

氏名	三木正晴
学位（専攻分野）	博士（学術）
学位記番号	総研大甲第97号
学位授与の日付	平成6年9月20日
学位授与の要件	数物科学研究科 加速器科学専攻 学位規則第4条第1項該当
学位論文題目	非吸着性ガスの真空排気過程測定装置の開発 －超高純度窒素ガスと超高純度アルゴンガスの排気過程－
論文審査委員	主査 教授 黒川 眞 一 教授 木村 嘉 孝 教授 高田 耕 治 教授 小林 正 典 教授 石丸 肇 教授 大見 忠 弘（東北大学） 助教授 水野 元 （高エネルギー物理学研究所） 助教授 金澤 健 一 （高エネルギー物理学研究所）

## 博士論文内容の要旨

近年、加速器分野や半導体製造装置分野で、超高真空を維持していたシステムを大気圧にした後、できるだけ速くそれをもとの超高真空状態に戻したいと言う要望が強い。ここで排気時間を長くしている主因は、真空チャンパー表面に吸着している水と考えられているので、水分を含まないガスなら急速に排気できるはずである。

しかし、これまでの研究は吸着ガス（主に水）の真空排気過程への影響に関するものばかりで、逆にその基礎となる水分の影響をほぼ完全に除去した非吸着性ガス（超高純度窒素ガスや超高純度アルゴンガスなど）の排気過程を初期排気過程も含めて実測し議論したものは未だ存在しない。

そこで、水分の混入を極限まで防止することにより、非吸着性ガスの排気過程  $[\exp(-S_e t/V)]$  ( $S_e$ : ポンプの有効排気速度、 $V$ : チャンパー体積、 $t$ : 経過時間) に比例して圧力が下がると予想される排気過程] を大気圧からすくなくとも  $10^9$  Torr レベルまで測定し、排気過程の高速化の基礎データを得ることを目的に本真空排気過程測定装置を開発した。

非吸着性ガスの排気過程を  $10^9$  Torr レベル まで測定するために以下の4点を中心に開発した。

### 1) 残留表面吸着ガスの極小化

クライオポンプ（主ポンプ）とチャンパーでメインシステムを構成し、チャンパー、クライオポンプの外筒、バルブなどの室温になる部分の表面処理をすべて内側から電子ビーム溶接した高純度アルミニウムのEX-鏡面加工面にして、装置全体の最終到達可能ガス放出速度を  $10^{-14}$  Torr-ℓ/s cm<sup>2</sup> レベルとする。

### 2) 大気の極微小リークによる水分流入量の極小化

クライオポンプを全メタルシール方式とし、実質上メインシステムを大気（水分含有量約4.000 ppm）の透過や漏れが無視できる完全閉鎖システムとする。

### 3) 排気中の真空ポンプからの水分逆流量の極小化

上記完全閉鎖システムにできるだけ速やかに移行し、その間のチャンパーへの水分の流入量を  $10^9$  (大気圧) のガス換算で10 ppb 以下になるように、急速立ち上がり可能な一軸制御型磁気軸受方式のターボ分子ポンプを開発し、粗排気系の立ち上がり時間を実質上約40秒と極めて速くする。

### 4) 導入ガス中の含有水分量の極小化

チャンパーへの導入ガス（超高純度窒素ガスや超高純度アルゴンガスなど）の吸着ガス成分（主に水）を数ppb以下にする。

上記性能の真空排気過程測定装置（システムへの総水分流入量が  $10^9$  (大気圧) のガス換算で約10 ppb）の開発に成功し、非吸着性ガスの排気過程を残留ガス分析も含めて測定することにより、以下のことが判明した。

1) 従来から期待されている通り非吸着性ガス（超高純度窒素ガスや超高純度アルゴンガスなど）は、 $\exp(-S_e t/KV)$ ,  $K=1$  に比例して圧力が減少することを  $10^6$  Torr レベルまで実験で確認した。

システムへの総水分流入量から、 $10^9$  Torr レベル まで  $\exp(-S_e t/KV)$ ,  $K=1$  に比例して圧力が減少するとの予想に反し、 $10^6$  Torr レベル以下では  $K$  値が急激に増大する実験結果を得た原因をさらに追求した結果、

### 2) 表面微細構造内の滞留ガスの排気過程

$10^6$  Torr レベル以下の排気過程は、流入水分量を極小にし、さらに非吸着性ガスの排気を極めて素早くおこなうことにより、従来は観測できなかった近似的に圧力が  $t^2$  に比例する表面微細構造内に滞留する非吸着性ガスの排気過程を初めて実測したものと簡単なモデルを用いて説明できた。

### 3) 急速排気装置としての性能

超高純度窒素ガス（水分含有量数ppb以下）をチャンパー内に大気圧まで導入することにより、排気体

積約10ℓの真空チャンバーを有効排気速度2.8ℓ/s (N<sub>2</sub>)の油回転ポンプと48ℓ/s (N<sub>2</sub>)のターボ分子ポンプと150ℓ/s (N<sub>2</sub>)のクライオポンプで

760 Torr より、	
8 x 10 <sup>-6</sup> Torr まで	43 秒
1 x 10 <sup>-8</sup> Torr まで	150 秒
1 x 10 <sup>-10</sup> Torr まで	1 x 10 <sup>4</sup> 秒 (2.8時間)

で到達した。

以上の結果から、大気圧からの排気過程を高速化するためには、表面に微細構造が存在することを考慮して、チャンバー最表面はもちろんのこと表面微細構造内部にも水分が吸着しないように、非吸着性ガス（水分含有量10 ppb 以下）をまず導入してチャンバー内を微細構造内部も含めて大気圧にすることが肝要である。なぜなら、微細構造内部に吸着性ガスが一端侵入するとその除去は容易でないためである。さらに、表面微細構造内部に滞留する非吸着性ガスも問題になる場合は、表面にできるだけ微細構造を作らない表面処理方法や溶接方法の研究があらたに必要になってくると言える。

最後に、本開発装置の改良案の提案をした。

また付録で、本開発装置とその測定結果の応用（加速器や半導体製造装置用の排気システム、表面ガス放出研究用の実験装置など）や表面微細構造も含めた表面の吸着水に関する考察について述べた。

## 論文の審査結果の要旨

真空技術の進展により、超高真空を達成すること困難でなくなりつつあるが、いったん真空系を大気圧に戻すと、再びもとの超高真空状態に復帰するのに何日もかかるのが現状である。この場合、排気に要する時間を主として決定するものは、真空系の内壁に吸着している水分であると考えられている。三木正晴氏は発想を転換し、それでは、極限まで水分を除去した非吸着性ガス（窒素とアルゴン）はどのように排気されるであろうかという問題をたて、実験によって答えを見付け、いったん大気圧にした後の再排気過程を高速にする方法についての手掛かりを得ることを試みた。

三木氏は、このために、非吸着性ガスの真空排気過程を測定できる装置を製作した。この装置において最も重要な点は、測定システム内への外部からの水分の流入を防ぎ、残留水分を10ppb程度に抑えることにある。三木氏は、2種類の不純物ガス除去装置を直列に接続したガス導入系を用いることを考え出し、導入窒素やアルゴンガス中の水分を数ppbまで小さくすることに成功した。三木氏は、また、粗排気系に用いられるターボ分子ポンプの立ち上がり途中の回転数が小さく排気速度が小さい期間中、水分が大気側からターボ分子ポンプを通して真空系側に逆流すること、この過程による水分流入を抑えるためには、粗排気系が急速に立ち上がること、の二つが本質的であることを見抜き、みずから考案した高速立ち上がり一軸制御型磁気軸受方式のターボ分子ポンプを用いることで、水分の流入量を10ppb程度に抑えることに成功した。

三木氏は、この装置を用いた実験により、(1) 窒素とアルゴンは、 $10^{-6}$  Torrまで、圧力は時間に対して指数関数的に減少することを観測し、(2) その後、 $10^{-9}$  Torrまでの間、近似的に時間の2乗に反比例してし圧力が減少する領域があることを発見した。後者は、これまでに報告されたことはなく、三木氏の実験によりはじめて観測されたものである。

以上のように、三木氏の研究は、水分を極限まで除去した窒素とアルゴンガスの排気過程を測定するための装置の開発と、その装置を用いて測定した実験結果よりなり、研究テーマ、測定装置とも独創的なものである。三木氏が発見した、時間の2乗に反比例して圧力が減少する排気過程の本質的な説明は今後の研究にまたなければならないが、このような現象を観測できたことは、氏の開発した装置の有効性を示すものである。この研究は今後大いに参照され、応用されるであろう。すでにこの研究の一部は、Journal of Vacuum Science and Technology誌に発表されている。

これらのことから、本論文は学位授与の対象として十分であると判定する。