

異なる手法で洗浄された真空用部品からの放出ガスの比較

Comparison of outgassing from vacuum components cleaned by different methods

技術開発部 プロジェクト研究科 三瓶義之

応募企業 ニッコーシ株式会社

洗浄による真空用部品の表面の汚染物質の除去及び洗浄に起因する新たな残渣の発生がないことを確認するため、真空用部品から放出されるガスの量及び成分の比較を行った。異なる方法で洗浄した真空用部品を真空チャンバー内に入れ、一定時間排気した後の圧力の測定及びその時にチャンバー内部に残留している放出ガスの質量分析を行った。その結果、異なる洗浄手法の間で到達圧力に有意な差は見られず、質量分析のピークにも差は見られなかった。

Key words: 真空、放出ガス、質量分析

1. 緒言

真空成膜装置や半導体製造装置などの高真空装置の内部で用いられる部品には、部品からの放出ガスによって装置内の圧力上昇や汚染を起こさないことが求められる。

この放出ガスを低減するためには、放出ガスの少ない部材の素材選定と適切な表面処理に加え、部品表面に付着している汚染物質を洗浄除去することが必要となる。

そのため、不適切な洗浄手法では汚染物質の除去が不十分であったり、逆に新たなガス放出の原因となったりすることも考えられ、ガスの種類によっては、装置の行うプロセスの障害になることが考えられる。

そこで、手法を変えて洗浄した試料を真空チャンバーに入れて真空排気を行い、一定時間経過後にその到達圧力を測定することで、放出ガス量の比較を行った。

また、チャンバー内に残留しているガス成分について質量分析を行い、検出されるピークの差を観察することで試料から放出されるガス種の分析を行った。

2. 実験

2. 1. 排気系の到達圧力測定と残留ガスの質量分析

真空チャンバー中に試料を入れて排気し、その到達圧力から試料の放出ガス量を評価する場合、排気系の到達圧力が十分低いことが必要である。

そこで、試料をチャンバー内に設置せず、到達圧力の測定を行った。また、バックグラウンドとなる真空チャンバー及び排気ポンプなどの排気系からの放出ガスについて汚染物質からの放出ガスが含まれていないことを確認するため、到達圧力に達したチャンバー内の残留ガス成分の質量分析を行った。

実験装置には、内径 300[mm] 高さ 260[mm] のチャンバーに ULVAC 製マスフィルター型質量分析計 MASSMATE-

100 を接続したものをを用いた。主排気ポンプには最大排気 400[l/sec.] のターボ分子ポンプ、補助ポンプに Ti ゲッタポンプを用い、チャンバー及び質量分析計を接続するパイプのベーキング用に、IN HEATER と MS HEATER を設置した。実験装置の概略図を図 1 に示す。

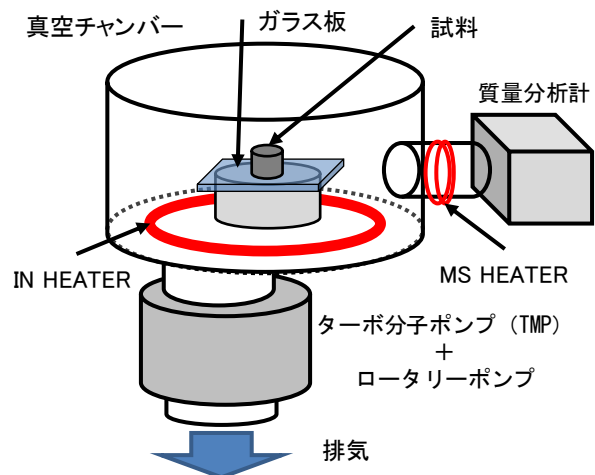


図 1 実験装置概略図

この実験装置を用いて 120[時間] 排気を行った結果、到達圧力は 3.4×10^{-6} [Pa] であり、目標の 10^{-5} [Pa] 以下に到達していることが確認できた。その際の残留ガスの質量分析結果を図 2 に示す。



図2 チャンバー単体での残留ガスの質量分析結果

図2より、マススペクトルは信号の大きい順に窒素、水、酸素、二酸化炭素といったピークが観察され、それ以外の信号は非常に小さいことがわかる。

これらのことから、この実験装置は試料からの放出ガス量及び質量分析に使用できることが確認できた。

2. 2. 洗浄した試料の放出ガス量評価

ニッコーシ株式会社において異なった手法で洗浄した試料1及び2の放出ガス量を評価するため、実験装置に設置して排気を行い、到達圧力の測定を行った。

試料はチャンバーのベーキング時の熱を遮断するためにガラス板を介して設置した。試料設置の状況を図3に示す。

排気の際の条件をそろえるため、Ti ゲッタポンプ、及び IN Heater、MS Heater の操作タイミングをそろえて排気を行い、20[時間]排気後の到達圧力を測定した。排気時の操作タイミングを表1に、測定された到達圧力を表2に示す。

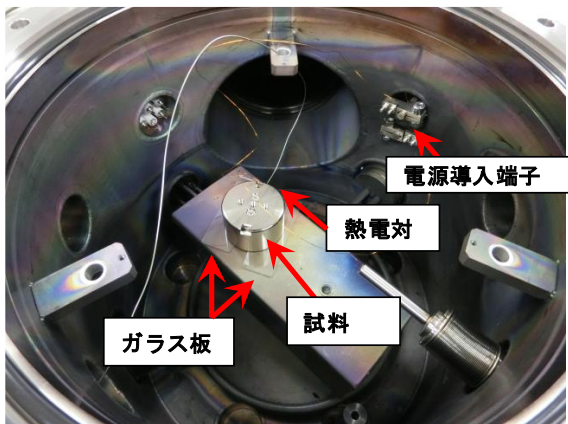


図3 チャンバー内への試料設置の状況

表1 排気時の操作タイミング

排気時間	Tiゲッタポンプ	IN HEATER	MS HEATER
00:10	連続加熱	ON	ON
00:20	連続加熱	OFF	ON
00:40	連続加熱		OFF
01:45	加熱5分/余熱5分		
03:00	OFF		
20:00	到達圧力測定		

表2より、試料1、2ともに到達圧力は 1×10^{-5} [Pa]台の低い圧力を示していることがわかる。

この結果より、試料1及び2ともに試料表面の汚染

物質は除去されており、放出ガス量が低く抑えられていることが確認できた。

表2 20時間排気後の到達圧力

試料	到達圧力 [10 ⁻⁵ Pa]
試料1+ガラス	1.6
試料2+ガラス	1.3
試料なし	0.34
ガラスのみ	0.53

2. 3. 洗浄した試料の放出ガスの成分分析

試料の放出ガス成分を分析するため、試料1、2、ガラスのみ及び試料なしの状態に到達圧力に達した際のチャンバー内の残留ガスの質量分析を行った。その結果を図4に示す。

図4の試料1、2及びガラスのみの質量分析結果からは、試料なしの場合と同様に水、窒素、酸素、二酸化炭素のピークが観察され、特に水のピークが大きいことがわかる。

これらのピーク間の強度比に関してほぼ同等の比率を示していることから、残留ガスの大部分は試料表面に吸着した水によるものであり、汚染物質に由来するものは非常に少ないと考えられる。このことから、試料表面に吸着している水を排気中にベーキングにより脱離させることで放出ガス量をさらに低減させ、到達圧力をさらに低下させることができると考えられる。

2. 4. ベーキングによる放出ガス低減

試料1及び2について真空中でベーキングを行い、表面に吸着している水を脱離させて到達圧力を低下させることを試みた。ベーキングは試料への通電による抵抗加熱で行い、試料1は高温ベーキングとして18[V]で150[分]通電、試料2は低温ベーキングとして10[V]で60[分]通電の条件で行った。ベーキング中の到達温度は試料表面に張り付けた熱電対で測定を行った。加熱後、排気を続けながら20[時間]冷却し、到達圧力を測定した。ベーキング前後の到達圧力及びベーキング時の試料表面の到達温度を表3に示す。

表3 ベーキング前後の到達圧力及び試料表面温度

試料	ベーキング前 到達圧力 [10 ⁻⁵ Pa]	試料表面 到達温度 [°C]	ベーキング後 到達圧力 [10 ⁻⁵ Pa]
試料1	1.6	146	0.85
試料2	1.3	42	0.81

表3よりベーキングにより到達圧力が半分程度に低下していることがわかる。このことから、ベーキング

によって水を脱離させることで到達圧力を低くできることが確認できた。

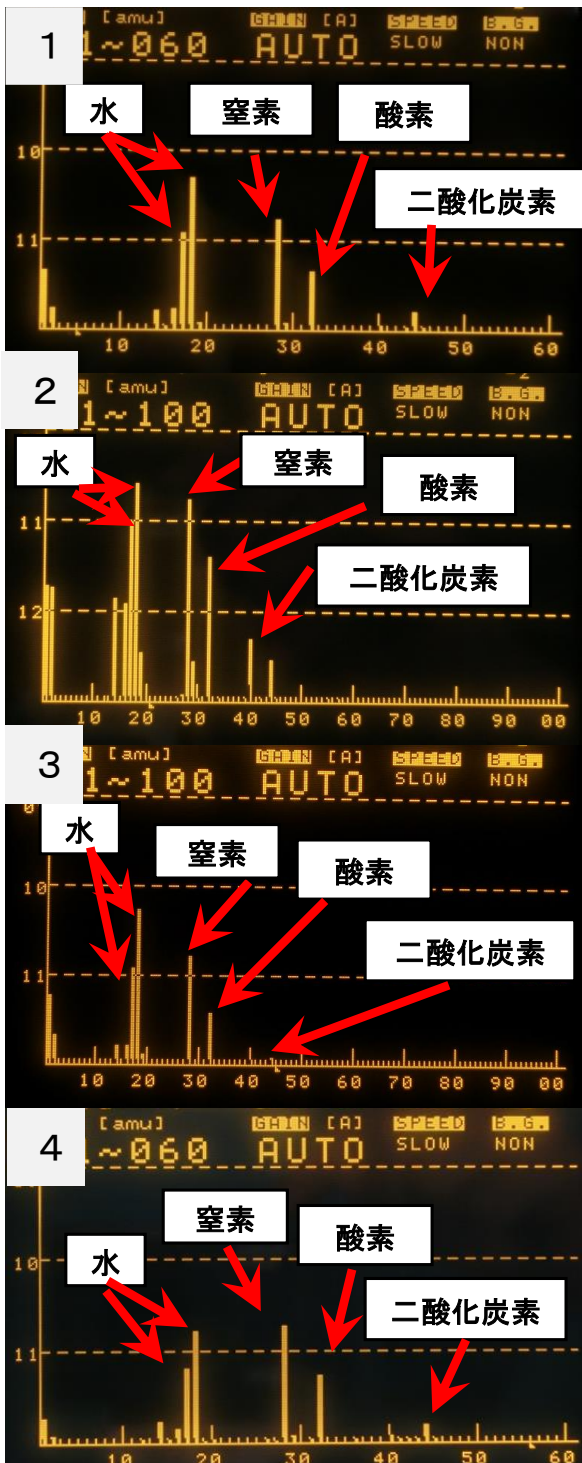


図4 到達圧力下での残留ガスの質量分析結果
 (1 : 試料1+ガラス, 2 : 試料2+ガラス,
 3 : ガラスのみ, 4 : 試料なし)

また、試料1ではベーキング時の試料表面の到達温度が146[°C]に達したが、冷却後の到達圧力は試料2と差が見られなかった。これは真空中では対流による熱伝導が起きないために試料内部で温度の不均一が

発生し、ベーキングが不十分であった可能性が考えられる。ベーキングは高温の方が効果的と考えられるが、過熱された場合には部品あるいは周辺部材の熱分解を招く恐れもある。そのため、ベーキング条件については装置組付け時の熱伝達の状態も考慮してベーキングの条件を検討する必要があると考えられる。

3. 結言

洗浄による真空用部品の表面の汚染物質の除去及び洗浄に起因する新たな残渣の発生がないことを確認するため、異なる方法で洗浄した真空用部材を真空チャンバー内に入れ、一定時間排気した後の圧力の測定及びチャンバー内部に残留している放出ガスの質量分析を行った。

また、部品を真空中でベーキングすることで放出ガスを低減させ、到達真空度を低下させることを試みた。その結果、以下の知見を得た。

- ・ニッコーシ株式会社で手法を変えて洗浄した部品はいずれも放出ガスが少なく、汚染物質に由来する放出ガスの成分も検出されなかった
- ・高真空下で部品から放出されるガスは大気から部品表面に吸着したガス成分であり、特に水の影響が大きいことが確認できた。
- ・ベーキングは表面に吸着しているガス成分の脱離に効果があり、到達圧力の低下に効果があることが確認できた。
- ・ベーキングの加熱手法、加熱時間については部品に使用されている素材や、組み付け状態に応じて検討する必要がある。