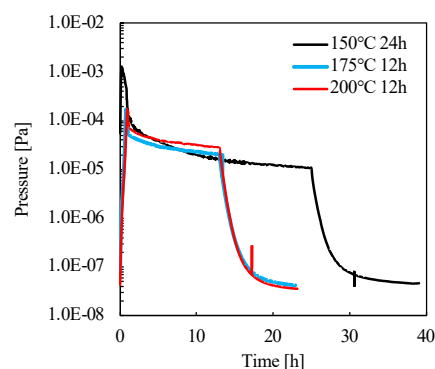


Fig. 2. Zr 鋸歯形状基板ベーキング時の圧力推移

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