

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—

三 木 正 晴
博士（学術）

総合研究大学院大学

数物科学研究科 加速器科学専攻

平成 6 年度
(1 9 9 4)

目次

第1章 序論	1
1-1 緒言	
1-2 本装置開発の背景	
1-3 本装置開発の目的	
1-4 本論文の構成	
第2章 真空排気過程測定装置	15
2-1 緒言	
2-2 真空排気過程測定装置の基本仕様	
2-3 システムⅠ (SystemⅠ)	
2-3-1) システムⅠの到達圧力 (到達表面ガス放出速度)	
2-3-2) システムⅠの総水分流入量	
2-3-3) システムⅠの圧力計測の応答速度と相対誤差	
2-4 システムⅡ (SystemⅡ)	
第3章 超高純度窒素ガス (超高純度アルゴンガス) の排気過程	49
3-1 緒言	
3-2 実験方法	
3-3 体積ガスの排気過程	
3-4 微量表面吸着ガスの排気過程	
3-5 急速排気装置	
3-6 結言	
第4章 表面滞留窒素ガス, アルゴンガスの排気過程	66
4-1 緒言	
4-2 実験方法	
4-3 結果	
4-4 計算モデル	
4-5 考察	
4-6 結言	
第5章 まとめ	84
5-1 真空排気過程測定装置の性能	
5-2 超高純度窒素ガス (超高純度アルゴンガス) の排気過程	
5-3 本装置の問題点と改良案	
付録1 本装置および測定結果の応用	91
1) 加速器への応用	
2) 半導体製造装置への応用	
3) 表面ガス放出の研究への応用	
付録2 本装置および測定結果に関連した考察	98
1) 表面微細構造からの水の排気過程についての考察	
2) 表面吸着水の化学反応除去についての考察	
付録A Single axis active magnetic bearing system with mechanical dampers for high speed rotor	104
付録B Characteristics of extremely fast pump-down process in an aluminum ultrahigh vacuum system	109
付録C Fundamental test and design of turbomolecular pump with water trap using high Tc superconductor magnetic bearing	116
付録D Water in vacuum/ Cleaning/ Fast pump-down process	119
謝辞	121

第1章 序論

1-1 緒言

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、チャンバ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。本章では、水分を極限まで除去した非吸着性ガス（窒素ガスあるいはアルゴンガスのように、いわゆる物理吸着のみを考えればよいガス）の真空排気過程について、特に、排気の初期過程について実測し、かつその過程の高速化を追求することの背景を中心に述べる。

1-2 本装置開発の背景

近年、各種材料表面の研究が進み^{1,2}、どのような材質でどのような表面処理をすれば、どの程度までガス放出速度が低減するかがわかってきたため、適切な材料で構成した真空装置なら、ベーキング処理をしながらある程度の時間（2～3日程度）をかければ、超高真空はもちろんのこと極高真空（ 1×10^{-11} Torr以下）の達成でさえ、それほど難しいことではなくなっている。しかしながら、せっかく何日もかけて真空装置の表面からのガス放出速度を低減させ超高真空あるいは極高真空状態を達成しても、一旦その真空装置を大気圧に戻すと、再びもとの真空状態にするのにまた何日もかかるのが現状である。この原因は、大気中の水分が真空装置の表面に吸着し、その脱離エネルギーが高くもなく、低くもないある特別な値（11～20 Kcal/mol）のため徐々に表面のガスが脱離するためと考えられている。

そこでまず、水分を含んだガスの排気時間を推定する従来からよく用いられている実用的な方法を復習する³。

真空の排気方程式

$$V \frac{dP}{dt} = -S_e P + Q$$

V：チャンバー体積

P：チャンバー圧力

S_e ：有効排気速度

Q：チャンバー内の全ガス放出速度

t：時間

より

圧力が 10^{-3} Torr レベル以上では、

表面からのガス放出速度（主に水）を表面吸着分子数密度が圧力に比例するとして

$$Q = -d(A\sigma)/dt = -\kappa A dP/dt \quad A : \text{チャンバー表面積}$$

σ : 表面吸着分子数密度

（但し κ はある圧力範囲で一定とみなせる定数）とおき、

$$(V + \kappa A) dP/dt = K V dP/dt = -S_e P$$

$$K = (1 + \kappa A/V)$$

から

K が一定とすれば、

$$P = P(0) \exp(-S_e t / (KV))$$

となる。

ここで K の値は、表面からのガス放出の影響度を示す値で、実用的に圧力範囲によって、

$$760 \text{ Torr} \sim 1 \text{ Torr} \quad K = 1.1$$

$$1 \text{ Torr} \sim 10^{-1} \text{ Torr} \quad K = 1.5$$

$$10^{-1} \text{ Torr} \sim 10^{-3} \text{ Torr} \quad K = 4.0$$

としている⁴。

圧力が 10^{-3} Torr レベル以下では、

真空系の時定数 V/S_e （通常 1 秒以下）に比べて十分に時間が経過した後の過程となるので、圧力はチャンバー表面からの全ガス放出速度 Q の時間変化で決まるとして、

$$P(t) = Q(t)/S_e$$

とし

$Q(t)$ の時間変化の初期は、表面に吸着している水による放出ガスが律速過程となり、

$$P \propto Q(t) \propto t^{-1}$$

その後次第に、チャンバー固体内部から拡散してくるガスによる放出ガスが律速過程になり、

$$P \propto Q(t) \propto t^{-0.5}$$

最後は、一定の極く微小リークや透過ガスにより、最終到達圧力 P_u でほとんど変化しなくなる。

$$P \equiv P_u$$

それでは、水分を全く含まない脱離エネルギーの非常に低い理想的な窒素ガス（窒素ガスやアルゴンガスの物理吸着からの脱離エネルギーは、 $1 \sim 5 \text{ Kcal/mol}^1$ ）を使って真空装置を大気圧に戻した場合は、どのような排気過程になるのだろうか。

前述した排気方程式中の κ を物理吸着に関するパラメータ（ s ：窒素ガスの物理吸着確率、 τ ：窒素ガスの表面での平均吸着時間）で表現する。

簡単にするため s 、 τ が吸着量に無関係とすると、

$$P = P(0) \exp(-S_e t / (KV)) \quad V: \text{チャンバー体積}$$

$$K = (1 + \kappa A/V) \quad A: \text{チャンバー表面積}$$

$$\kappa = v s \tau \times 10^{-3}/4 \quad \text{J/cm}^2 \quad P: \text{チャンバー圧力}$$

S_e : 窒素ガスの有効排気速度

v : 窒素ガスの平均速度

$$v = 1.46 \times 10^4 \times (T/M)^{0.5} = 2.76 \times 10^3 (T)^{0.5} \text{ cm/s}$$

T : 絶対温度

M : 質量数 28

となる⁶。

ここで、窒素ガスの脱離エネルギーを従来からの低温での測定値（例えば、 $E_d = 4 \text{ Kcal/mol}^7$ ）程度として、次章で述べる本真空排気過程測定装置の諸定数をあてはめて計算すると以下ようになる。

$$A \text{ (チャンバー表面積)} : 3000 \text{ cm}^2$$

$$V \text{ (チャンバー体積)} : 10 \text{ J}$$

$$S_e \text{ (窒素ガスの有効排気速度)} : \text{油回転ポンプ } (\sim 10^{-2} \text{ Torr}) \text{ は } \sim 3 \text{ J/s}$$

$$\text{ターボ分子ポンプ } (10^{-3} \text{ Torr} \sim) \text{ は } \sim 50 \text{ J/s}$$

$$v \text{ (窒素ガスの平均速度)} : T = 300 \text{ K} \text{ として } v = 4.8 \times 10^4 \text{ cm/s}$$

$$\tau \text{ (窒素ガスの平均吸着時間)} : \tau = \tau_0 \exp(E_d/RT) \text{ ここで } E_d \text{ は脱離エネルギー, } R \text{ は気体定数, } \tau_0 \text{ は定数で } 10^{-13} \text{ sec} \text{ である}^8。$$

$$E_d = 4 \text{ Kcal/mol}^7, T = 300 \text{ K}, R = 2.0 \times 10^{-3} \text{ Kcal/(mol deg)} \text{ として}$$

$$\tau = 8 \times 10^{-11} \text{ sec}$$

$$\kappa A = A v s \tau \times 10^{-3}/4 = s \times 3 \times 10^{-6} \text{ J}$$

$$K = (1 + \kappa A/V) = (1 + s \times 3 \times 10^{-7})$$

となり、

吸着確率 s が 1 としても K の値は $(1+3 \times 10^{-7}) \approx 1$ になり、圧力 P は表面にまったくガスが吸着しないとした場合の $\exp(-S_e t/V)$ に比例して減少するはずである。(以後、この圧力が $\exp(-S_e t/V)$ に比例して減少する排気過程を体積ガスの排気過程と呼ぶ。)

従って、圧力は約 40 秒で大気圧から 10^{-3} Torr レベルになり、その後 5 秒もすれば、金属内部からの水素、一酸化炭素などのガス拡散あるいは真空容器外部からの微小透過ガスなどによる放出ガスが大部分となるガス導入前の到達圧力付近まで到達すると予測できる。

それでは実際は、どのような排気過程になるのだろうか？

またこのような排気過程を実測した例はあるのだろうか？

そこで先人の関連した業績を調査してみると、以下のようである。

1960 年台の業績に関して、R.J.Elsey が総合報告(1975)でまとめている^{9,10}。

たとえば、A. Schram は表面吸着分子数密度 σ の変化率 $d\sigma/dt$ が吸着ガスの表面被覆率 $\theta = \sigma/\sigma_m$ (σ_m は被覆率が 1 の時の σ) と脱離エネルギー E_d とから、

$$d\sigma/dt = -k\theta \exp(-E_d/RT) \quad (k: \text{定数}, R: \text{気体定数}, T: \text{絶対温度})$$

に従うと仮定して、種々の脱離エネルギー分布の場合についての表面放出ガスの時間変化を導出した¹¹。

その結果を表 1-1 に示す。

たとえば、

脱離エネルギーが一定 ($E = E_0$) の場合

$$\text{表面ガス放出速度} \quad q \propto \exp(-\alpha t) \quad \alpha: \text{定数}$$

脱離エネルギーが表面被覆率 $\theta = \sigma/\sigma_m$ の一次関数で減少する ($E = E_0(1 - \beta\theta)$) の場合 $\beta: \text{定数}$

(但し表 1-1 では $\theta = n/n_m$)

$$\text{初期の表面ガス放出速度} \quad q \propto t^{-1}$$

$$\text{終期の表面ガス放出速度} \quad q \propto \exp(-\alpha t)$$

などを導出している。

図 1-1 は、吸着ガスの脱離エネルギーが分布している場合の表面ガス放出の時間変化を D.G.Bills が視覚的に表現したものである¹²。この図から種々の脱離エネルギー一定の曲線の包絡線がほぼ $q \propto t^{-1}$ になる様子がよくわかる。

Table 1 (Schram, 1963⁶)

Case	Desorption energy	Variation of outgassing rate with time		
I	$E = E_0$		$\log(-q) = \log(-q_0) + \frac{1}{n_m} \cdot q_0 \cdot (t - t_0)$	
II	$E = E_0 \left(1 - \beta \frac{n}{n_m}\right)$		$\log(-q) = -\log\left(\frac{\beta E_0}{n_m RT}\right) - \log(t - t_0)$	$\frac{1}{n} \ll \frac{\beta E_0}{n_m RT}$
			$\log(-q) = \log(-q_0) + \frac{1}{n_m} \cdot q_0 \cdot (t - t_0)$	$\frac{1}{n} \gg \frac{\beta E_0}{n_m RT}$
III	$E = E_0$	dissociation	$\log(-q) = \log\left(-\frac{n_m^2}{q_0}\right) - 2 \log(t - t_0)$	
IV	$E = E_0 \left(1 - \beta \frac{n}{n_m}\right)$	dissociation	$\log(-q) = -\log\left(\frac{\beta E_0}{n_m RT}\right) - \log(t - t_0)$	$\frac{2}{n} \ll \frac{\beta E_0}{n_m RT}$
			$\log(-q) = \log\left(-\frac{n_m^2}{q_0}\right) - 2 \log(t - t_0)$	$\frac{2}{n} \gg \frac{\beta E_0}{n_m RT}$
V	$E = E_0$	readsorption	$\log(-q) = \log n_m(B + Cp) - (B + Cp)(t - t_0)$	B and C constants
VI	$E = E_0$	dissociation	readsorption	no satisfactory solution
VII	$E = E_0 \left(1 - \beta \frac{n}{n_m}\right)$	readsorption	$\log(-q) = -\log\left(\frac{\beta E_0}{n_m RT} - \frac{Cp}{q_0}\right) - \log(t - t_0)$	$\frac{1}{n} \ll \frac{\beta E_0}{n_m RT}$ p small t large
VIII	$E = E_0 \left(1 - \beta \frac{n}{n_m}\right)$	dissociation	readsorption	no satisfactory solution

Table 1-1 Schram's equations for six of the eight cases he has identified¹¹.

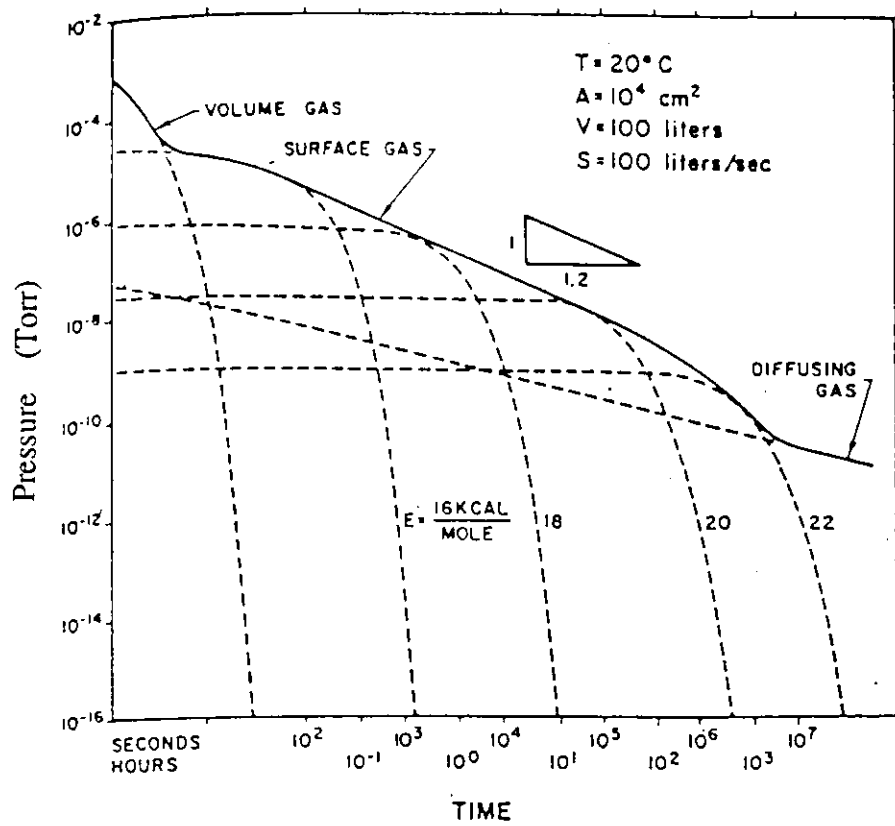


Fig.1-1 Total pressure before bakeout¹².

さらに1980年代になるとG. Horikoshiらが、ガスの表面への吸着と脱離現象を積極的に運動論で扱い、排気中の表面ガス放出速度は、それらの差から生じることを念頭に数値計算で排気中の表面ガス放出の時間変化を導出している¹³。

これらの統一的な説明として、H.Mizuno とG. Horikoshi の報告があるので簡単に紹介する^{14,15}。

金属表面からのガス放出速度の時間変化を議論するのに大きくわけて二つの方法がある。一つは、金属表面のガス分子吸着相と気相との間に平衡状態が成り立つとして、ガス分子の吸着特性を表す吸着等温線により金属表面からのガス放出現象が決定されたとする熱力学的モデルを仮定する方法、他方は、平衡状態を仮定せず表面の気体吸着相と気相の間をガス分子が移動し、脱離量と吸着量の差がガス放出量になるとする物理的モデルで計算する方法である。

熱力学的モデルでは、

温度一定として、表面吸着分子数密度が圧力の関数 $\sigma = \sigma(P)$ とすると、

排気方程式は、

$$-S_e P = d/dt (A \sigma(P) + PV) = dP/dt (A d\sigma/dP + V)$$

となり

例えば、吸着ガスの吸着エネルギーが表面吸着分子数密度 σ に比例して減少する場合（表1-1 のⅡ）に対応するTemkin型の吸着等温線 $\sigma(P) = a \ln(bP)$ (a, b は定数)を仮定すると、体積ガスの排気を無視できる高真空領域では、

$$P = (a A/S_e) t^{-1}$$

となる。

また、吸着ガスの吸着エネルギーが表面吸着分子数密度 σ と共に指数関数的に減少する場合に対応するFreundlich型の吸着等温線 $\sigma(P) = a P^c$ ($a, 0 < c < 1$ は定数)を仮定すると、体積ガスの排気を無視できる高真空領域では、

$$P = (S_e(1-c)/(Aac))^{-1/(1-c)} t^{-1/(1-c)} \quad 1/(1-c) > 1$$

となる。

H.Mizuno はこの報告書のなかで、ステンレス鋼材やアルミニウム押し出し材の常温でのガス放出特性は、Freundlich 型の吸着等温線に従う水分子の脱離現象としてよく説明できると述べている。

物理的モデルでは、

吸着分子の吸着エネルギーは適当なエネルギー範囲に分布しており吸着点の吸着エネルギーに対する分布は面の性質として確定していると仮定すると、

吸着点分布関数 $\rho(E) = \text{一定}$ の場合

$$P \propto t^{-1}$$

吸着点分布関数 $\rho(E) = r^{2E}$ ($r \neq 1$) で

$$r > 1 \quad \text{の時} \quad P \propto t^{-\alpha} \quad (\alpha < 1)$$

$$r < 1 \quad \text{の時} \quad P \propto t^{-\alpha} \quad (\alpha > 1)$$

となる。

いずれの議論も、大気に暴露した真空チャンバーの高真空領域での圧力の時間変化（あるいは表面からのガス放出速度の時間変化）は、ほぼ時間の逆数 (t^{-1}) に比例して減少するという実験事実の説明である。

K. Kanazawa は、G. Horikoshi の基本方程式と同等の式から出発し、その解について σ - n 平面 (σ : 表面吸着分子数密度、 n : チャンバー内気体分子数密度) で大域的な検討をすることにより、排気の初期過程を過ぎてからの緩やかな圧力の時間変化を表す排気曲線は、初期条件によらずある普遍的な曲線に収束することを示し、H. Mizuno の呼ぶ熱力学的モデルと物理的モデルが同様の排気曲線を導き出す関係を明らかにした¹⁶。

また、水の真空排気過程への影響を表面への吸着脱離過程からだけではなく、そのバルク内への拡散も考慮した議論もある。K. W. Rogers が最初にこの考え方で大気に暴露した時間と排気中の表面ガス放出の時間変化との関係に関する論文を発表した¹⁷。彼は、水のバルク内への拡散に注目し、大気に暴露した時間が排気時間に比べて充分長い時は、水分濃度一定の半無限固体表面を突然真空にさらした時のガス放出速度にほぼ等しくなり、その時間変化は $t^{-0.5}$ に比例し、逆に暴露した時間が排気時間に比べて非常に短い時は、水のバルク内での濃度分布が表面を最大値としたガウス分布となり、ガス放出速度の時間変化は $t^{-1.5}$ に比例するとした。

最近では、H.F. Dylla らがこの理論を応用して、チャンバー表面の酸化層に水が一定濃度で含まれており、さらに水分を含んだ大気にさらされると、それに表面を最大値としたガウス濃度分布の水が加わるとしたモデルで種々の水分含有量の窒素ガスを使った実験結果を説明している¹⁸。すなわち、超乾燥窒素ガス（例えば、水分含有量がチャンバー表面被覆率0.02に相当）にさらした場合は、ほとんど酸化層内に新たな水が拡散していないので、すでに最初からあった表面酸化層内の水の拡散によるガス放出のみとなり、その時間変化はほぼ $t^{-0.5}$ に比例する。また大量の水分を含んだ窒素ガス（例えば、水分含有量がチャンバー表面被覆率数100に相当）にさらした場合は、新たに表面を最大値としたガウス濃度分布の水が表面

酸化層に加わるので、ガス放出速度の時間変化は $t^{-0.5}$ と $t^{1.5}$ の項の線形結合に比例するとして実験データを説明した。しかしながら、この実験データは、排気開始から 5 分以後の高真空 (10^{-7} Torr 以下) 状態になってからのもので、本論文の主テーマである非吸着性ガスの排気過程に関するものではない。

1990 年代にはいと緒言で述べたように、加速器分野では加速器有効利用時間増大のため、また半導体製造分野では製造コスト削減のため、超高真空を維持していたチャンバーをどうしても大気圧まで戻さねばならない時は、水分を含まない乾燥窒素ガスで大気圧まで戻し、その後できるだけ速くもとの圧力まで回復させたいという要望¹⁹⁾の高まりから、H. Ishimaru らは、超高真空を維持していたシステムを超乾燥窒素ガスで大気圧まで満たし、10 分程度保持した後なら、 10^{-9} Torr レンジへ排気する時間が劇的に短くなることを実験で示した²⁰⁾。図1-2 にその結果を示す。●印が水分含有量10ppm レベルの乾燥窒素ガスを導入した場合のデータで、○印が水分含有量10ppb レベルの超乾燥窒素ガスを導入した場合のデータである。 1×10^{-8} Torr に最速で7分程度で到達しているのがわかる。しかし残念ながら、このデータも排気開始から 3 分以後の高真空になってからのもので、しかも排気過程に関する詳細な議論をしていない。

その直後、K. Takahashi らは、導入ガス中の水分濃度を変えてそれと排気時間との関係を議論した²¹⁾。図1-3 にその結果を示す。図1-3 a) が大気をそのまま導入した場合の排気曲線で、水の排気過程が律速過程となっている。図1-3 b) は、水分含有量を700 ppb にした乾燥窒素ガスの場合のデータであるが、残念ながら水分が多く水の分圧変化が全圧の変化の50 % 近くを決めている場合の実験であり、本主課題に答えるものではない。ここで彼らは、図1-3 b) で□印 (H_2O) の分圧とほぼ同レベルの■印 ($N_2 + CO$) のデータを一酸化炭素ガスが主成分としている。(本論文の結果を先取りすると、■印 ($N_2 + CO$) のデータが窒素ガスの分圧も相当量含んでいる可能性がある。)

このように従来は、吸着ガス(主に水)の真空排気過程への影響に関する研究ばかりで、逆にそのベースとなる本主課題の水分の影響をほぼ完全に除去した非吸着性ガス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。

1-3 本装置開発の目的

前述した背景から、本開発装置は非吸着性ガス(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(特に初期過程)を実測することを第一の目的とした。

そしてこの測定により、超高純度窒素ガス(または超高純度アルゴンガス)は、どこまで $\exp(-S_e t/V)$ に比例して圧力が下がり (S_e : ポンプの有効排気速度、 V : チャンバー体積、 t : 経過時間)、その後は、

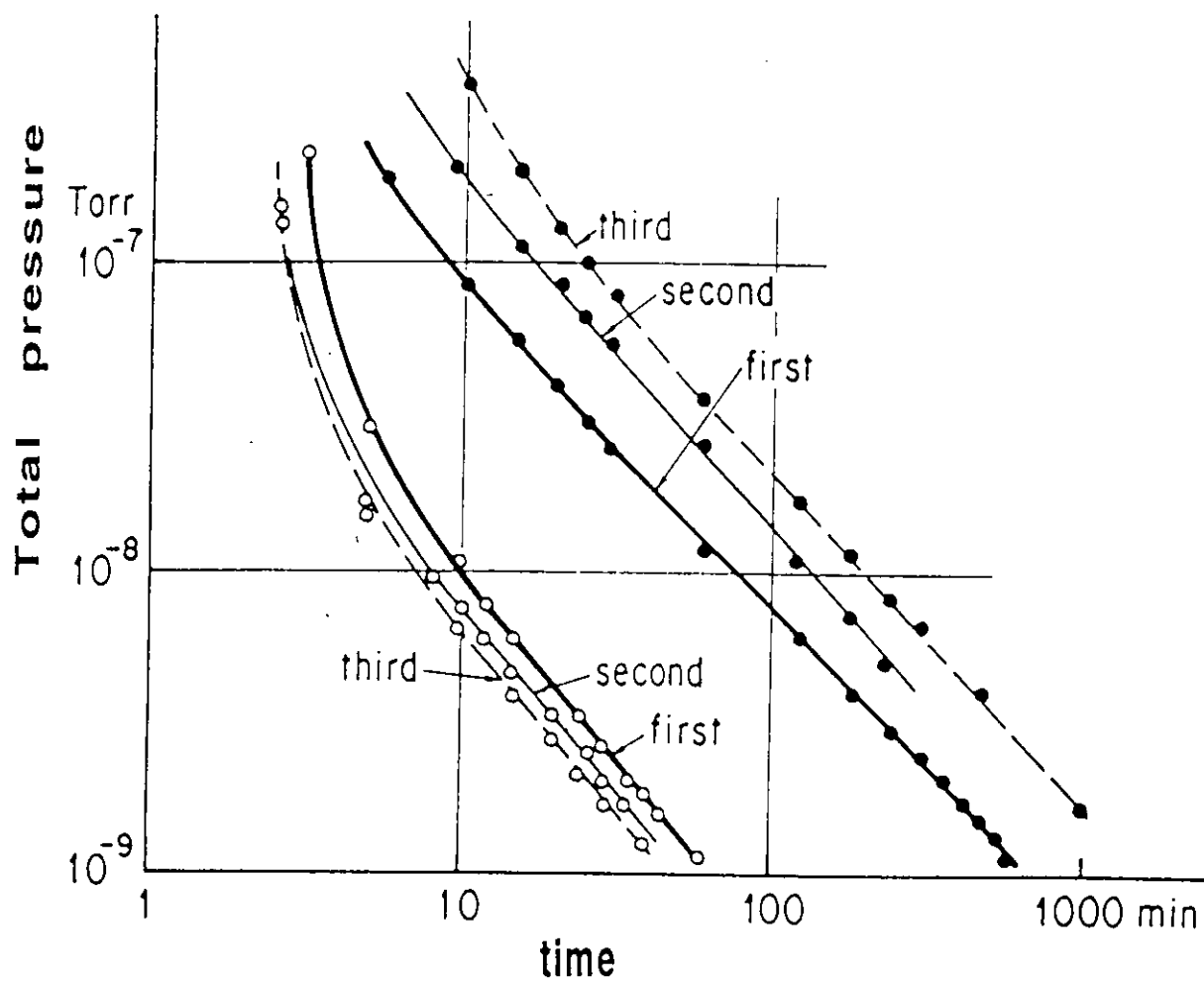


Fig.1-2 Ishimaru's system A pump-down curves²⁰.

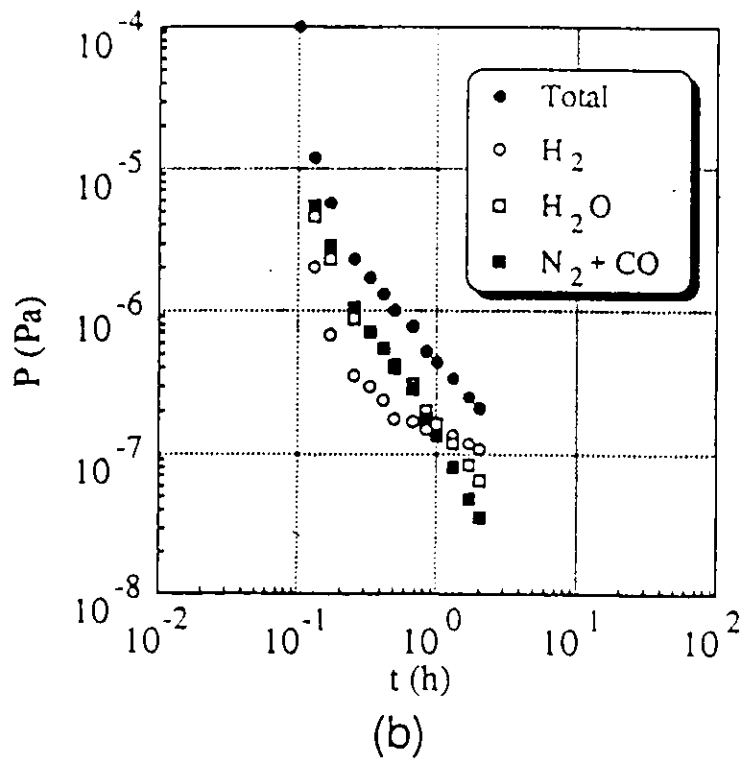
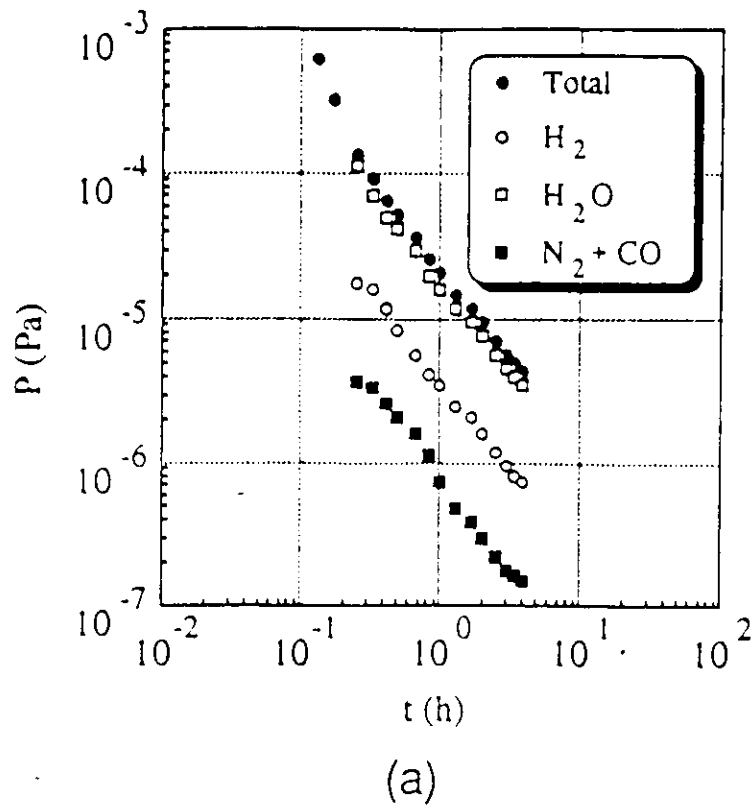


Fig.1-3 Pump-down curves after admitted atmospheric air (water content 4000 ppm) (a), and nitrogen (water content 700 ppb) (b) ²¹.

どういう排気過程になるのかが観測でき、排気過程の高速化の基礎データが得られる。またチャンバーへの導入ガスの水分含有量を極く微量変化させ、混入している水分の表面への吸着脱離過程の影響を観測することにより、排気の高速化を追求するうえでのチャンバーへ導入するガスの水分含有許容量を決定する基礎データも得られる。さらに、物理吸着しか考えなくてよい非吸着性ガスをプローブにして表面微細構造の排気過程への影響に関する実験も可能になるかもしれない。

1-4 本論文の構成

本論文は、第2章で、本開発装置である非吸着性ガスの真空排気過程測定装置に関して詳細に述べる。ここでは、本装置のキーポイントである“いかにして、測定システム内への水分の流入を防ぐか。”を中心に、それを実現するためのキーテクノロジーである粗排気系の急速立ち上がり一軸制御型磁気軸受方式²²のターボ分子ポンプ、主排気系のアルミニウム合金製外筒のオールメタルシール式クライオポンプ²³、アルミニウムチャンバー表面加工方法²⁴、不純物ガス除去装置²⁵などについて述べる。また、真空排気過程の圧力計測に用いたゲージについても併せて述べる。

第3章は、超高純度窒素ガスあるいは超高純度アルゴンガスの排気過程の測定結果とその考察を述べる。

第4章は、超高純度窒素ガスあるいは超高純度アルゴンガスの排気過程において、表面脱離ガス量を極小にすることとさらに非吸着性ガスの排気を極めて素早く行なうことにより、従来から知られている排気過程では説明できない排気過程を観測したことを述べる。

そしてその排気過程を、表面微細構造内部に滞留する非吸着性ガスの排気過程と推定して、一つの簡単なモデルで実験結果を説明する。

第5章は、本測定装置の性能と問題点およびその改良案についてまとめる。

最後に付録で、本装置および測定結果の応用について述べる。また上記表面微細構造も含めた表面の吸着水について考察する。さらに本論文のもとになった主要な既発表論文も添付する。

参考文献

- ¹T. Honma, "A Survey report on the outgassing", Shinku, 33, 541 (1990) (in Japanese)
- ²H.F. Dylla, D.M. Manos, P.H. Lamarche, "Correlation of outgassing of stainless steel and aluminum with various surface treatments", J. Vac. Sci. Technol. A 11, 2623 (1993)
- ³熊谷、富永他共編、真空の物理と応用、裳華房、400 (1970)
- ⁴H.A.Steinherz, Handbook of high vacuum engineering, Reinhold publishing corp. 191 (1963)
- ⁵R.Haul and B.A.Gottwald, Surface Science 4, "Adsorptionskinetik", 321,334 (1966)
- ⁶熊谷、富永他共編、真空の物理と応用、裳華房、153 (1970)
- ⁷熊谷、富永他共編、真空の物理と応用、裳華房、121 (1970)
- ⁸J.Frenkel, " Theorie der adsorption und verwandter erscheinungen", Z.Phys., 26, 117 (1924)
- ⁹R.J. Elsey, "Outgassing of vacuum materials - I ", Vacuum 25, 299 (1975)
- ¹⁰R.J. Elsey, "Outgassing of vacuum materials - II ", Vacuum 25, 347 (1975)
- ¹¹A. Schram, "Le desorption sous vide", Le Vide, 103, 55, (1963)
- ¹²D.G. Bills, "Ultimate pressure limitations", J. Vac. Sci. Technol. 6, 166 (1969)
- ¹³G. Horikoshi, "Physical understanding of gas desorption mechanisms", J. Vac. Sci. Technol. A 5, 2501 (1987)
- ¹⁴H.Mizuno and G.Horikoshi, Proceedings of the 5th Meeting on Ultra High Vacuum Techniques for Accelerators and Storage Rings, KEK Report 84-11,14 (1984) (in Japanese)
- ¹⁵G.Horikoshi and H.Mizuno, Proceedings of the 5th Meeting on Ultra High Vacuum Techniques for Accelerators and Storage Rings, KEK Report 84-11, 25 (1984) (in Japanese)
- ¹⁶K. Kanazawa, "Analysis of pumping down process", J. Vac. Sci. Technol. A 7, 3361 (1989)
- ¹⁷K.W. Rogers, "The variation in outgassing rate with the time of exposure and pumping", Trans. AVS Vac. Symp. 10, 84 (1963)
- ¹⁸Minxu Li and H.F. Dylla, "Model for the outgassing of water from metal surfaces", J. Vac. Sci. Technol. A11, 1702 (1993)
- ¹⁹T. Ohmi :Nikkei Microdevices, 1, 110 (1991) (in Japanese)
- ²⁰H.Ishimaru, K.Itoh, T.Ishigaki and M.Furutate, "Fast pump-down aluminum ultrahigh vacuum system" J. Vac. Sci. Technol. A 10, 547 (1992)
- ²¹K. Takahashi and M. Edamura, "Effect of the content of water vapor in the gas admitted into a vacuum chamber on pump time", Shinku, 36, 152 (1993) (in Japanese)
- ²²M.Miki, Y.Tanaka, Y.Yamaguti, T.Ishizawa and A. Yamamura, "Single axis active magnetic bearing system

with mechanical dampers for high speed rotor", 2nd Int Symp on Magnetic Bearing, T.Higuchi, University of Tokyo, Japan 183 (1990)

²³T.Kikuchi, N.Ohsako and Y.Hayashi, "Capability of obtaining extreme high vacuum by commercial G-M refrigerator-cooled cryopump", Vacuum 41, 1941 (1990)

²⁴H.Ishimaru, "Ultimate pressure of the order of 10^{-13} Torr in an aluminum alloy vacuum chamber", J. Vac. Sci. Technol. A 7, 2439 (1989)

²⁵J.L.Briesacher, M.Nakamura and T.Ohmi, "Gas purification and measurement at the ppt level", J. Electrochem. Soc. 138, 12, 3717 (1991)

第2章 真空排気過程測定装置^{1,2}

2-1 緒言

図2-1に2種類の本真空排気過程測定装置のブロック図を示す。両装置とも、大きく分けて、主チャンバー(Main Chamber)、粗排気系(Roughing Pump Line)、主排気系(Main Pump Line) およびガス導入系(Venting Gas Line) から構成されている。最初にシステムⅠ(SystemⅠ)を組み上げ、その実験結果をもとに改良したのがシステムⅡ(SystemⅡ)である。本装置の主目的は、非吸着性ガスの排気過程の測定なので、本システム内への水分の混入を極限まで防止すると同時に測定チャンバー表面に吸着している水分を素早く極小状態にできる装置にした。

2-2 真空排気過程測定装置の基本仕様

前章で述べたように、理想的な水分をまったく含まない非吸着性ガスの排気過程は、 $\exp(-S_e t/V)$ に比例して圧力が下がるはずである。(S_e : ポンプの有効排気速度、 V : チャンバー体積、 t : 経過時間)

そこで、図2-2と図2-3に示すような 10^{-9} Torr レベルまで $\exp(-S_e t/KV)$ ($1 \leq K < 1.1$) に比例する排気過程を実測できる真空排気過程測定装置を目標とした。

上記目標を達成するために満足すべき基本仕様は以下の3点である。

1) 到達圧力 (到達表面ガス放出速度)

図2-2の予想排気曲線 (Expected line) より明らかなように

$$\text{到達圧力 } P_u = 1 \times 10^{-10} \text{ Torr 以下}$$

(例えば有効排気速度 $S_e = 100 \text{ l/s}$ 、チャンバー表面積 $A = 10,000 \text{ cm}^2$ とすると、

$$\text{到達表面ガス放出速度 } q_u = P_u S_e / A = 1 \times 10^{-12} \text{ Torr l/s cm}^2 \text{ 以下})$$

とする。

2) 総水分流入量

図2-2に示す排気過程は、水分含有量10 ppbの超高純度窒素ガス(760 Torr, 10 l)の水分がすべてチャンバー表面に吸着し、そして50秒から 10^4 秒の間に約100 l/sの排気速度で時間の逆数に比例してすべて排気されとした場合のものである。

従って、

$$\text{総水分流入量 } 760 \text{ Torr} \times 10 \text{ l 換算で } 10 \text{ ppb 以下}$$

但し：ポンプの有効排気速度 = 約100 l/s, チャンバー体積 = 約10 l の場合

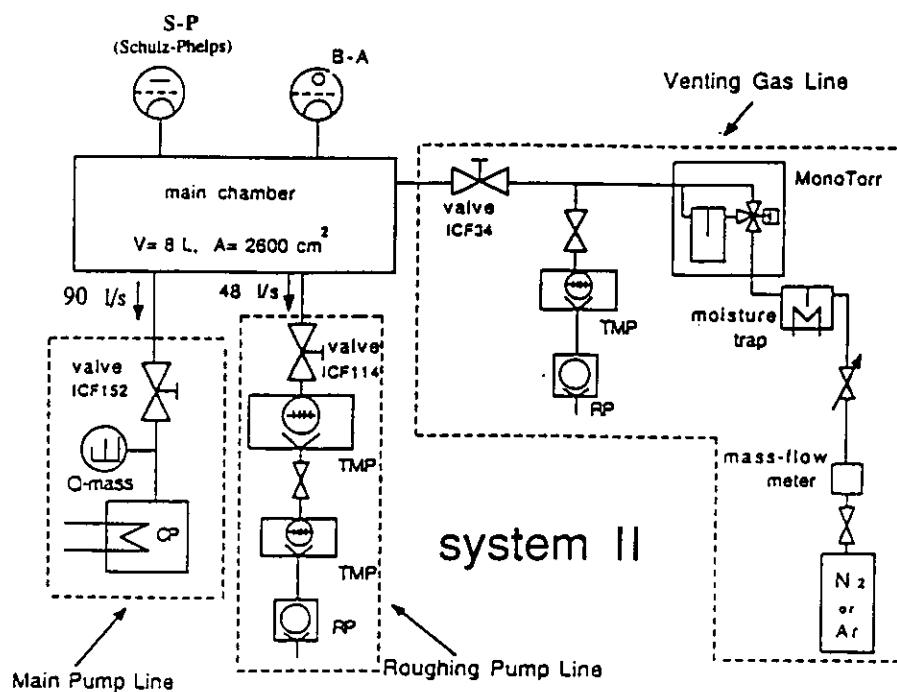
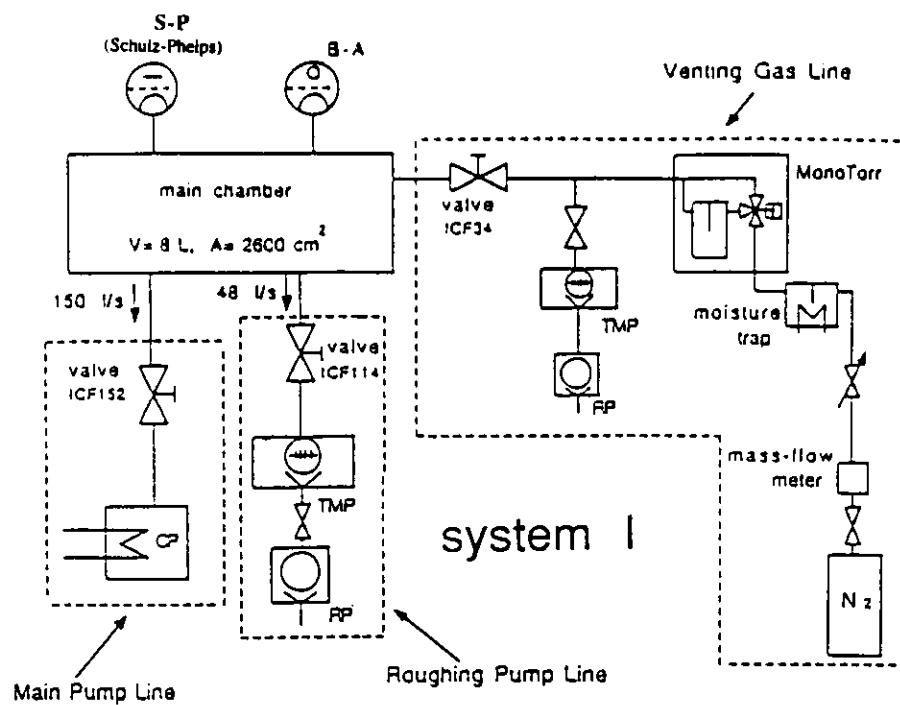


Fig.2-1 Experimental setup for extremely fast pump-down system I and system II.
(See appendix B)

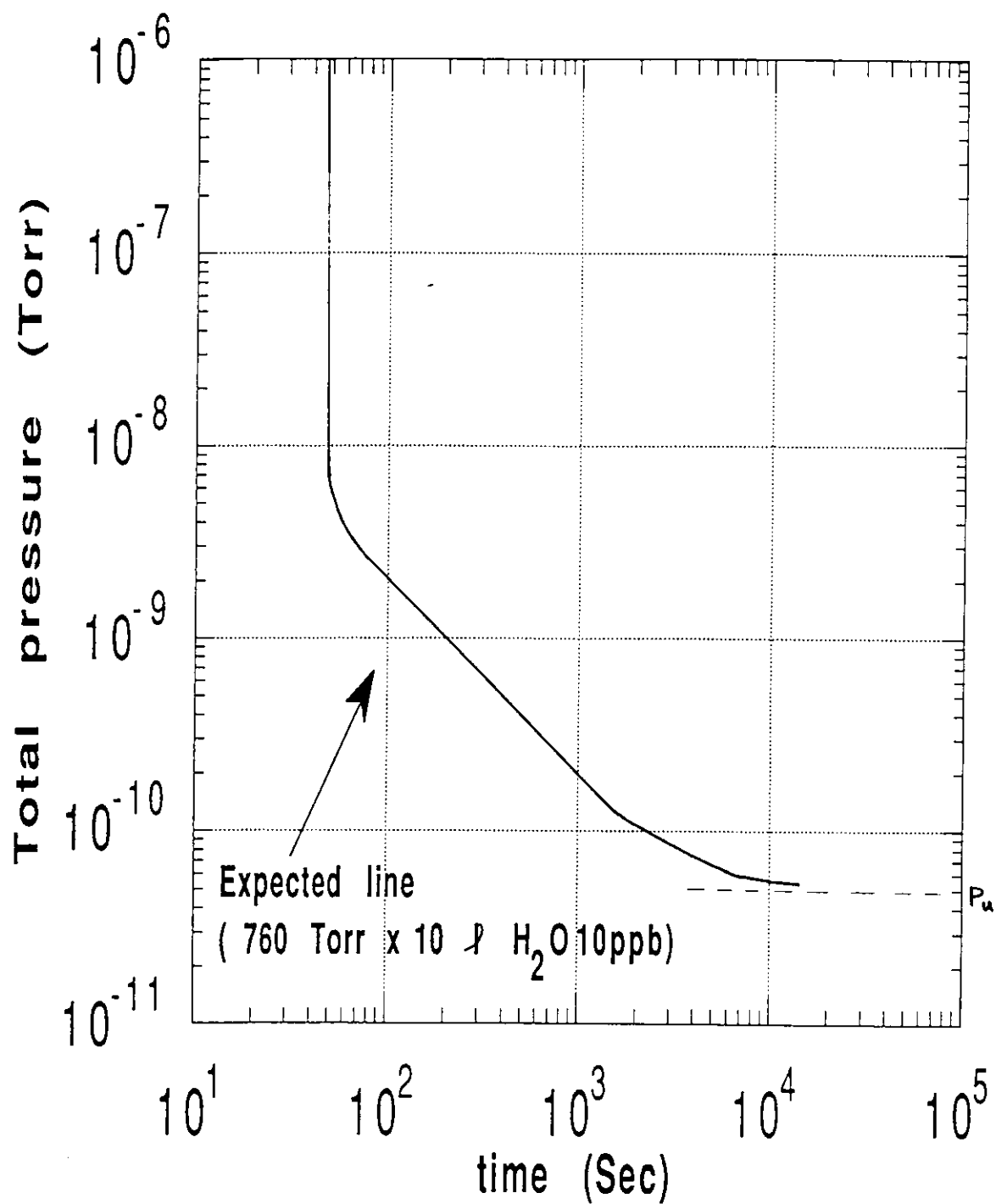


Fig.2-2 Expected pump-down curve for nitrogen (water content 10 ppb of 760 Torr x 10 l) using system II. Initial pressure is 760 Torr. (10 sec. \sim 10^5 sec.)

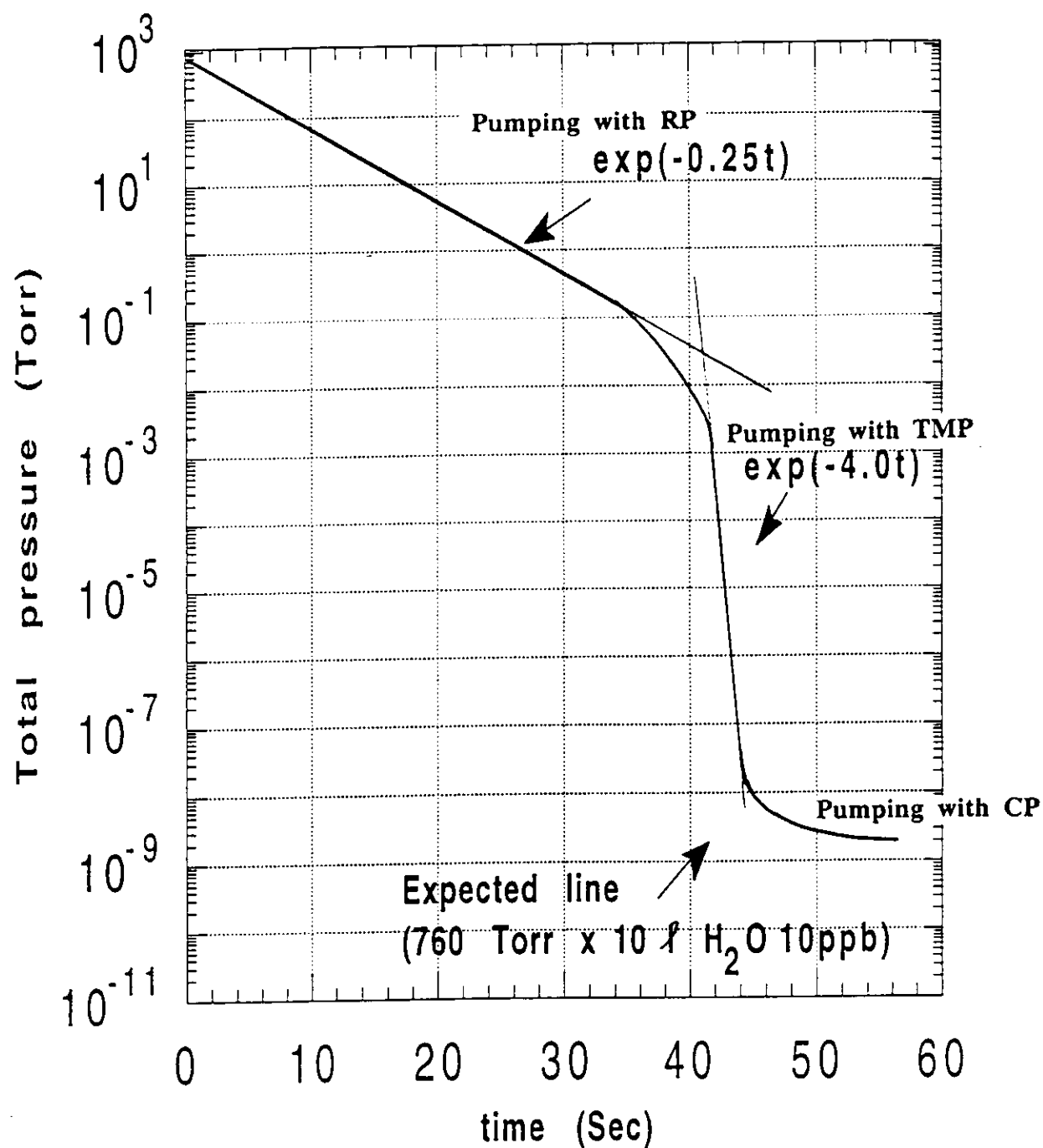


Fig.2-3 Expected pump-down curve for nitrogen (water content 10 ppb of 760 Torr x 10 l) using system II. Initial pressure is 760 Torr. (0 sec. ~ 60 sec.)

(総水分流入量＝導入ガス(760 Torr)中の水分含有量＋排気中の真空ポンプからの水分逆流量＋大気の極微量透過による水分流入量)

とする。

3) 圧力計測の応答速度と相対誤差

図2-3に示すように、圧力が指数関数に従って急激に変化している 10^{-4} Torr ～ 10^{-6} Torr のK値 ($\exp(-S_p/KV)$ のK) が±5 %以下の精度で一定値と判断できるために、

この圧力範囲内の1秒間隔の2個の測定値間で

応答時間の遅れ	50 msec 以下 (1 sec x 0.05)
圧力の相対誤差	2×10^{-6} Torr 以下 (5×10^{-4} Torr 基準で $S_p/V = 4.0$ の場合)

とする。

但し：有効排気速度 S_p の変化は、当然1秒間で5 %以下とする。

2-3 システム I (System I)

システム I (System I)の概略図を図2-4に示す。

まず主チャンバー(Main chamber)へ超高純度窒素ガスをガス導入系(Venting Gas Line)からガス導入バルブ(Vent-gas valve)を通して760Torr まで導入する。次に粗引きバルブ(Roughing valve)を通して粗引き系(Roughing Pump Line) (ターボ分子ポンプ+油回転ポンプ) で 10^{-3} Torr 以下まで排気する。最後に主バルブ(Main valve)を通して主排気系(Main Pump Line) (クライオポンプ) で排気する。この時、ガス導入バルブと粗引きバルブは閉じている。圧力の計測は、主チャンバーに取付けたシュルツ(S-P)型ゲージとベヤード・アルパート(B-A)型ゲージでおこなう。

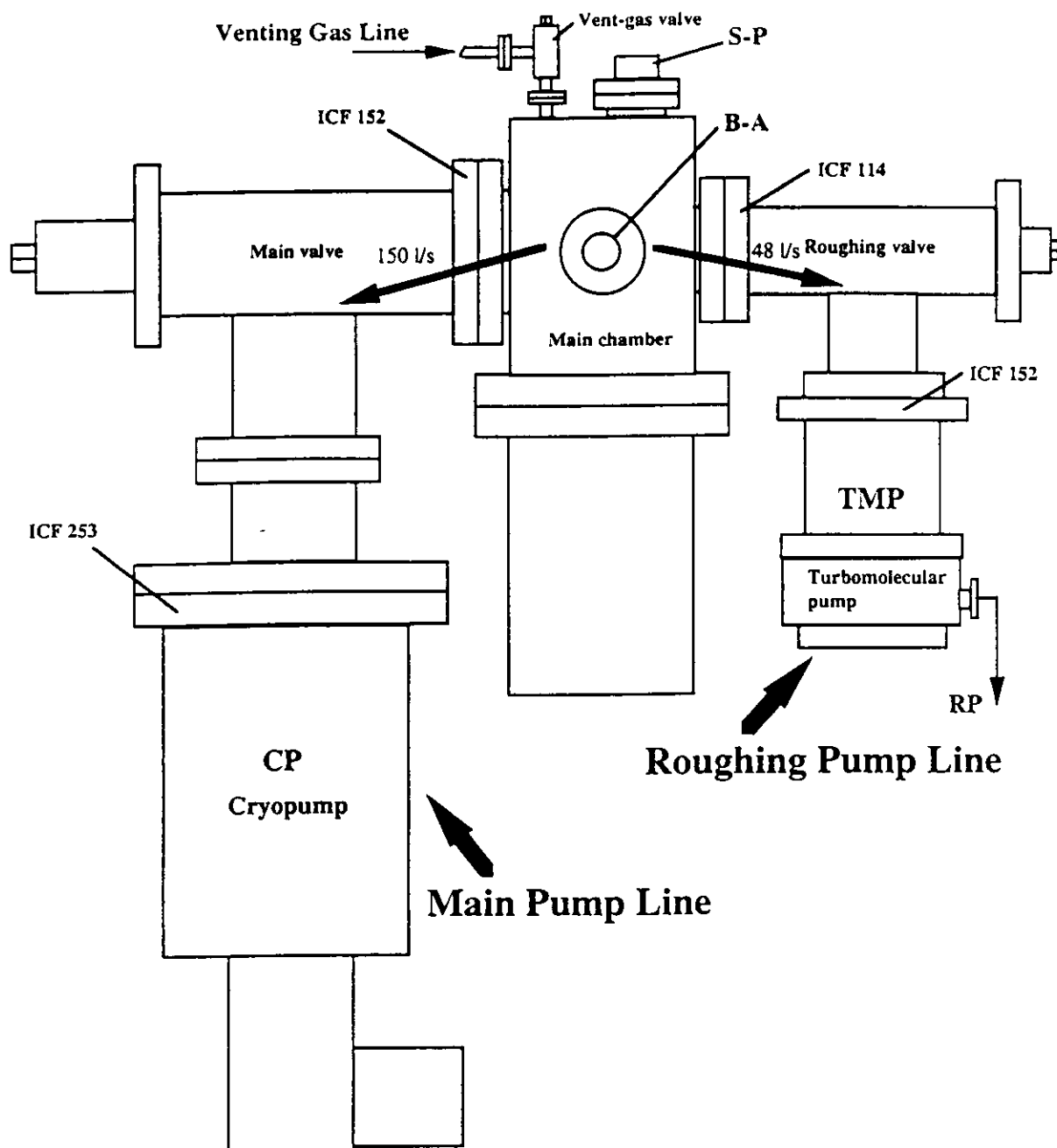
本システムのキーポイントは、水分を極限まで除去したガスを導入する事と、微量ではあるが水分が逆流する粗引き系 (ターボ分子ポンプ+油回転ポンプ) から完全閉鎖システム故に水分の侵入のない主排気系 (クライオポンプ) へ如何に素早く切り替えられるかである。

前項で述べた基本仕様に従ってシステム I について説明する。

2-3-1) システム I の到達圧力 (到達表面ガス放出速度)

到達圧力 (到達表面ガス放出速度) に関係するのは、主チャンバーとバルブ (ガス導入バルブ、粗引きバルブ、主バルブ) の表面ガス放出速度と主排気系 (クライオポンプ) の排気速度である。

各部の表面は、すべて同一の表面処理 (EX鏡面(EXM)加工またはEX加工：この加工面のガス放出速度は150℃で24時間 ベーキング後24時間排気で 10^{-14} Torr \cdot l/s cm² レンジ^{3,4,5}) を施した。



System I

Fig.2-4 Schematic drawing of system I

主排気系（クライオポンプ）のB-Aゲージ近傍での有効排気速度（窒素ガス）は、150 l/s （測定値）であった。

到達圧力は、装置を組み上げた直後、125℃で約1週間ベーキングして 4×10^{-11} Torr（B-Aゲージの測定限界）であった。

以下に関連する各コンポーネントについて詳述する。

A) 主チャンバー

測定装置の目的から全ての表面でほぼ均一な極小ガス放出速度になることが重要なので、素材としてアルミニウムを選択した。それは、ステンレス鋼材に比べて熱伝導率が格段に良いため全体を均一にベーキングできることと、低いベーキング温度（120℃～150℃）で表面吸着水の大部分を除去できるからである⁹。チャンバー表面は、水などの表面への吸着を最少限にするため、現在最もガス放出速度の低い緻密な酸化層を形成できる¹⁴とされているEX鏡面(EXM)加工³を採用した。具体的には、SMC社で、99.99%の高純度アルミニウムとA6063とのクラッド材であるアルミニウム合金を内側から電子ビーム溶接を行なって組立した後、高純度アルミニウム側を真空側にし、その表面をEX鏡面加工している。この表面加工方法は、図2-5に示すように、アルゴンガスに酸素ガスを混合した大気圧のガスで満たしたチャンバー(Vacuum chamber)(1)内に工作機械（旋盤）の刃先部(Tool)(4)を入れ、ダイヤモンドバイトで高純度アルミニウム表面(Work)(5)をドライ切削するものである。この加工表面の酸化膜は厚み約3nm、表面粗さ約0.1 μm である。この表面処理面からの静的ガス放出速度は、図2-6に示すように、150℃で24時間ベーキング後24時間排気で 10^{-14} Torr l/s cm^2 レンジまで低減することが確認されている。電子ビームで内側から溶接後加工するのは、ガス溜まりができるのを防ぐためである。チャンバーの諸定数は、高さ47 cm、内径15 cm、体積8 l 、内表面積2,600 cm^2 である。

本チャンバーは、静的ガス放出速度データからわかるように極高真空システム仕様のもので、極高真空用のゲージであるエクストラクターゲージを使えば、有効排気速度が100 l/s 程度のポンプで排気した場合、 10^{-12} Torrの圧力を実現できるものである。

B) バルブ（ガス導入バルブ、粗引きバルブ、主バルブ）

本し型バルブはすべてSMC社製のアルミニウム合金製（A2219-T87）の手動ベロー型アングルバルブ⁷である。図2-7にその概略図を示す。化学研磨したベローズ(bellows)(1)表面以外の部品の真空側表面は、すべてEX加工を施し、可動部の真空シール部は、TiC膜で硬化させた鏡面(mirror-finished surfaces hardened by TiC film)(2)とアルミニウム被覆のメタルガスケット(metal gasket(Helicoflex))(3)を用い、さらに非可動部には、電子ビーム溶接を用いることにより、全体のリーク量を 2×10^{-12} Torr l/s 以下にしている。以下に各バルブのフランジ外径とコンダクタンスを示す。

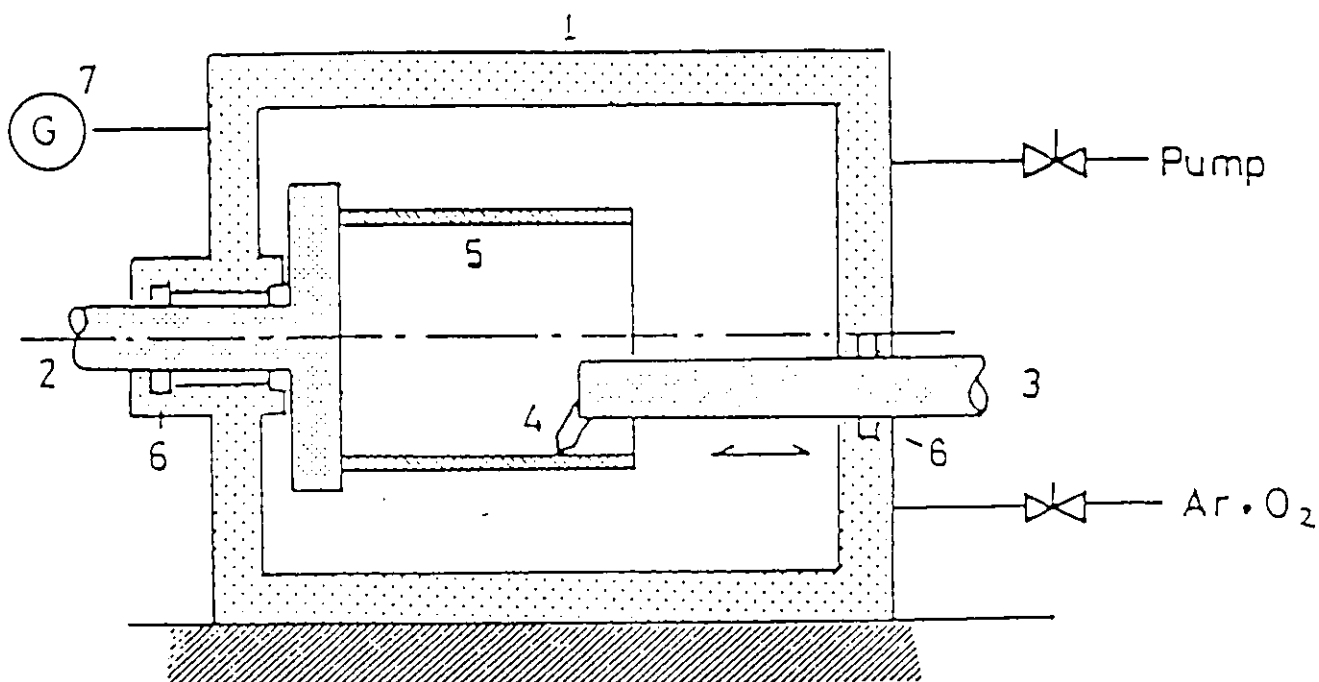


Fig.2-5 Schematic diagram of an EX process: (1) Vacuum chamber, (2) axis of the lathe, (3) axis of the tool, (4) tool, (5) work, (6) vacuum seal, and (7) vacuum gauge.⁵

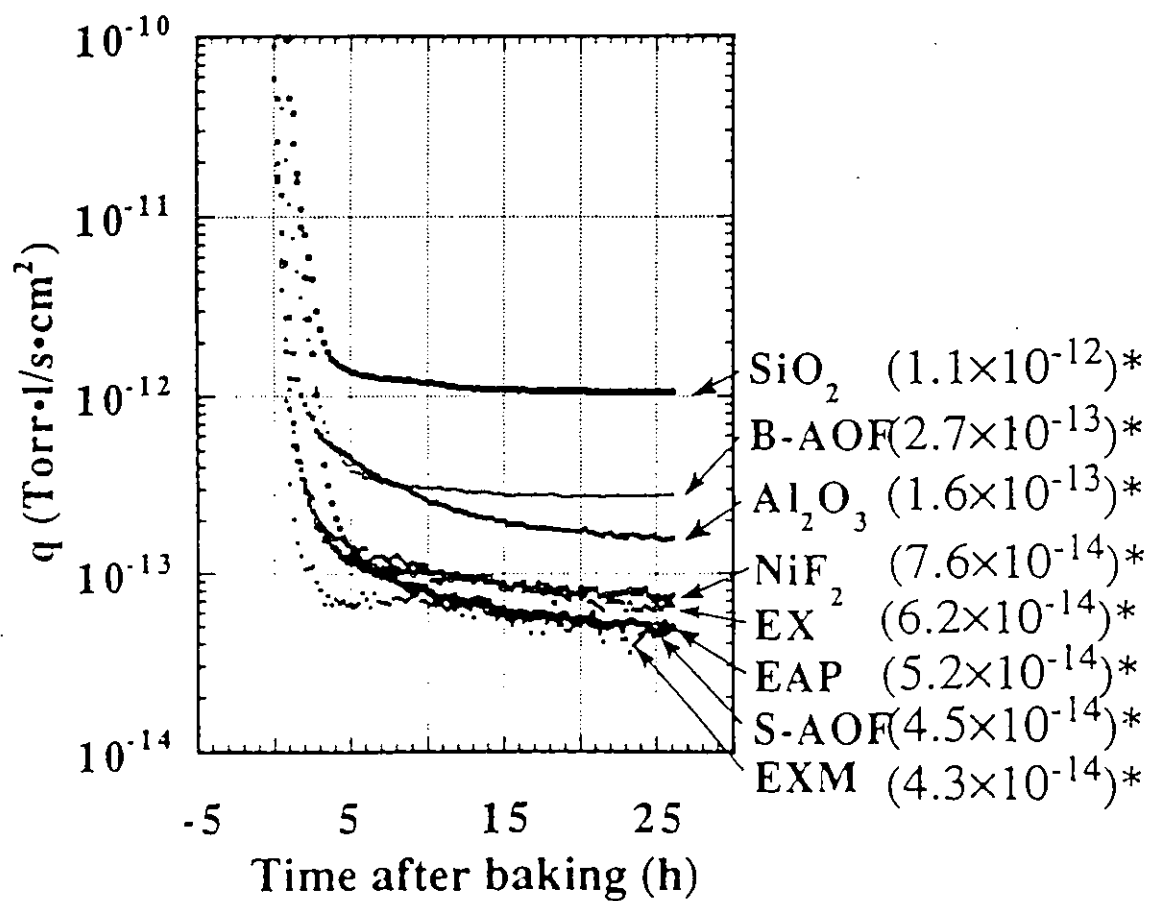


Fig.2-6 Outgassing rates after baking. (*Outgassing rate 24h after baking, 20°C.)³

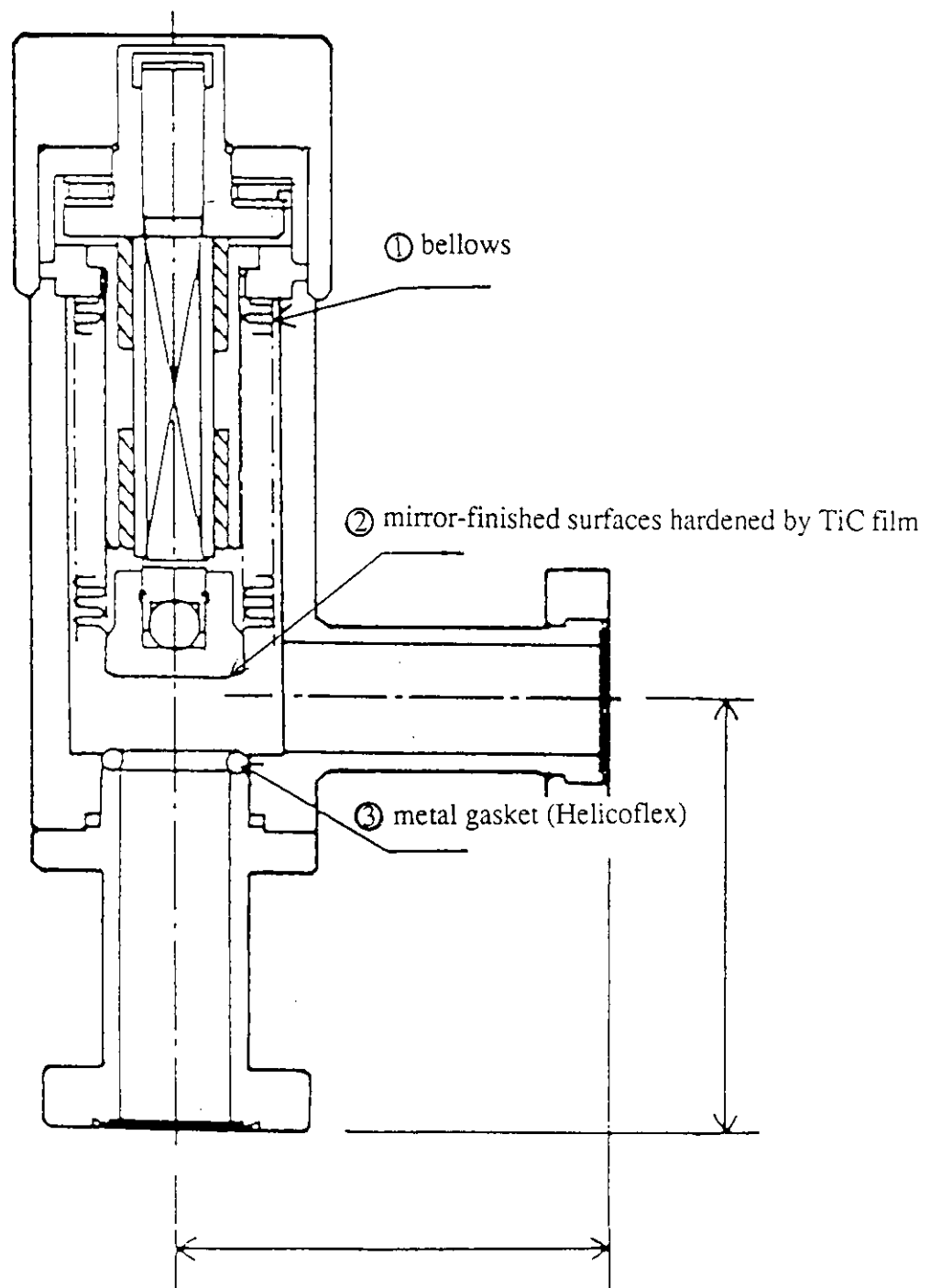


Fig.2-7 Structure of aluminum alloy manual right-angle valve⁷.

	ガス導入バルブ	粗引きバルブ	主バルブ
フランジの外径	1.33 inch (ICF34)	4.5 inch (ICF114)	6 inch (ICF152)
コンダクタンス (窒素ガス)	24/s	604/s	2004/s

C) クライオポンプ

本クライオポンプは、Anelva社製の市販品を特別に改造したものである。市販品との相違点は、真空シール部全てを金属ガスケットにし⁸⁾、ガスのリークや透過の可能性を極力低くしたことで、ポンプチャンバーの材質を全てアルミニウム合金製にしたことである。このアルミニウム合金は、99.99%の高純度アルミニウムとA6063とのクラッド材で、内側から電子ビーム溶接により組立てた後、高純度アルミニウムを真空側にし、その表面をEX鏡面加工にしている。このため、本主排気ポンプ系のみで主チャンバーを排気している場合は、完全に閉じたシステムでしかも全ての真空側表面がアルミニウムのEX鏡面加工面になる。表2-1と図2-8に本クライオポンプに対応する市販品(CAP-80)の性能表と概略図⁹⁾を参考のために示す。

2-3-2) システム I の総水分流入量

導入ガス(760 Torr)中の水分含有量：

ガス導入ラインに直列に配置した2種類の不純物ガス除去装置(MonoTorr 3000¹⁰⁾とMoisture trap¹¹⁾)による水分の除去と、ターボ分子ポンプによりガス配管表面の吸着水分を常時除去しておくことにより、

導入ガスの水分含有量は数ppb以下になっていると推定できる。

(詳細は、各コンポーネントの説明を参照)

真空ポンプからの水分逆流量：

主排気系のクライオポンプからの水分の逆流は実質上零である。

それは、クライオポンプを常に動作状態にしておき、主チャンバーとの間の主バルブの開閉により排気をオンオフする使用方法のため、主排気系側は常に 1×10^{-10} Torr以下である。従って、主チャンバー内の水分がクライオポンプ内に取り込まれるのであって、その逆はない。しかも本クライオポンプは、既に述べたように、メタルシール仕様で外部からのリークもなく、外筒の真空側表面も主チャンバーと同じ表面処理で室温のため、クライオポンプ内のガス放出速度が主チャンバーを越えることはない。

粗引き系からの水分の逆流に関しては、注意が必要である。それは、ガス流全体としてみれば、常に主チャンバーからターボ分子ポンプ、油回転ポンプを通して大気側へガスが流れているが、水分に注目すると、大気側は、760 Torr中約4,000 ppmが水分で、主チャンバー側は760 Torr以下の圧力中数ppb以下が水分なので、ターボ分子ポンプがまだ十分に立ち上がっておらず、油回転ポンプのみが動作している粗引き系の圧縮比が充分でない(10^6 以下)状態でしかもガスの流れが粘性流でない領域(図2-9の斜線部領域)

● データ

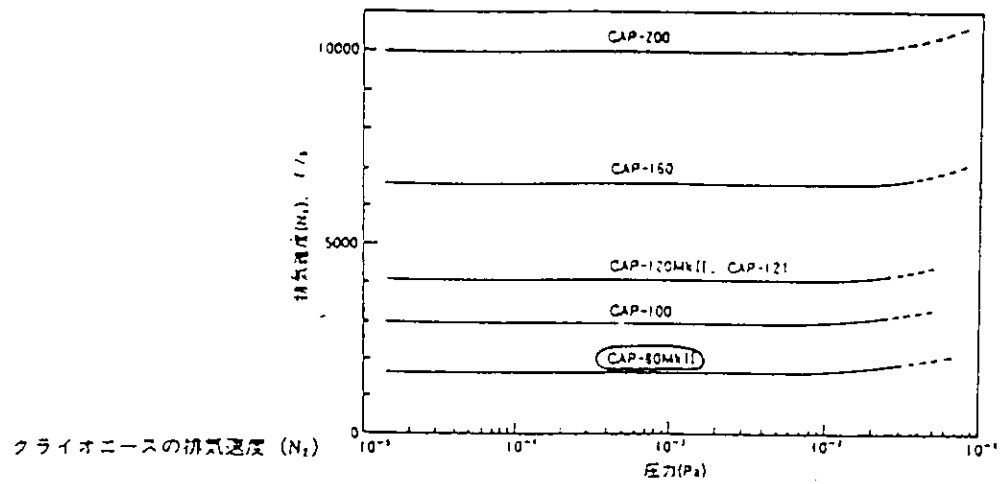


Table 2-1 Pumping speed (N_2) of Cryopump (CAP-80, Anelva)⁹.

● 外形寸法図 (GJ, SJ, GA, SA)

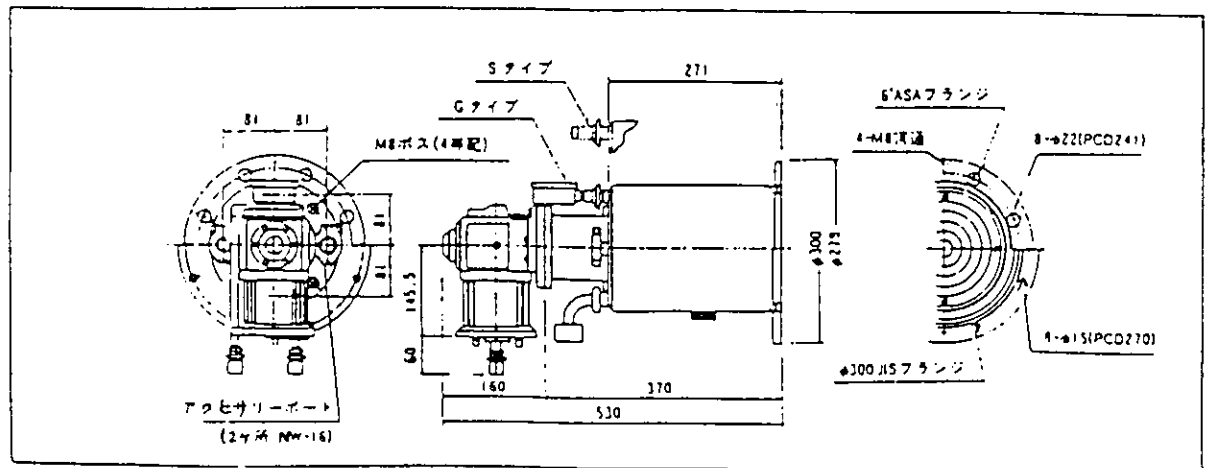


Fig.2-8 Structure of Cryopump (CAP-80, Anelva)⁹.

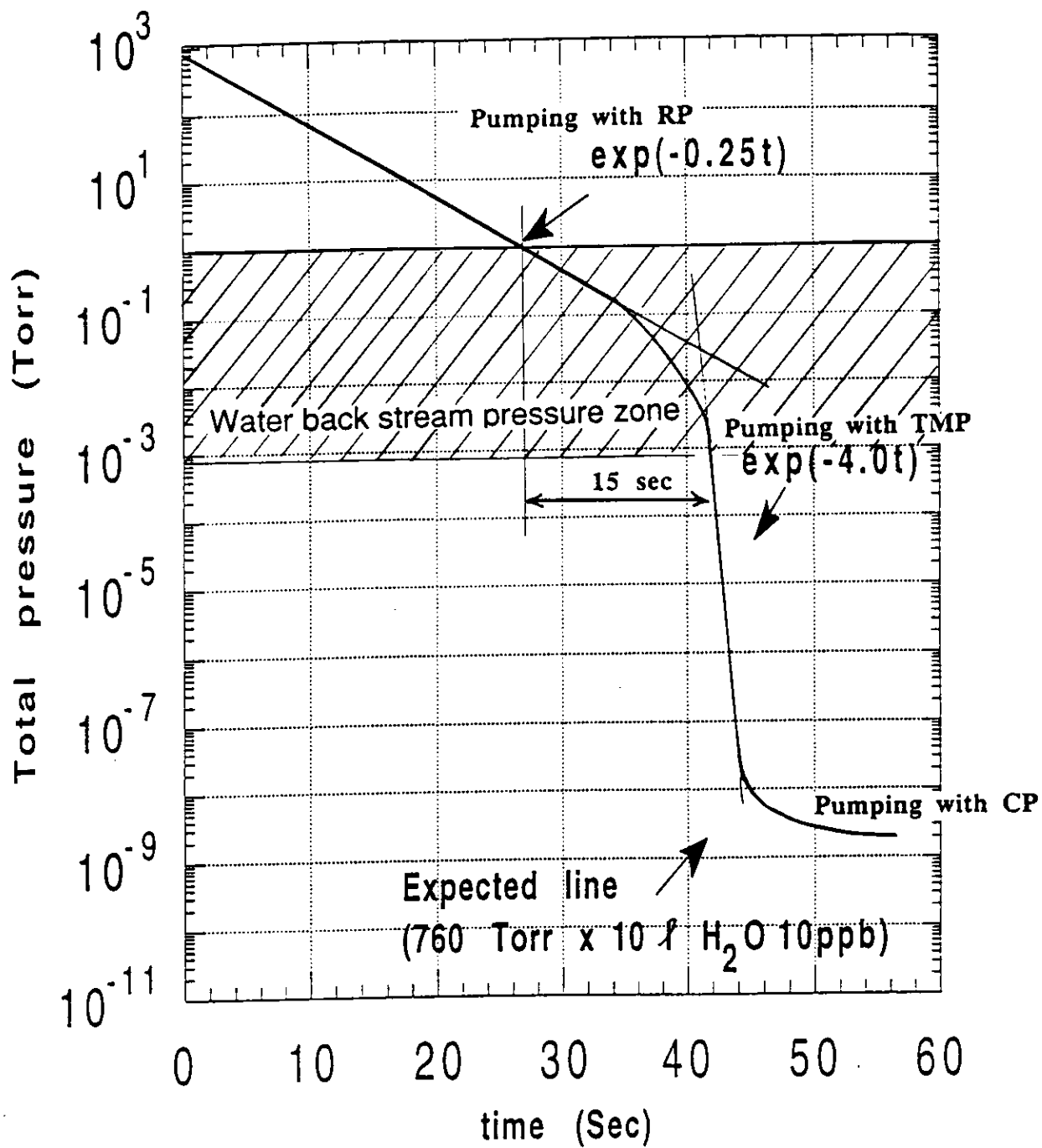


Fig.2-9 Pressure zone for water back stream.

であると、大気側の水分が主チャンバー側に簡単に流入する。従って、斜線部の圧力期間ができるだけ短くなるように排気しなければならない。本粗引き系（図2-9の例）では、この期間は約15秒である。

この場合の水分逆流量を概算すると以下ようになる。

簡単のため、最悪のターボ分子ポンプ(TMP)がまだまったく有効動作しておらず、油回転ポンプ(RP)のみの動作で、図2-10に示すような圧力関係（有効排気速度=0, 圧縮比=10⁶）の状態が15秒間続いたと考えると、

$$2.5/10^6 \text{ l/s} \times 15 \text{ s} \times 760 \text{ Torr} \times 4,000 \text{ ppm} = (760 \text{ Torr} \times 10^{-6}) \times 15 \text{ ppb}$$

となり、

中間流領域のガスの流れによる水分逆流防止効果を α ($0 < \alpha < 1$) として、

$$760 \text{ Torr} \times 10^{-6} \text{ 換算で } 15 \times \alpha \text{ ppb の水分流入量になる。}$$

このことから、ターボ分子ポンプが起動後わずか40秒で有効動作状態になることの重要性がわかるであろう。

この条件を満たす急速立ち上がりの磁気軸受式のターボ分子ポンプが市販されていないので、独自に開発し¹² 本装置に用いた。

（詳細は各コンポーネントの説明を参照）

大気の極微量リークによる水分流入量：

$$\text{本到達圧力条件では、完全に無視できる量である。}$$

なぜなら、到達圧力が 1×10^{-10} Torr 以下（ガス放出速度 1×10^{-8} Torr-l/s 以下）の場合、大気（水分含有量約4,000ppm）のリークにより到達圧力が決まっている最悪の条件で10⁵秒（実験時間に対応）経過しても $760 \text{ Torr} \times 10^{-6}$ の約0.5 ppb 相当の水分流入量だからである。

総合すると、システム1の総水分流入量は、

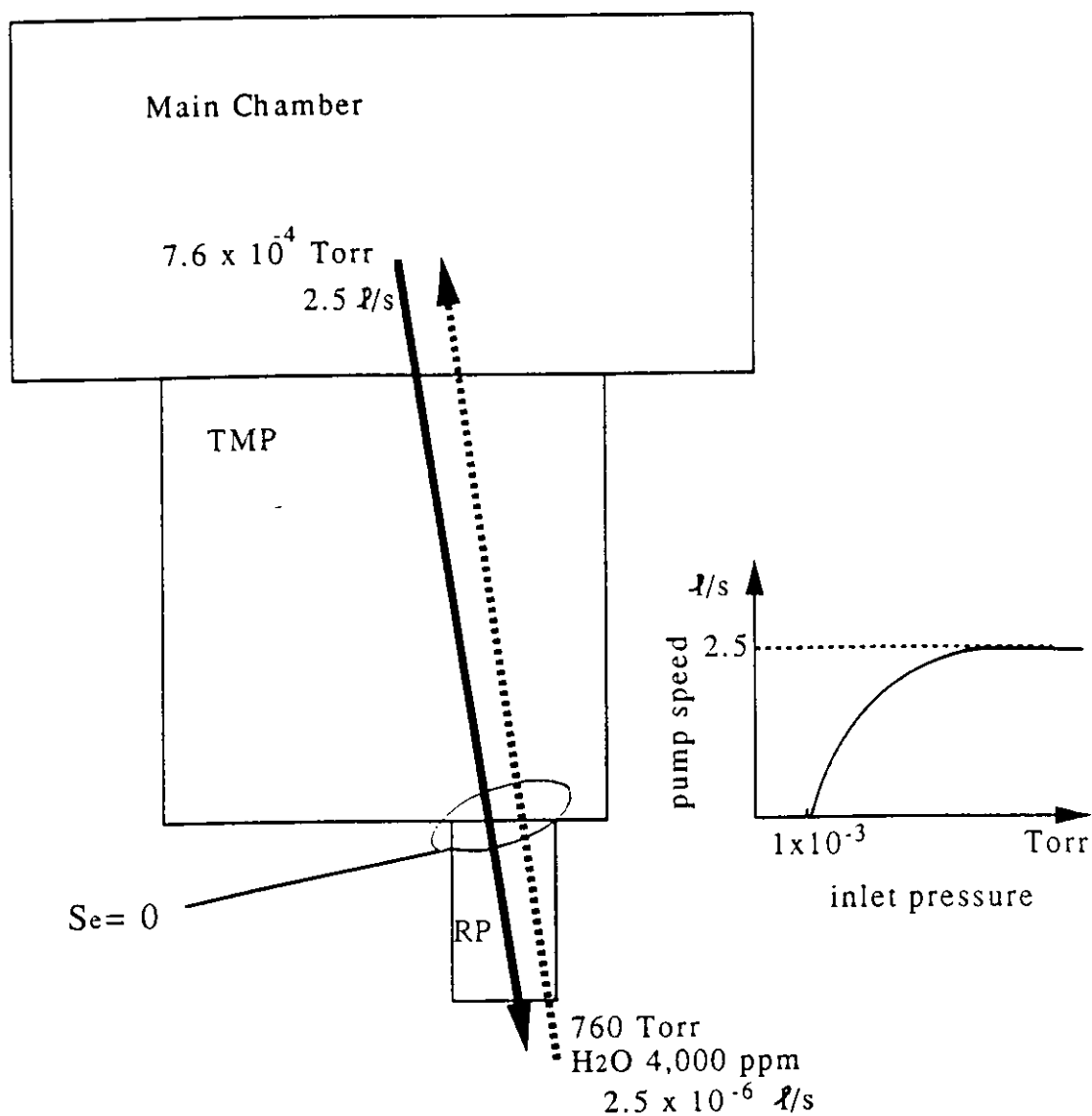
$$760 \text{ Torr} \times 10^{-6} \text{ 換算で } 10 \sim 20 \text{ ppb 程度と予想できる。}$$

以下に関連する各コンポーネントについて詳述する。

A) ガス導入系（図2-1参照）

ガス導入系(venting Gas Line)は、2種類の不純物ガス除去装置(Moisture trap, MonoTorr)と、油回転ポンプ(RP)を背圧ポンプとしたターボ分子ポンプ(TMP)と流量計(Mass-flow meter)および主チャンバーとの間のL型バルブ(Valve ICF 34)から構成されている。

窒素ガス容器（またはアルゴンガス容器）からのガスはマスフローコントローラ方式の流量計を通して直列に設置した2種類の不純物ガス除去装置を通る。この時、MonoTorr内のバルブ切り替えによりMonoTorrのバイパスラインを通るようになり不純物ガス除去装置としてMoisture trapのみを通るようにもできる。そしてさらにこのガスは、バ



$$\begin{aligned} \text{Water back stream} &\leq 2.5 \times 10^{-6} \text{ l/s} \times 15 \text{ s} \times 760 \text{ Torr} \times 4,000 \text{ ppm} \\ &= (760 \text{ Torr} \times 10 \text{ l}) \times 15 \text{ ppb} \end{aligned}$$

Fig.2-10 Illustration of water back stream through pumps from atmosphere.

ループ操作により真空排気装置を通して大気中に放出されるか、主チャンバーに導入されるかのどちらかになる。

このガス導入系の役目は、本真空排気過程測定装置を使って非吸着性ガスの排気過程を測定する際に、吸着性ガス（主に水）を極限まで除去するためのものである。従来から使われている市販の液体窒素トラップを使った場合、容器からのガスは、その水分含有量（10 ppmレベル）を数100ppbレベルに減少できるだけでまだまだ多量の水分を含んだガスであり¹⁾、しかも、図2-11からわかるように O_2 、 H_2 、 CO 、 CH_4 などのガスは80 Kでもまだ非常に高い蒸気圧のため¹⁾、それらのガスがほとんどトラップされずそのまま含有したものになる。

以下に本ガス導入系は、吸着性ガス成分が数ppb以下の超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）を供給する系であることを説明する。

A- a) MonoTorr 3000^{10,13)}（不純物ガス除去装置1）

本不純物ガス除去装置はSAES Getters社製で、非蒸発ゲッター材に H_2O 、 O_2 、 H_2 、 CO 、 CO_2 、 CH_4 などの N_2 以外の不純物ガス（不活性ガスを除く）を反応吸収させ、導入窒素ガス（またはアルゴンガス）を純化する装置である。

図2-12は、本装置の概略図である。非蒸発ゲッター材(Getter material)とそれを活性化させるためのヒーター(Compact heater)およびマイクロパーティクルを除去するフィルター(Particle filter)とから構成されている。

図2-13にその性能例を示す。この図から数10ppb程度の不純物ガスを含む窒素ガスが本装置を通ることにより1 ppb以下の不純物ガス濃度に純化されていることがわかる。本実験条件の約2時間動作後は、数ppb程度の不純物ガス濃度である。

A- b) Moisture trap¹¹⁾（不純物ガス除去装置2）

本装置はH.Ishimaruの考案をもとにSMC社で製作したもので、窒素ガス（またはアルゴンガス）中の水分を主に除去するための装置である。この装置の基本原理は140 ± 10 Kに冷却した多段フィルター中に窒素ガス（またはアルゴンガス）を通すことにより、ガス中の水分をこのフィルターに吸着させることにより除くものである。温度を液体窒素温度まで下げないのは、窒素ガスが液化するのを防ぐためである。

図2-14に本装置の概念図を示す。窒素ガスが、メッシュ径が40 μm、5 μm、1 μmのステンレス製のフィルター(filter)を順に通る構造になっている。フィルターは、それに巻かれているパイプ(liquid nitrogen coil)に液体窒素を流して冷却する。フィルター温度のコントロールは、パイプを流れる液体窒素をオン、オフすることにより行なわれる。パイプの外側に巻かれているヒーター(heater)は、フィルターが水分で飽和した時の、再活性化用のベーキングヒーターである。フィルターのメッシュ径を除々に小さくしているのは、ガスの吸着表面積を稼ぐことと目詰まり（コンダクタンスの減少）を防ぐこととの両立を計るためである。

図2-15にその性能例を示す。縦軸は露点を示し、水分濃度に換算すると、2 h後で200 ppb、10 h後で40 ppbまで水分濃度が減少している。

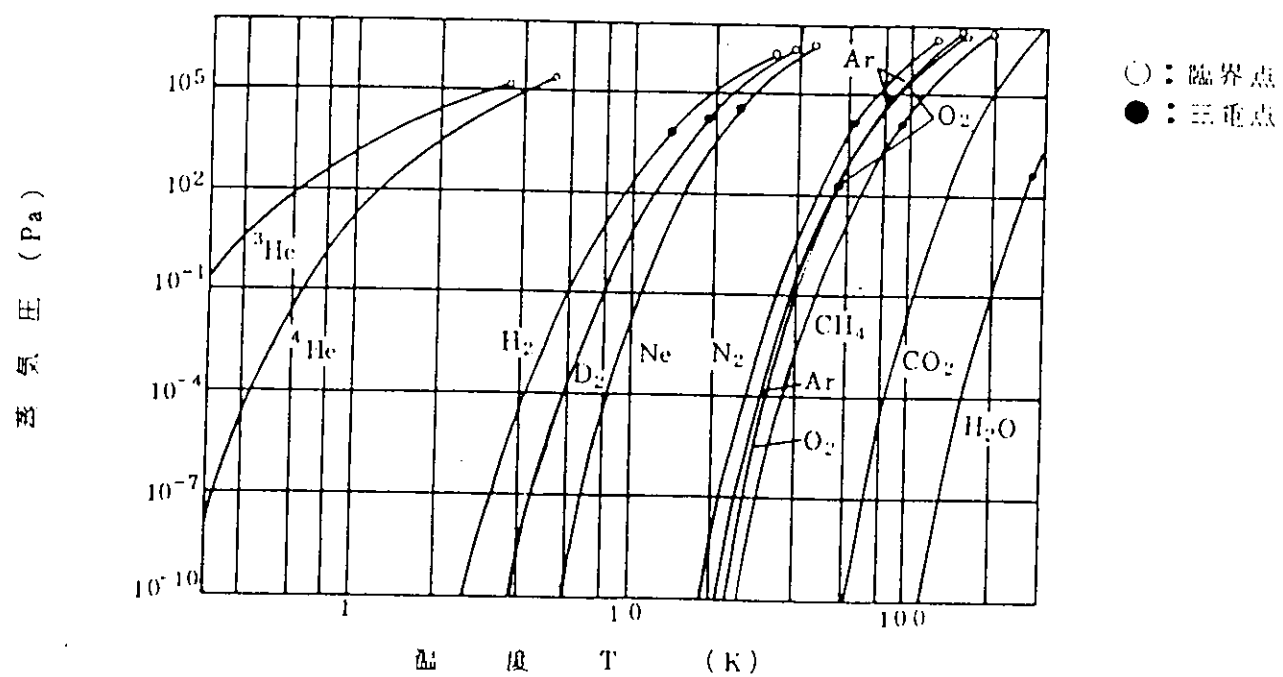


Fig.2-11 Vapor pressures at low temperature¹⁴.

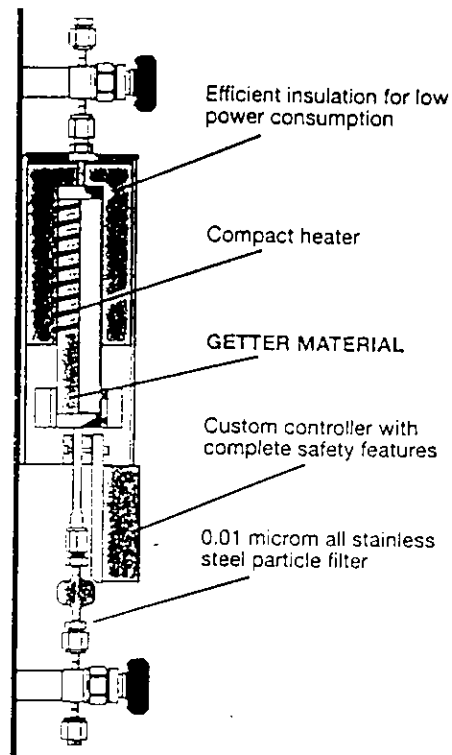


Fig.2-12 Structure of getter based gas purifier (MonoTorr, SAES Getters)¹⁰.

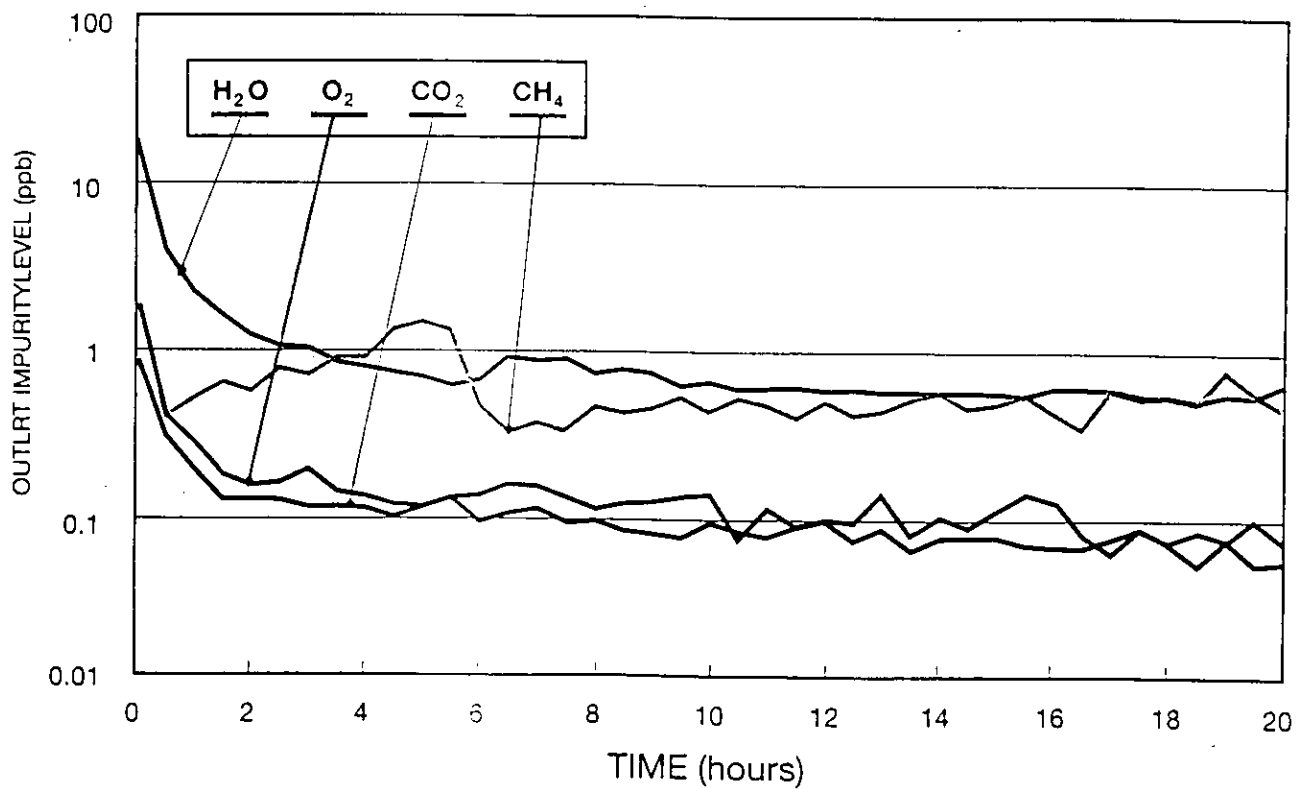


Fig.2-13 Outlet impuritylevel in MonoTorr¹⁰.

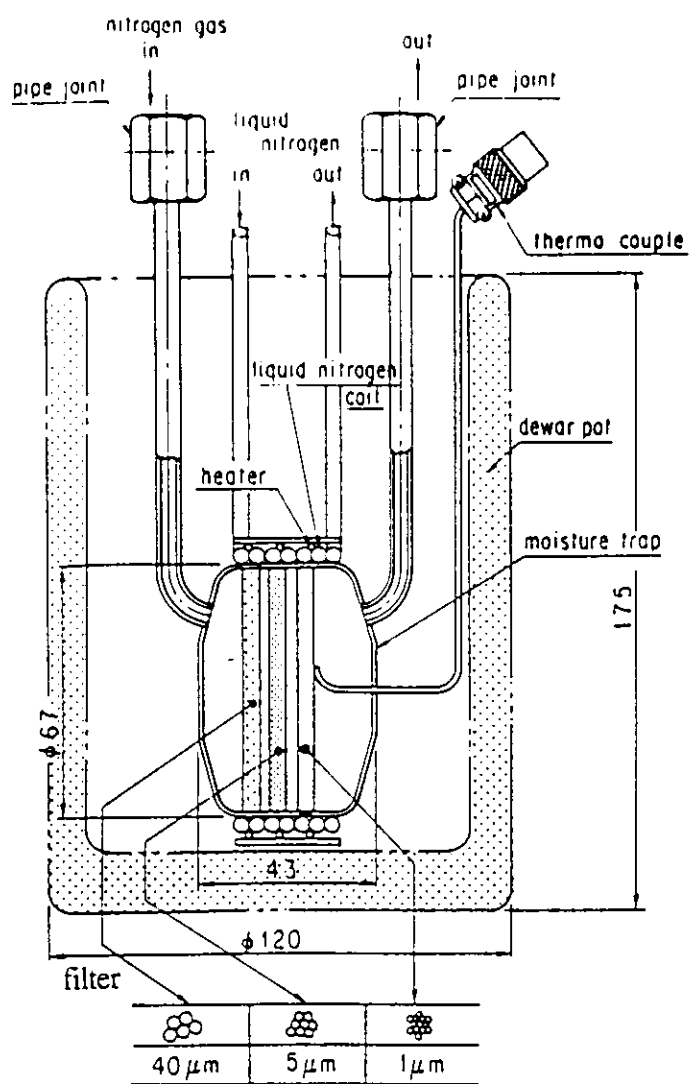


Fig.2-14 Structure of the moisture trap¹¹.

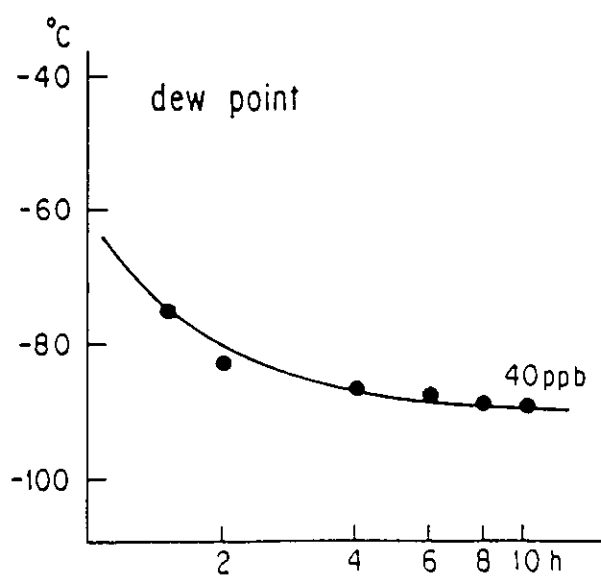


Fig.2-15 Moisture content as a function of temperature vs time¹¹.

A- c) 排気装置

排気装置は、公称排気速度 50 l/s のターボ分子ポンプと 200 l/min の油回転ポンプから構成されている。本装置は、ガス導入ラインからの放出ガスの影響をできるかぎり小さくするための導入ライン初期排気用と、ガスを主チャンバーに導入しないで大気側へ排気して本ガス導入系を予備運転するためのものである。この排気装置で本ガス導入ラインを常時排気し、常に 10^{-8} Torr 台を維持している。水分を含んだ大気を流した後のみベークングを実施した。

A- d) 流量計

流量計は、VACUUM GENERAL 社製の測定最大流量 1,000 SCCM^{*}と 100 SCCM との二つのマスフローメータを直列につなぎ、1 SCCM から 1,000 SCCM までの流量測定ができるようにしている。この流量計は、主チャンバーに導入するガス流量の測定と、排気系の有効排気速度の測定に用いた。

注) SCCM：ガス流量の単位で 1 分間に標準状態（1 気圧、20℃）のガスが 1 cm^3 流れると 1 SCCM

B) 粗排気ポンプ系（図2-4参照）

粗排気ポンプ系(Roughing Pump Line)は、油回転ポンプ(RP)を背圧ポンプとした一軸制御型磁気軸受式ターボ分子ポンプ(Turbomolecular pump)を用い、主チャンバーとの間には L 型バルブ(Roughing valve ICF114)を挿入した構成になっている。本粗排気ポンプ系での最大の留意点は、真空排気開始初期に本ポンプ系から水分を含んだガスがチャンバー内へ逆拡散しないようにすることである。ターボ分子ポンプは、回転翼が高速回転するまでは真空ポンプとして正常に動作していない。従って、運転開始初期は、チャンバー側から真空ポンプ側へ流入する粘性流領域および中間流領域の非吸着性ガスを油回転ポンプのみで排気している状態がターボ分子ポンプが正常動作状態になるまで続く。この期間中、大気側から粗排気ポンプ系を通して水分がチャンバー側に逆流するのである。この逆流水分を極小にするには、以下の注意が必要である。

- 1)ターボ分子ポンプの立ち上がりをできるだけ速くする。
- 2)ターボ分子ポンプの立ち上がり時間にあわせてターボ分子ポンプの吸気口側がその動作領域である 10^{-3} Torr レベルになるように油回転ポンプの排気性能をチャンバー体積にあわせて選ぶ。
- 3)放出ガス（有機成分ガスはもちろんのこと水分の放出）の少ないターボ分子ポンプにする。
- 4)ターボ分子ポンプの停止中に、ターボ分子ポンプの翼や外筒内側に水分ができるだけ吸着しないようにする。

またチャンバー内に背圧側の有機ガス成分が侵入しないようにターボ分子ポンプの軸受は、もちろん完全磁気軸受方式にし、さらに本システムではまだ採用していないが、ターボ分子ポンプの背圧側が不注意により有機ガスに汚染されないように補助ポンプも油回転ポンプでなくドライポンプにしたほうが良い。

B- a) ターボ分子ポンプ

従来から市販されている磁気軸受式ターボ分子ポンプは、立ち上がり時間が非常に遅いため（最も速いもので 3 分）本装置の目的にあわない。そこで独自に立ち上がり時間の速い一軸制御方式の磁気軸受を開発し¹²、Edwards 社でこの一軸制御型磁気軸受を使ったターボ分子ポンプとしてまとめた。図2-16にその概略図を示す。(A)と(B)が上下の

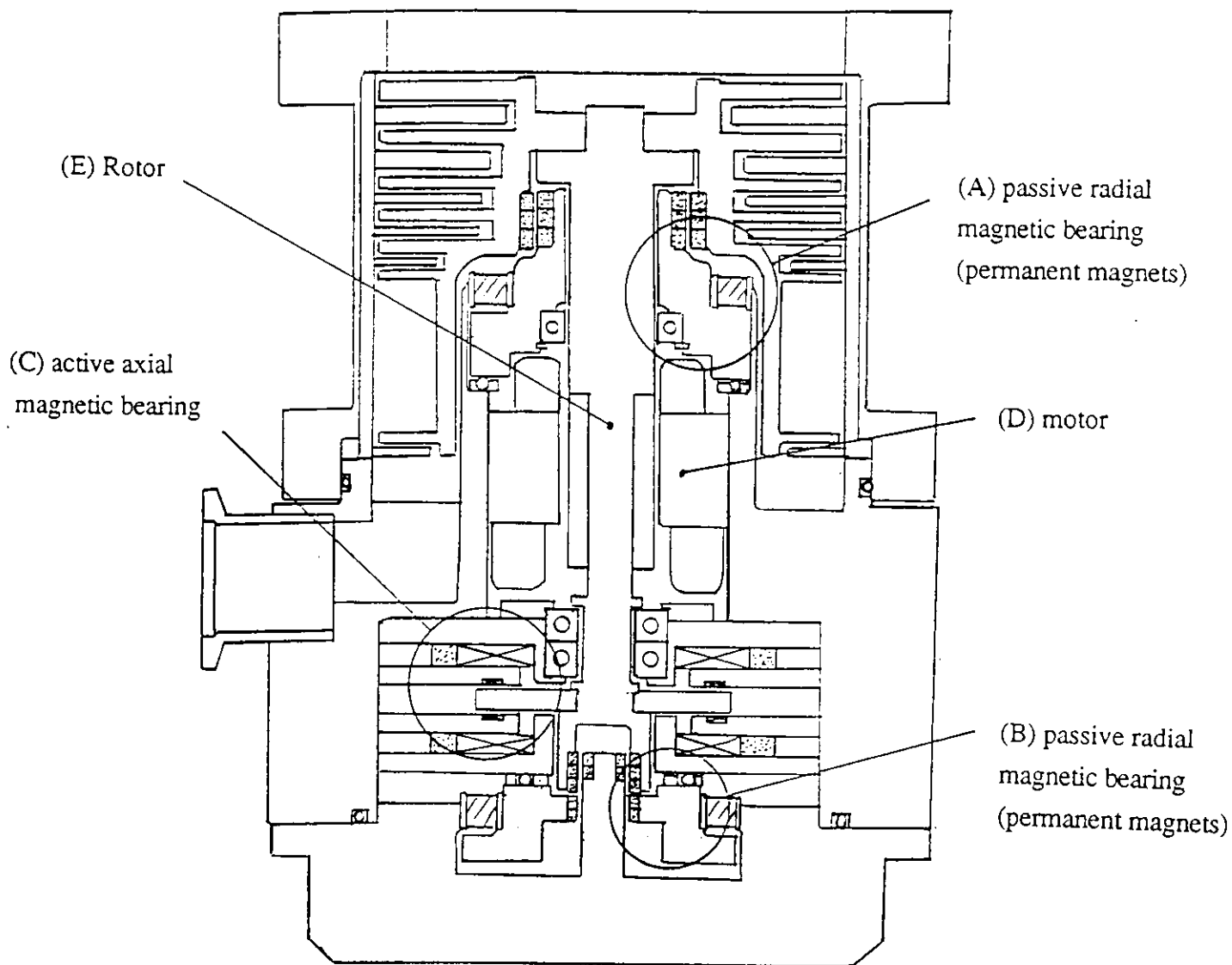


Fig.2-16 Structure of turbomolecular pump with single axis active magnetic bearing with mechanical dampers.

永久磁石による受動型径方向磁気軸受(passive radial magnetic bearing)で(C)が能動制御型軸方向磁気軸受(active axial magnetic bearing)である。(A),(B),(C)による一軸制御型磁気軸受によりロータ(rotor)(E)を無接触浮上させ、(D)のモータ(motor)でそれを高速回転させる構造である。このターボ分子ポンプの特長は、完全オイルフリー（完全磁気軸受方式による）と起動時間が約80秒と非常に短いこととである。この磁気軸受の特長の中で立ち上がり時間を短くするための工夫を図2-17の磁気軸受部の拡大図で説明する。

それらは、以下の3点である。

- 1) (回転)軸方向を電磁石(axial electromagnets)(5)、軸方向位置センサー(axial position sensor)(7)などを使った能動制御型軸方向磁気軸受(active axial magnetic bearing)(C)で支持し、径方向は永久磁石の反発力を利用した受動型径方向磁気軸受(passive radial magnetic bearing)(A),(B)で支持したため、磁気軸受部分がコンパクトになり、モータ部分(motor)(D)を大きくとれる構造になったこと。
- 2) 径方向のダンピング機構を軸受の共振点で最大になるようにゲル材(viscoelastic material)(1),(3)のバネ定数を最適化したメカニカルダンパー(mechanical damper)(X),(Y)として、従来の渦電流方式のものに比べて大きな減衰能となるようにしたこと。
(径方向の減衰機構のモデルを図2-18に示す。)
- 3) 上部の保護ベアリング(safety bearing)(8)をフロートダンパー可動部(movable stator)(2)に組み込んだため、軸芯位置を保護ベアリングに接触させながら復元させることができるため、大パワーのモータでも容易に共振点を通過して回転が上昇できるようにしたこと。

(詳細は、付録Aの論文参照のこと)

図2-19に同一縮尺で他社製品と比較した断面図を示す。本独自開発の一軸制御型磁気軸受が非常にコンパクトにできているのがわかる。この比較図(図2-19)を使って、従来の磁気軸受式ターボ分子ポンプの立ち上がり時間が本開発品に比べて長い理由を簡単に説明する。

- 1) ACモータ方式(B社)は、DCモータ方式に比べて同じモータ体積で比較すると、発生トルクが小さい。
- 2) 三軸制御型磁気軸受(three axis active magnetic bearing)(B社)は、永久磁石の反発力を利用した一軸制御型磁気軸受に比べて、体積が大きくモータに利用できる空間が狭い。
- 3) 一軸制御型磁気軸受の受動型径方向磁気軸受部を永久磁石の軸方向吸引力のズレを利用する方式(passive radial magnetic bearing)(A社のA)は、永久磁石の反発力を利用する方式に比べて永久磁石の利用効率が悪いいため軸受が軸方向に長くなり、モータに利用できる空間が狭い。
- 4) 軸方向電磁石(および永久磁石)のバイアス磁束のゆれによる渦電流損を利用した径方向ダンパー(eddy current damper)(A社のX)は、ゲル材によるメカニカルダンパーに比べて減衰能が低くモータ吸引力に弱い。
- 5) 径方向のダンピングを一箇所に集中させる方式(A社の渦電流ダンパー(eddy current damper)X、B社の能動型径方向磁気軸受(active radial magnetic bearing)E)は、制御できる想定モード以外のモータ吸引力により発生する振動に対する減衰能が低い。

図2-20は、起動時の回転数と時間の関係および本ポンプ系の有効排気速度と時間の関係を示した図である。コン

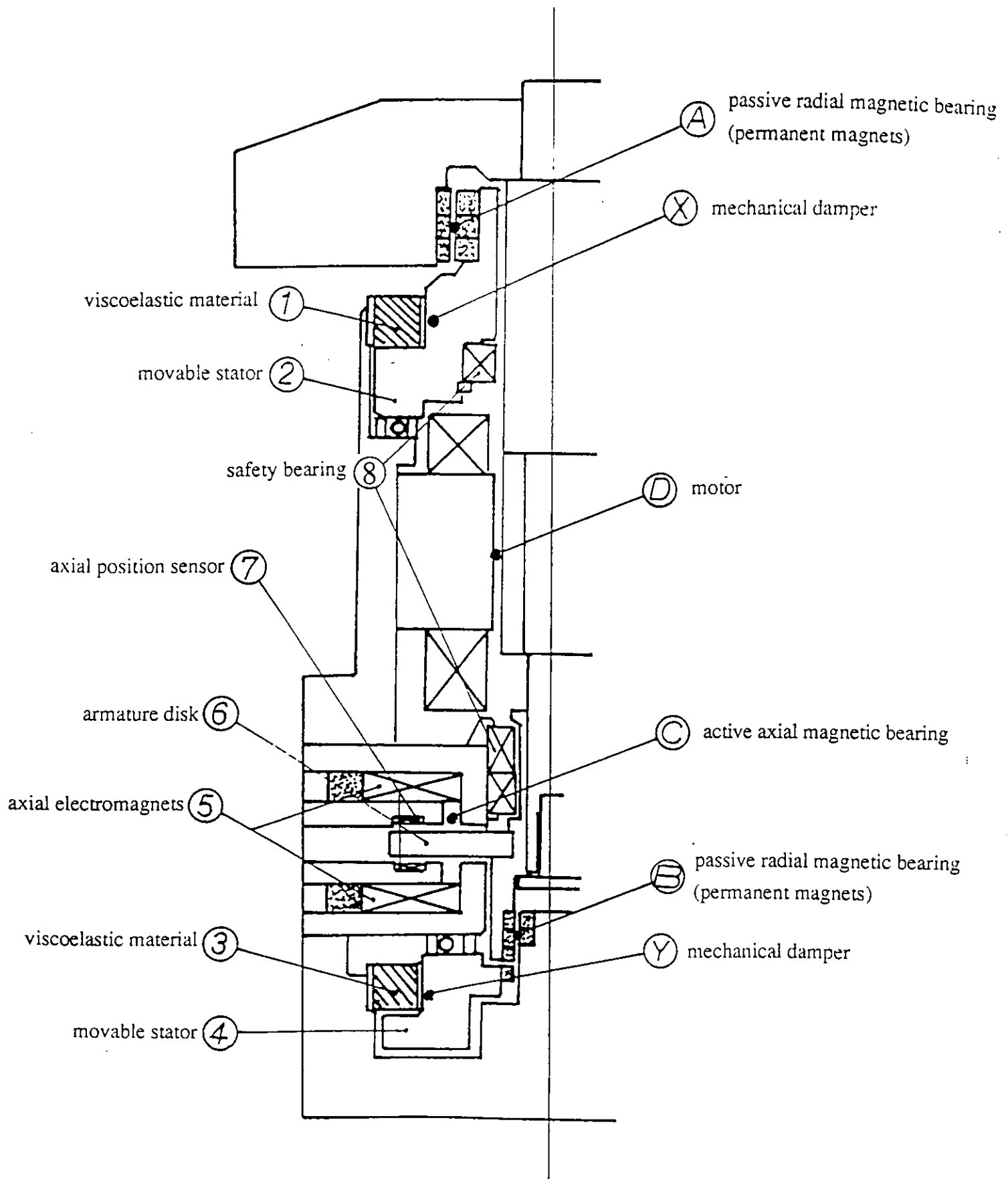
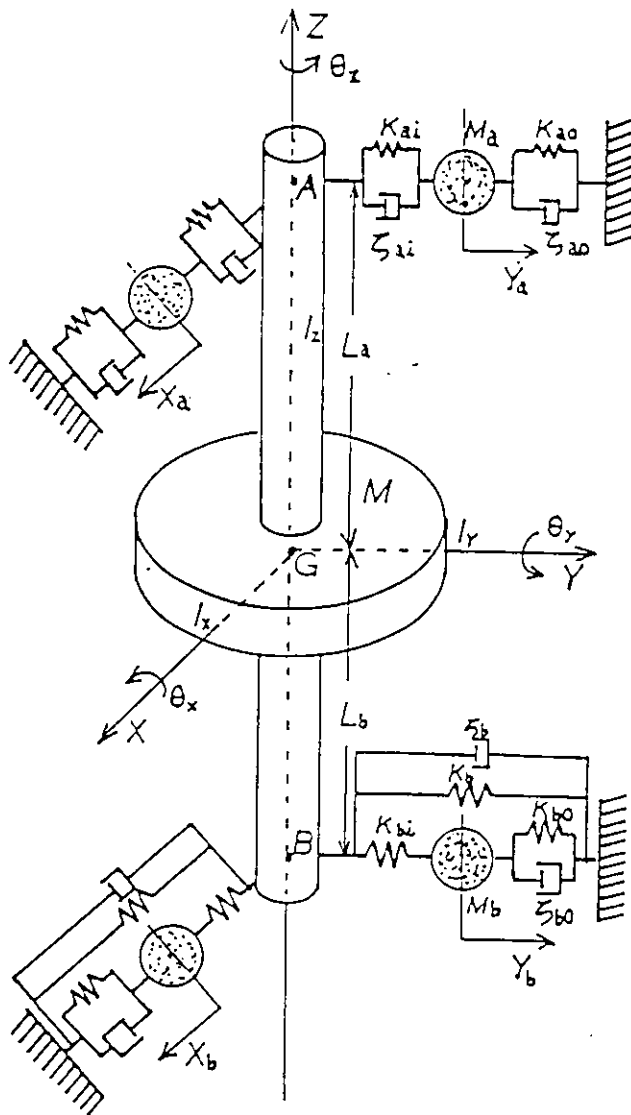


Fig.2-17 Entire construction of single axis active magnetic bearing system with mechanical dampers. (See appendix A)



Symbol	Definition
M	Mass of rotor
I_z	Moment of inertia of rotor (z, x, and y direction)
I_x, I_y	
L_a	Distance between center of gravity and point A or B
L_b	
K_{ai}	Spring constant at point A
K_{ao}	
ζ_{ai}	Damping coefficient at point A
ζ_{ao}	
M_a	Mass of damper A
K_{bi}	Spring constant at point B
K_{bo}	
ζ_{bi}	Damping coefficient at point B
ζ_{bo}	
M_b	Mass of damper B
ω	Rotor angular speed
g	Acceleration of gravity

Fig.2-18 A model of passive radial magnetic bearings with mechanical dampers.
(See appendix A)

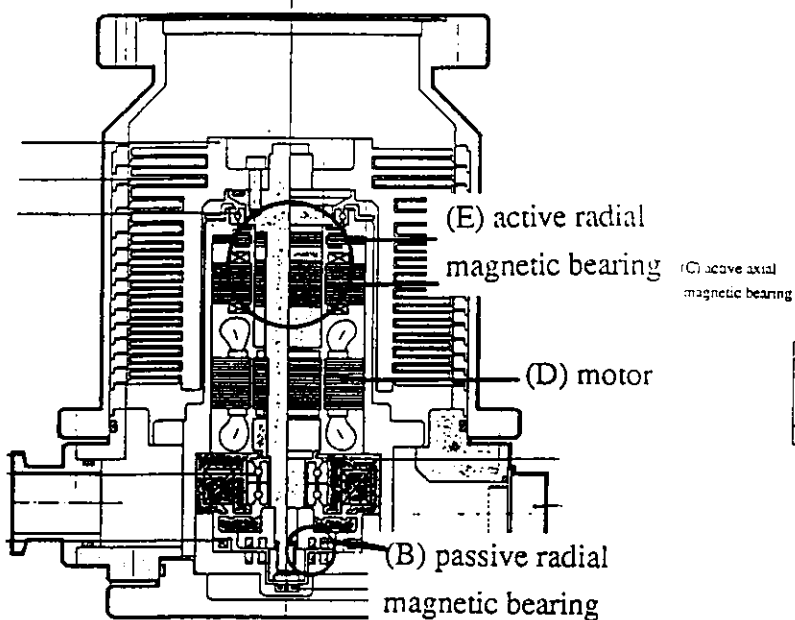
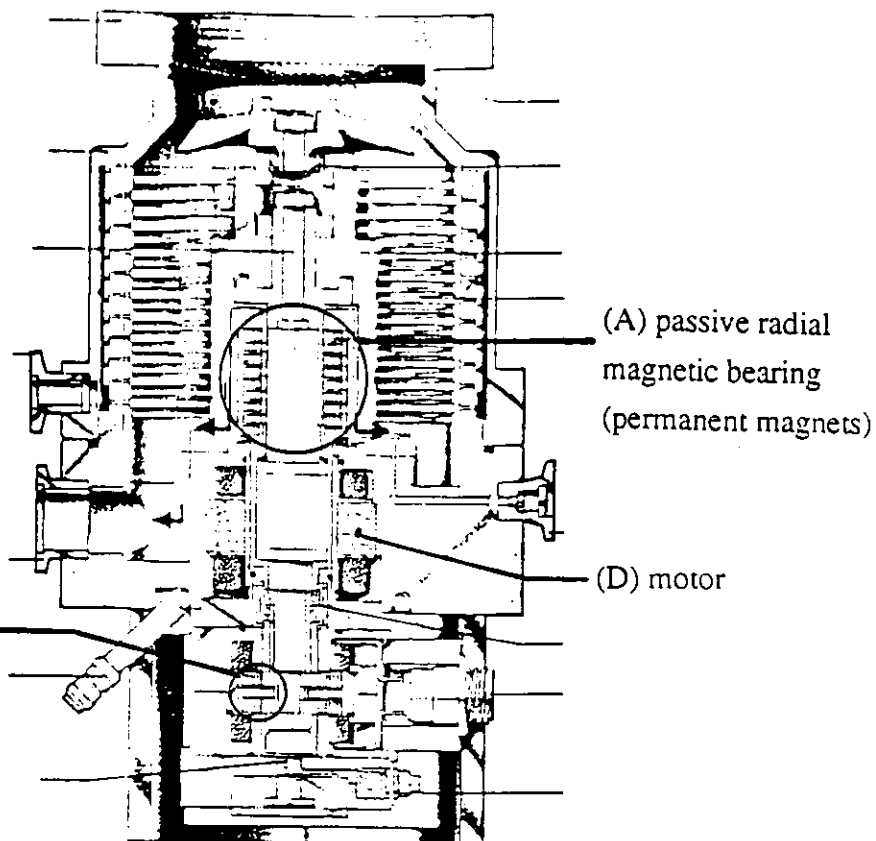
A Company

Normal speed 51,600 rpm

Run-up time
(DC motor) 3 min

Single axis active magnetic bearing

(X) eddy current
damper



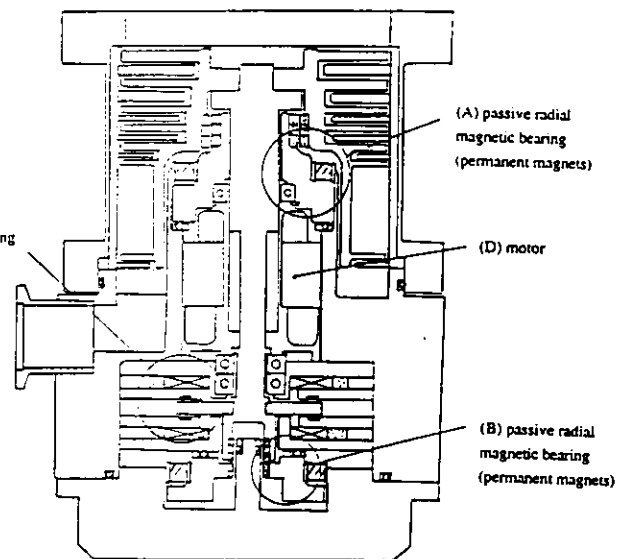
B Company

Normal speed 48,000 rpm

Run-up time
(AC motor) 10 min
(DC motor) 3 min

Three axis active magnetic bearing

(permanent magnets)



The pump for the system I and II

Normal speed 60,000 rpm

Run-up time
(DC motor) 80 sec

Single axis active magnetic bearing

(Edwards)

Fig.2-19 Structures of turbomolecular pump (ICF 152 class)^{16,17,18}

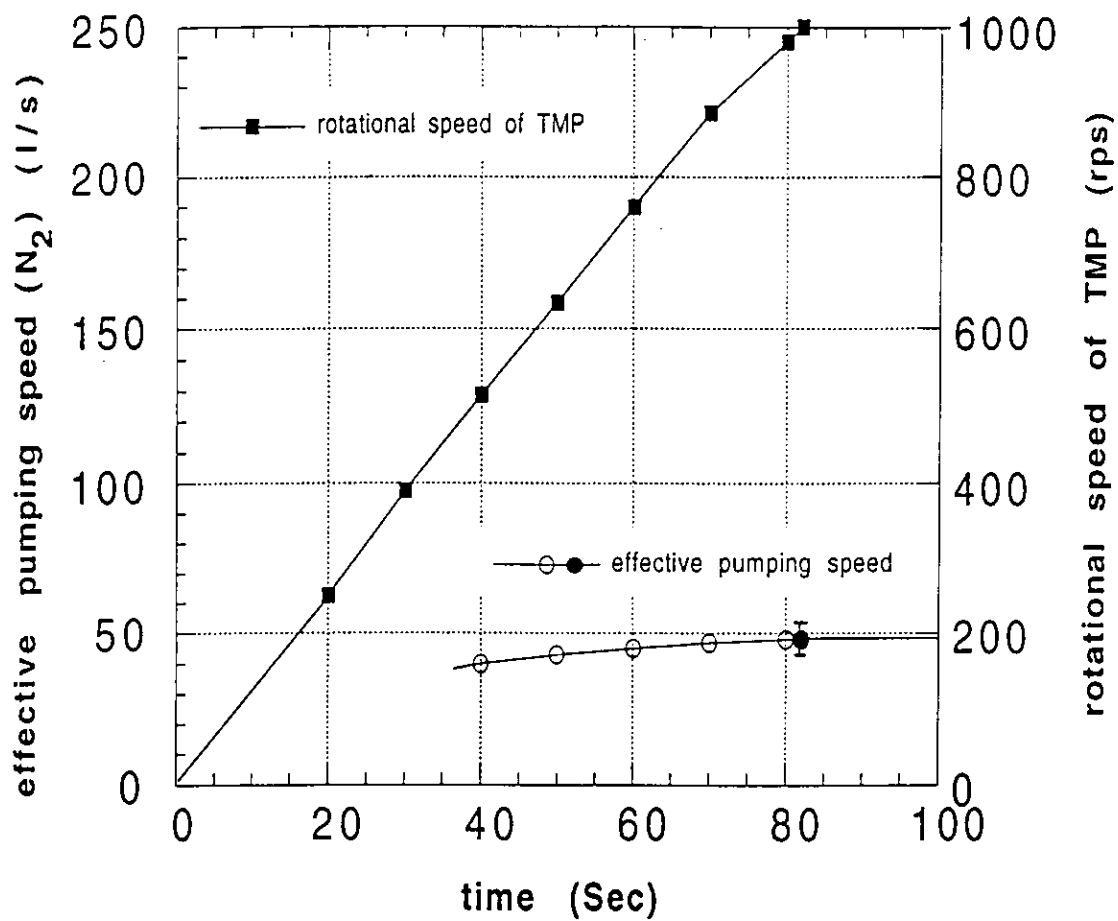


Fig.2-20 Effective pumping speed (N_2) and rotational speed of turbomolecular pump for the roughing pump line.

■ and ● marks show measured values and ○ marks show calculated values using the rotational speed. (See appendix B)

ダクタンスが60ℓ/s程度のL型バルブを介して粗排気系はチャンバーと連結しているので40秒付近で有効排気速度(N₂)は40ℓ/sとなり、その後ゆっくりと増大し、約80秒で48ℓ/sの最終到達速度になる。

図2-21は、本ターボ分子ポンプの外形寸法図で、図2-22は全体概観写真である。

2-3-3) システム I の圧力計測の応答速度と相対誤差

10⁻¹ Torr レンジから10⁻⁶ Torr レンジの圧力計測には、電離真空計の一種であるシュルツ (S-P) 型ゲージのヌードタイプを使用した。電離真空計を採用したのは、応答速度が原理的には1 msec以下であることから、高速排気過程の測定に最適と考えたからである。応答の遅れ要因として、チャンバーとゲージ間のコンダクタンスによる応答の遅れ、ゲージ部へのガスの吸着-脱離現象による遅れ、電流検出回路の応答の遅れが考えられる。チャンバーとゲージ間のコンダクタンスによる応答の遅れは、ヌード型なので無視できる。またゲージ部へのガスの吸着-脱離現象に関しては、ゲージのフランジ部へのガスの吸着-脱離現象は被測定系に含まれると考え、フィラメントへのそれは、一時的でその影響はチャンバー表面からの放出ガスに比べて微小なので無視できる。従って、実際上の応答速度を制限するのは、電流検出回路の応答速度である。本測定では時定数10 msec の電流検出回路からの圧力信号電圧を2つに分離し、そのままの電圧とさらに100 倍に増幅した電圧を同時にアナログ記録(時定数15 msec 以下)した。

従って、総合した出力信号の応答時間の遅れは、約25 msec 以下である。

圧力精度は、エミッション電流の制御精度および安定性から評価すると $\pm 2 \times 10^{-2}$ Torr 程度である。しかし今回のS-Pゲージによる測定の目的は、約1秒間における圧力変化の傾き ($\exp(-S_p t/KV)$ のK値)を測定することで、各測定ごとの圧力の絶対値のバラツキは無関係である。従って、瞬時(1~2秒)のエミッション電流の変化は無視できるので、主な誤差要因は記録データの読み取り誤差のみである。

従って、圧力の各実験時における測定点間の相対誤差は、約 2×10^{-6} Torr (記録紙0.2mm相当) である。

チャンバー表面からの放出ガスで圧力変化が律速される領域に対しては、1秒程度の応答速度でも充分なので、通常の市販のヌードタイプのベヤード・アルバート(B-A)型ゲージおよび電流検出回路をそのまま使用した。

以下に関連する各コンポーネントについて詳述する。

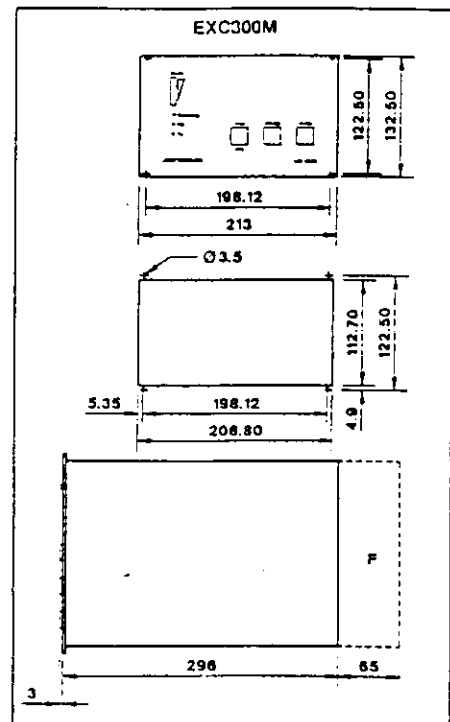
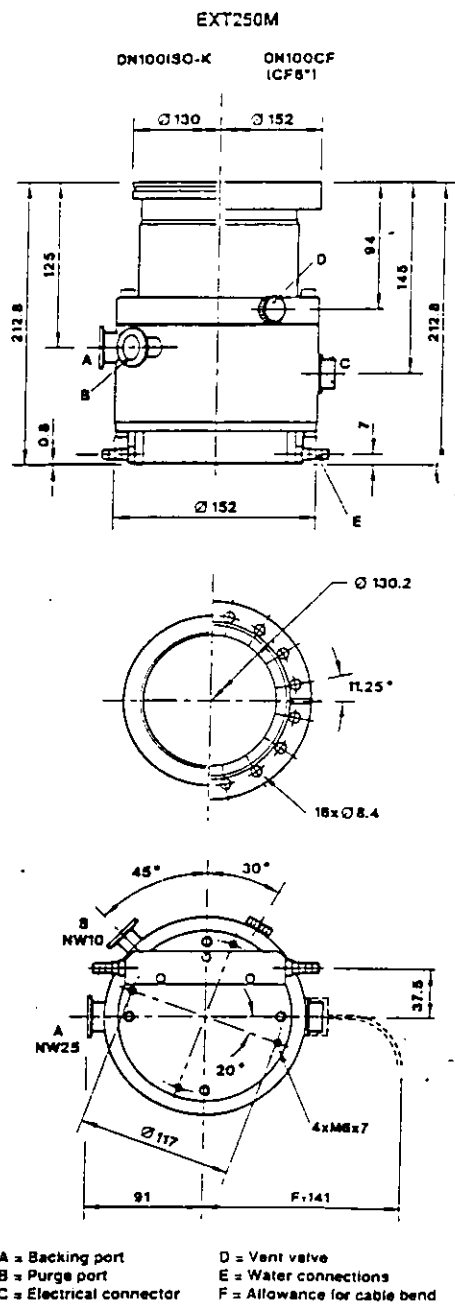


Fig.2-21 Turbomolecular pump (Edwards) with single axis magnetic bearing for roughing pump line¹⁶.

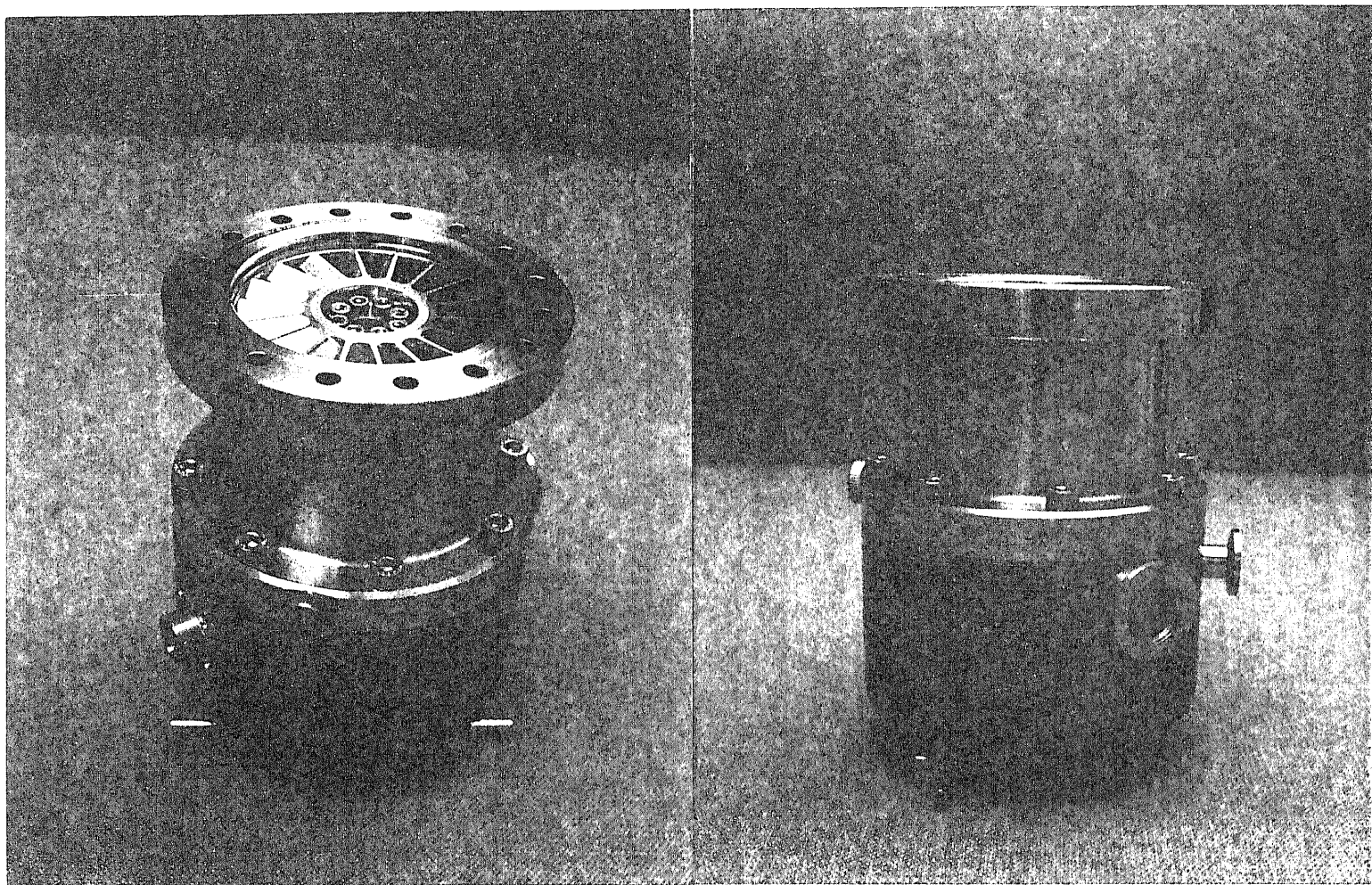


Fig.2-22 Photograph of turbomolecular pump (Edwards) with single axis magnetic bearing for roughing pump line.

a) シュルツ型ゲージ

本ゲージは、Anelva社の市販のゲージを特別にヌードタイプにしたもので1 Torr から 10^6 Torr までの急速な圧力変化を測定するためのものである。出力信号の応答速度は電流増幅回路の時定数で決まり、最も速くして約10msecである。測定感度をあげると電流増幅回路の時定数が長くなるので、感度を犠牲にして10msecの一定応答速度に固定して使用した。図2-23 にゲージの概略図を示す。

b) ベヤード・アルバート型ゲージ

本ゲージは、Anelva社製のもので主に 10^6 Torr 以下の圧力測定をするためのものである。通常は、Anelva社製のゲージコントローラ（エミッション電流0.1mA～0.4 mA）を用いて実験した。しかしながら、特にスイッチオンした直後に発生する一時的なゲージからの放出ガスの影響を小さくする必要がある場合は、コントローラにTERRANOVA社のゲージコントローラを用いた。このコントローラは、エミッション電流を0.01mA～0.1mAまで連続的にコントロールする機能を持ち、常に可能最小エミッション電流で圧力を測定するようになっている³⁰。このため測定感度は犠牲になるが、ゲージからのガス放出の影響は非常に小さくなる。

2-4 システムⅡ (System Ⅱ)

システムⅡ (System Ⅱ) の概略図を図2-24 に示す。

本システムⅡとシステムⅠの違いは、四重極マスフィルター(Q-Mass) を主排気系(Main Pump Line)に挿入して残留ガス分析ができることと粗引き系(Roughing Pump Line) のターボ分子ポンプの背圧側をターボ分子ポンプ+油回転ポンプ(TMP+RP)にして、主チャンバー(Main chamber) 側のターボ分子ポンプの背圧が通常 10^5 Torr 以下になっていることである。

これらの変更により、真空排気過程測定装置の基本仕様でシステムⅠから変化したことは、以下の2点である。

1) システムⅡの到達圧力

主排気系（クライオポンプ）のB-Aゲージ近傍での有効排気速度（窒素ガス）が、90~~1~~7s（測定値）に減少したとガス放出表面積の増大のため、

到達圧力は、装置を組み上げた直後、125℃で約1週間ベーキングして約 1×10^{-10} Torrであった。

2) 粗引き系からの水分の逆流量

これはシステムⅠでの実験により気づきシステムⅡで改良したことである。

ターボ分子ポンプの停止中にその背気口側（常に 10^3 Torr 以上）に吸着していたガスが吸気口側に吸着しないようにする必要がある。なぜなら、吸気口側の放出ガスは、直接主チャンバーへ流入するからであ

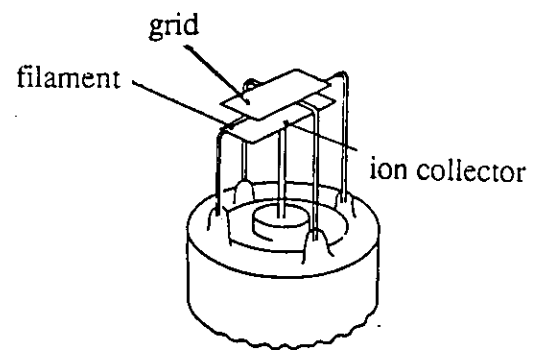
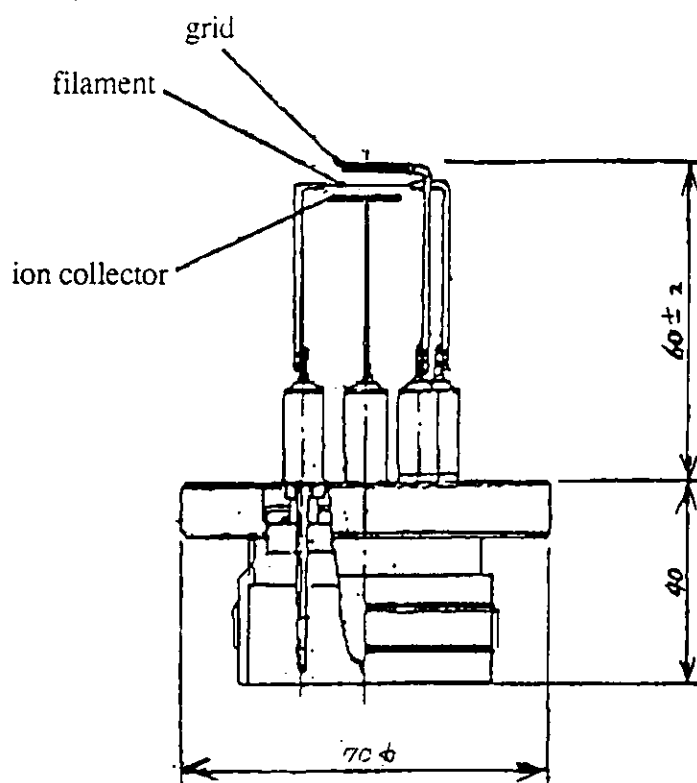


Fig.2-23 Structure of Schulz-Phelps gauge (Anelva)¹⁹.

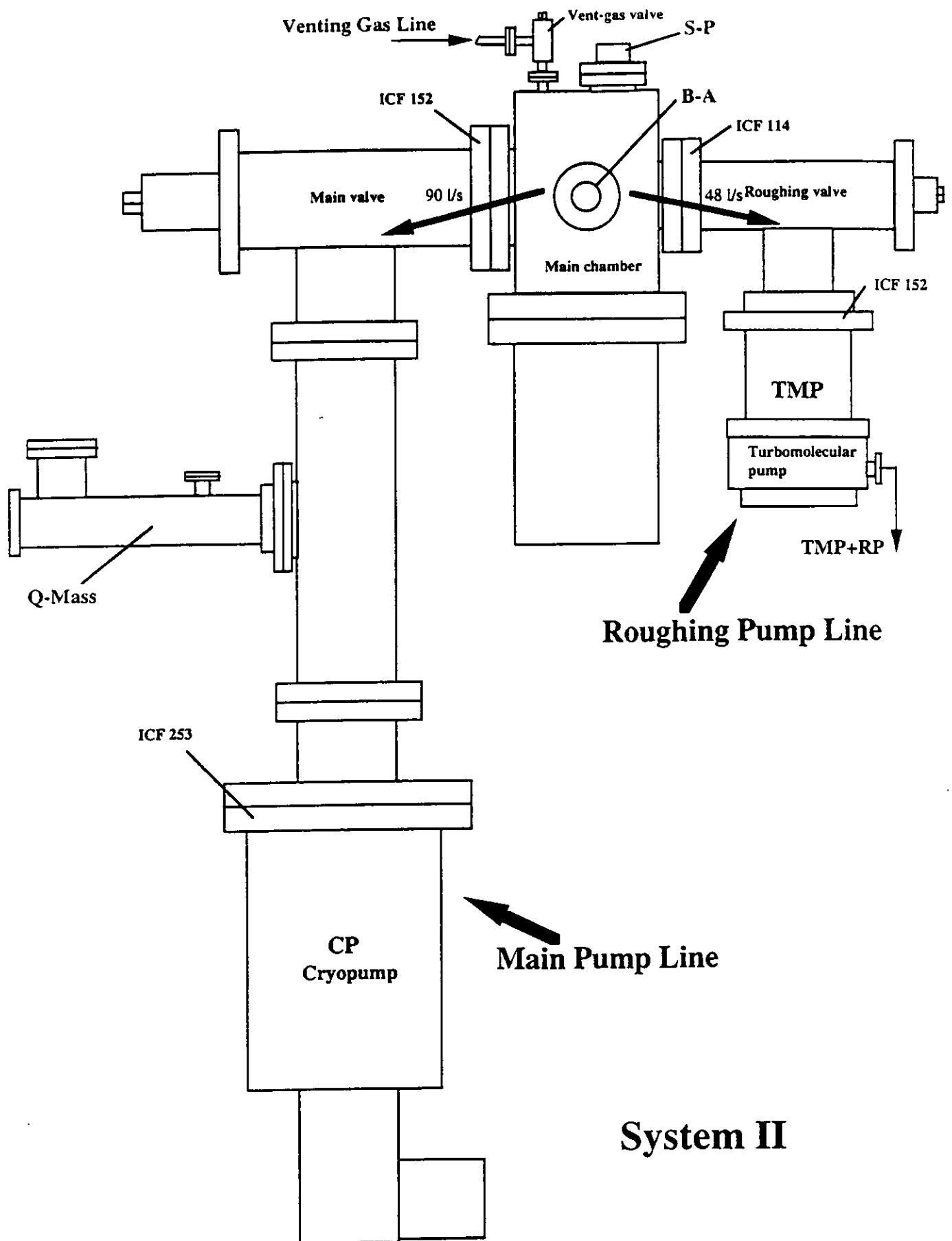


Fig.2-24 Schematic drawing of system II

る。この対策としてシステムⅡでは、主ターボ分子ポンプ+ターボ分子ポンプ+油回転ポンプの粗引き系とし、主ターボ分子ポンプの背圧部の圧力を常に 10^{-5} Torr 以下にして、主ターボ分子ポンプの吸気口側に背圧側の水分が吸着しないようにした。

結果として、システムⅠの起動後約100 秒の時点の粗引き系の有効排気速度は、吸気口からの放出ガスにより、 10^{-8} Torr レベルで零であったが、

システムⅡでは約一桁粗引き系の吸気口側のガス放出速度が減少し、 10^{-9} Torr レベルまで有効排気速度をもつようになった。

以下に四重極マスフィルターについて詳述する。

c) 四重極マスフィルター

四重極マスフィルターはAlvalab製のものを使用した⁵。このマスフィルターは、イオン化部を四重極電極から離して別のアルミニウム合金製フランジに取付けてあるため、イオン化部の熱がほとんど四重極電極に伝導せずそこからの放出ガスがおさえられる。またそのアルミニウム合金製フランジ自体も、アルミニウム合金の高い熱伝導特性によりほとんど温度上昇せずほぼ室温である。さらにフランジ、外筒、イオン化部、四重極電極の組立はEX加工と電子ビーム溶接でおこなっている。それらにより、ベーキング後は、チャンバーと同様の非常に低いガス放出率になり、 10^{-12} Torr レベルでの残留ガス分析に適用できる極高真空仕様対応である。

参考文献

- ¹M.Miki, K.Itoh, N.Enomoto and H.Ishimaru, "Characteristics of extremely fast pump-down process in an aluminum ultrahigh vacuum system", J. Vac. Sci. Technol. A 12, 1760 (1994)
- ²H.Ishimaru and M.Miki, "Water in vacuum/ Cleaning/ Fast pump-down process", Workshop on Water : Its Measurement and Control in Vacuum, NIST, May, 38 (1994)
- ³H. Iguchi, T. Momose and H. Ishimaru, "Cl₂ gas corrosion and outgassing of various surface-treated aluminum alloys", J. Vac. Sci. Technol. A 11, 1708 (1993)
- ⁴M.Saitoh, K.Shimura, T.Iwata, T.Momose and H.Ishimaru, "Influence of vacuum gauges on outgassing rate measurements", J. Vac. Sci. Technol. A 11, 2816 (1993)
- ⁵H.Ishimaru, "Ultimate pressure of the order of 10⁻¹³ Torr in an aluminum alloy vacuum chamber", J. Vac. Sci. Technol. A 7, 2439 (1989)
- ⁶M. Mohri, S Maeda, H Odagiri, M Hashiba, T Yamashita and H Ishimaru, "Surface study of Type 6063 aluminum alloys for vacuum chamber materials", Vacuum, 34, 643 (1984)
- ⁷K. Itoh, K. Waragai, H. Komuro, T. Ishigaki and H.Ishimaru, "Development of an aluminum alloy valve for an extremely high vacuum system", J. Vac. Sci. Technol. A 8, 2836 (1990)
- ⁸T.Kikuchi, N.Ohsako and Y.Hayashi, "Capability of obtaining extreme high vacuum by commercial G-M refrigerator-cooled cryopump", Vacuum 41, 1941 (1990)
- ⁹Anelva catalog
- ¹⁰P. Della Porta, "GETTERING an integral part of vacuum technology", SAES Getters S.p.A., Technical paper TP 202 (1992)
- ¹¹H.Ishimaru, K.Itoh, T.Ishigaki and M.Furutate, "Fast pump-down aluminum ultrahigh vacuum system" J. Vac. Sci. Technol. A 10, 547 (1992)
- ¹²M.Miki, Y.Tanaka, Y.Yamaguti, T.Ishizawa and A. Yamamura, "Single axis active magnetic bearing system with mechanical dampers for high speed rotor", 2nd Int Symp on Magnetic Bearing, T.Higuchi, University of Tokyo, Japan 183 (1990)
- ¹³K. Takahashi and M. Edamura, "Effect of the content of water vapor in the gas admitted into a vacuum chamber on pump time", Shinku, 36, 152 (1993) (in Japanese)
- ¹⁴R. A. Heafer, "Cryogenic vacuum techniques" J. Phys. E 14, 273 (1981)
- ¹⁵J.L.Briesacher, M.Nakamura and T.Ohmi, "Gas purification and measurement at the ppt level", J. Electrochem. Soc. 138, 12, 3717 (1991)

¹⁶Edwards catalog (draft)

¹⁷Seiko-Seiki catalog

¹⁸Leybold AG catalog

¹⁹Anelva drawing

²⁰Paitich, R., " New Controller Extends the Range of Ion Gages"; Research and Development, Dec (1989)

第3章 超高純度窒素ガス（超高純度アルゴンガス）の排気過程¹

3-1 緒言

図3-1は典型的な極高真空用チャンバーの圧力の時間変化の一例である²。

すでに第1章で述べたように、大気圧からの真空排気過程において、チャンバー内の非吸着性ガス（物理吸着のみを考えればよいガス）だけの排気を考えると $\exp(-S_d t/V)$ に比例して（ S_d ：ポンプの有効排気速度、 V ：チャンバー体積、 t ：経過時間）排気できるはずであるが、実際は $\exp(-S_d t/(KV))$ に比例し、 K の値は（760 Torr \sim 1 Torr $K=1.1$, 1 Torr $\sim 10^{-1}$ Torr $K=1.5$, 10^{-1} Torr $\sim 10^{-3}$ Torr $K=4.0$ ）次第に増大する。そして 10^{-5} Torr 付近からはほぼ $t^{0.5}$ に比例して圧力が減少するようになる。これは、大気中の水分がチャンバー表面に吸着し、その表面の吸着ガスが徐々に排気されているためといわれている。その後は、チャンバーのバルク内部から拡散し表面に達したガスが排気されほぼ $t^{-0.5}$ に比例して圧力が減少する。

そこで、第2章で述べた本開発真空排気過程測定装置を使って、水分を極限まで除去した窒素ガス（あるいはアルゴンガス）で満たしたチャンバーの真空排気過程をバルク内部へあるいは内部からのガスの拡散を無視できる程度の短い保持時間後に測定すれば、“元の圧力付近まで $\exp(-S_d t/V)$ に比例して圧力が減少するのを実測できると予想される。

本章は、その超高純度窒素ガスあるいは超高純度アルゴンガスの真空排気過程の測定結果について述べる。

3-2 実験方法

図2-1のシステムⅠまたはⅡで真空排気過程の全圧を測定した。システムⅠを用いた場合は、測定開始前に主チャンバー(Main chamber)を常にベーキング過程をへて約 4×10^{-11} Torrにした。この値は、B-Aゲージの測定限界付近なので、もっと低い値であるかもしれない。（システムⅡの場合は、クライオポンプの有効排気速度の減少とガス放出表面積増大との影響で同じ測定前条件で、圧力は約 1×10^{-10} Torrであった。）ベーキング条件は、チャンバーを大気にさらした場合は125℃で約1週間、超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）のみにさらした場合は125℃で2日間とした。この条件は、実験条件を一定にするために特別な意味はない。通常よく用いられるアルミニウム合金のベーキング条件は150℃で24時間が一般的であるが、ここでは、クライオポンプの冷凍機部やクライオパネル部への熱による悪影響を考慮して温度を低く長時間の条件に設定した。

排気過程の測定手順を以下に示す。

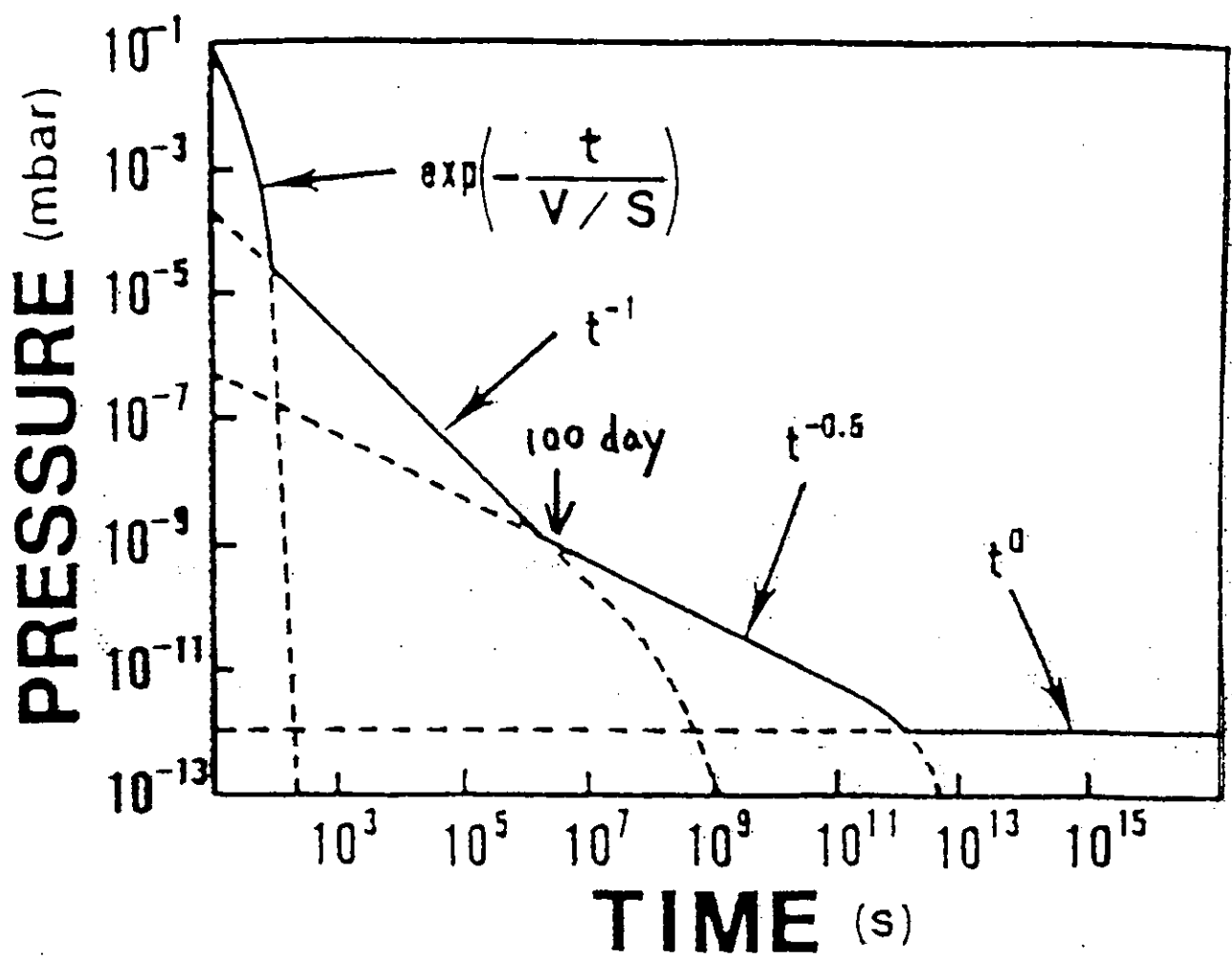


Fig.3-1 Pressure vs time curve in a typical chamber for extremely high vacuum².

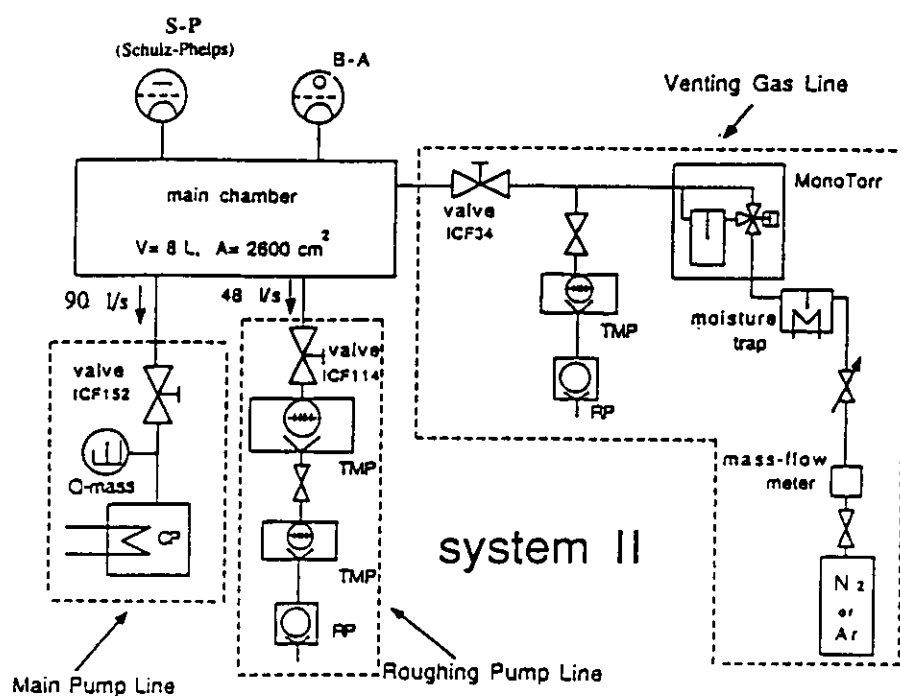
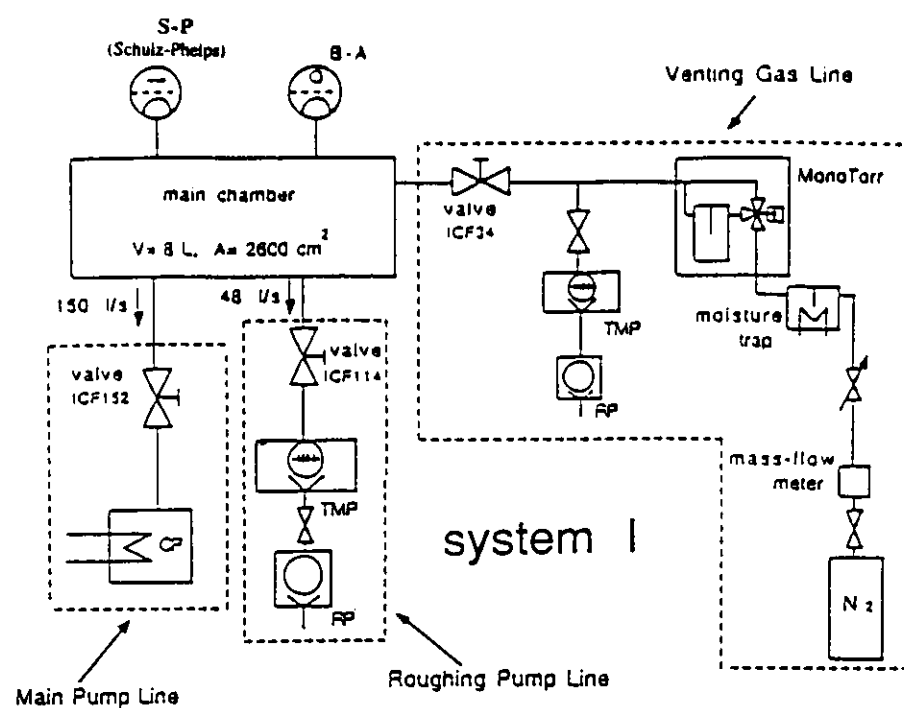


Fig.2-1 Experimental setup for extremely fast pump-down system I and system II.
(See appendix B)

a) 方法1 (チャンバー内を760 Torr に保持する方法)

- 1) ガス導入ライン(Venting Gas Line)を約2時間予備運転する。すなわち不純物ガス除去装置(MonoTorr と Moisture trap)を動作させながら窒素ガス (あるいはアルゴンガス) を本ガス導入ラインに連続して2時間流す。ただしこのガスは、主チャンバー(Main chamber)には導入されず、排気装置をへて大気に放出される。
- 2) その後、本ガス導入ラインを通した超高純度窒素ガス (あるいは超高純度アルゴンガス) を主チャンバーに760 Torrまで導入する。
- 3) この状態のまま10分間保持する。
- 4) それから、粗排気系(Roughing Pump Line)を動作させると同時に主チャンバーと粗排気系の間のL型バルブ(Valve ICF114)を開ける。
- 5) 主チャンバーの圧力をS - P (Schulz-Phelps)ゲージで測定する。
- 6) 圧力が 1×10^{-4} Torr 以下になった時点 (約50秒後) にB- Aゲージを点火し、主チャンバーの圧力を測定する。
- 7) 主チャンバーと主排気系(Main Pump Line)の間のL型バルブ(Valve ICF152)を開ける。ここで主排気系は、常にクライオポンプ(CP)を動作させ、超高真空状態を維持している。
- 8) 主チャンバーと粗排気系の間のL型バルブ閉じる。

不純物ガス除去装置としてMoisture Trapのみ使用した場合 (case A) と MonoTorrと Moisture Trapの両方を直列にして使用した場合 (case B) との二つの場合の排気過程を測定した。

b) 方法2 (チャンバー内を中真空状態に保持する方法)

- 1) ガス導入ラインを約2時間予備運転する。すなわち不純物ガス除去装置を動作させながら窒素ガス (あるいはアルゴンガス) を本ガス導入ラインに連続して2時間流す。ただしこのガスは、主チャンバーには導入されず、排気装置をへて大気に放出される。
- 2) その後、本ガス導入ラインを通した超高純度窒素ガス (あるいは超高純度アルゴンガス) を主チャンバーに流しながら粗排気系で排気し一定圧力 (例えば1 Torr) に10分間保持する。この時、S - Pゲージは、連続動作させている。
- 3) それから、突然ガスの導入を止め、その後の主チャンバーの圧力をS - Pゲージで測定する。
- 4) 圧力が 1×10^{-5} Torr 以下になった時点でB- Aゲージを点火し、主チャンバーの圧力を測定する。
(TERRANOVA社製コントローラを使用する場合は、エミッション電流を0.01mAにできるのでS - Pゲージと同時に点火することも可能である。)

5) 主チャンバーと主排気系の間のL型バルブを開ける。ここで主排気系は、常にクライオポンプを動作させ、超高真空状態を維持している。

6) 主チャンバーと粗排気系の間のL型バルブ閉じる。

不純物ガス除去装置としてMonoTorrとMoisture Trapの両方を直列（方法1のcase Bと同様）にした場合の排気過程を測定した。

手動のL型バルブを使った理由は、自動ゲートバルブは、開閉時に大きな衝撃力で不確定な多量の放出ガスを放出するので、手動バルブをゆっくりと操作する方が、信頼性のあるデータが得られると判断したためである。

3-3 体積ガスの排気過程

a) 結果

図3-2は、システムIを使い、超高純度窒素ガスでチャンバー内を760Torrにする方法1で排気過程を測定したグラフである。case Aと表示した+印の曲線は、不純物ガス除去装置としてMoisture Trapのみを使用した場合の排気過程で、case Bと表示した◇印の曲線は、Moisture TrapとMonoTorrの両方を直列にして使用した場合の排気過程である。 10^{-1} Torrから 10^{-5} Torrまでの急激な圧力変化の過程は、case A,Bどちらもほとんど差はないが、 10^{-8} Torr（100秒以後）から差がでてきている。これは、窒素ガス中の不純物ガスでチャンバー表面に吸着するガス（主に水と考えている）がcase Aの場合まだかなり含まれているためと考えられる。

図3-3は、システムIIを使い、チャンバー内を760Torrにする方法1で超高純度窒素ガスおよび超高純度アルゴンガスそれぞれの排気過程を測定したグラフである。不純物ガス除去装置としては、両方とも図3-2のcase Bに対応するMoisture TrapとMonoTorrの両方を直列にして使用した。◇印の曲線は窒素ガスの排気過程で、◆印の曲線は、アルゴンガスの排気過程である。この場合は、図3-2の場合より低い圧力（ 10^{-1} Torrから 10^{-6} Torr）まで、急激な圧力変化の過程を示している。これは、粗排気系をターボ分子ポンプ+ターボ分子ポンプ+油回転ポンプにしたこととB-AゲージのコントローラをTERRANOVA社製にしたことにより、粗排気系からの逆流ガスやB-Aゲージからの点火時の放出ガスの影響がほとんどないためである。 10^{-8} Torr（100秒以後）からアルゴンガスを導入した場合の圧力（窒素換算値）が窒素ガスを導入した場合の圧力よりわずかに高く、 10^{-10} Torrレベル（ 10^3 秒以後）から次第に一致してきている。これは、 10^3 秒までは導入した窒素ガス（あるいはアルゴンガス）が排気ガスの主成分で、混入不純物ガスの排気過程ではないと仮定すれば、電離真空計のアルゴンの窒素に対する相対感度が1.3程度なので納得できる。詳細の検討は、残留ガス分析の結果とともに後述する。

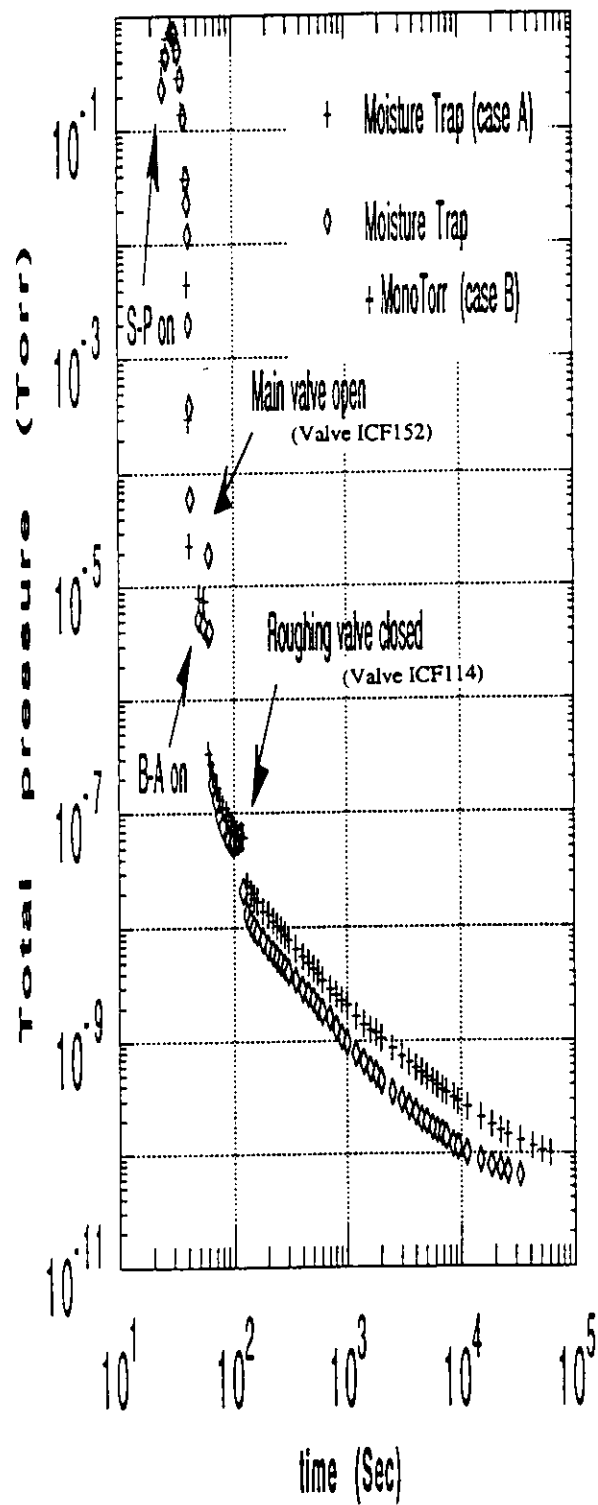


Fig.3-2 Pressure from 10^{-1} Torr range to 10^{-11} Torr range for case A and case B using system I .
Initial pressure is N_2 760 Torr. (See appendix B)

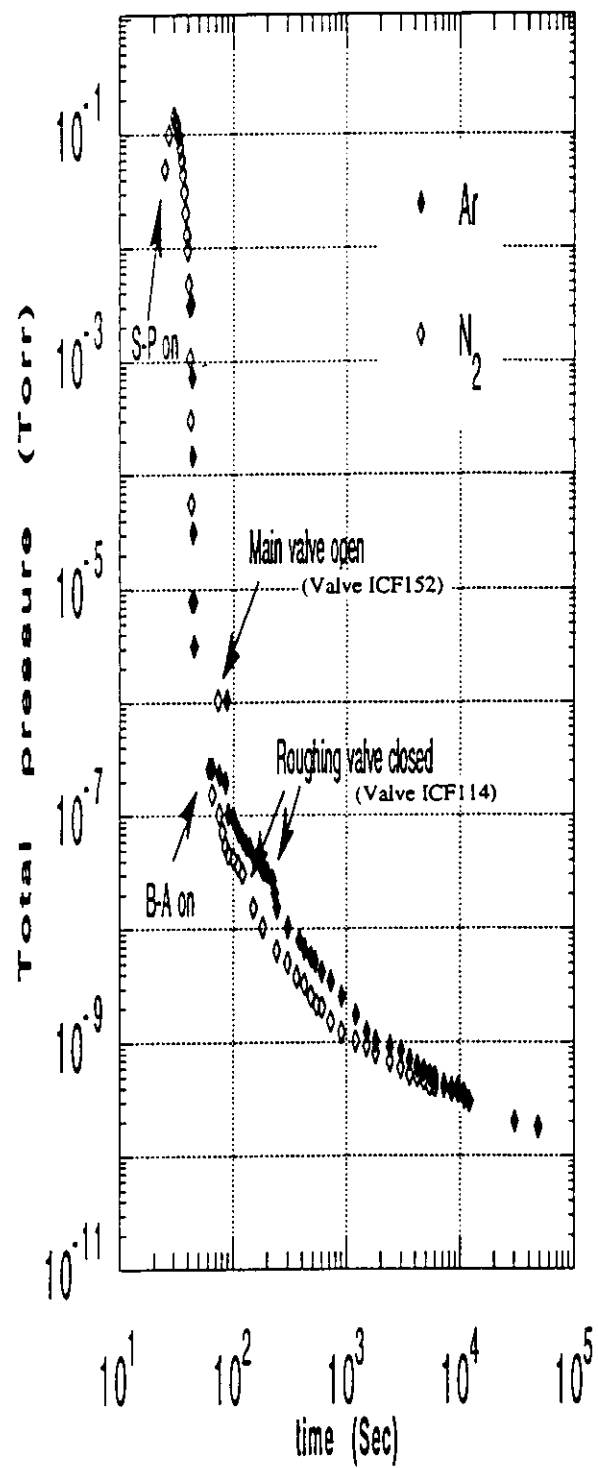


Fig.3-3 Pressure vs time curves for nitrogen and argon using system II .
Initial pressure is 760 torr.

60秒付近の瞬間的な圧力の上昇は、主チャンバーと主排気系の間のL型バルブ(Valve ICF152)を開いた瞬間の圧力上昇である。シール部の摩擦により放出ガスが多少発生するためである。

b) 考察

上記結果で体積ガスの排気過程($P \propto \exp(-S_e t/KV)$, $1 \leq K < 1.1$)と予想できる 10^{-6} Torr までの急激な圧力変化の過程を詳細に検討する。図3-4は、図3-3の一部を拡大し、セミログプロット(時間：リニアースケール、圧力：ログスケール)に変更したものである。

図3-4から、 10^{-4} Torrから 10^{-6} Torrまでのデータは、窒素ガスでは $\exp(-4.0 t \pm 0.2 t)$ に、アルゴンガスでは $\exp(-3.1 t \pm 0.2 t)$ 比例して圧力が減少している。誤差評価は、2-2-3)で述べた圧力の相対誤差($\delta P = \pm 2 \times 10^{-6}$ Torr)と圧力の出力信号の応答の遅れ($\delta t \leq \pm 25$ msec)より求めた。参考のためエラーバーを図3-4に表示した。

従って、測定データから窒素ガスでは、

$$S_e/KV = 4.0 \pm 0.2 \quad (1/\text{sec})$$

である。

一方、チャンバー体積と窒素ガスに対するターボ分子ポンプの排気速度の測定値とから

$$S_e/V = 4.0 \pm 0.6 \quad (1/\text{sec})$$

となる。

ここで2-3-2)で述べたようにターボ分子ポンプは、 10^{-3} Torr以下の圧力で定常回転なら一定排気速度になり、図2-20から、起動後42～44秒では、窒素ガスに対してほぼ $S_e = 40 \pm 4$ l/sの排気速度である。(ここでは、圧力の絶対値ではなく時間変化を問題にしているので、排気速度の測定とチャンバー圧力の測定を同じ真空ゲージを使用していることから、本実験における排気速度の相対誤差は流量計で決まり $\pm 10\%$ 程度である。)排気チャンバー体積は、主チャンバーとバルブ部分を併せて $V = 10 \pm 0.5$ lである。

従って、超高純度窒素ガスの排気過程は、誤差の範囲内で正確に 10^{-6} Torr レベルまで $\exp(-S_e t/V)$, $K=1$ に比例して圧力が減少しているといえる。

図3-5は、システムⅡを使い、方法2により超高純度窒素ガスでチャンバー内を一定圧力に10分間保持し、その後の排気過程を測定したグラフである。 $t = 1$ secのところで測定値がズレているのは、レンジの変更による零点のズレである。

この場合、粗排気系の排気速度は、最大速度の 48 l/s であるので $\exp(-S_e t/V)$ は $\exp(-4.8 t)$ になり、期待通り実験値と一致している。

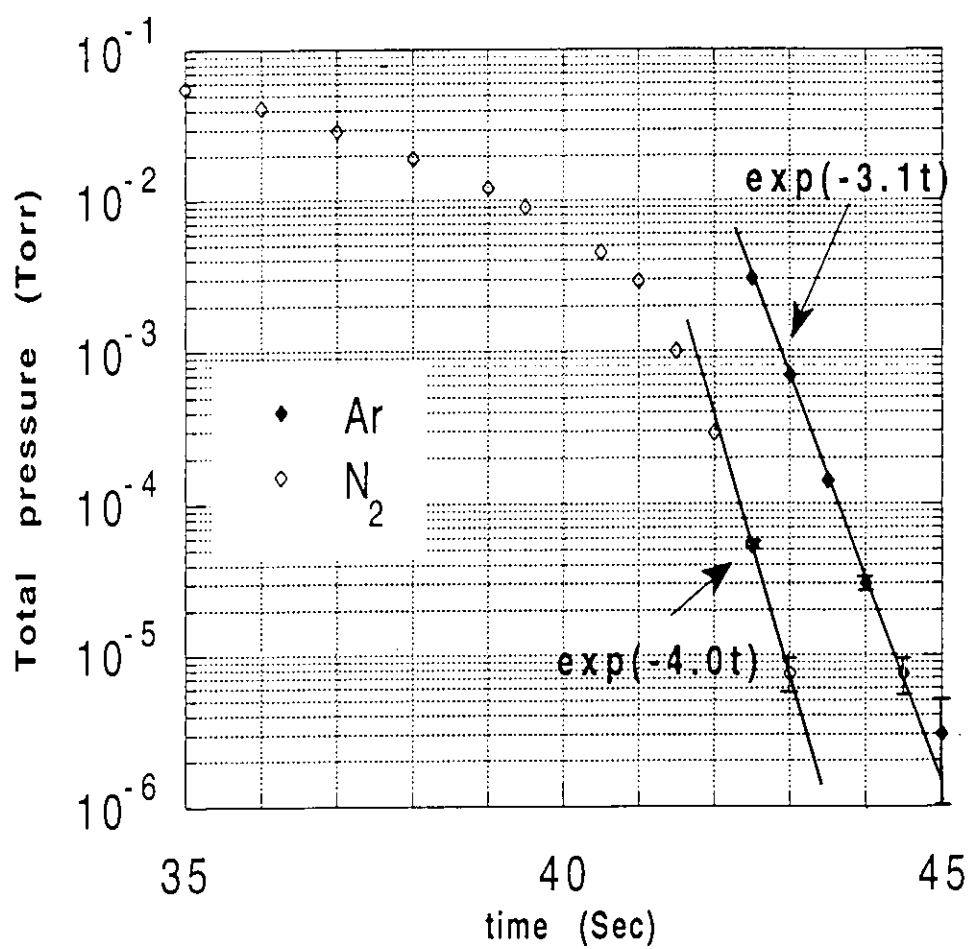


Fig.3-4 Pump-down curves fitted $\exp(-4.0t)$ for nitrogen and $\exp(-3.1t)$ for argon, using system II. Initial pressure is 760 Torr.

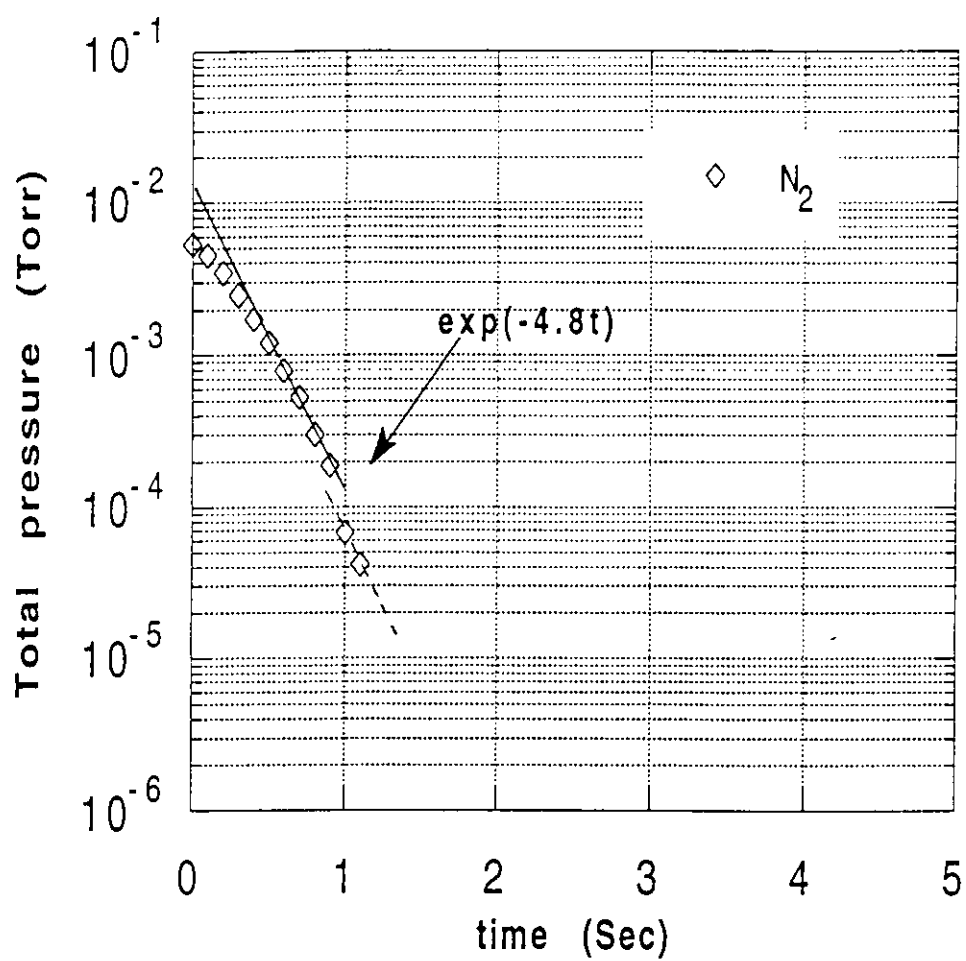


Fig.3-5 Pump-down curve fitted $\exp(-4.8t)$ for nitrogen, using system II.
Initial pressure is 5×10^{-3} Torr.

またアルゴンガスが $\exp(-3.1 t)$ に比例しているのは、以下のように説明できる。

ターボ分子ポンプの吸気口での排気速度は窒素ガスもアルゴンガスもほぼ等しく、粗排気系の有効排気速度の違いはそれらに対するバルブのコンダクタンスの違いでほぼ決まるので、アルゴンガスに対する粗排気系の有効排気速度 $S_e(\text{Ar})$ は、窒素(28)とアルゴン(40)のマスナンバーを用いて、

$$S_e(\text{Ar}) = S_e(\text{N}_2) \times (28/40)^{0.5} = S_e(\text{N}_2) \times 0.8 = 32 \text{ l/s}$$

となるからである。

10^{-6} Torr以下(45 秒以後)の圧力変化は、 $\exp(-S_e t/V)$ からはずれてきている。本真空排気過程測定装置が、設計通りにシステムへの総水分流入量を760 Torr x 10 l 換算で10 ~20 ppb程度にできているなら、予想排気曲線は、 10^{-9} Torrレベルまで $\exp(-S_e t/V)$ に比例して圧力が減少するというものであった。

どこが予想と違っているのだろうか？可能性として"本真空排気過程測定装置が設計通りにできていない。"あるいは"予想していない未知の排気過程を実測した。"の2通りが考えられる。

3-4 微量表面吸着ガスの排気過程

前項で指摘した疑問点から、水分含有量の異なると考えている窒素ガスのデータ(図3-2)をシステム内への総水分流入量の観点から検討する。

a) 結果

図3-6は、図3-2のデータから、測定前の到達圧力(4×10^{-11} Torr)を差し引いた値を拡大してグラフにしたものである。図から明らかなように、case A とcase B とのデータには有意な差がある。この差は、導入ガスの不純物ガス除去装置としてMoisture Trapのみを使用したか、Moisture Trapと MonoTorrの両方を直列にして使用したかの違いから生じたと考えられる。

b) 考察

ここで、簡単のためにこの差は、不純物ガス中の表面に吸着した水分量の差によるものとして議論する。

図3-6から、

$$\text{LineX } P(t) = 2.1 \times 10^{-6} / t \quad \text{Torr}$$

$$\text{LineY } P(t) = 7.0 \times 10^{-7} / t \quad \text{Torr}$$

$$\text{LineZ } P(t) = 2.0 \times 10^{-4} / t^2 \quad \text{Torr}$$

$$\text{LineP } P_0 = 4 \times 10^{-11} \quad \text{Torr}$$

$$t_0 = 1.0 \times 10^2 \quad \text{sec}$$

$$t_1 = 2.9 \times 10^2 \quad \text{sec}$$

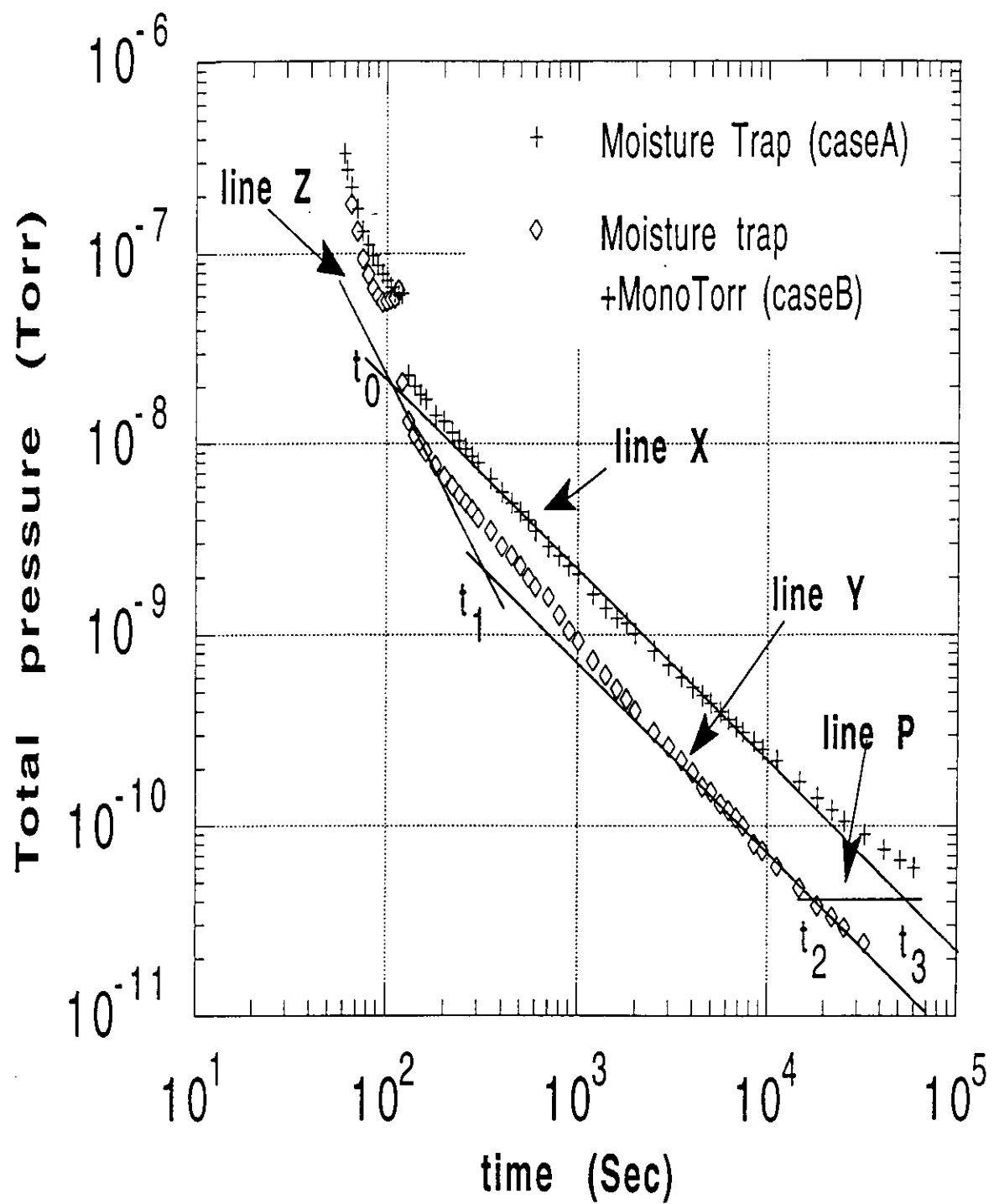


Fig.3-6 Calculated data (the data of Fig.3-2 — 4×10^{-11} Torr (ultimate pressure)).

$$t_2 = 1.8 \times 10^4 \quad \text{sec}$$

$$t_3 = 5.2 \times 10^4 \quad \text{sec}$$

であり、

上記LineX,Y,Z,P に囲まれた領域 ($\square t_0 t_1 t_2 t_3$) に対応する放出ガス (排気されたガス) 量 ΔN_{water} は、

$$\begin{aligned} \Delta N_{\text{water}} &= \left(\int_{t_0}^{t_3} \text{lineX } P(t) dt - \int_{t_0}^{t_1} \text{lineZ } P(t) dt - \int_{t_1}^{t_2} \text{lineY } P(t) dt - \int_{t_2}^{t_3} \text{lineP } P_0 dt \right) \times S_e(\text{H}_2\text{O}) / R_{\text{water}} \\ &= 1.1 \times 10^{-3} \quad \text{Torr}\cdot\text{l} \end{aligned}$$

となる。

ここで、 $S_e(\text{H}_2\text{O}) = 190 \text{ l/s}$ (窒素換算での水に対する主排気系の有効排気速度：付録B4-A 参照)

$$R_{\text{water}} = 1.3 \quad (R_{\text{water}} \text{ は水の窒素に対する B-A ゲージの相対感度係数})^3$$

とした。

この ΔN_{water} の値は、 $760 \text{ Torr} \times 10 \text{ l}$ に対して約 140 ppb に相当する。

2-3-2) で説明したMoisture Trap と MonoTorr の性能の違いから、case A の場合は、case B の場合 (10 ~ 20 ppb) より水分が約 200 ppb だけ多量にチャンバー内に導入されていることになるので、それらの内の約 70% が 100 秒後まで表面に吸着されていて、その後排気されたと推定できる。

ここで、以下に示す吸着ガスの影響を有効排気体積の増大として扱う第 1 章で紹介した最も簡単な式を使って、この水分子の平均吸着時間と脱離エネルギーを評価する。

簡単にするため s 、 τ (s : 水分子の吸着確率、 τ : 水分子の表面での平均吸着時間) が吸着量に無関係とすると、

$$P = P(0) \exp(-S_e t / (KV))$$

$$K = (1 + \kappa A / V)$$

$$\kappa = v s \tau \times 10^{-3} / 4 \quad \text{l/cm}^2$$

$$A \text{ (チャンバー表面積)} : 3000 \text{ cm}^2$$

$$V \text{ (チャンバー体積)} : 10 \text{ l}$$

$$S_e \text{ (水分子の有効排気速度)} : \text{油回転ポンプ } (\sim 10^{-2} \text{ Torr}) \text{ は } \text{約 } 3 \text{ l/s } 0 \leq t \leq 40 \text{ sec}$$

$$\text{ターボ分子ポンプ } (10^{-3} \text{ Torr} \sim) \text{ は } \text{平均 } 45 \text{ l/s}$$

$$40 \text{ sec} < t \leq 100 \text{ sec}$$

$$v \text{ (水分子の平均速度)} : T = 300 \text{ K} \text{ として } v = 6.0 \times 10^4 \text{ cm/s}$$

$t = 100 \text{ sec}$ で 水分子数が $t = 0 \text{ sec}$ での水分子数の 70% になっていることから

$$P(100)/P(0) = P(100)/P(40) \times P(40)/P(0) = \exp(-45 \times 60/10K) \times \exp(-3 \times 40/10K) = 0.7$$

従って、

$$K = (1 + \kappa A/V) = 7.8 \times 10^2$$

$$\kappa = v s \tau \times 10^{-3}/4 = 2.6$$

$$s \tau = 0.17$$

従って、水分子の吸着確率 s を適当に0.5 とすると水分子の平均吸着時間 τ は、

$$\tau = 0.4 \text{ sec}$$

となる。

$\tau = \tau_0 \exp(E_d/RT)$, $\tau_0 = 10^{-13} \text{ sec}$, $T = 300 \text{ K}$, $R = 2.0 \times 10^{-3} \text{ Kcal/(mol deg)}$ を使って、この平均吸着時間に対応する水分子の脱離エネルギー E_d をもとめると、

$$E_d = 17 \text{ Kcal/mol}$$

となる。

この値は、従来から言われている水の脱離エネルギー（11～20 Kcal/mol）と矛盾していないことから、本装置への水分混入量はほぼ設計通りにできている可能性が高い。

3-5 急速排気装置

実用的観点で、急速排気装置として本真空排気過程測定装置を眺めると、以下に示すように極めて急速な排気システムであることがわかる。

図3-2、図3-3 より、超高純度窒素ガス（推定水分含有量数ppb以下）をチャンバー内に導入することにより、

760 Torr から、

$8 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ まで	43 秒	（ほぼ理想的体積排気過程を示す。）
$1 \times 10^{-8} \text{ Torr}$ まで	150 秒	
$1 \times 10^{-9} \text{ Torr}$ まで	1×10^3 秒（約 17 分）	
$1 \times 10^{-10} \text{ Torr}$ まで	1×10^4 秒（約 2.8 時間）	

である。

第一章で紹介したH.Ishimaruらの急速排気装置での結果（150秒後 $1 \times 10^{-7} \text{ Torr}$, 1000秒後 $3 \times 10^{-9} \text{ Torr}$ ）⁴と比較すると150秒後で一桁、1000秒後で3倍の差がありその急速さがわかるであろう。

3-6 結言

従来から期待されている通り吸着エネルギーの低いガス（窒素ガスやアルゴンガス）は、 $\exp(-S_e t/V)$ 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。

実用的に用いられている K 値 ($\exp(-S_e t/(KV))$) で表現すると、 10^{-4} Torr 付近で $K=1 \pm 0.05$ である。

具体的に、急速排気装置として表現すると、排気体積約 10 ℓ の真空容器（バルブ、配管なども含む）を公称最大排気速度 4 ℓ/s (N_2) の油回転ポンプと 250 ℓ/s (N_2) のターボ分子ポンプで大気圧から 8×10^{-6} Torr まで約 43 秒で到達した。（ S_e ：ポンプの有効排気速度、 V ：チャンバー体積、 t ：経過時間）

図 3-7 に一定排気速度を仮定した計算値と図 3-4 の窒素ガスの場合のデータとを示す。ターボ分子ポンプの窒素ガスに対するの 42 秒後付近の有効排気速度の測定値は、40 ℓ/s なので、油回転ポンプの有効排気速度を公称最大排気速度の 70% の平均 2.8 ℓ/s とすれば、よく実験値と一致する。

しかしながら、本真空排気過程測定装置が設計通りの性能であるなら、 10^{-9} Torr レベルまで圧力が $\exp(-S_e t/V)$ に比例してさがるはずである。

装置内への総水分流入量は、不純物ガス除去装置の性能の違いを利用した含有水分量の違う超高純度窒素ガスの排気曲線の違いが、想定含有水分量の違いから定量的に説明できるので、仕様通りである可能性が高い。

従って、 10^{-7} Torr ~ 10^{-9} Torr の予想外の測定結果は、何か水以外のガスによる排気過程の可能性があり、残留ガス分析によるさらなる排気過程の追求をした。（次章に詳述する。）

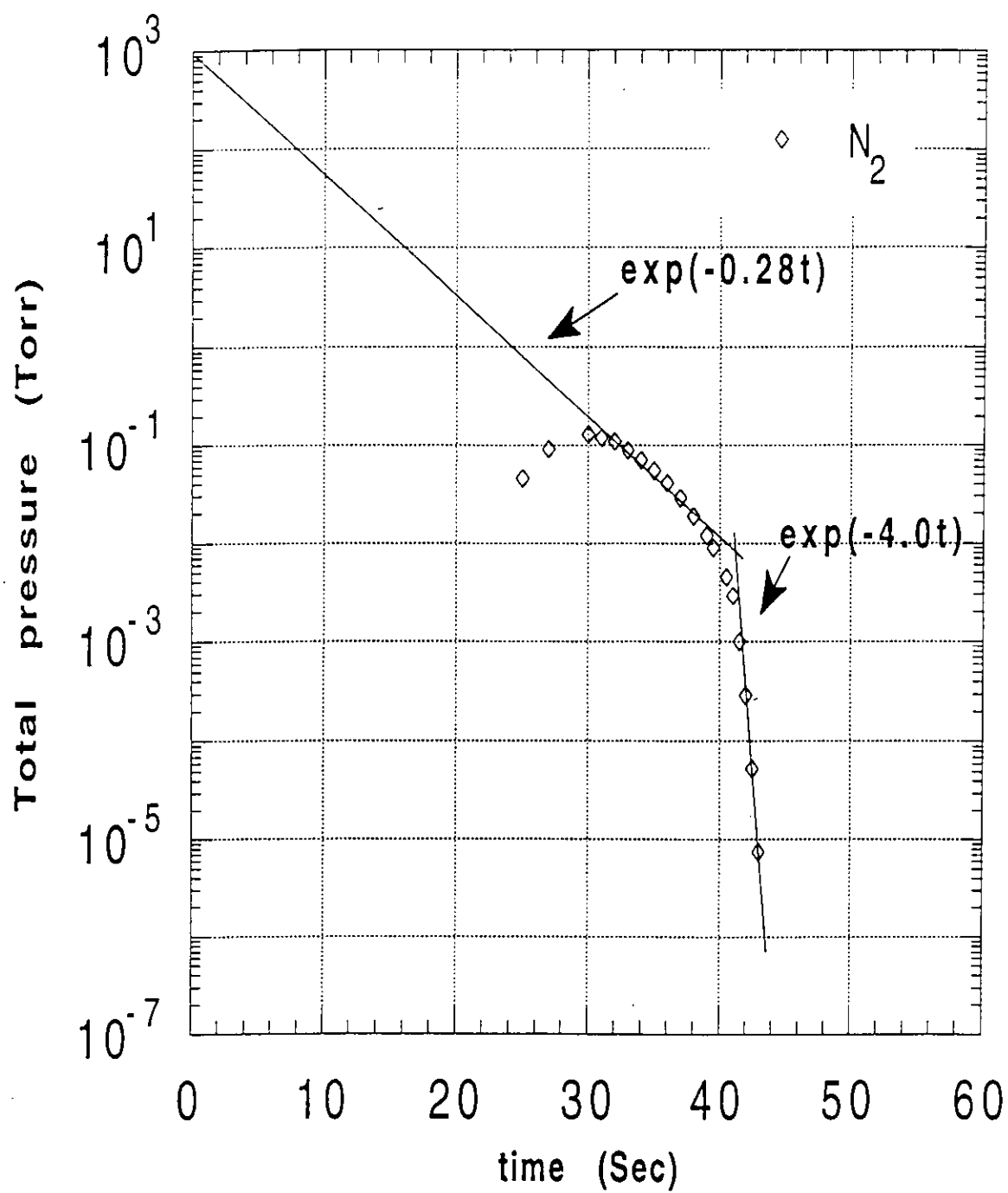


Fig.3-7 Pump-down curves fitted $\exp(-0.28t)$ and $\exp(-4.0t)$ for nitrogen, using system II. Initial pressure is 760 Torr.

参考文献

- ¹M.Miki, K.Itoh, N.Enomoto and H.Ishimaru, "Characteristics of extremely fast pump-down process in an aluminum ultrahigh vacuum system", J. Vac. Sci. Technol. A 12, 1760 (1994)
- ²J.F. O'Hanlon著：野田、 斉藤、奥谷訳、真空技術マニュアル、産業図書、118（1983）
- ³S.Yoshikawa 編集：真空ハンドブック、ULVAC, 31 (1982)
- ⁴H.Ishimaru, K.Itoh, T.Ishigaki and M.Furutate, "Fast pump-down aluminum ultrahigh vacuum system" J. Vac. Sci. Technol. A 10, 547 (1992)

第4章 表面滞留窒素ガス、アルゴンガスの排気過程

4-1 緒言

第3章において指摘したように、不純物ガス除去装置としてMonoTorrとMoisture Trapの両方を直列に使った場合の排気曲線（図4-1のcase B）と本真空排気過程測定装置の設計性能から期待される予想排気曲線（Expected line）との差は、何か水以外のガスによる効果と推測できるので、この排気過程を四重極マスフィルターを使って残留ガス分析することによりさらに詳しく調べた。

4-2 実験方法

図4-2に示す真空排気過程測定装置（システムⅡ）を使って実験した。

主排気系(Main Pump Line)のL型バルブ(Valve ICF152)とクライオポンプ(CP)の間に挿入しているガス放出の小さいアルミニウム合金製の四重極マスフィルター(Q-Mass)を利用して、主チャンバー(Main Chamber)の各ガス分圧を測定した。

真空排気過程の測定開始前に、主チャンバーは常にベーキング過程をへて 1×10^{-10} Torrにした。ベーキング条件は、チャンバーを大気にさらした場合は125℃で約1週間、超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）のみの場合は125℃で2日間とした。この条件は、あるひとつの一定条件として決めただけで特に意味はない。

全圧と分圧の測定手順を以下に示す。

a) 測定手順

- 1) ガス導入ライン(Venting Gas Line)を約2時間予備運転する。すなわち不純物ガス除去装置(MonoTorr と Moisture trap)を動作させながら窒素ガス（あるいはアルゴンガス）を本ガス導入ラインに連続して2時間流す。ただしこのガスは、主チャンバー(Main chamber)には導入されず、排気装置をへて大気に放出される。
- 2) その後、本ガス導入ラインを通した超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）で主チャンバーを760 Torrにする。
- 3) この状態のまま10分間保持する。
- 4) それから、粗排気系(Roughing Pump Line)を動作させると同時に主チャンバーと粗排気系の間のL型バルブ(Valve ICF114)を開ける。
- 5) 主チャンバーの圧力をS - P (Schulz-Phelps)ゲージで測定する。
- 6) 圧力が 1×10^{-5} Torr 以下になった時点（約50秒後）にB - Aゲージを点火し、主チャンバーの圧

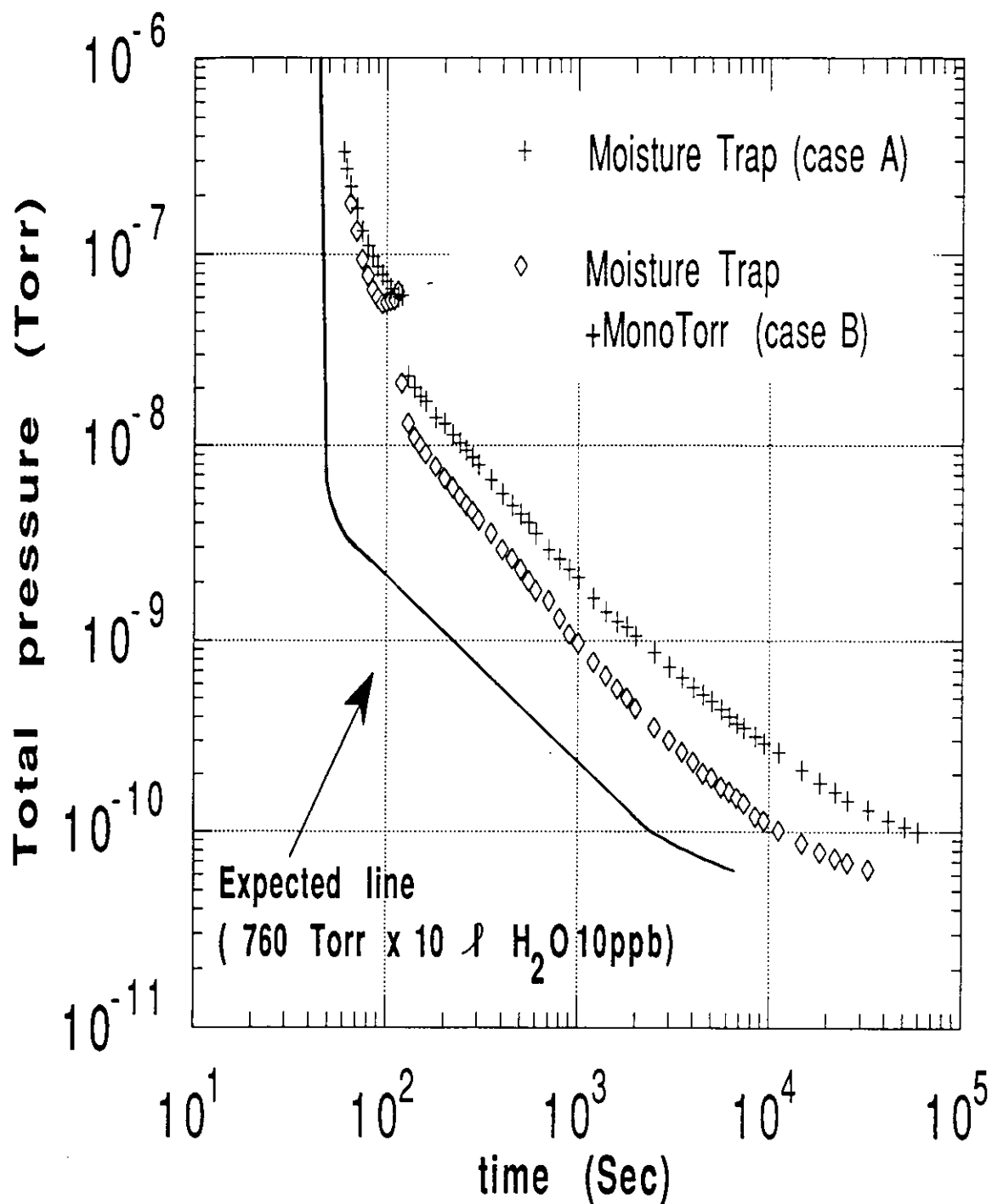


Fig.4-1 Expected and measured pump-down curves for super-dry nitrogen.
Initial pressure is 760 Torr.

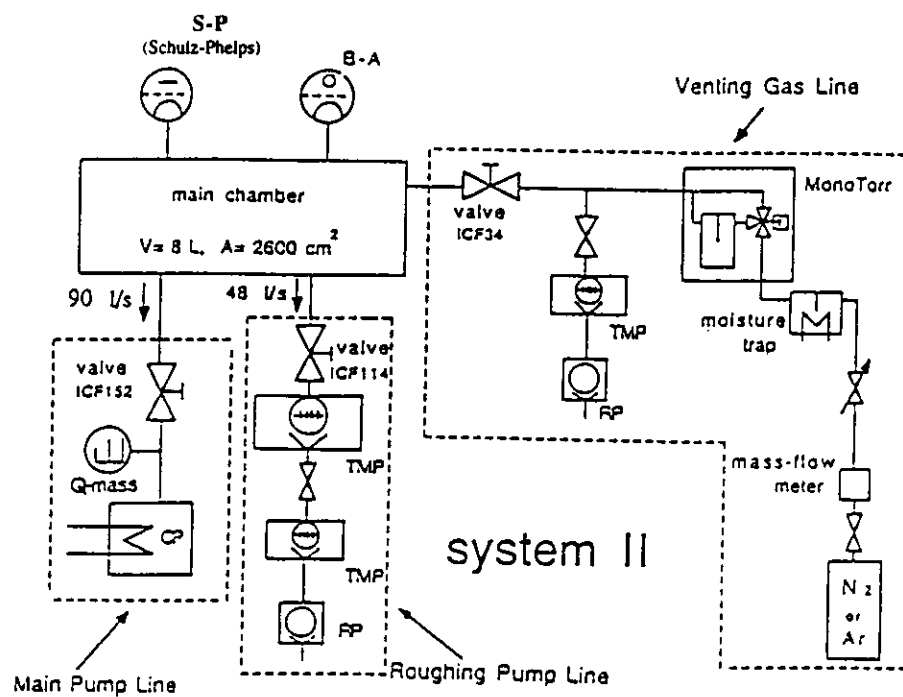
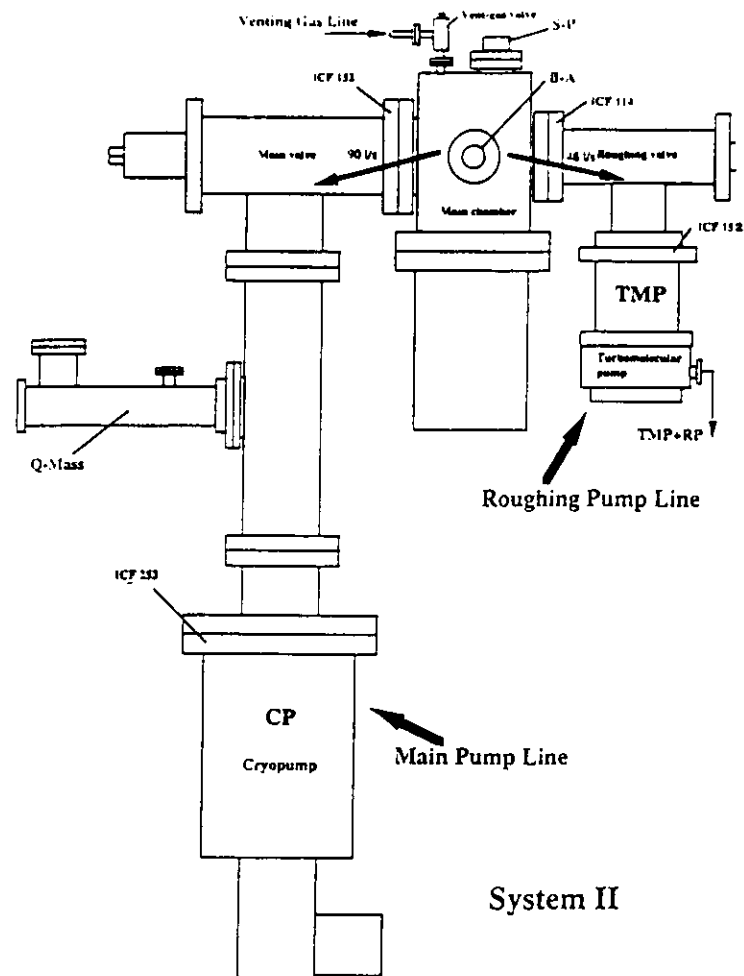


Fig.4-2 Schematic drawing and block-diagram for extremely fast pump-down system II .

力を測定する。

7) 主チャンバーと主排気系(Main Pump Line)の間のL型バルブ(Valve ICF152)を開ける。ここで主排気系のクライオポンプ(CP)と四重極マスフィルター(Q-Mass)は常時動作している。

8) この後、四重極マスフィルターで主チャンバーから放出されるガス成分構成の時間変化を測定する。

9) 主チャンバーと粗排気系の間のL型バルブを閉じる。

不純物ガス除去装置としてMonoTorrとMoisture Trapの両方を直列に使用して実験をした。

全圧測定ゲージ(B-Aゲージ,S-Pゲージ)と分圧測定ゲージ(Q-Mass)の位置が離れていることとバルブ操作によるガス流配分の変化のため、全圧と分圧の比較は注意が必要である。

4-3 結果

図4-3は、超高純度アルゴンガスの大気圧からの排気過程における全圧と残留ガス分析の結果の時間変化を示したもので、図4-4は超高純度窒素ガスの同様の時間変化を示したものである。全圧測定用のB-Aゲージと分圧測定用の四重極マスフィルター(Q-Mass)の位置が離れていることとバルブ操作中の有効排気速度の変化とそれによる主チャンバーで発生するガスの主排気系側(四重極マスフィルター)への流入割合の変化から、全圧変化と分圧変化を定量的に対応させるのは困難と考えられる。そこで、定量解析には全圧データを用い、残留ガス分析結果は全圧変化の主成分が何かを判断する目的に利用することとした。各ガスに対する感度校正はしていないが、アルゴン、一酸化炭素、水などの窒素に対する相対感度係数は、高々0.5～1.5の間と考えられるので、以下の議論には影響しない¹⁾。

図4-3から明らかなように、マスナンバー40のアルゴンガスが、少なくとも1,000秒付近まで主チャンバーから放出されるガスの主成分であるといえる。

ここで70秒～300秒の分圧(Partial pressure)の出力が全圧(Total pressure)のに比べて極端に低いのは、バルブ操作による影響である。各排気系の有効排気速度を窒素ガスに対して測定しているので、同様の変化を示している図4-4の超高純度窒素ガスの場合を例に簡単に説明する。

まず、仮に、 $t = 70 \text{ sec}$ の時点で理想的に一瞬にして主バルブ(Main valve, Valve ICF152)を開き、粗引きバルブ(Roughing valve, Valve ICF114)を閉じれたとした場合、全圧は実線を示し、その主成分である分圧($\text{N}_2 + \text{CO}$)は一点鎖線を示す。なぜなら、B-Aゲージと四重極マスフィルターのクライオポンプに対する位置の差からそれぞれの位置での有効排気速度が、B-Aゲージ近傍の90 l/s に対して四重極マスフィルター近傍は270 l/s 程度になるためである。別の表現をすると四重極マスフィルター近傍の圧力は、B-Aゲージ

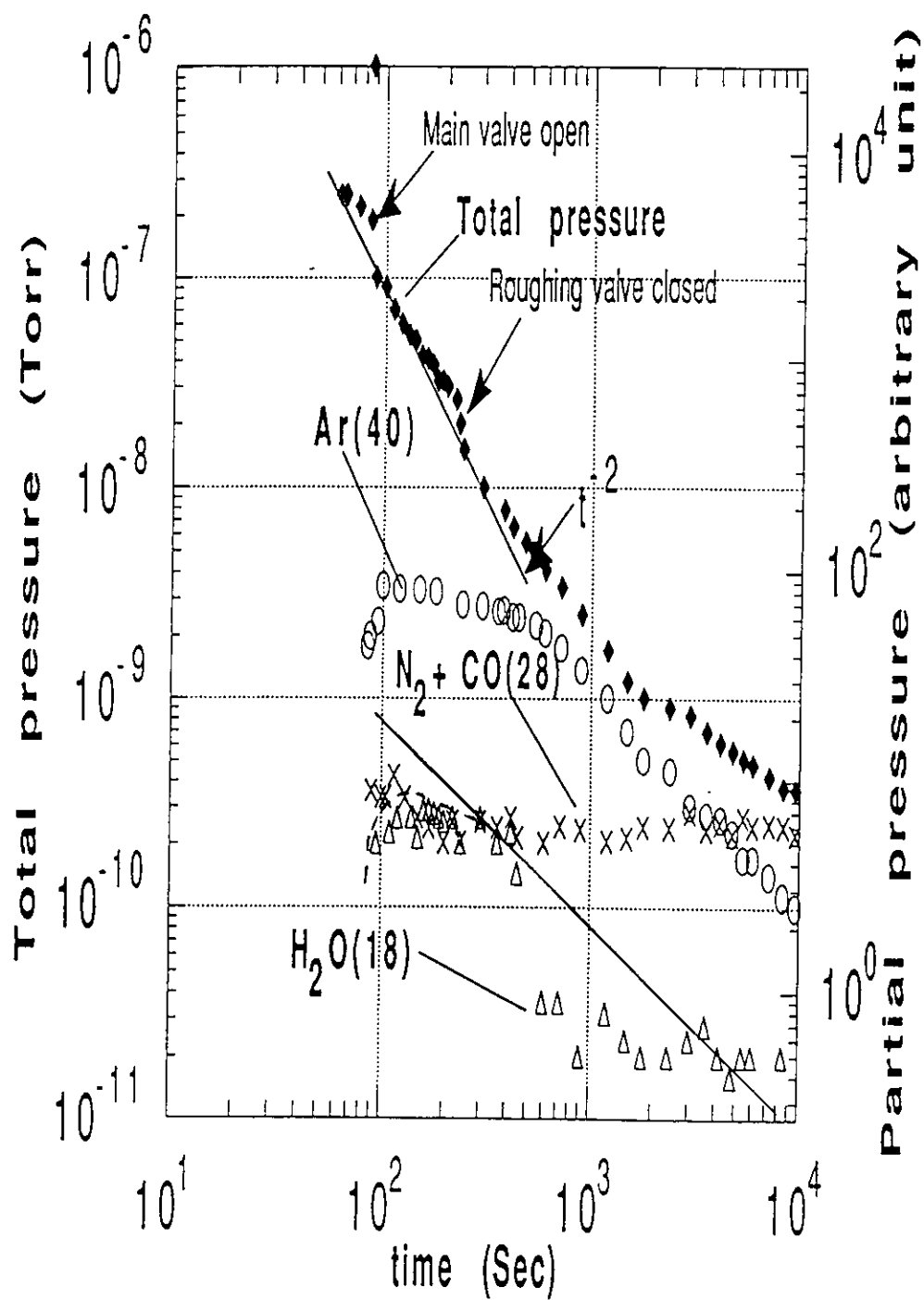


Fig.4-3 Total pressure and partial pressures vs time for argon, using system II .
Initial pressure is 760 Torr.

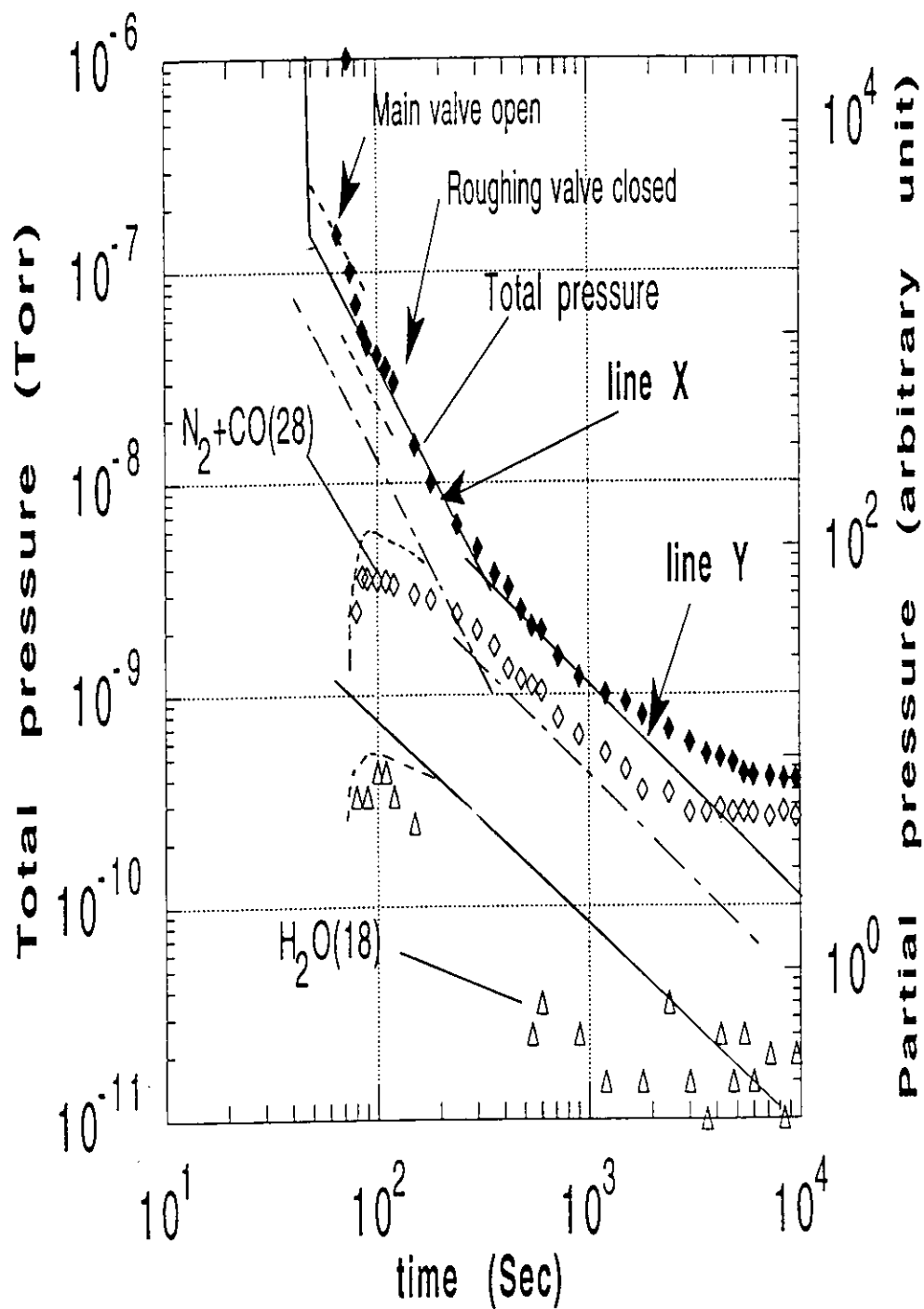


Fig.4-4 Total pressure and partial pressures vs time for nitrogen, using system II .
Initial pressure is 760 Torr.

近傍の圧力の約1/3で、ガス分子流速度（圧力×有効排気速度）が一定になっている。

しかし実際は手動によるバルブ操作のため、主チャンバーで発生するガスの主排気系側（四重極マスフィルター）への流入割合(k)が変化する。

すなわち、 $k = \text{主排気側の有効排気速度} / (\text{主排気側の有効排気速度} + \text{粗排気側の有効排気速度})$ より、

$t = 70 \text{ sec}$ 主バルブ全閉、粗引きバルブ全開 $k = 0$

$t = 120 \text{ sec}$ 主バルブ全開、粗引きバルブ全開 $k = 90/(90+48) = 0.65$ （図4-2の排気速度参照）

$160 \text{ sec} \leq t$ 主バルブ全開、粗引きバルブ全閉 $k = 1$

従って、分圧($N_2 + CO$)は一点鎖線を k 倍した値である点線を示す。

実際の測定点はほぼ上記予想値を示している。

主バルブ(Main valve)を開いた直後は、予想値より低い圧力を示し、その後予想値より高い圧力を示しているのは、主排気系側の表面のポンプ作用の影響と考えられる。

図4-3のマスナンバー28の成分は、時間変化がほとんどないことからガス導入前の超高真空状態と同様に、バルク内部からの拡散による一酸化炭素ガスが大部分と考えられる。

マスナンバー18の水は、期待通り非常に微量で、バルブ操作の影響を考慮しても、“装置への水分総流入量が $760 \text{ Torr} \times 10^{-7}$ 換算で 10 ppb 程度”に対応する測定値になっている。

この測定結果から、本真空排気過程測定装置内への吸着ガス（主に水）の流入量は、 10 ppb レベル程度であると言え、ガス導入系の不純物ガス含有量や排気系からの吸着ガスの逆流量は設計仕様通りにおさえられていることが確認できた。

アルゴンガスでの実験結果から推定すると、図4-4のマスナンバー28の成分構成は、出力が一定値になる3,000秒以後は、ほとんどが一酸化炭素ガスで、3,000秒までの変化している出力に対応するガスは、窒素ガスと考えられる。この測定でも、マスナンバー18の水は、期待通り非常に微量で、“装置への水分総流入量が $760 \text{ Torr} \times 10^{-7}$ 換算で 10 ppb 程度”に対応する測定値になっている。

従って、超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）の排気過程において、 10^{-6} Torr レベルまでしか圧力が $\exp(-S_d/V)$ に比例しないのは、不純物ガス除去装置の性能が悪いことや排気系から多量の吸着性ガスが逆流したためではない。それは、物理吸着しきしない非吸着性ガスであるはずの窒素ガス（あるいはアルゴンガス）が何らかのメカニズム（理由）によってチャンバー空間を飛行している平均時間（常温では、約 10^{-4} 秒程度）より長くどこかに滞留しているためと考えられる。

その滞留ガス量を、議論を簡単にするために、図4-4においてLineX, LineYが理想窒素ガス成分の排気過

程を示しているとして計算する。

$$\text{LineX} \quad P(t) = 3.5 \times 10^{-4} / t^2 \quad \text{Torr} \quad 45\text{sec} \leq t \leq 3 \times 10^2 \text{sec}$$

$$\text{LineY} \quad P(t) = 1.2 \times 10^{-6} / t \quad \text{Torr} \quad 3 \times 10^2 \text{sec} \leq t \leq 10^4 \text{sec}$$

から、

$45\text{sec} \leq t \leq 10^4 \text{sec}$ の間に排気された（放出した）全窒素ガス量 V_{Torr} は、

$$V_{\text{Torr}} = \int_{45}^{300} (\text{lineX } P(t) \times S_e(N_2)) dt + \int_{300}^{10^4} (\text{lineY } P(t) \times S_e(N_2)) dt = 1 \times 10^{-3} \quad \text{Torr l}$$

となる。

ここで、 $S_e(N_2) = 90 \text{ l/s}$ （システム II での主排気系の有効排気速度、測定値）

総分子数 N にすると

$$N = 3 \times 10^{16} \quad \text{個} \quad (\text{但し、実験は、常温で実施、} T = 300 \text{ K で } 1 \text{ Torr l} = 3 \times 10^{19} \text{ 個})$$

単位面積当たりにして

$$N/A = 1 \times 10^{13} \quad \text{個/cm}^2 \quad (\text{但し、} A = 3,000 \text{ cm}^2)$$

となる。

通常、ガス分子が表面に一層吸着した場合の吸着密度は約 $1 \times 10^{15} \text{ 個/cm}^2$ と言われている。

4 - 4 計算モデル

モデルを想定する上で問題となるのは、a) どこに、b) どういうメカニズムで長く滞留するのか、ということである。

a) 場所に関しては、

a-1) チャンバー表面

a-2) ゲージ部分

a-3) クライオポンプ（クライオパネルへの過吸着を想定）

b) 滞留メカニズムに関しては、

b-1) 何かある特別な条件（表面状態の部分）では、脱離エネルギーが水のように 10 Kcal/mol 以上になる。

b-2) 脱離エネルギーは通常通り 5 Kcal/mol 以下であるが、ある表面構造部分からは、チャンバー空間へ出てくるのに時間がかかる。

などが考えられる。

参考データとしてチャンバー内を分子流領域に保持した後の排気過程における圧力変化を図4-5に示す。
 ◇印で示すデータは、3-2 b)の方法2に従い、超高純度窒素ガス（水分含有量数ppb以下）を導入しながらチャンバー圧力を 6×10^{-3} Torrに10分間保持し、突然ガス導入を止め、その後の圧力変化を測定したデータである。◆印のデータは保持圧力を 4×10^{-7} Torrにした場合である。S-Pゲージ出力(◇印)とB-Aゲージ出力(◆印)がずれているのは、B-Aゲージ出力の遅れのためである。本B-Aゲージは、圧力が一桁下がるごとにエミッション電流を自動的に変更するため約1~2秒ずつ出力が遅れるのである。従って、B-Aゲージ出力を補正すると保持圧力が分子流領域の場合は、2~3秒で 10^{-9} Torrレベルに達しており、 t^2 に比例する排気過程は存在しない。これは、初期圧力が粘性流領域の圧力ではなく、分子流領域の圧力だからと考え、粘性流領域のガスでチャンバー内が満たされることが、 t^2 に比例する排気過程が出現する必要条件と推論する。この事実から場所に関して、クライオポンプの可能性は否定される。なぜなら常に分子流領域になってから主排気系へ切り替えているからである。ゲージ部の可能性もかなり低い。なぜなら分子流領域になってからB-Aゲージを動作させているためである。メカニズムに関しては、ガス分子の数がb-1)になる確率に比例しているという考え方もできるのでb-1)を簡単には否定できないが、ここでは単純なb-2)の立場をとることにする。

窒素ガス（あるいはアルゴンガス）の常温での脱離エネルギー(E_d)を4 Kcal/molとすると平均吸着時間は、 $\tau = 8 \times 10^{-11}$ 秒となる。

$$(\tau_0 = 10^{-13} \text{ sec}, T = 300 \text{ K}, RT = 0.6 \text{ Kcal/mol}, \tau = \tau_0 \exp(E_d/RT) \text{ とした。})$$

そこで、a) 場所に関しては、a-1) チャンバー表面、b) 滞留メカニズムに関しては、b-2) 脱離エネルギーは通常通り5Kcal/mol以下であるが、ある表面構造部分からは、チャンバー空間へ出てくるのに時間がかかると考え、少なくとも t^2 に比例して圧力が減少している過程は、チャンバー内が760 Torrで保持されている時間内に非吸着性ガスがチャンバー表面微細構造内部に侵入し、その逆過程として除々にその微細構造内に滞留したガスが真空排気中に漏れてくるメカニズムを想定する。

図4-6に示すように表面構造のモデルとして大きくわけて、気体の流れとして扱う”超スローリーク型モデル”と分子、原子の拡散移動として扱う”拡散型モデル”が考えられる。これは、微細構造の代表的寸法 l をガスが飛行する時間 T_f と平均表面吸着時間 τ との大小関係から分類できる。

$$\begin{array}{ll} \tau \ll T_f \text{ の時} & \text{超スローリーク型モデル} \\ T_f \ll \tau \text{ の時} & \text{拡散型モデル} \end{array}$$

である。

図4-4での50秒から300秒付近の体積排気過程直後の急激な圧力変化に対応するモデルは”超スローリ

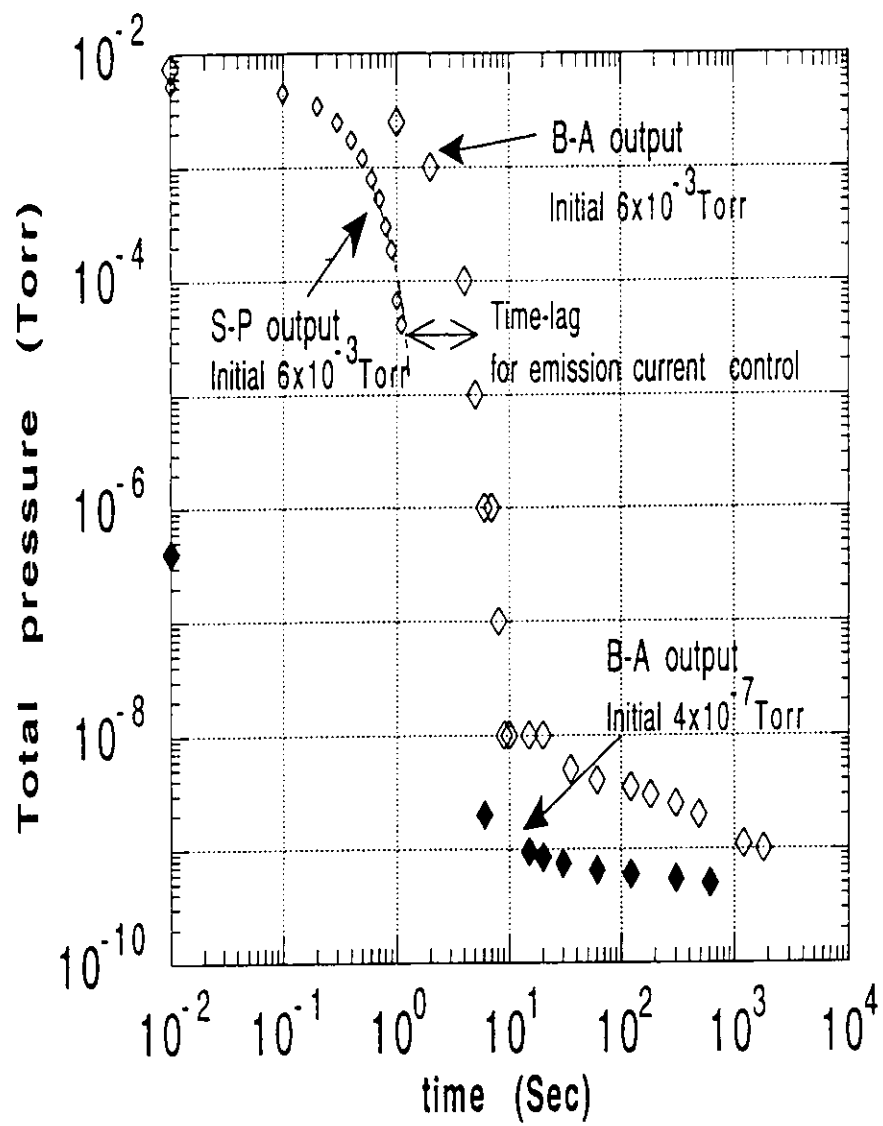
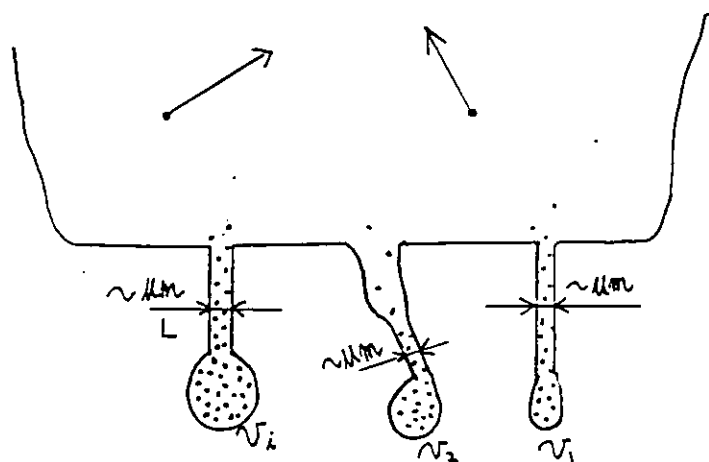


Fig.4-5 Pressure vs time curves for nitrogen.

Initial pressures are 6×10^{-3} Torr and 4×10^{-7} Torr.

Extremely slow leak (gas flow) model



Diffusion (diffused gas) model

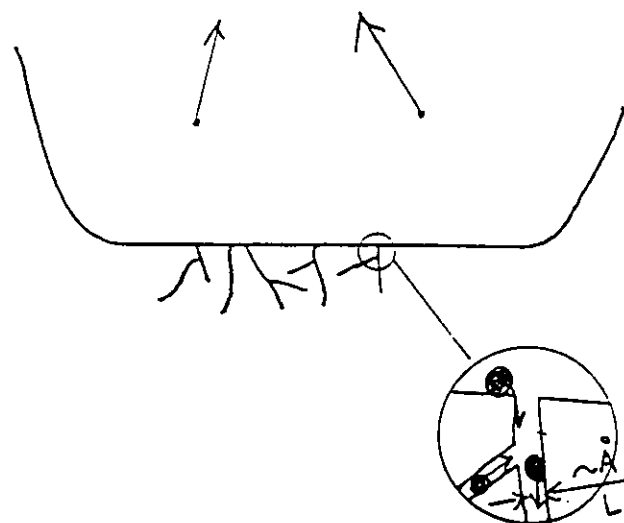


Fig.4-6 Structures in chamber surfaces.

ーク型モデル”で、その後しだいに”拡散型モデル”に対応する超微細構造部からのガス放出が主になってくると推定できる。なぜなら、微細構造と主チャンバー間のコンダクタンスが充分大きければ、微細構造部は主チャンバーの一部とみなせ、体積ガスの排気過程中に排気され、その次に排気を律速する過程は、微細構造と主チャンバーの間のコンダクタンスは小さいけれども気体の流れとして扱える大きさである構造部から漏れてくるガスの排気過程と考えられるからである。

すなわち、非吸着性ガスの平均吸着時間が約 10^{-10} 秒であることから、微細構造のコンダクタンス部の代表的長さ L は充分狭く（ガス放出の時定数（微小構造部の体積／コンダクタンス）が数10秒以上）、しかも $L = v \text{ (ガス平均速度)} \times T_f \gg v \text{ (ガス平均速度)} \times \tau = 500 \text{ m/s} \times 10^{-10} \text{ s} = 5 \times 10^{-8} \text{ m} = 0.05 \text{ } \mu\text{m}$ とする。

具体的には、上記条件に適合する微細構造が n 個存在するとして、

n 個の合計体積を $V_s = \sum v_i$

n 個のコンダクタンスの合成コンダクタンスを $C = \sum c_i$ として、

図4-7に示すように、主チャンバーと非常に微小なコンダクタンスで一つの小さなガス溜まりがつながっているモデルを考える。

V_m : 主チャンバー体積

$P_m(t)$: 主チャンバー圧力

S_e : 主チャンバーに対する有効排気速度

V_s : 微細構造体積

$P_s(t)$: 微細構造内圧力

C : 主チャンバーと微細構造間のコンダクタンス ($P_m(t), P_s(t)$ の関数)

この排気系モデルを表す微分方程式は、

$$V_m dP_m(t)/dt = -S_e P_m(t) + C (P_s(t) - P_m(t))$$

$$V_s dP_s(t)/dt = -C (P_s(t) - P_m(t))$$

となる。

この微分方程式は解析的にとけないので、ある特別な場合のみの解から全体の様子を考える。

$C = 0$ の時

当然のことながら

$$P_m(t) = P_m(0) \exp(-S_e t / V_m)$$

Model

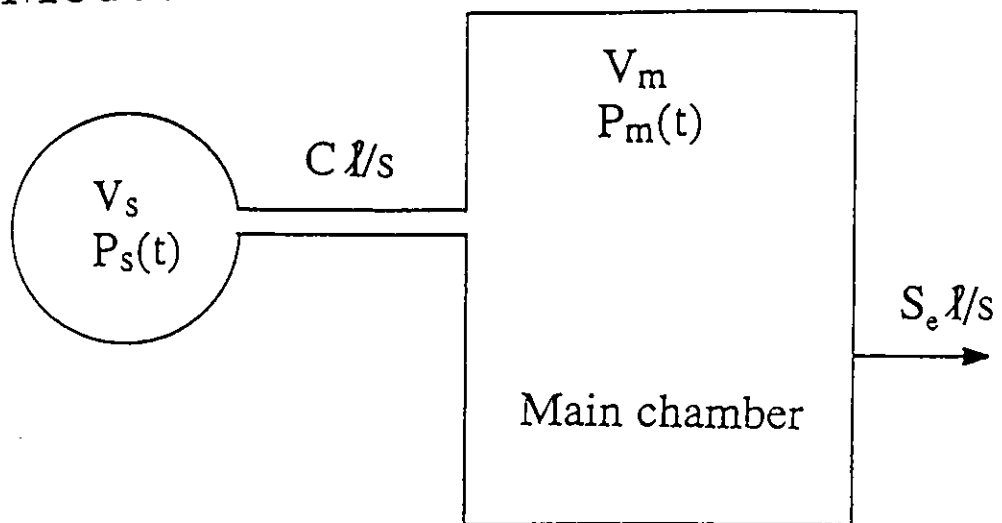


Fig.4-7 Model for calculation.

となり、微細構造からの放出ガスがないことになる。

$C = \infty$ の時

当然のことながら

$$P_m(t) = P_m(0)\exp(-S_e t / (V_m + V_s))$$

となり、チャンバー体積が V_s だけ増加した結果となる。

$P_s(t) \gg P_m(t)$ の時

$$dP_s(t)/dt = - (C / V_s) (P_s(t))$$

ここで、コンダクタンス内の流れが粘性流で扱えるある時間領域では、

$$C = \alpha (P_s(t) + P_m(t)) / 2 = \alpha (P_s(t)) / 2 \quad (\alpha : \text{定数})$$

とおけるので

$$dP_s(t)/dt = - \alpha (P_s(t))^2 / (2V_s)$$

となる。

一方、微細構造内の圧力変化は $\exp(-S_e t / V_m)$ の変化に比べて充分ゆるやかで、主チャンバーの圧力は、微細構造内からのガス放出量で決まる場合を想定しているので、

$$P_m(t) = C P_s(t) / S_e = \alpha (P_s(t))^2 / (2S_e)$$

となる。

従って、

$$P_m(t) = (2V_s^2 / \alpha S_e) (t + \Delta)^{-2}$$

$$P_s(t) = (2V_s / \alpha) (t + \Delta)^{-1} \quad (\Delta : \text{積分定数})$$

$$C = V_s (t + \Delta)^{-1}$$

となり

$t \gg |\Delta|$ で $P_m(t) \propto t^{-2}$ となり50秒～300秒の排気過程を説明できる。

4 - 5 考察

4 - 4における簡単なモデル計算により、表面微細構造内からの微小リークによるガス放出が主チャンバーの圧力を決めていると考えたと時間の二乗の逆数 (t^{-2}) にほぼ比例して圧力が減少する排気過程が導かれた。

ここで、このモデルでの仮定 ($v_i/c_i > \text{数}10 \text{ 秒}$, $L \gg 0.05 \mu\text{m}$, 流れが粘性流) と矛盾がないかを概略検討する。

4-4で求めた45 sec ~ 10⁴ sec の間に排気された全窒素ガス量 $V_{\text{Torr}} = 1 \times 10^{-3}$ Torr P より

$$V_s = 1 \times 10^{-3} / P_s(45) \quad \text{ℓ}$$

図4-4のLineX

$$P_m(t) = 3.5 \times 10^{-4} / t^2 \quad \text{Torr} \quad 45\text{sec} \leq t \leq 3 \times 10^2 \text{sec}$$

より、

$$2V_s^2 / \alpha S_c = 3.5 \times 10^{-4} \quad \text{Torr s}^2$$

従って、

$$\alpha = 6 \times 10^{-5} / P_s(45)^2 \quad \text{ℓ/(s Torr)}$$

$$\text{但し } S_c = 90 \text{ ℓ/s}$$

従って、

$$P_s(t) = 3 \times 10 P_s(45) / (t + \Delta) \quad \text{Torr}$$

$$C(P) = 1 \times 10^{-3} P_s(45)^{-1} / (t + \Delta) \quad \text{ℓ/s} \quad \Delta = -15 \quad 45\text{sec} \leq t \leq 3 \times 10^2 \text{sec}$$

となる。

微細構造の排気の時定数(v_i/c_i)を数10 秒以上としているので $t = 45 \text{ sec}$ で圧力が $1/e$ になっている として $P_s = 300 \text{ Torr}$ とすると $(300 = 760 \times \exp(-1))$

$$P_s(t) = 9 \times 10^3 / (t-15) \quad \text{Torr}$$

$$C(P) = 3 \times 10^{-6} / (t-15) \quad \text{ℓ/s}$$

となる。

図4-4 より、 $t = 300 \text{ sec}$ 付近まで $P_m(t) \propto t^{-2}$ であることから、 $t = 300 \text{ sec}$ が粘性流と分子流の境界と考え、 $P_s(300) = 30 \text{ Torr}$ に対応する常温での窒素ガスの平均自由行程 $\lambda(P_s)$ が表面微細構造のコンダクタンス対応部の代表長さ L 程度とすると、

$$\lambda(30) = 1.5 \mu\text{m} = L \gg 0.05 \mu\text{m}$$

となり仮定と矛盾しない。

300 秒以後のしだいに圧力変化の傾き t^{-2} よりがゆるやかになってくる過程は、上記モデルよりさらに微細な構造、すなわち”拡散モデル”で表現できる微細構造からの放出ガスが排気過程を律速するようになってくるためとも考えられる。なぜならこの排気過程を非吸着性ガスが保持時間内に微細構造内に拡散したガスが再び拡散放出されている過程と考えると、第一章で紹介したK.W.Rogers やH.F.Dyllaらの水に対する考え方^{2,3} が、非吸着性ガスにも適用できるので、圧力 P が $t^{-1.5} \sim t^{-0.5}$ に比例して減少することになる

からである。しかしこの排気過程に関しては、非常に微量の放出ガスに関係するものなので、どこにどのようなメカニズムによって滞留していたガスなのかは、チャンバー表面温度や排気速度をパラメータにした実験などを参考に更に慎重な検討が必要である。

しかし逆に、上記のような表面微細構造が存在することを認めると、水の脱離エネルギーが広く分布していると考えられていることや、水分を含んだガスにチャンバー表面を長時間さらすと、暴露時間が長ければ長いほど脱離エネルギーが大きい水の吸着ガスが増大するという経験上の知識が理解できる。

すなわち、吸着ガスは、表面微細構造内部になかなか侵入できずまた逆に一端侵入してしまうとなかなかでてこれないため、見かけ上、平均吸着時間が長くなり脱離エネルギーが大きく見えるのである。このように考えると表面微細構造のコンダクタンス分布が水の脱離エネルギーの分布に少なからず対応していると考えられる。

この考え方で、M.Mohri らが測定したアルミニウムのサーマルデソープションスペクトル(H_2O)データ⁴に対するひとつの説明が可能となる。図4-8から、EX-鏡面加工 (mirror finished Sample B)と従来のEX-押し出し加工 (extruded Sample A)を比べると、総放出ガス量は、サンプルAがサンプルBの約10倍であり、そのスペクトルは、サンプルAの明確な2つのピーク(脱離エネルギー25Kcal/molと40Kcal/molに対応)をもつ形状からサンプルBのなだらかな1つのピーク(脱離エネルギー32Kcal/molに対応)をもつ形状へと大きく変化している。総ガス放出量は、サンプルAの表面粗さ係数がサンプルBの約3倍であることから、ある程度説明できるが、スペクトル形状が大幅に変化する理由が不明であった。そこで、このひとつの説明として、表面加工法の違いによって、著しく表面微細構造分布(コンダクタンス分布)が変化したためと考えることができる。即ち、両者の表面は同じ性質の酸化膜であるが、その表面微細構造分布が加工法によって違うと考えるのである。

逆の例としては、結晶粒界や深い凹みがほとんど観察されない非常に良好な平坦性をもつ特別な酸化不動態処理を施したステンレス表面に対する水の活性化エネルギーが、いわゆる非吸着性ガスとほとんど変わらない2 Kcal/mol 程度とするデータ⁵も得られている。

この件に関する一つの考察を付録に添付する。

4 - 6 結言

表面脱離ガス量を極小にすること、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、近似的に t^{-2} に比例する圧力の減少過程を発見した⁶。簡単なモデル計算によりこの排気過程は、表面微細構造内部に滞留する窒素ガス(またはアルゴンガス)の排気過程と仮定して説明できることがわかった。

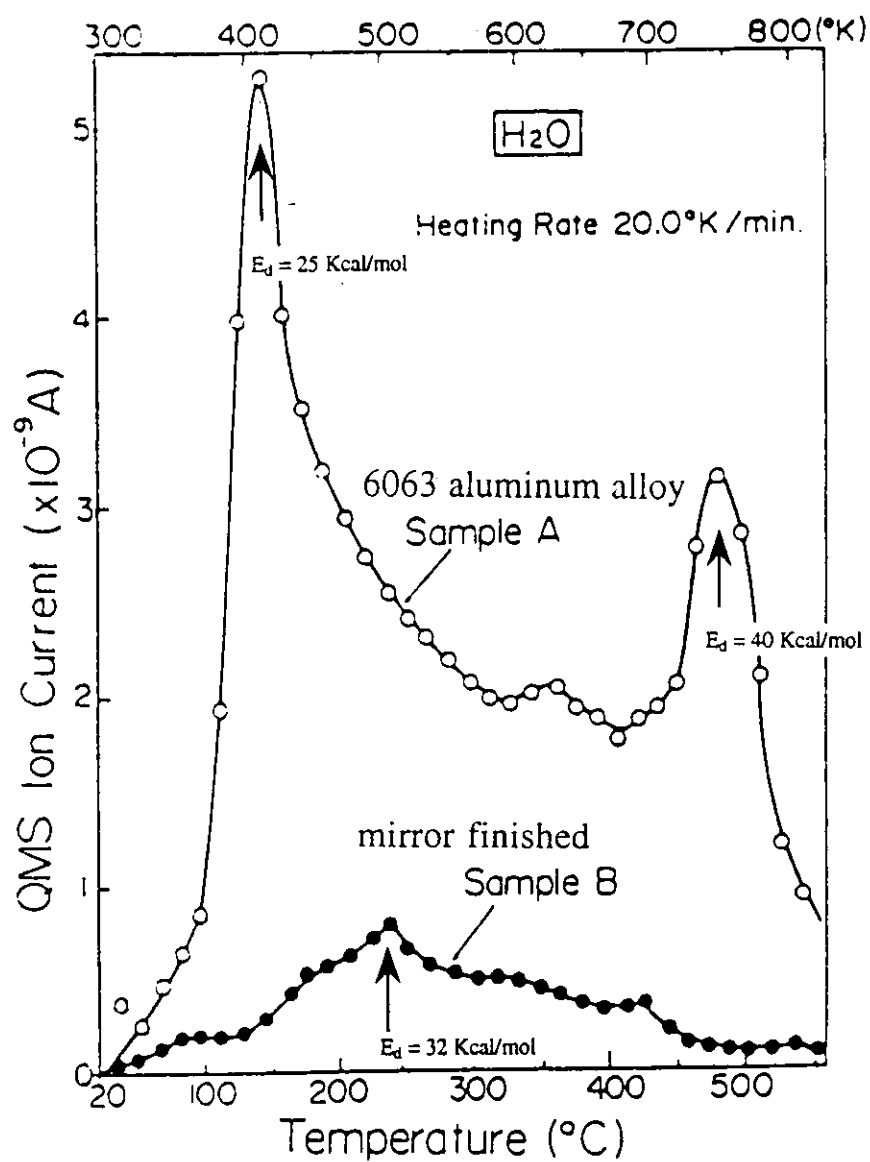


Fig.4-8 Thermal desorption spectra of H₂O from 6063 aluminum alloy by extruded and mirror finished samples⁵.

参考文献

- ¹L.Lieszkowszky, A.R.Filippelli, and C.R.Tilford, "Metrological characteristics of a group of quadrupole partial pressure analyzers" J. Vac. Sci. Technol. A 8, 3838 (1990)
- ²K.W. Rogers, "The variation in outgassing rate with the time of exposure and pumping", Trans. AVS Vac. Symp. 10, 84 (1963)
- ³Minxu Li and H.F. Dylla, "Model for the outgassing of water from metal surfaces", J. Vac. Sci. Technol. A 11, 1702 (1993)
- ⁴M.Mohri, S.Maeda, H.Odagiri, M.Hashiba, T.Yamashita, and H.Ishimaru, "Surface study of Type 6063 aluminum alloys for vacuum chamber materials", Vacuum, 34, 643(1984)
- ⁵K.Kawada, A.Ohki, M.Nakamura and T.Ohmi, "Moisture adsorption and desorption to the stainless steel surface" 12th Workshop on ULSI ULTRA CLEAN TECHNOLOGY, Tokyo, 7(1991)
- ⁶M.Miki and H.Ishimaru, "Vacuum process of extremely slow leak from fine complicated structures in chamber surfaces", 41th AVS Meeting, Colorado (1994), to be submitted.

第5章 まとめ

5-1 真空排気過程測定装置の性能

1) 到達圧力

4×10^{-11} Torr (B-A ゲージの測定限界) (図2-1 のシステム I)

であった。

2) 主チャンバーを760 Torr にした時の装置内への総水分流入量

真空排気系およびガス導入系からの総水分流入量は、

760 Torr で10 l のガスに対して約10 ppb

であった。

3) 圧力計測

10^{-4} Torr \sim 10^{-6} Torr での圧力変化 ($P \propto \exp(-S_d/KV)$) のK値を $\pm 5\%$ の精度で $K=1$ と

測定できた。

4) 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) をチャンバー内に導入することにより、排気体積約10 l の真空チャンバーを有効排気速度2.8 l/s (N_2) の油回転ポンプと48 l/s (N_2) のターボ分子ポンプと150 l/s (N_2) のクライオポンプで

760 Torr より、

<u>8×10^{-6} Torr まで</u>	<u>43 秒</u>	(図2-1 のシステム II)
--	-------------	-----------------

<u>1×10^{-8} Torr まで</u>	<u>150 秒</u>	(図2-1 のシステム I)
--	--------------	----------------

<u>1×10^{-10} Torr まで</u>	<u>1×10^4 秒 (2.8時間)</u>	(図2-1 のシステム I)
---	---	----------------

で到達した。

5-2 超高純度窒素ガス (超高純度アルゴンガス) の排気過程

上記測定装置とそれによる超高純度窒素ガス (または超高純度アルゴンガス) の排気過程の測定を通して、以下の知見を得た。

1) 体積ガスの排気過程^{1,2,3}

本装置により、従来から期待されている通り物理吸着しかしない非吸着性ガス (超高純度窒素ガスまた

は超高純度アルゴンガス)は、 $\exp(-S_d/KV)$, $K=1$ に比例して圧力が減少することを 10^{-6} Torr台まで実験で確認した。

2) 表面滞留ガスの排気過程^{2,3,4}

非吸着性ガスにおいて、流入水分量を極小にすること、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、近似的に t^2 に比例する圧力の減少過程が律則過程になる場合を実測した。

この過程が表面微細構造内に滞留する非吸着性ガスの排気過程として説明できることを簡単なモデルを用いて示した。

従って、上記推論が正しいとすると、大気圧からの排気過程を高速化するためには、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水分が吸着しないように水分を除去した非吸着性ガス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となる。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、表面にできるだけガス溜まりを作らない表面処理方法や溶接方法の研究が必要となるだろう。

5-3 本装置の問題点と改良案

本装置のキーポイントは、

a) 残留表面吸着ガスの極小化

クライオポンプ（主ポンプ）とチャンバーでメインシステムを構成し、チャンバー、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^2 レベルとしたこと。

b) 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の透過や漏れが無視できる完全閉鎖システムとしたこと。

c) 排気中の真空ポンプからの水分逆流量の極小化

上記システムにできるだけ速やかに移行できるように、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 秒と極めて速くしたと。

d)導入ガス中の含有水分量の極小化

チャンバーへの導入ガス（窒素ガスやアルゴンガスなど）の吸着ガス成分（主に水）を数ppb 以下にできるようにしたこと。

の四点である。

ここで、粗排気系から主排気系に切り替える時にバルブ操作が必要なため、バルブ操作中のノイズがデータに混入することとバルブ操作時間が急速排気システムとして見た場合無視できないことが問題となる。また、この成果を半導体製造装置に応用しようとした場合には、クライオポンプは、溜め込み式のポンプのため、ガスの導入と排気を繰り返す用途には、排気速度が変化することと再生作業が必要なことで不向きである。

最近、成膜装置の一種であるスパッタ装置向けに、ターボ分子ポンプの吸気口側にクライオ面による水トラップをつけて水の排気速度をクライオポンプ並にしたものが採用されてきている⁵。このアイデアは、溜め込み式でないため原理的に排気速度の経時変化がないというターボ分子ポンプの利点に水に対する排気速度が大きいクライオポンプの利点を付加することを目的としている。

しかしながらここでは、本装置の観点からみたターボ分子ポンプの欠点であるポンプ本体からの逆流吸着ガス（主に水）を完全に阻止する目的で水トラップに目をつけ、現在開発中のクライオターボ分子ポンプを使って粗排気系と主排気系を兼用する装置を改良案として提案する⁶。

図5-1にこのポンプの概略図を示す。回転翼を支持する軸受は、高温超伝導体を一部に利用した完全磁気軸受で、完全オイルフリーである。しかも高温超伝導体を利用することにより完全無制御になるため発熱部は、モータ部分だけで、モータパワーをうまく制御すると無負荷状態では全く発熱しないようにでき、従来からのターボ分子ポンプの欠点である、回転翼の温度上昇による放出ガスの増大を防止できる。しかも吸気口側に付加した水分除去装置により、排気系からチャンバーへの吸着ガス（主に水）の逆流をさらに防止できる。またこの高温超伝導体は、水分除去装置との熱接触により冷却されるため特別な冷却装置を必要としない。（詳細な磁気軸受原理は付録C 参照）

本提案は、まず粗排気系と主排気系を兼用するのでバルブ操作ノイズ、バルブ操作時間は零になる。また、動作中に発生する吸着性ガス（主に水）は、従来のターボ分子ポンプより少ないうえに、水分除去装置でさらに除去されるので、ポンプ系からのガス放出速度はクライオポンプを主ポンプとした場合と遜色ない極小の性能になると予想できる。しかも、すでに指摘されているように⁵、水分除去装置の再生はターボ分子ポンプを動作させながら可能なため（但し高温超伝導体の冷却に工夫は必要）、クライオポンプ

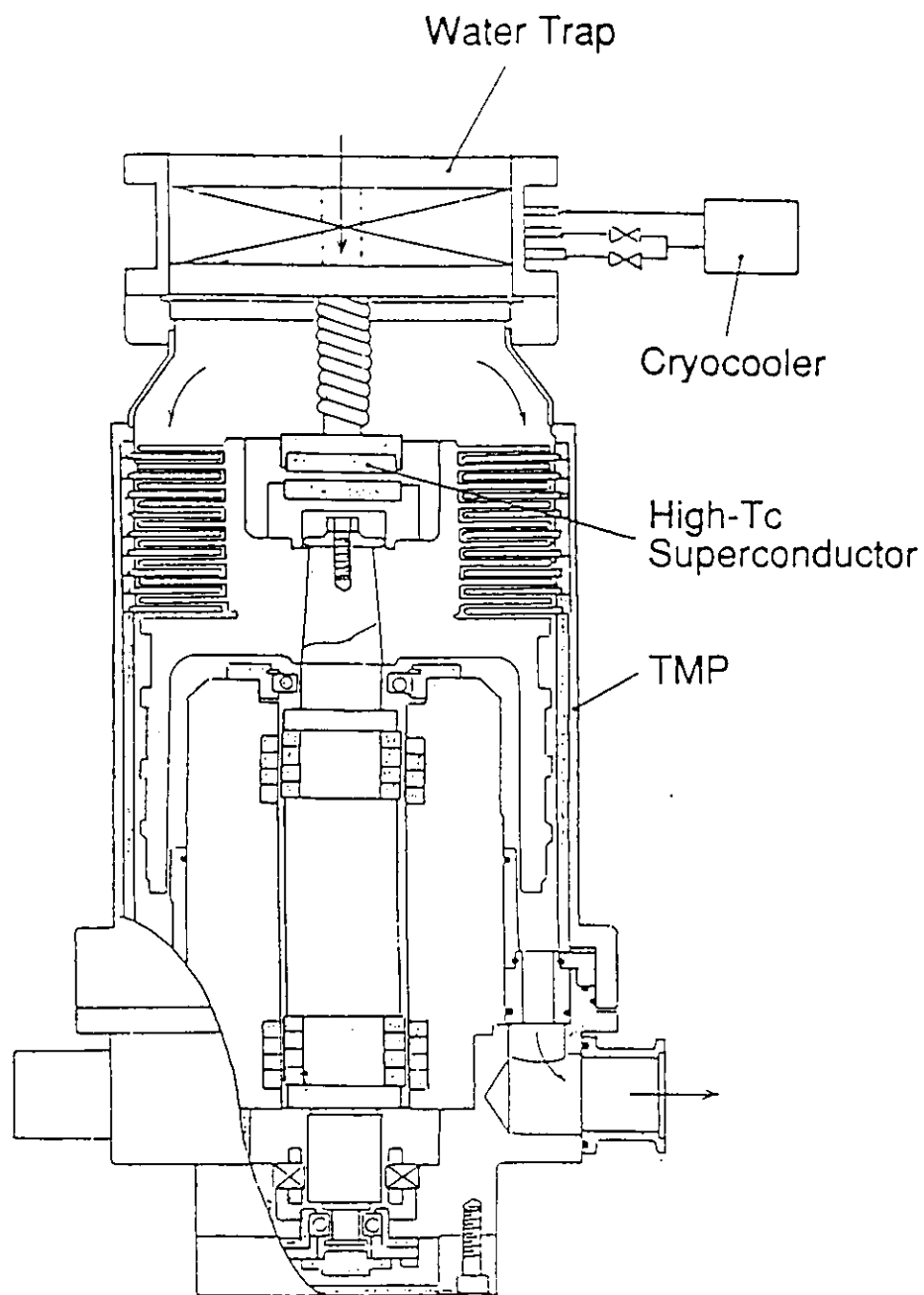


Fig.5-1 Schematic design of High-T_c-MB turbomolecular pump with water trap.
(See appendix C)

と違って、特別な再生作業時間を必要としない利点も持つことになる。

最後に残る問題は、ターボ分子ポンプは回転翼保護の観点から、高速回転中に圧力の高いガスをポンプに突入させられないために、どうしても排気開始時は、回転翼を止めているか、あるいは低速回転にしていなければならないことから起こる。すなわち、この期間中に背圧側のガスの一部が水分除去装置を通り抜けてチャンバーに逆流する可能性がある。この問題は、ポンプの中間から超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）を注入しながら低速で回転翼を回転させ、ターボ分子ポンプの圧縮比性能の増大にあわせて次第に中間パージ量を減少させるとともに翼回転数を定常回転にするよう制御すれば逆流ガスを最小限にできる。なぜなら、このパージガス流が、背圧側のガスが吸気口側に逆流してくるのを防ぐ働きをするからである。

このシステムの概略を図5-2示す。詳細の操作手順は、付録の加速器への応用についての説明の所で述べる。

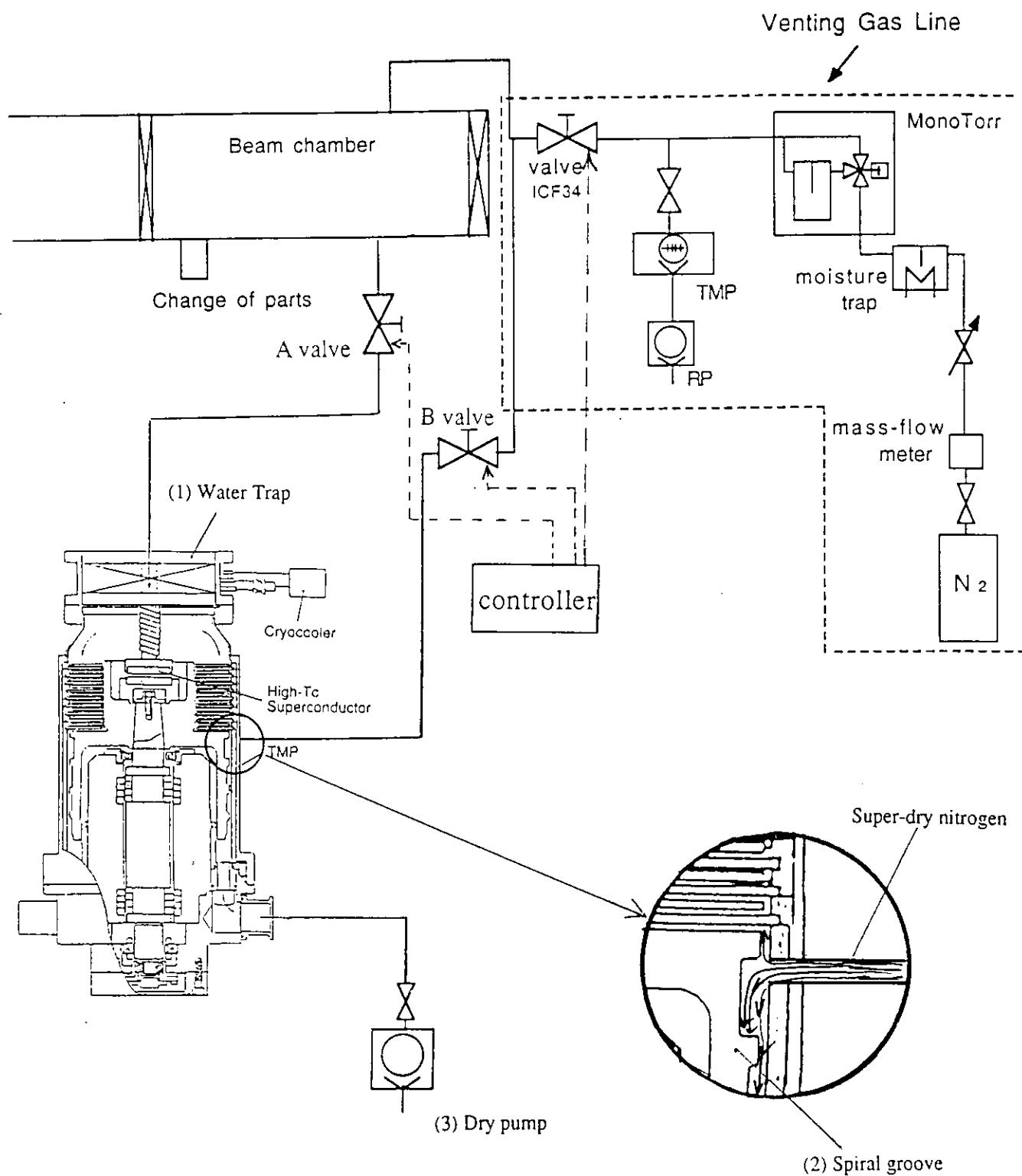


Fig.5-2 New idea of fast pump-down system.

参考文献

- ¹M.Miki, K.Itoh, N.Enomoto and H.Ishimaru, "Characteristics of extremely fast pump-down process in an aluminum ultrahigh vacuum system", J. Vac. Sci. Technol. A 12, 1760 (1994)
- ²M.Miki, K.Itoh, N.Enomoto and H.Ishimaru, "Elementary processes in vacuum pump-down, -Pump-down curves with super pure nitrogen- " Int. Workshop on XHV '94, Tsukuba, 62 (1994)
- ³H.Ishimaru and M.Miki, "Water in vacuum/ Cleaning/ Fast pump-down process", Workshop on Water : Its Measurement and Control in Vacuum, NIST May 38 (1994)
- ⁴M.Miki and H.Ishimaru, "Vacuum process of extremely slow leak from fine complicated structures in chamber surfaces", 41th AVS Meeting, Colorado (1994), to be submitted.
- ⁵For example, NIKKEI MICRODEVICES, 4 , 98 (1991) (in Japanese)
- ⁶S. Yagyu, I.Fujishima and M.Miki, "Fundamental test and design of turbomolecular pump with water trap using high Tc superconductor magnetic bearing", Vacuum 44, 729 (1993)

付録1 本装置および測定結果の応用

1) 加速器への応用

加速器分野においては、部品交換などの後の再立ち上げ時間の低減への応用が考えられる。

例えば、ビームチャンバーを構成しているある部品を交換する場合、ゲートバルブで仕切られた交換部品を含む領域内に超高純度窒素を注入し、そのまま注入し続けることにより開放部より粘性流を放出しながら、できるだけビームチャンバー内への大気侵入を防ぎつつ部品を素早く交換する。その後、本装置と同じような手順で、ビームチャンバーを急速に排気する。

ここで、加速器に特有の問題がある。それは、ビームパイプが非常に細長い形状をしているため、集中排気方式の場合、排気のコンダクタンスが、排気すべき容量に対して非常に小さく、極端な例では、ターボ分子ポンプが正常動作状態になる吸気口圧力 (10^3 Torr) に達するのに何時間も要することである。そのため、すでに第2章で指摘したように、この期間中に、排気ポンプ系から吸着ガス（主に水）がビームパイプ内に多量に逆流するのである。その例として、ESRF(Grenoble)での急速排気を試みた実験がある¹⁾。

図付-1にその実験配置図を示す。これは、周長860 mで32のセクションに区切られる放射光用加速器である。実験区間の体積 $V = 7 \times 10^3 \text{ l}$ 、表面積 $A = 3 \times 10^3 \text{ cm}^2$ である。実験は、本実験にも使用したMoisture Trapを使用して数10 ppbレベルの水分含有量の超乾燥窒素ガスをチャンバー内にほぼ大気圧まで導入し、その後の真空排気過程を測定するものであった。結果は、残念ながら1 ppmレベルの乾燥窒素を導入した場合と有意な差が認められなかった。この原因は、まさに上記したように、粗排気期間中に排気ポンプ系から吸着ガス（主に水）がビームパイプ内に多量に逆流するからである。例えば、有効排気速度が $S_e = 180 \text{ l/min} = 3 \text{ l/s}$ の油回転ポンプで初期排気をしたとすると、 $P \propto \exp(-S_e t/V)$ より、圧力が760 Torr から 10^3 Torr レベルになるのに約1時間もかかることになる。従って、この期間中のターボ分子ポンプは正常動作状態になっていないので、ビームチャンバーは、実質上油回転ポンプのみを通して大気側とつながっていることになる。大気的水分含有量は、数1,000ppmなので圧力が数Torrの時でも大気圧換算で数10ppmの水分を含んでいることになる。大気圧換算でppbレベルの水分含有量になるのは、この例の場合では約1時間後の圧力が 10^3 Torr レベルになる時である。このように、素早く粗排気を終了できなければ、たとえ水分含有量が数ppbの超乾燥窒素でチャンバーをパージしても、粗排気期間中に水分含有量がppmレベルの逆流ガスでチャンバーは汚染されてしまうのである。

この問題を解決するには、前章で提案した、超乾燥窒素を中間パージし、そのパージ量を制御できるクライオターボ分子ポンプが最適と考えられる。なぜなら、その新排気システムは、排気系からのガスの逆流を極限まで防止することを目的としたものであるからである。

具体的に本提案を説明しよう。

上記逆流ガスによるチャンバー汚染の原因は、長時間、チャンバーが大量に水分を含んだ気体と非常に低い圧縮比のポンプ状態（大気となら 10^6 以下の圧縮比）を通じてつながっていることである。

従って、この解決方法は大きく分けて以下の3通りである。

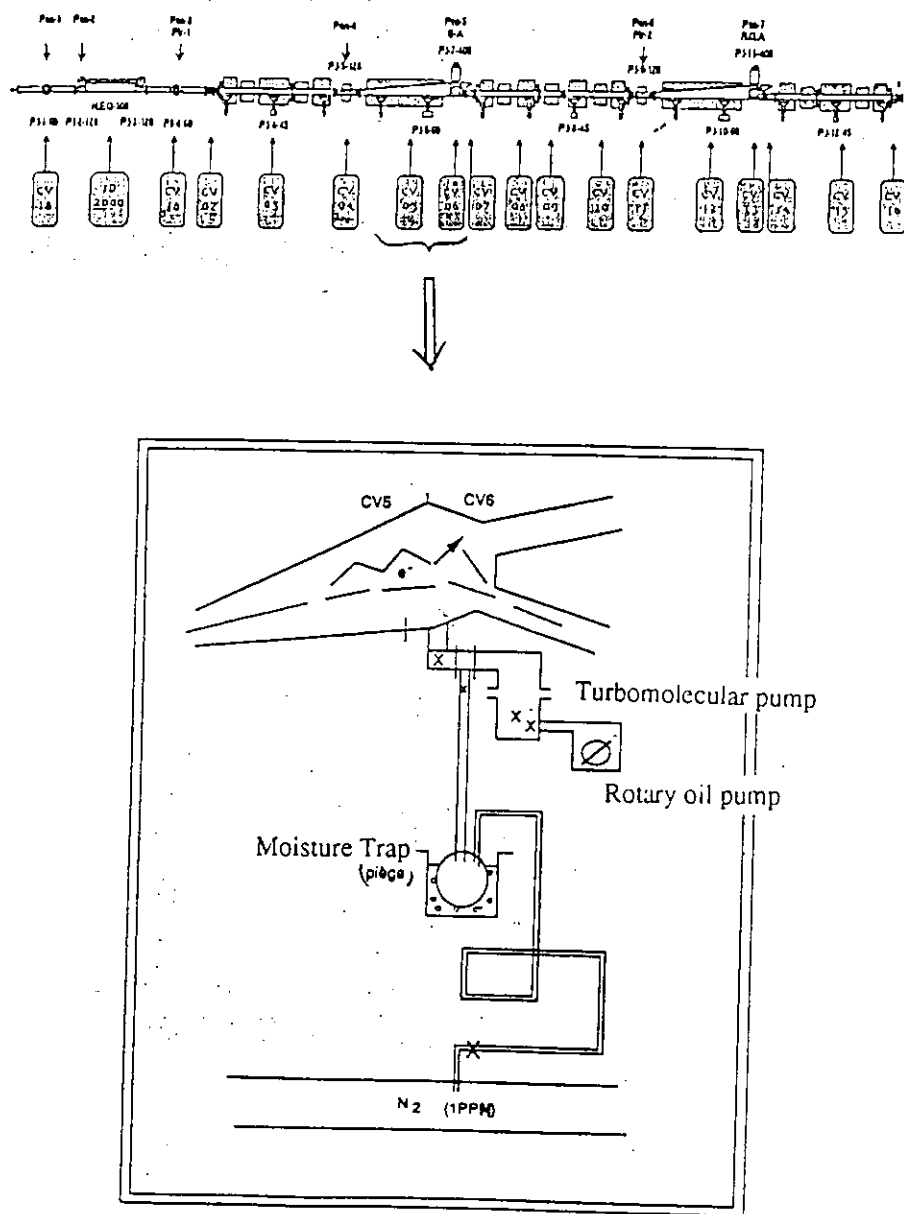


Fig.付-1 Experimental setup for fast pump-down in ESRF (Grenoble)¹.

- 1) 本実験の場合のように、短時間でターボ分子ポンプを正常動作領域にして、ポンプの圧縮比を 10^6 以上とする。
- 2) チャンバー圧力が粘性流領域であっても少なくとも水に対する圧縮比は 10^6 以上の状態に真空ポンプがなるようにする。
- 3) 真空ポンプ以外の装置で水分の逆流を阻止する。

ここでは、1) ができない場合を議論しているので、2) と3) を検討する。

2) の意味するところは、チャンバーがたとえば数100Torrであっても、ポンプ吸気口が 10^{-3} Torr 以下であるようにする、すなわち、ポンプ吸気口手前で流量を絞るのである。これを完全に実現するには、チャンバーに対する有効排気速度を数 ℓ/s にする場合でさえ、数 $10^6 \ell/s$ の圧縮比 10^6 以上のポンプが必要となる。これは、あまりにも現実ばなれしている。

3) の意味するところは、真空ポンプとチャンバーの間に、超乾燥窒素を生成する場合と同様の水分除去装置を付けるのである。この場合に問題となるのは、水分除去装置のチャンバーに対するコンダクタンスである。本装置のようなppbレベルの水分除去装置を想定すると、この水分除去装置の最大可能流量が約0.35 ℓ/s であることから、コンダクタンスを数 ℓ/s 以上の装置にするのはそれほど簡単ではない。バイパスラインを設けそこに水分除去装置を付けて 10^{-3} Torrまで排気するとしても排気時間が長くなりすぎ、現実的でない。

従って、ppmレベルの水分除去能力程度しか期待できないが、コンダクタンスを大きくできるクライオパネル方式の水分除去装置を想定し、第5章で提案した装置を使って、3) を主にして、2) もできる限り考慮した方法が適切と考える。

操作手順を図5-2により説明する。

ビームチャンバー内は、大気圧の超乾燥窒素で満たされているとする。

- 1) 水分除去装置(Water Trap) (1) を動作状態にする。
- 2) Bバルブを開いて、チャンバー内と同等の超乾燥窒素を動作中のターボ分子ポンプのネジ溝翼部(Spiral groove)(2) より中間バージしながら大気圧の突入が許容される回転数まで素早くおとす。この時、背圧側のドライポンプ(Dry pump) (3) は連続動作している。この中間バージによりターボ分子ポンプの背圧側の水分が吸気口側の回転翼などの表面に吸着するのをできるだけ防ぐ。
- 3) Aバルブをドライポンプ(3)の排気速度に見合うコンダクタンスまで開き、一時Bバルブを閉じる。
- 4) ターボ分子ポンプの吸気口圧が 10^{-3} Torr レンジに達するまでは、ネジ溝翼部(2) を数Torrに維持できるように、中間バージガス流量を調節する。これは、ターボ分子ポンプ全体が中間流領域になって、背圧側の水分が吸気口側に逆流してくるのを防ぐためである。
- 5) 吸気口圧が 10^{-3} Torr レンジに達した時点で、中間バージガスを零にし、この吸気口圧を維持しながらバルブAを全開まで開く。この時点からターボ分子ポンプは正常動作状態になる。

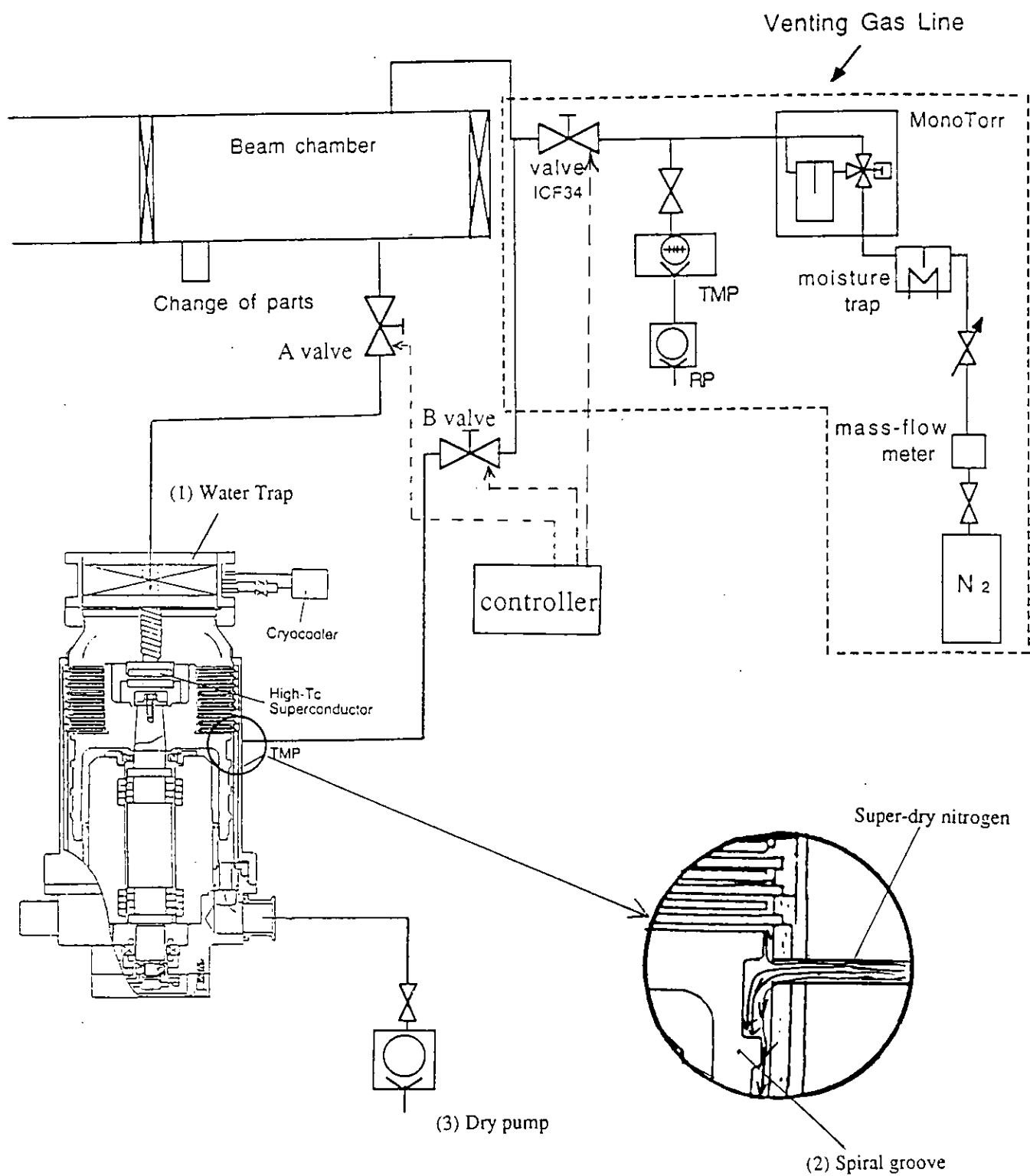


Fig.5-2 New idea of fast pump-down system.

これらの操作中に、ターボ分子ポンプの吸気口側の表面からあるいは排気口側からポンプの圧縮比に逆らって逆流してくる水分を動作中の水分除去装置で除き、チャンバー内への流入を阻止する。

2) 半導体製造装置への応用

近年、半導体製造分野において、半導体製造装置や表面分析装置などにおけるウエハー交換室などの真空排気時間を低減することは、半導体製造コスト低減のうえで非常に重要な課題になってきている。それは、製造コストにおける設備費のしめる割合が非常に大きくなってきているからである。

特に、マルチチャンバーシステムと呼んでいる最近の半導体製造装置に於ては、あるチャンバーでCVD (chemical vapor deposition) 成膜をし、そのウエハーをそのまま別のチャンバーへ移動させ、そこで今度はスパッタ成膜をするというようなことが構想されてきている。たとえば図付-2に示すようなマルチチャンバーシステムの追加チャンバー部にスパッタ成膜用チャンバーを付加する場合である。ここで問題となるのは、CVD成膜は、ガスを流しながら化学反応で成膜する方法なので数Torrのガス圧にチャンバー内を保持している。一方、スパッタ成膜は、できるだけ不純物ガスのない状態にして 10^{-3} Torrレベルのアルゴンプラズマにより金属ターゲットをスパッタして成膜する方法のため、チャンバー圧力は動作時で 10^{-3} Torrレベルであり、しかもスパッタ成膜の膜質は、チャンバー内の不純物ガス（特に水）に影響され、動作前のベース圧力を 10^{-8} Torr から 10^{-9} Torrに一桁良くすると、たとえばアルミニウム膜の場合、結晶粒が大きくなりエレクトロマイグレーション耐性が増大したとの報告がある¹。従って、ウエハー移動時に、CVD用のチャンバー内の数Torrのガスがスパッタ用のチャンバー内に流入し、スパッタ用のチャンバーが汚染されると困るのである。

そこで、中間にバッファチャンバー（図付-2ではロードロックチャンバー）を設け、そのチャンバー内の圧力を少なくとも粘性流領域の圧力まであげ、それからCVD用のチャンバーからウエハーをバッファチャンバーへ素早く移動させる。バッファ側の圧力が高く、粘性流領域なのでCVD側からバッファ側へのガス流入をある程度防げる。その後、バッファチャンバーを急速に高真空にして、こんどは、そこから超高真空状態にしたスパッタ用チャンバーへウエハーを移動する。このようなことが考えられている。

これは、まさに本装置でおこなった、超高純度窒素ガス（あるいは、超高純度アルゴンガス）を大気圧までチャンバー内に注入し、その後、急速に排気する過程そのものである。現実のシステムでは、水分の流入要因が多数存在するため、ほかの原因で排気過程が制限される場合が大部分であると考えられる。しかし、本装置による測定結果はほぼ理想的な急速排気過程であるため、半導体製造装置用急速排気システムを考えるうえで、どこをどの程度までどう改善すべきかの指針を提示した意味を持つであろう。

3) 表面ガス放出の研究への応用

本真空排気過程測定装置は、水のような吸着エネルギーの高いガスをほぼ完全に排除して、非吸着性ガスの排気過程を測定できる装置である。

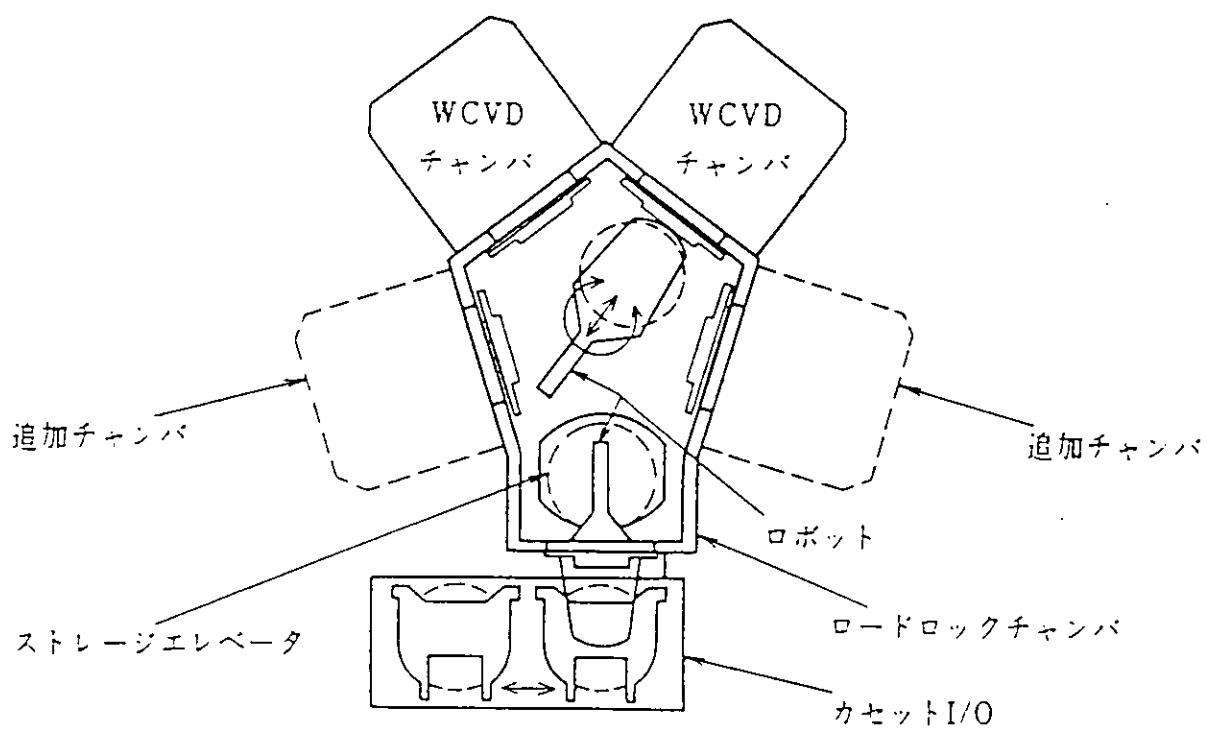


Fig.付-2 System of PRECISION5000WCVD³

従って、今まで試料表面やチャンバー表面に吸着エネルギーの高いガスを吸着-脱離させて、表面放出ガスと表面の関係を議論していたけれども、本装置を利用すれば、もっと吸着エネルギーの低いいわゆる物理吸着しか考えなくてよい非吸着性ガスをプローブに使えることになる。これにより、複雑な表面吸着過程を考える必要がなくなり、いままでよくわからなかった幾何学的表面微細構造に直接関係する排気過程の実験が可能になると考えられる。

たとえば、今回の超高純度窒素ガス（あるいは超高純度アルゴンガス）の排気過程において発見した t^{-2} に比例する排気過程はその一例と考えている。

参考文献

¹R. Souchet, "Report of Test of SMC Moisture Trap Performed at ESRF", Grenoble, (1994), private communication.

²For example, NIKKEI MICRODEVICES 4 (1991), 98 (in Japanese)

³Applied Materials, catalog

付録2 本装置および測定結果に関連した考察

1) 表面微細構造からの排気過程についての考察

本論における測定結果（たとえば図4-1,4-4）から、チャンバー空間を飛行する時間より表面に吸着している時間のほうがはるかに短いと考えられていた非吸着性ガス（窒素ガスやアルゴンガス）も何らかの理由で表面にトラップされ、見掛け上、吸着ガス（おもに水）のような排気過程を示すことがわかった。

また、表面加工法を変えると、アルミニウム表面の水のサーマルデソープションスペクトルの形状が大きく変化する¹⁾との報告を紹介した。

逆に、結晶粒界や深い凹みがほとんど観察されない非常に良好な平坦性をもつ特別な酸化不動態処理を施したステンレス表面の場合は、水の脱離エネルギーが2 Kcal/mol 程度という非吸着性ガス並の非常に低い値になるとの報告²⁾も紹介した。

これらのことから、従来の水の排気過程における20 Kcal/mol もの水分子のチャンバー表面に対する脱離エネルギー E_d の中には、表面微細構造に関係する部分が相当含まれていると考えられる。別の言い方をすると、20Kcal/mol もの脱離エネルギーに相当する見掛け上の吸着時間 τ^* は、一回の脱離によるものでなく、表面微細構造内で何回もの吸着脱離をした結果と考えるのである。但し、簡単のために表面微細構造の代表長さは、ガスの空間飛行時間が吸着時間 $\tau_0 \exp(E_d/RT)$ に比べて無視できるほど微小とする。

そこで、見掛け上の吸着時間 τ^* を表面微細構造での吸着(脱離)回数 $N(T)$ と本来の脱離エネルギー E_d に依存する項 $\tau_0 \exp(E_d/RT)$ にわけて以下のように仮定する。

$$\tau^* = N(T) \times \tau_0 \exp(E_d/RT) \quad (T: \text{絶対温度}, R: \text{気体定数})$$

$N(T)$ の概数を評価するために、図3-3の N_2 ガスに対するデータより見掛け上の吸着時間 τ^* を求め、脱離エネルギーは、常識的な4Kcal/molとする。

まず、水に対する場合のように、Freundlich 型の吸着等温線 $\sigma(P) = a P^c$ ($a, 0 < c < 1$ は定数, P : 圧力, σ : 表面吸着分子数密度)を仮定して、

たとえば $t = 300 \text{ sec}$, $P = 5 \times 10^{-9} \text{ Torr}$ 付近での見掛けの吸着時間 τ^* を求めると、

図3-3 の測定値より、

$$P = (6.7 \times 10^{-5}) t^{-3/5} \quad \text{Torr} \quad (t = 300 \text{ sec 近傍})$$

Freundlich 型の吸着等温線からの計算式 ($P = (S_e(1-c)/(Aac))^{1/(1-c)} t^{-1/(1-c)}$ $1/(1-c) > 1$) と比較して、

$$\sigma = (S_e/A)(6.7 \times 10^{-5})^{3/5} (3/2) P^{2/5} \quad \text{Torr l/cm}^2 \quad (S_e: \text{有効排気速度}, A: \text{表面積})$$

表面脱離分子数と表面衝突分子数がほぼ等しいとして、

$$\sigma / \tau^* = nv/4 \quad (n: \text{体積分子数密度}, v: \text{ガス分子平均速度})$$

$P = 5 \times 10^{-9} \text{ Torr}$, $S_e = 90 \text{ l/s}$, $A = 3,000 \text{ cm}^2$, $nv = 2.4 \times 10^7 \text{ Torr l/cm}^2 \text{ sec}$ ($T = 300 \text{ K}$, $P = 5 \times 10^{-9} \text{ Torr}$) より、

$$\tau^* = 1 \text{ sec}$$

となる。

窒素ガスの $\tau_0 \exp(E_d/RT)$ は $8 \times 10^{-11} \text{ sec}$ なので、

$$N(T) = 1.3 \times 10^{10} \quad (E_d = 4 \text{ Kcal/mol}^1, \tau_0 = 10^{-13} \text{ sec}, T = 300 \text{ K}, R = 2.0 \times 10^{-3} \text{ Kcal/(mol deg)})$$

となる。

この $N(T)$ が本当に、表面微細構造における吸着（脱離）回数に關係する量かを確かめるには、温度 T をパラメータにした実験により、 T 依存度を調べればわかるはずである。

また仮に、 $\tau^* = \tau_0 \exp(E^*/RT)$ とおくと、

$$E_d^* = 18 \text{ Kcal/mol}$$

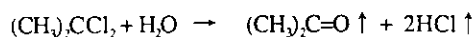
従って、14Kcal/molだけ見掛け上、脱離エネルギーが大きくなっている。

一例として、 $t = 300\text{sec}$ で概数を評価したが、更に時間が経過した所で評価すると当然のことながらもっと見掛け上の脱離エネルギーが大きくなり、表面微細構造における吸着（脱離）回数も増大する。

従って、従来の水の排気過程における20 Kcal/mol もの水分子のチャンパー表面に対する脱離エネルギー E_d の中には、この $N(T)$ に相当する表面微細構造に關係する部分が相当含まれていると考えられる。

2) 表面吸着水の化学反応除去についての考察⁴

最近、K.Tatenumaらによって、通常のベーキング操作のかわりに化学反応を利用して表面吸着水を効果的に除去しようとする試みがなされている⁵。代表的な方法の化学反応式を以下に示す。



原理は、図付-3に示すようにチャンパー内に導入したディクロロプロパンガスが表面吸着水と反応して水のO-H結合を切り離し、アセトンと塩化水素ガスにして水とともに表面吸着ガスを離脱させるのである。

K.Tatenumaらの実験結果を本実験装置（システムⅡ）での結果と比較できるように、表面積と排気速度の違いを考慮して修正し、本実験結果と共に図付-4に示す。

本実験結果（超高純度窒素ガスや超高純度アルゴンガス）は、第4章での議論から、実質上全く水分がチャンパー表面に吸着していない場合の真空排気曲線に対応する。○印は、湿度90%の窒素ガスを導入して1時間放置後の本実験装置換算データ、△印は、湿度90%の窒素ガスを導入して1時間放置後、50℃のディクロロプロパンガスを40 Torrで10分間3回導入して表面吸着ガスの一部を化学反応除去した本装置換算データ、▲印は、100℃のディクロロプロパンガスを導入した場合の同様のデータである。この図付-4から、化学反応による表面吸着水の除去は、完全でないにしても反応ガス温度を100℃にすれば、ほとんどの吸着水がとれていることがわかる。図付-5に表面吸着水の量を被覆度 θ で表し、吸着水の放出ガス速度が t^{-1} に比例して変化するとして、吸着水が $t = 45$ 秒から圧力が 1×10^{-10} Torrに到達する時刻までに全て排気されるとしての予想排気曲線を示す。図付-4の▲印の100℃のディクロロプロパンガスを導入した場合のデータと比較すると、被覆度 $\theta = 1$ の場合とほぼ一致するので、もっとも簡単な考え方は、最後の1層の吸着層だけはほとんど取れずに残っているとの考え方である。これは、最後の1層は、O-H結合でなく、Oと表面金属酸化層との結合なのでこの結合を上記化学反応では切り離せないためと考えれば説明できる。この考えが正しいなら、この結合をいかにして効率的に切るかが今後の課題であろう。

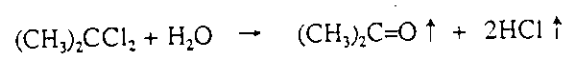
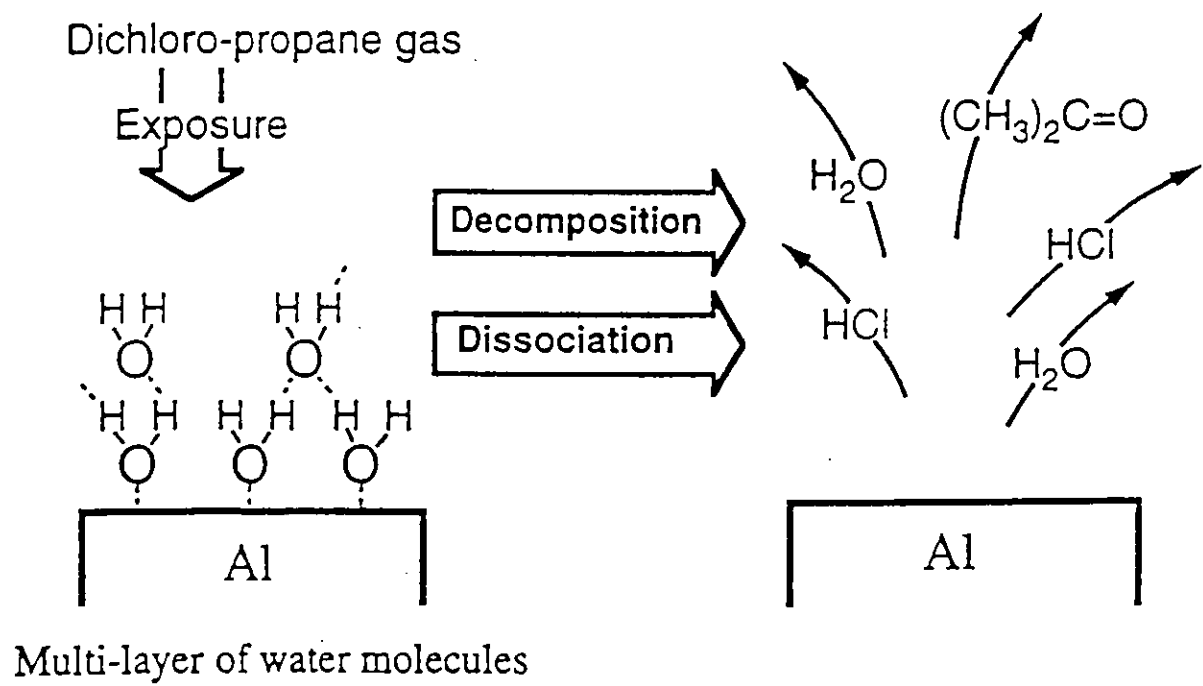


Fig.付-3 Removal mechanism of adsorbed H_2O by exposure to dichloro-propane gas⁵.

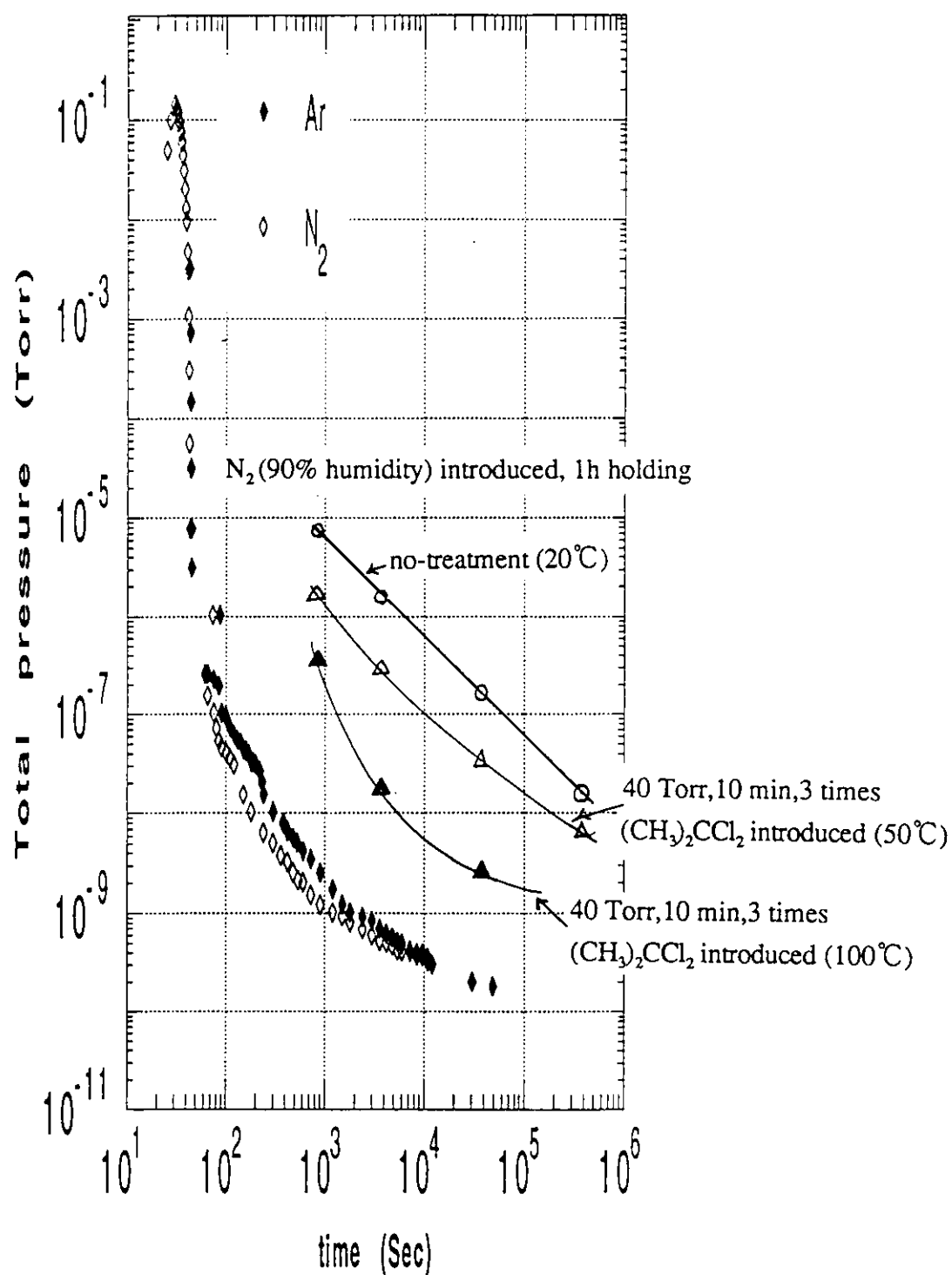


Fig.付-4 Calculated pump-down curves with and without exposure of dichloro-propane gas to compare to the curves using system II.

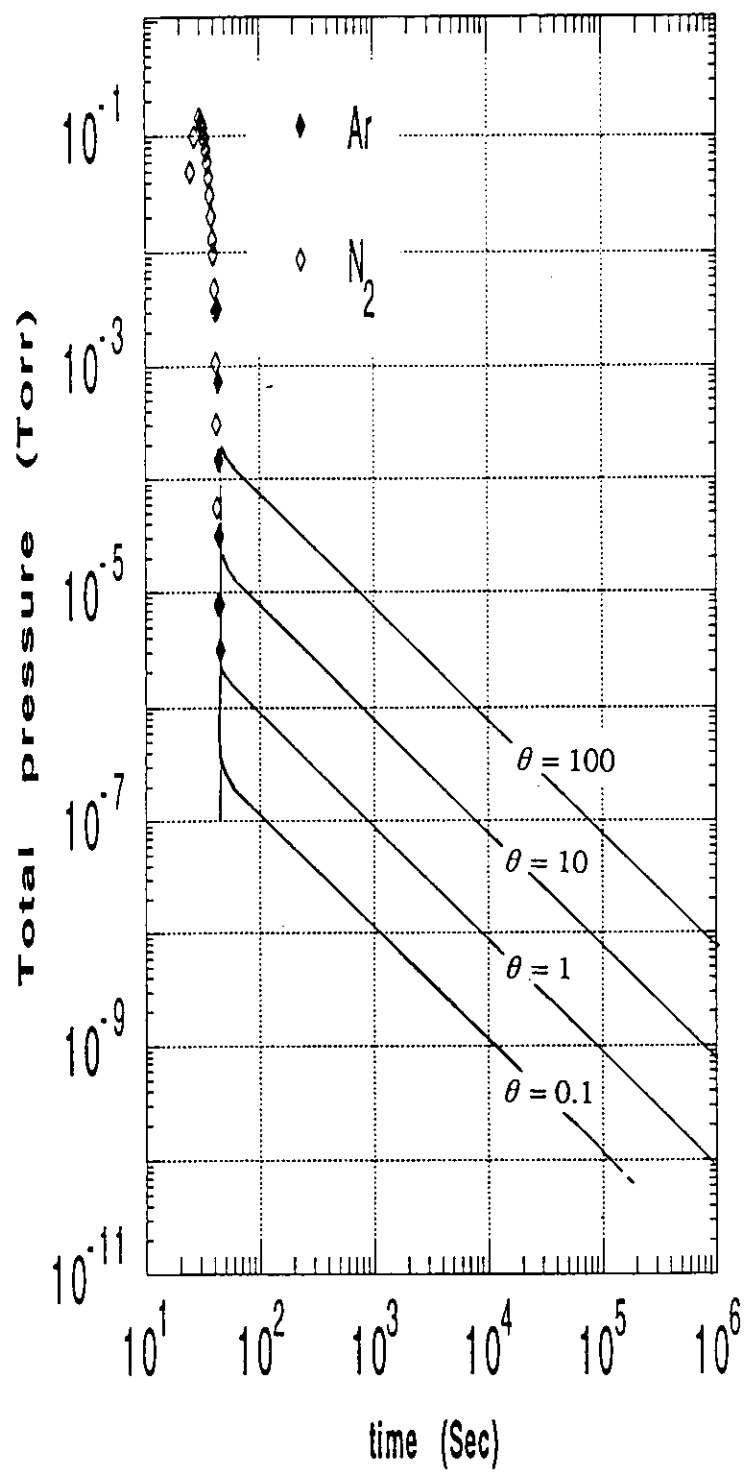


Fig.付-5 Expected pump-down curves of nitrogen in various water coverage factor, using system II. Initial pressure is 760 Torr.

しかし、本論で推論したようにチャンバー表面の微細構造が排気過程におおいに関係しているとする、取れないで残っている水は、微細構造内へディクロロプロパンガスが入っていないために残っていると考えられる。この考えが正しいなら、どうやって微細構造内の水と素早く化学反応させるかが今後の課題となるだろう。

参考文献

- ¹M.Mohri, S.Maeda, H.Odagiri, M.Hashiba, T.Yamashita, and H.Ishimaru, "Surface study of Type 6063 aluminum alloys for vacuum chamber materials", Vacuum, 34, 643(1984)
- ²K.Kawada, A.Ohki, M.Nakamura and T.Ohmi, "Moisture adsorption and desorption to the stainless steel surface" 12th Workshop on ULSI ULTRA CLEAN TECHNOLOGY, Tokyo, 7(1991)
- ³熊谷、富永他共編、真空の物理と応用、裳華房、121(1970)
- ⁴H.Ishimaru and M.Miki, "Water in vacuum/ Cleaning/ Fast pump-down process", Workshop on Water :Its Measurement and Control in Vacuum, NIST May, 38 (1994)
- ⁵K.Tatenuma, T.Momose, and H.Ishimaru, "Quick acquisition of clean ultrahigh vacuum by chemical process technology", J. Vac. Sci. Technol., A11, 1719 (1993)

SINGLE AXIS ACTIVE MAGNETIC BEARING SYSTEM
WITH MECHANICAL DAMPERS
FOR HIGH SPEED ROTOR

M. MIKI, Y. TANAKA, Y. YAMAGUCHI, T. ISHIZAWA and A. YAMAMURA

Development Dept., Nippon Ferrofluidics Corp., 1-2-1, Makuharihongo, Chiba-shi, 281, Japan

Abstract

We realized a single axis active magnetic bearing system for high speed rotor (60,000rpm) by applying mechanical dampers. Test machine's rotor is $M = 0.76 \text{ kg}$, $I_z = 4.3 \times 10^{-4} \text{ kgm}^2$, and $I_x = I_y = 1.8 \times 10^{-3} \text{ kgm}^2$. Naturally, this system is mounting position free. Though we have well known eddy current damper and oil damper, the mechanical damper that we developed is a simple and unique one. In this paper, we show that a single axis active magnetic bearing system with the mechanical dampers has good features if the system parameters are selected systematically and carefully. Furthermore, the dynamic behavior of rotor suspended by this magnetic bearing system is analyzed and test result of this system is shown.

1. Introduction

Though magnetic bearings are known from forty years ago, very limited number of products have been developed so far. The majority of application is of special order products used in scientific application or space development[1]. In recent years, the magnetic bearing for wafer transfer-machine is developed in semiconductor manufacturing industry which are also of special order products[2]. The turbo molecular pump is only one exception that succeeded in mass production[3]. However, its share in the entire market is as low as approximately 10 %.

It is true that magnetic bearings have many distinctive features which are not attained by ordinary ball bearing. However, practical application of these bearings is greatly hindered by the fact that production cost is very high and that size of the circuit and structure is too big.

The most important matter to make these magnetic bearings popular is [How to design small size and low cost magnetic bearings without losing original features of those].

Currently, we developed a single axis active magnetic bearing which satisfied the purpose said above. This is equipped with a simple and unique mechanical damper made of viscoelastic material, (though we have well known eddy current damper and oil damper[4][5].)

The following four features are distinctive:

- 1) It has enough stability from 0rpm till ultra high speed rotation (60,000rpm) like five axes active magnetic bearing.
- 2) It has sufficient spring constant in every direction for mounting position free.
- 3) Power consumption of the magnetic bearing is very small.
- 4) It is small sized and low cost magnetic bearing.

ing.

This system seems best suited for such an application in which a rotor is simply turned at high speed such as a chopper, pump, and compressor.

2. Character

The character of this magnetic bearing system is shown below.

1) Character of rotor

Mass of rotor	0.76 Kg
Moment of inertia of rotor (Z is rotational axis) $I_z =$	$4.3 \times 10^{-4} \text{ Kg m}^2$
	$I_x = I_y = 1.8 \times 10^{-3} \text{ Kg m}^2$
Rotational speed	60,000rpm

2) Character of magnetic bearing**Structure**

Two passive radial magnetic bearings with mechanical damper and One active axial magnetic bearing

Steady current of Axial magnets 0~0.2 A

Resonance points

Translational mode	50 Hz
Tilting mode	57 Hz

3) Motor

High frequency induction motor Max. 150 W
Run-up time (60,000rpm) 2 min.

4) Size

Structure $\phi 100 \times 180 \text{ mm}$
(Circuit-box $250 \times 130 \times 430 \text{ mm}$)

through the electromagnetic coils in steady state.

3. Entire construction

Single axis active magnetic bearing system with mechanical dampers is shown fig.1. The rotor is supported by passive radial magnetic bearings A and B, and by active axial magnetic bearing C. Acceleration up to 60,000 rpm is driven by means of a high frequency induction motor D.

With passive magnetic bearing A, three permanent magnets are provided at both rotor side and stator side on the concentric circle, and they are repulsing each other. This sort of magnetic bearing is stable in radial direction and is unstable in axial direction. Three permanent magnets are magnetized in axial direction and are laminated in the order of NS, SN, NS.

The stator which holds permanent magnets of passive magnetic bearing A acts as mechanical damper X and moves freely in radial direction only. With this configuration, a viscoelastic material 1 is put between main stator and movable stator 2. When the rotor is vibrated in radial direction, mechanical damper X is vibrated in radial direction, and its energy is absorbed by viscoelastic material 1 to damp vibration of the rotor.

Passive magnetic bearing B is basically identical with magnetic bearing A. One of differences is such that stator portion is divided into two segments of fixed part and moving damper part Y. Rotor side holds three permanent magnets, fixed part of stator side holds two and moving damper part Y holds one. Two permanent magnets are provided on both rotor side and fixed part on the concentric circle so that they may repulse each other with a similar manner as observed with magnetic bearing A. This sort of bearing is stable in radial direction and unstable in axial direction. Permanent magnets remained at rotor side and at moving damper part Y absorb each other in axial direction. This moving damper Y is of mechanical damper and can move in radial direction only. When the rotor is vibrated in radial direction, it is vibrated according to permanent magnet force, and its energy is absorbed by viscoelastic material 3 put between main stator and movable stator 4 with a similar manner as observed with mechanical damper A.

Active axial magnetic bearing C consists of two axial electromagnets 5 of similar configuration, an armature disk 6, an axial position sensor 7, and an electromagnetic control circuit (not shown fig.1). As for axial direction damping, amplitude and phase of electromagnetic force is being controlled.

Since bias magnetic flux is applied to the axial direction electromagnet by the permanent magnet, little electric current should be flowed

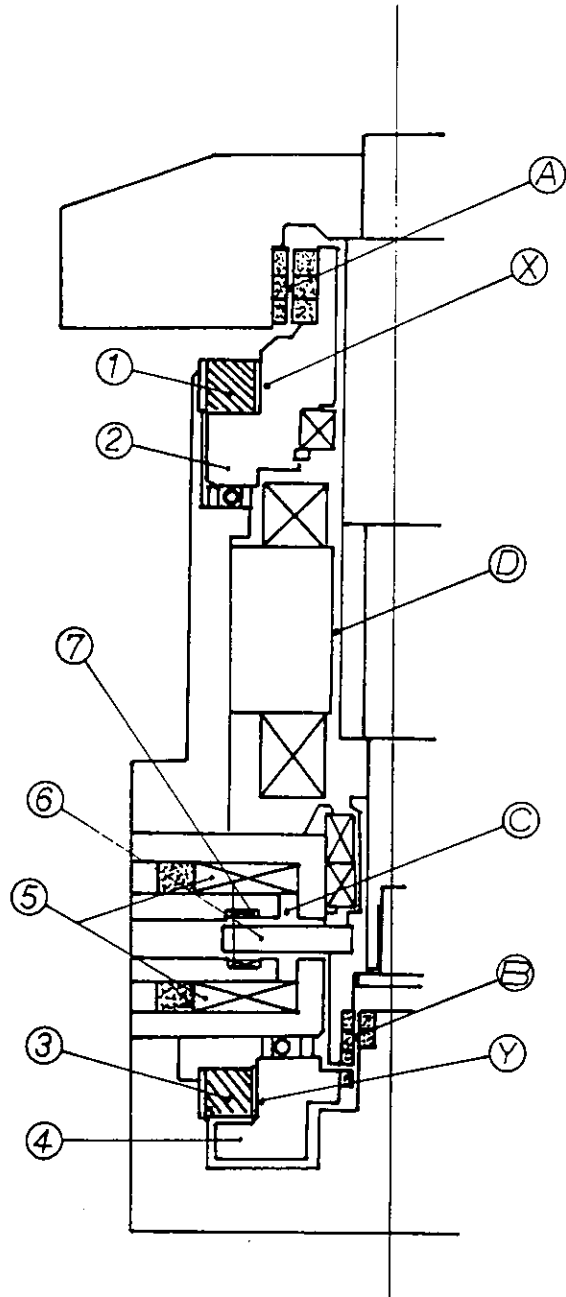


Fig.1 Entire construction of single axis active magnetic bearing system with mechanical dampers

4. Modeling and numerical calculation

4.1 Radial equations of motion

It is discussed only radial motions because main theme in this paper is passive radial magnetic bearings with mechanical dampers.

A model shown which is considered in this in-

vestigation is shown fig.2. Principal axes of coordinates are $X, Y, Z, \theta_x, \theta_y$, and θ_z . Coordinates at points A and B are X_a, Y_a, X_b , and Y_b . Definition of each parameter is shown in Table 1.

The following assumptions are made.

- 1) Displacement in θ_x and θ_y direction is smaller than L_a and L_b respectively.
- 2) Movement of the damper is limited to a plane perpendicular to the axis of rotation.
- 3) Gravity acts in the direction of $-X$.
- 4) The rotor is rigid.

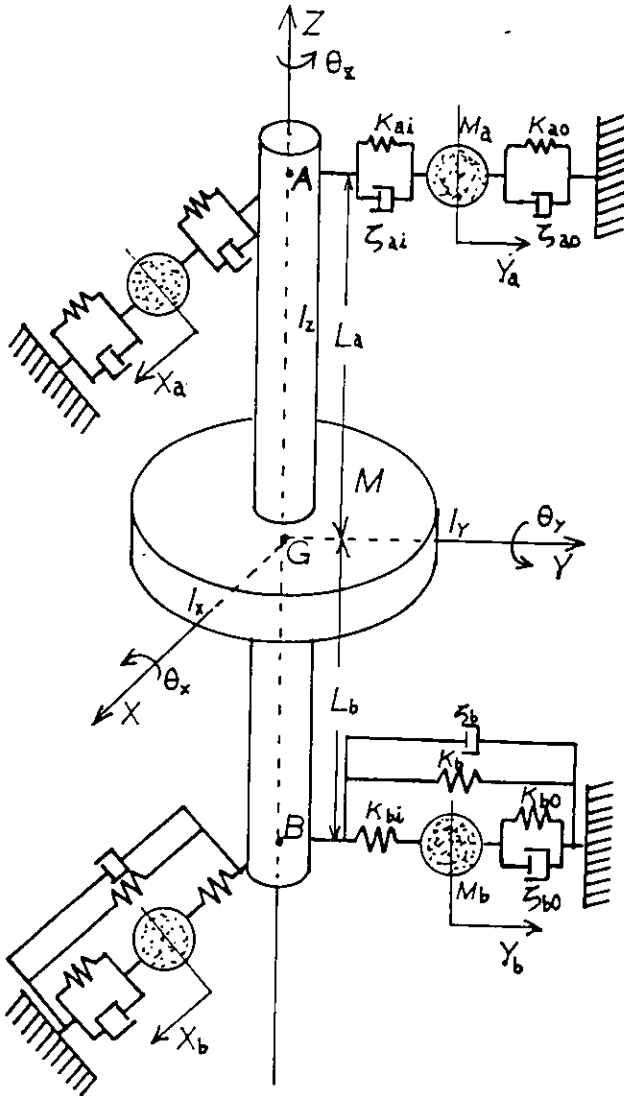


Fig.2 A model of passive radial magnetic bearings with mechanical dampers

Symbol	Definition
M	Mass of rotor
I_z	Moment of inertia of rotor (z, x , and y direction)
I_x, I_y	
L_a	Distance between center of gravity and point A or B
L_b	
K_{ai}	Spring constant at point A
K_{ao}	i:Inside o:Outside
ζ_{ai}	Damping coefficient at point A
ζ_{ao}	i:Inside o:Outside
M_a	Mass of damper A
K_b	Spring constant at point B
K_{bi}	:Directly coupled with stator
K_{bo}	i:Inside o:Outside
ζ_b	Damping coefficient at point B
ζ_{bo}	:Directly coupled with stator o:Outside
M_b	Mass of damper B
ω	Rotor angular speed
g	Acceleration of gravity

Table 1 Definition of parameters

Radial equations of motion are as follows.

$$\begin{aligned}
 (1) \quad MX'' &= -Mg - X(K_{ai} + K_b + K_{bi}) - \theta_y(L_a K_{ai} - L_b(K_b + K_{bi})) + X_a K_{ai} + X_b K_{bi} \\
 &\quad + 2\zeta_{ai}(K_{ai} M L_b / (L_a + L_b))^{1/2} (-X' - \theta_y' L_a + X_a') + 2\zeta_{bi}(K_b M L_a / (L_a + L_b))^{1/2} (-X' + \theta_y' L_b) \\
 (2) \quad MY'' &= -Y(K_{ai} + K_b + K_{bi}) + \theta_x(L_a K_{ai} - L_b(K_b + K_{bi})) + Y_a K_{ai} + Y_b K_{bi} + 2\zeta_{ai} \\
 &\quad (K_{ai} M L_b / (L_a + L_b))^{1/2} (-Y' + \theta_x' L_a + Y_a') + 2\zeta_{bi}(K_b M L_a / (L_a + L_b))^{1/2} (-Y' - \theta_x' L_b)
 \end{aligned}$$

$$(3) \quad I_y \theta_y'' = -X (L_a K_{a1} - L_b (K_b + K_{b1})) - \theta_y (L_a^2 K_{a1} + L_b^2 (K_b + K_{b1})) + X_a L_a K_{a1} - X_b L_b K_{b1} + I_z \omega \theta_x' + 2 \zeta_{a1} (K_{a1} M L_b / (L_a + L_b))^{1/2} (-X' - \theta_y' L_a + X_a') L_a - 2 \zeta_{b1} (K_{b1} M L_a / (L_a + L_b))^{1/2} (-X' + \theta_y' L_b) L_b$$

$$(4) \quad I_x \theta_x'' = -Y (L_a K_{a1} - L_b (K_b + K_{b1})) - \theta_x (L_a^2 K_{a1} + L_b^2 (K_b + K_{b1})) - Y_a L_a K_{a1} + Y_b L_b K_{b1} - I_z \omega \theta_y' - 2 \zeta_{a1} (K_{a1} M L_b / (L_a + L_b))^{1/2} (-Y' + \theta_x' L_a + Y_a') L_a + 2 \zeta_{b1} (K_{b1} M L_a / (L_a + L_b))^{1/2} (-Y' + \theta_x' L_b) L_b$$

$$(5) \quad M_a X_a'' = -M_a g - X_a (K_{a0} + K_{a1}) - X_a' 2 \zeta_{a0} (M_a K_{a0})^{1/2} + \theta_y L_a K_{a1} + X K_{a1} - 2 \zeta_{a1} (K_{a1} M L_b / (L_a + L_b))^{1/2} (-X' - \theta_y' L_a + X_a')$$

$$(6) \quad M_a Y_a'' = -Y_a (K_{a0} + K_{a1}) - Y_a' 2 \zeta_{a0} (M_a K_{a0})^{1/2} - \theta_x L_a K_{a1} + Y K_{a1} - 2 \zeta_{a1} (K_{a1} M L_b / (L_a + L_b))^{1/2} (-Y' + \theta_x' L_a + Y_a')$$

$$(7) \quad M_b X_b'' = -M_b g - X_b (K_{b0} + K_{b1}) - X_b' 2 \zeta_{b0} (M_b K_{b0})^{1/2} - \theta_y L_b K_{b1} + X K_{b1}$$

$$(8) \quad M_b Y_b'' = -Y_b (K_{b0} + K_{b1}) - Y_b' 2 \zeta_{b0} (M_b K_{b0})^{1/2} + \theta_x L_b K_{b1} + Y K_{b1}$$

4.2 Numerical calculation

Dynamic characteristics of the rotor are studied by numerical calculation using equations of motion obtained in 4.1.

The result from numerical calculations is shown below.

- 1) If spring constants of force supporting rotor are determined by maintaining the relation of $L_b/L_a = K_{a1}/(K_b + K_{b1})$, spring constants of force supporting rotor are nearly equal to those of force supporting damper, and mass of damper is nearly equal to effective mass of rotor respectively, damping capacity of the system becomes optimum.
- 2) The limit of rotational speed depends on the amount of decrease in resonance frequency and damping capacity of tilting mode due to gyro effect when rotational speed increases.

An example of calculation is shown in fig.3.

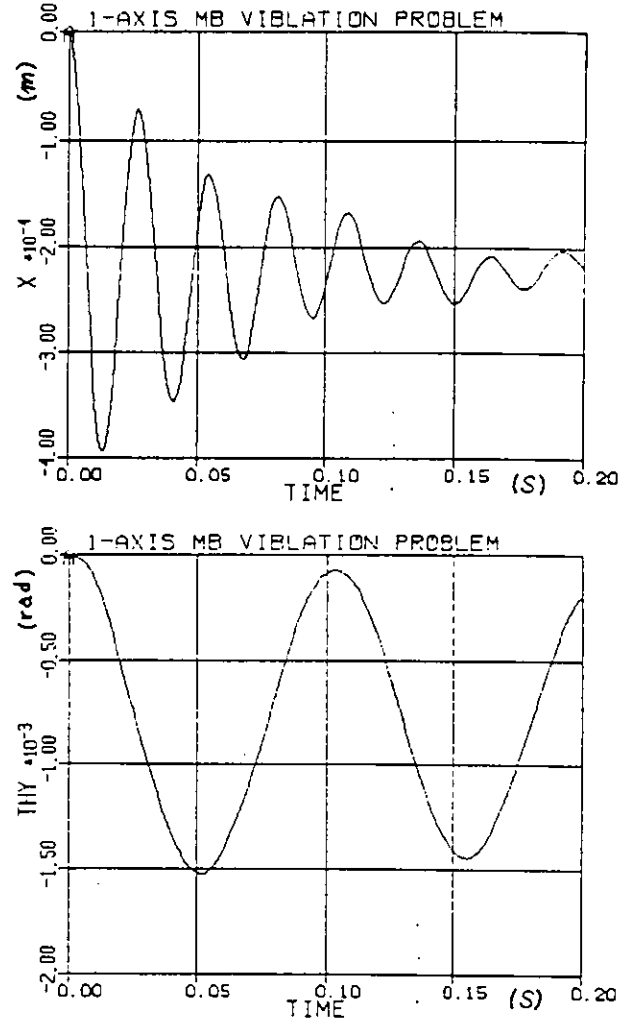


Fig.3 Rotor's motions of X and θ_y direction at $\zeta_{a0}=0.14$, $\zeta_{b0}=0.14$, $\zeta_{a1}=0.01$, $\zeta_{b1}=0.01$, and $\omega=2\pi \times 10^3$ rad/s

5. Test result

In order to confirm the effect of mechanical damper, we compared real rotor's motion with the result of numerical calculation by using the parameters that were measured. (Only spring constants of the force of permanent magnets are designed values.[6])

As is shown in fig. 4a and 4b, similarity between two vibration-forms is pretty good.

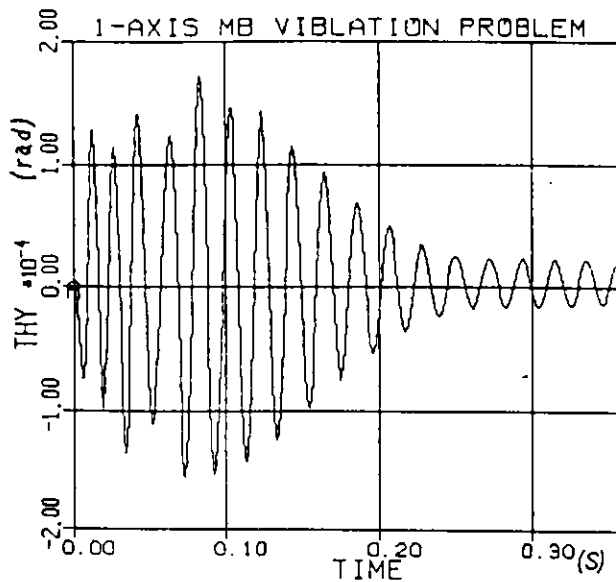


Fig.4a Rotor's motion of θ_y direction in calculation
at $\zeta_{s0}=0.11$, $\zeta_{b0}=0.11$, $\zeta_{s1}=0.01$, $\zeta_{b1}=0.01$,
 $K_{s1}=6.5 \times 10^4$ N/m, $K_b=K_{b1}=1.2 \times 10^4$ N/m,
 $K_{s0}=2.2 \times 10^4$ N/m, $K_{b0}=7.2 \times 10^4$ N/m
and $\omega=0$ +

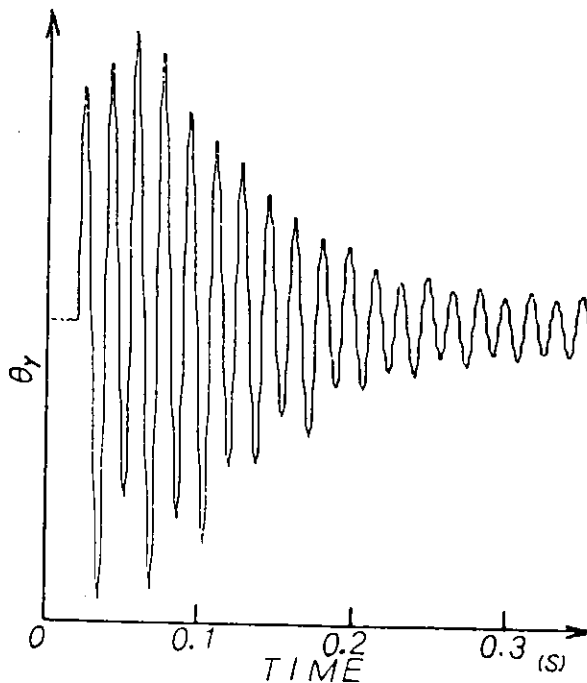


Fig.4b Rotor's motion of θ_y direction in measurement

6. Conclusions

It has become clear that we can design a

mechanical damper optimally by using the model mentioned above and selecting the parameters systematically and carefully, though most of people have considered tuning in mechanical damper is very difficult. And we think this method is one of the answers for designing small size and low cost magnetic bearing without losing original features of it.

7. References

- [1] MURAKAMI, C : Development Activity on Magnetic Bearings for Space Use in National Aerospace Laboratory of Japan. Proc 6th Int Workshop Rare Earth Cobalt Perm Magnets Their Appl. '82 P.227-235
- [2] AZUKIZAWA, T., et al.: A Linear Induction Motor Control System for Magnetically Levitated Carrier System. Proceedings of International Conference on Maglev and Linear Drives '86
- [3] ISHIZAWA, T et al.: Ionics '85 Vol.11 No.9 P.23-30
- [4] P. ANSTETT et al.: The Very First Satellite to Use Magnetic Bearing Wheels. 33rd Congress of the IAF. '82-331
- [5] J.W. BEAMS: Magnetic Bearings. Automotive Engineers Congress Detroit '64 Soc. Automotive Engrs, P.13-17
- [6] J.P. YONNET: Analytical Calculation of Magnetic Bearings. 5th Int Workshop on Rare Earth Cobalt Perm Magnets and their Appl. '81 P.199-251

Characteristics of extremely fast pump-down process in an aluminum ultrahigh vacuum system

M. Miki

The Graduate University for Advanced Studies, 1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305, Japan

K. Itoh

SMC Corporation, Soka Factory, 6-19-1 Inari, Soka, Saitama 340, Japan

N. Enomoto

Saes Getters Japan Co., Ltd., 5-23-1 Higashi-gotanda, Shinagawa-ku, Tokyo 141, Japan

H. Ishimaru

National Laboratory for High Energy Physics, 1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305, Japan

(Received 18 November 1993; accepted 28 March 1994)

Characteristics of an extremely fast pump-down process were studied in an aluminum ultrahigh vacuum system, using super-dry nitrogen. The system is constituted of a roughing pump line, a main pump line, a venting gas line and a main chamber with vacuum gauges. The venting gas line has two types of water traps in series. Experiments were done after achieving 10^{-11} Torr range following a bake. Experimental results were the following: (1) using only the moisture trap in venting (case A), the pressure reached, from 760 Torr, was 1×10^{-5} Torr in 0.7 min, 1×10^{-8} Torr in 4.2 min, 1×10^{-10} Torr in 1000 min; the pressure was proportional to $\exp(-St/V)$ down to the 10^{-5} Torr range; here, V , S , and t are the chamber volume, the pumping speed, and the pumping time, respectively; (2) using both the moisture trap and the "MonoTorr" in venting (case B), the pressure reached from 760 Torr was 1×10^{-5} Torr in 0.7 min, 1×10^{-8} Torr in only 2.5 min, 1×10^{-10} Torr in only 170 min; the pressure was proportional to $\exp(-St/V)$ to the 10^{-5} Torr range. The difference of results between (1) and (2) is mainly due to the difference of the amount of water and hydrogen content in vent-gas; the moisture trap can reduce the H_2O content of vent-gas to 200 ppb after 2 h of operation, on the other hand, the MonoTorr can reduce other contents (H_2O , H_2 , CO, CO_2 , etc.) of vent-gas, except N_2 , to a few ppb after 2 h of operation.

I. INTRODUCTION

It is well known that the amount of water adsorbed on a chamber wall affects the speed of pump-down. H. Ishimaru *et al.* succeeded in achieving pressures in the 10^{-9} Torr range within several minutes, starting from 760 Torr, in an aluminum ultrahigh vacuum (UHV) system using super-dry nitrogen gas for venting.¹ However, the characteristics of the extremely fast pump-down process, in particular the process from 760 to 10^{-8} Torr, are not well understood. The relation between pump-down speed and the water content of gas flowing into a vacuum chamber during venting has been studied by other researchers.^{2,3} There has been no discussion, however, about the quantitative relation between the adsorbed water on a chamber wall and the water vapor flowing into the chamber.

We try to make clear the characteristics of the pump-down process in the aluminum UHV system and to establish a quantitative relation between the water adsorption and the water content of vent-gas.

An aluminum UHV system was constructed for the experiment. Significant features are the following:

- (a) Main chamber constructed of EX-mirror-finished⁴ clad aluminum alloys (99.99% pure Al/A6063).
- (b) Turbomolecular pump (Edwards) with magnetic bearings⁵ to pump to high vacuum range rapidly. The run-up time is only 80 s.
- (c) Cryopump⁶ (Anelva) with EX-mirror-finished clad alu-

minum alloy (99.99% pure Al/A6063) chamber. All metal gaskets were used to prevent gas leaks, gas penetration, water desorption and water adsorption.

- (d) Nude-type schulz-phelps (S-P) gauge (Anelva) to measure pressure versus time curves between 1 and 1×10^{-5} Torr.
- (e) "MonoTorr 3000 Phase 2"⁷ (Saes Getters) to achieve the lowest water content vent gas.

In this paper, characteristics of the pressure versus time curve in the aluminum UHV system, in particular from the 10^{-3} Torr range to the 10^{-11} Torr range, is discussed. Moreover, a quantitative relation between the adsorbed water on the chamber wall and the water content of vent gas is discussed.

II. EXPERIMENTAL APPARATUS

Figure 1 shows a block diagram of the experimental apparatus. It consists of a main chamber, roughing pump line, main pump line, venting gas line, and vacuum pressure gauges.

A. Main chamber

The main chamber is made of clad aluminum alloys: 99.99% pure aluminum on the vacuum side and A6063, A6061, or A2219 aluminum alloy for the base material. The chamber has a length of 47 cm, an inner diameter of 15 cm, a volume of 8 ℓ , and an inner surface area of 2600 cm^2 . To

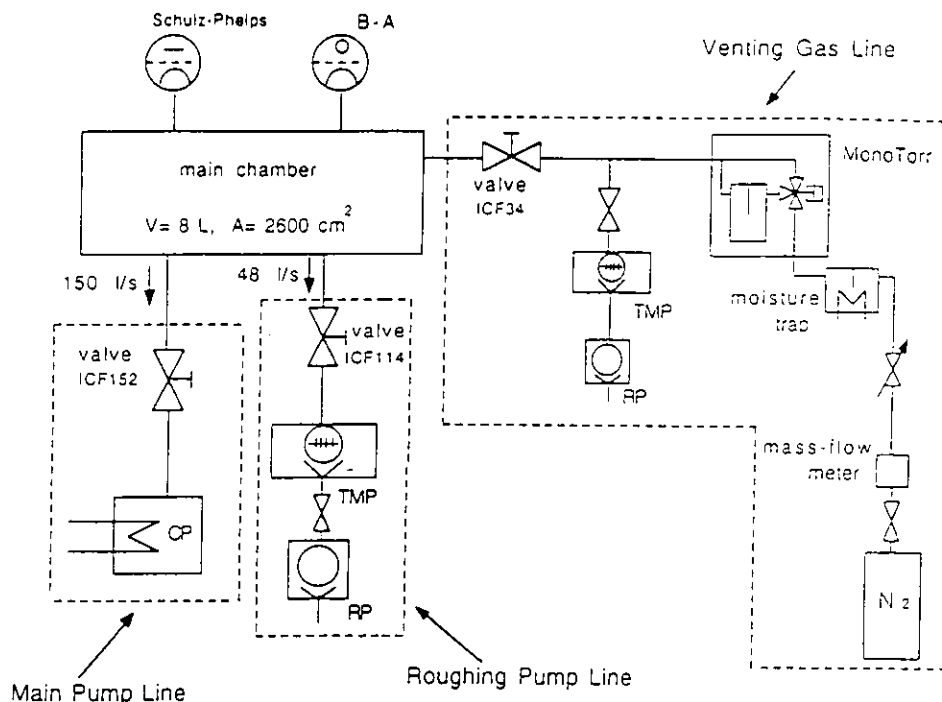


FIG. 1. Block diagram of experimental apparatus.

minimize adsorption and desorption of water on the chamber wall, the inner surface of the chamber is EX-processed in a controlled atmosphere.^{1,4} It is placed in a larger vacuum chamber which encloses the working portion of a lathe. The larger chamber is filled with a mixture of oxygen and argon gases. A diamond-tipped tool is used to cut it. The oxide layer for the EX-processed surface is approximately 30 Å and the surface roughness is approximately 0.1 μm .

B. Roughing pump line

The roughing pump line consists of an aluminum alloy manual right-angle valve (ICF114) with metal seals⁸ (SMC) and a 250 ℓ/s turbomolecular pump (Edwards) with magnetic bearing backed by a rotary pump. The main feature of the roughing pump line is that the run-up time of the turbomolecular pump is only 80 s. Therefore, we can get pumping speed in high vacuum range rapidly.

C. Main pump line

The main pump line consists of an aluminum alloy manual right-angle valve (ICF152) with metal seals⁸ (SMC) and a 1600 ℓ/s cryopump (Anelva). The difference from a commercial cryopump (CAP-80, Anelva) is the material of the seal gaskets and the pump chamber. All metal gaskets are used for seals and the pump chamber is made of clad aluminum alloys (99.99% pure Al/A6063) with its inner surface EX-processed in a controlled atmosphere to minimize adsorption and desorption of water.

D. Venting gas line

The venting gas line consists of an aluminum alloy manual right-angle valve (ICF34) with metal seals⁸ (SMC), water traps, a mass-flow meter and vacuum pumps. The venting gas line has two types of water traps. One is a moisture trap designed by H. Ishimaru *et al.* The other is a "MonoTorr 3000 Phase 2" (Saes Getters). These traps are connected in series. The moisture trap can reduce the H_2O content of vent gas from 10 ppm (parts per million) to approximately 200 ppb (parts per billion) after 2 h of operation and 40 ppb after 10 h of operation.¹ It consists of three stages of sintered stainless-steel filters, 40, 5, and 1 μm , respectively; the filters are automatically controlled to maintain the temperature -130 to -140°C , in order to remove the H_2O content of vent gas. The MonoTorr can reduce other contents (H_2O , H_2 , O_2 , CO , CO_2 , etc.) of vent gas, except N_2 , to a few ppb after 2 h of operation.^{7,9} It consists of getter-based materials, which remove other contents of vent gas, except N_2 , because the getter materials absorb gases, except rare gases. A mass-flow meter is connected in the line to measure the amount of vent-gas. A turbomolecular pump (50 ℓ/s) backed by a rotary pump is connected to the line for evacuation. The venting gas line is pumped to the 10^{-8} Torr range before gas flow operation. The line is baked, only when it has been filled with atmosphere.

E. Pressure gauges

The main chamber is equipped with a nude type B-A gauge and a nude type schulz-phelps (S-P) gauge (Anelva). The response of the S-P gauge output is about 10 ms. Using

this gauge. extremely fast pump-down curves between 1 and 1×10^{-5} Torr were measured. Pressure lower than 1×10^{-5} Torr was measured using the B-A gauge.

III. EXPERIMENTAL METHOD

A. Pumping speed

The effective pumping speed of each pump line was measured using a continuous gas flow rate and the pressure of the main chamber at that time. The gas was super-dry nitrogen through the venting gas line.

B. Pressure versus time curve from 760 to the 10^{-11} Torr range

Experiments were done after achieving 4×10^{-11} Torr following a bake; the chamber was baked for a week at 125 °C when it had been filled with atmosphere, on the other hand, filled with only super-dry nitrogen, it was baked for 2 days at 125 °C. Since the limit of measurement of the B-A gauge is approximately 10^{-11} Torr, the ultimate pressure of the chamber may be lower than 1×10^{-11} Torr.

Experimental method followed:

- The main chamber is filled with super-dry nitrogen through the venting gas line to 760 Torr, after 2 h of purging the venting gas line.
- After maintaining this condition for ten minutes, the roughing pump line is switched on and simultaneously, the right-angle valve between the main chamber and the roughing pump line is opened.
- The pressure in the main chamber is measured using the S-P gauge.
- When the pressure is lower than 1×10^{-5} Torr (after approximately 50 s), the B-A gauge is switched on.
- The right-angle valve between the main chamber and the main pump line is opened. The main pump line is always under vacuum by the cryopump.
- The valve between the main chamber and the roughing pump line is closed.

Two kinds of experiments were performed.

- Only the moisture trap was used for water trap (case A).
- Both the moisture trap and the MonoTorr were used for water trap (case B).

C. Pressure versus time curve from low pressure to the 10^{-11} Torr range

To eliminate the uncertainty of pumping speed and the effect of initial gas desorption from the S-P gauge, the following steps were adopted as an experimental method:

- The main chamber is kept at definite pressure (for example, 1 Torr) for 10 min with super-dry nitrogen, after 2 h of purging the venting gas line. The roughing pump line and the S-P gauge are kept in operation.
- The flow of super-dry nitrogen is quickly stopped. After that, the pressure in the main chamber is measured by the S-P gauge.

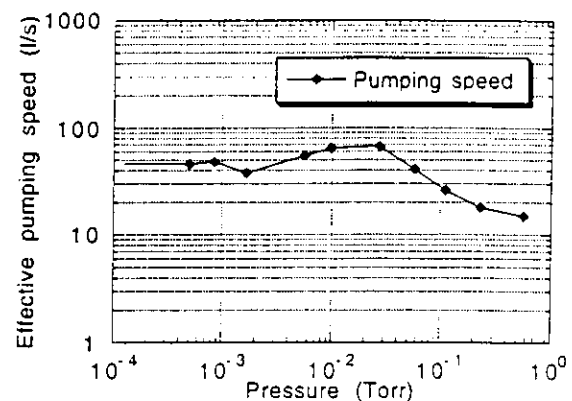


Fig. 2. Effective nitrogen pumping speed of roughing pump line.

- After achieving a pressure lower than 1×10^{-5} Torr, method III-B is used.

Two kinds of experiments were performed.

- The chamber was kept at approximately 1 Torr.
- The chamber was kept at approximately 0.1 Torr.

In these experiments, both the moisture trap and the Mono-Torr were used in series as water traps.

IV. RESULTS AND DISCUSSION

A. Pumping speed

Figure 2 shows the effective pumping speed of the roughing pump line for nitrogen between the 10^{-1} Torr range and the 10^{-4} Torr range. The effective pumping speed of the roughing pump line for nitrogen is approximately 48 l/s at pressures less than 1×10^{-3} Torr. The peak pumping speed near 3×10^{-2} Torr results from an increase of conductance and decrease in pumping speed of the turbomolecular pump. This is because the flow, at pressure greater than 1×10^{-3} Torr, is not molecular flow, but rather is intermediate flow, or viscous flow.

Using the measurement of the effective pumping speed of the roughing pump line for nitrogen in the molecular flow range,

$$S_{er}(N_2) = 48 \text{ l/s}$$

and the nominal pumping speed of turbomolecular pump,

$$S_n(N_2) = 250 \text{ l/s},$$

$$S_n(H_2O) = 250 \text{ l/s},$$

the following were calculated in the molecular flow range:

$$C_r(N_2) = \text{the conductance of the roughing pump line for } N_2,$$

$$C_r(H_2O) = \text{the conductance of the roughing pump line for } H_2O,$$

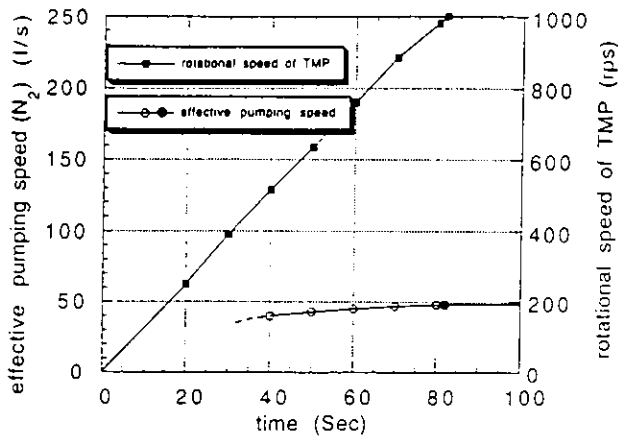


FIG. 3. Effective nitrogen pumping speed and turbomolecular pump rotational speed for the roughing pump line. ■ and ● marks show measured values and ○ marks show calculated values using the rotational speed.

$S_{er}(\text{H}_2\text{O})$ = the effective pumping speed of the roughing pump line for H_2O .

We assumed that conductance is proportional to (mass of gas molecule) $^{-1/2}$. The results were as follows:

$$C_r(\text{N}_2) = 59 \text{ l/s}, \quad C_r(\text{H}_2\text{O}) = 73 \text{ l/s},$$

$$[S_{er}(\text{N}_2) = 48 \text{ l/s}], \quad S_{er}(\text{H}_2\text{O}) = 56 \text{ l/s}.$$

Figure 3 shows the time dependence of the effective pumping speed for nitrogen and the rotational speed of the turbomolecular pump (TMP) in the roughing pump line. The effective pumping speed at a specific time was calculated using the conductance for nitrogen, $C_r(\text{N}_2)$, and the nominal pumping speed of TMP at the specific time, which was calculated using the rotational speed of TMP, because the pumping speed is proportional to the rotational speed when TMP has sufficient compression ratio.

The effective pumping speed of the main pump line for nitrogen, $S_{em}(\text{N}_2)$, was measured at the 10^{-4} Torr range. It was approximately $S_{em}(\text{N}_2) = 150 \text{ l/s}$.

Using the measurement of the effective pumping speed of the main pump line for nitrogen in the molecular flow range,

$$S_{em}(\text{N}_2) = 150 \text{ l/s},$$

and the nominal pumping speed of cryopump,

$$S_n(\text{N}_2) = 1600 \text{ l/s},$$

$$S_n(\text{H}_2\text{O}) = 4000 \text{ l/s},$$

the following were calculated in the molecular flow range:

$$C_m(\text{N}_2) = \text{the conductance of the main pump line for } \text{N}_2,$$

$$C_m(\text{H}_2\text{O}) = \text{the conductance of the main pump line for } \text{H}_2\text{O},$$

$$S_{em}(\text{H}_2\text{O}) = \text{the effective pumping speed of the main pump line for } \text{H}_2\text{O}.$$

The results were as follows:

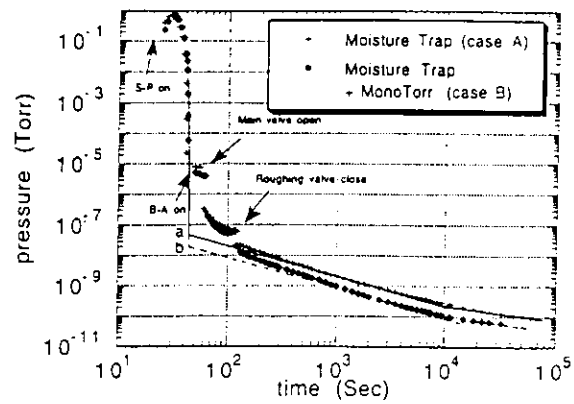


FIG. 4. Pressure from the 10^{-1} Torr range to the 10^{-11} Torr range for case A and case B. Initial pressure is 760 Torr.

$$C_m(\text{N}_2) = 160 \text{ l/s}, \quad C_m(\text{H}_2\text{O}) = 200 \text{ l/s},$$

$$[S_{em}(\text{N}_2) = 150 \text{ l/s}], \quad S_{em}(\text{H}_2\text{O}) = 190 \text{ l/s}.$$

B. Characteristics of the pressure versus time curve in the aluminum UHV system

Figure 4 shows pressure versus time curves for experiment III B. Figure 5 shows pressure versus time curves for experiment III C.

The pressure of both case A and case B in Fig. 4 reaches 1×10^{-5} Torr in approximately 40 s from 760 Torr. They are proportional to $\exp(-St/V)$ down to the 10^{-5} Torr range. Here, V , S , and t are the chamber volume, the pumping speed, and the pumping time, respectively. Also, the pressure in Fig. 5 is proportional to $\exp(-St/V)$ to the 10^{-5} Torr range. For example, Fig. 6 shows a part of the data of case B in Fig. 4; the curve of pressure from the 10^{-3} Torr range to the 10^{-5} Torr range is proportional to $\exp(-4.0t)$. Since the effective pumping speed of the roughing pump line at 42 s is approximately $S_{er}(\text{N}_2) = 40 \text{ l/s}$ and the chamber volume V is approximately 10 l [the volume of the main chamber (8 l) + the volume of the valve and vacuum connecting tube (2 l)], $\exp[-S_{er}(\text{N}_2)t/V]$ is just $\exp(-4.0t)$. Further, Fig. 7

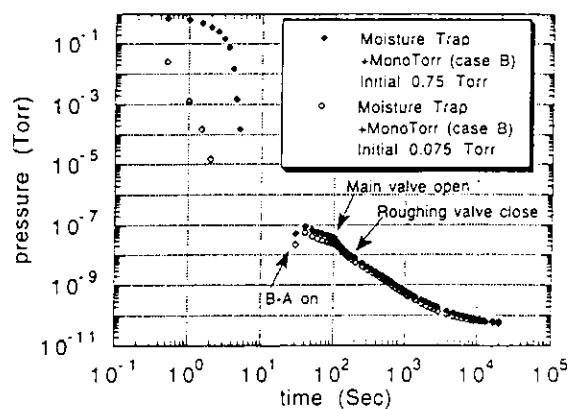


FIG. 5. Pressure from the 10^{-1} Torr range to the 10^{-11} Torr range for case B. Initial pressure is 0.75 and 0.075 Torr.

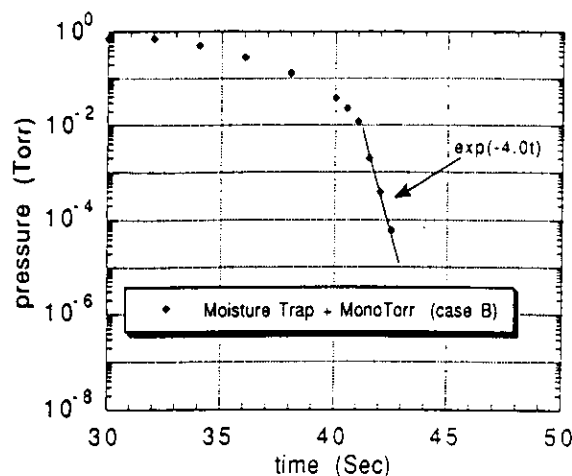


FIG. 6. Significant part of Fig. 4 (time between 30 and 5 s).

shows a part of the data in Fig. 5; the curve of pressure from the 10^{-3} Torr range to the 10^{-5} Torr range is proportional to $\exp(-4.6t)$. In this case, since the effective pumping speed is full speed [approximately $S_{\text{eff}}(\text{N}_2) = 48 \text{ l/s}$], $\exp[-S_{\text{eff}}(\text{N}_2)t/V]$ is approximately $\exp(-4.8t)$ and almost equal to $\exp(-4.6t)$ from the former condition.

Table I is a pressure versus time table when only the moisture trap was used in venting (case A) and when both the moisture trap and the MonoTorr were used in venting (case B); the pressure in case A reached 1×10^{-7} Torr in 90 s, 1×10^{-8} Torr in 250 s, 1×10^{-9} Torr in 2×10^3 s, and 1×10^{-10} Torr in 6×10^4 s from 760 Torr; the pressure in case B reached 1×10^{-7} Torr in 80 s, 1×10^{-8} Torr in only 150 s, 1×10^{-9} Torr in only 1×10^3 s, and 1×10^{-10} Torr in only 1×10^4 s from 760 Torr. Figure 8 shows a part of the data in Fig. 4; the changing point of time dependence from t^{-1} to $t^{-0.5}$ is approximately 2×10^{-10} Torr at 10^4 s in case A, however, in case B approximately 1×10^{-10} Torr at 10^4 s. The difference in the pump-down curve between case A and case B is mainly due to the difference of the amount of water and hydrogen content in the vent gas.

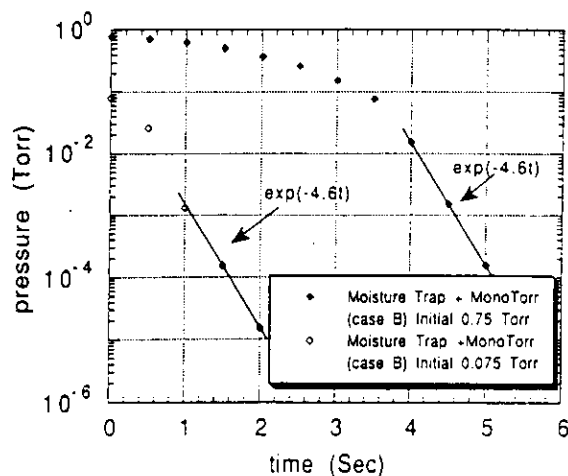


FIG. 7. Significant part of Fig. 5 (time between 0 and 6 s).

TABLE I. Pressure vs time when only the moisture trap was used in venting (case A) and when both the moisture trap and MonoTorr were used in venting (case B).

Pressure (Torr)	Time (case A)	Time (case B)
1×10^{-7}	90 s (1.5 min)	80 s (1.3 min)
1×10^{-8}	250 s (4.2 min)	150 s (2.5 min)
1×10^{-9}	2×10^3 s (33 min)	1×10^3 s (17 min)
1×10^{-10}	6×10^4 s (1000 min)	1×10^4 s (170 min)

The reasons are as follows:

- The water content of vent-gas in case A is larger than that in case B because the moisture trap can reduce the H_2O content of vent-gas from 10 ppm to approximately 200 ppb after 2 h of operation, which is our experimental condition. On the other hand, the MonoTorr can reduce the H_2O content to a few ppb after 2 h of operation. Therefore, in venting, the water adsorption on the chamber wall in case A is larger than that in case B. Also, the desorption gas from the chamber wall in case A is larger than that in case B because the water adsorbed on the chamber wall is desorbed in pumping. Therefore, the pump-down speed in case A is slower than that in case B.
- Pumping of hydrogen diffusing from the chamber wall is dominant from 10^4 s, because the pressure is proportional to $t^{-0.5}$ there. The amount of hydrogen diffusing in case A is larger than that in case B because the pressure in case A is always higher than that in case B. Further, the hydrogen content of vent-gas in case A is larger than that in case B, because the moisture trap can reduce only the H_2O content of vent-gas from 10 ppm to approximately 200 ppb after 2 h of operation. On the

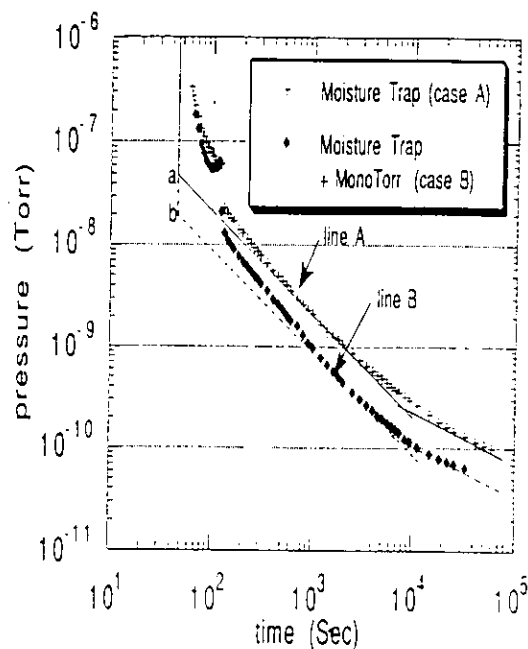


FIG. 8. Significant part of Fig. 4 (time between 10 and 10^5 s).

other hand, the MonoTorr can reduce not only the H_2O content, but also the H_2 content to a few ppb after 2 h of operation. Therefore, we believe the difference in the hydrogen content of vent-gas relates to the difference in the amount of hydrogen diffusing.

If the gas desorption from the B-A gauge and the roughing pump line can be neglected and pumping line can change from the roughing pump line to the main pump line instantaneously, the pressure should reach the 10^{-8} Torr range in approximately 45 s from 760 Torr and the changing point of time dependence from $\exp(-St/V)$ to t^{-1} should be approximately 4×10^{-8} Torr at 45 s (point a in Fig. 4) in case A and approximately 2×10^{-8} Torr at 45 s (point b in Fig. 4) in case B.

C. Quantitative relation between the adsorbed water on the chamber wall and the water flowing into the chamber

The difference of the amount of water adsorbed on the chamber wall between when only the moisture trap was used (case A) and when both the moisture trap and the MonoTorr were used (case B) was roughly estimated under the following assumptions:

- (1) When the gas desorption from the B-A gauge and the roughing pump line is neglected and the pumping line change from the roughing pump line to the main pump line is instantaneous, the pressure versus time curves in Fig. 8 become the solid line (line A) and broken line (line B) as shown.
- (2) The adsorbed water on the chamber wall is all pumped in between 45 and 10^4 s.
- (3) Outgassing rate of water ($45 < t < 10^4$) is proportional to t^{-1} .
- (4) Most of the gas pumped in between 45 and 10^4 s in Fig. 8 is water.
- (5) Relative sensitivity factor of the B-A gauge for water, R_{water} , to nitrogen, is approximately 1.3.

Thus, we can estimate as follows:

From line A and line B in Fig. 8,

the pressure of water in case A, $P_{\text{water,case A}}^*(t)$ is

$$P_{\text{water,case A}}^*(t) \approx 2.1 \times 10^{-6} / t \text{ (Torr)} \\ \text{for } (45 < t < 10^4),$$

the pressure of water in case B, $P_{\text{water,case B}}^*(t)$ is

$$P_{\text{water,case B}}^*(t) \approx 9.0 \times 10^{-7} / t \text{ (Torr)} \\ \text{for } (45 < t < 10^4)$$

using $P_{\text{water,case A}}^*(t)$, $P_{\text{water,case B}}^*(t)$, R_{water} and $S_{\text{cm}}(\text{H}_2\text{O})$.

The outgassing rate of water in case A, $Q_{\text{water,case A}}(t)$, is

$$Q_{\text{water,case A}}(t) = P_{\text{water,case A}}^*(t) S_{\text{cm}}(\text{H}_2\text{O}) / R_{\text{water}} \\ \approx 3.1 \times 10^{-4} / t \text{ (Torr } \angle / \text{ s)} \\ \text{for } (45 < t < 10^4),$$

the outgassing rate of water in case B, $Q_{\text{water,case B}}(t)$, is

$$Q_{\text{water,case B}}(t) = P_{\text{water,case B}}^*(t) S_{\text{cm}}(\text{H}_2\text{O}) / R_{\text{water}} \\ \approx 1.3 \times 10^{-4} / t \text{ (Torr } \angle / \text{ s)} \\ \text{for } (45 < t < 10^4)$$

using $Q_{\text{water,case A}}(t)$ and $Q_{\text{water,case B}}(t)$.

The difference of the amount of water between case A and case B, ΔN_{water} , is

$$\Delta N_{\text{water}} \approx \int_{45}^{10^4} [Q_{\text{water,case A}}(t) - Q_{\text{water,case B}}(t)] dt \\ \approx 9.7 \times 10^{-4} \text{ (Torr } \angle \text{)}.$$

Therefore, the difference of the amount of water adsorbed on the chamber wall between case A and case B is approximately 160 ppb of atmospheric vent-gas in the chamber ($760 \text{ Torr} \times 8 \angle$). This value is consistent with the performance of each trap when it is assumed that most of water content of vent gas is adsorbed on the chamber wall. This is because the moisture trap can reduce the H_2O content of vent-gas from 10 ppm to approximately 200 ppb after 2 h of operation and the MonoTorr can reduce the H_2O content to a few ppb after 2 h operation, which is our experimental condition.

V. CONCLUSIONS

The characteristics of the pump-down process in an aluminum UHV system were analyzed. A quantitative relation between the water adsorption on the chamber wall and the water content of vent-gas was discussed. The following is a summary of the results:

- (a) In the aluminum UHV system using super-dry nitrogen in venting, first the pressure is proportional to $\exp(-St/V)$ from 760 Torr, then proportional to t^{-1} . V , S , and t are the chamber volume, the pumping speed and the pumping time, respectively.
- (b) The changing point of time dependence from $\exp(-St/V)$ to t^{-1} depends on the amount of water content of vent gas in the chamber.
- (c) If the desorption gas of the gauge and the roughing pump line can be neglected and the pumping line can change from the roughing pump line to the main pump line instantaneously, the changing point of time dependence from $\exp(-St/V)$ to t^{-1} is estimated at approximately 4×10^{-8} Torr at 45 s in case A, approximately 2×10^{-8} Torr at 45 s in case B.
- (d) Under reasonable assumptions, the difference of the amount of water adsorbed on the chamber wall between when only the moisture trap is used (case A) and when both the moisture trap and the MonoTorr are used (case B) is approximately 160 ppb of atmospheric vent gas in the chamber; this value is consistent with the specifications of each trap.
- (e) Using super-pure nitrogen in venting, the pressure is proportional to t^{-1} down to 1×10^{-10} Torr.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank Dr. Kanazawa in KEK for valuable suggestions. The authors greatly appreciate the support

of this work by Edwards High Vacuum International and Anelva Corporation. Finally, they would like to thank Mr. Ron Paitich of Terranova Scientific, Inc. for corrections to this manuscript.

¹H. Ishimaru, K. Itoh, T. Ishigaki, and M. Furutate, *J. Vac. Sci. Technol. A* **10**, 547 (1992).

²K. Takahasi and M. Edamura, *Shinku* **36**, 152 (1993) (in Japanese).

³M. Kato, Y. Ishihara, and S. Koshiba, *Shinku* **35**, 237 (1992) (in Japanese).

⁴H. Ishimaru, *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**, 2439 (1989).

⁵M. Miki, Y. Tanaka, Y. Yamaguchi, T. Ishizawa, and A. Yamamura, 2nd Int. Symp. on MB, p. 183. T. Higuchi, University of Tokyo, Japan (1990).

⁶T. Kikuchi, N. Ohsako, and Y. Hayashi, *Vacuum* **41**, 160 (1990).

⁷J. L. Briesacher, M. Nakamura, and T. Ohmi, *J. Electrochem. Soc.* **138**, 12 (1991).

⁸K. Itoh, K. Waragaki, H. Komuro, T. Ishigaki, and H. Ishimaru, *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 2836 (1990).

⁹J. L. Briesacher, OSK Semiconductor Seminar, Tokyo 1992.

付録 C

Fundamental test and design of turbomolecular pump with water trap using high T_c superconductor magnetic bearing

S Yagyu, I Fujishima and M Miki*, KUBOTA Corp, 1-1, Hama, 1-chome, Amagasaki-city, Hyogo, Japan, and
*Nippon Ferrofluidics Corp, 1-3-5, Makuharihongo, Hanamigawa-ku, Chiba, Japan

A high T_c superconductor magnetic bearing (High- T_c -MB) system was applied to a turbomolecular pump (TMP) with water trap. This system is an all passive magnetic suspension. A TMP of 250 l s^{-1} class was reconstructed for High- T_c -MB and its stiffness, damping coefficient, and power consumption were investigated. From the experiment, two major problems were found in utilizing High- T_c -MB at 77 K for TMPs. First, the stiffness was not strong enough for TMPs to set orientation free. The second problem was heat generation in the high T_c superconductor at high speed rotation. To resolve these problems, a Gifford-McMahon refrigerator which cooled the superconductor to below 77 K was employed. The superconductor was cooled down at 40 K and its improved stiffness was observed. This paper describes the test results of the High- T_c -MB system. Further, a desirable design of the turbomolecular pump with water trap using High- T_c -MB is discussed.

Introduction

Magnetic bearing turbomolecular pumps (MB-TMPs) are widely used in vacuum experiments. MB-TMP has good characteristics: hydrocarbon free; very small vibration; maintenance free; etc.¹ However, it has two major disadvantages. First, the pumping speed for water is much smaller than that of cryopumps. The second disadvantage is it needs an expensive power supply and controller for magnetic bearings.

From that situation, we planned to develop a turbomolecular pump (TMP) with water trap using a high T_c superconductor magnetic bearing (High- T_c -MB). In recent years, measurements of levitation force between a permanent magnet and a high T_c superconductor (YBaCuO bulk) and experiments with High- T_c -MB have been carried out by many researchers^{2,3}. TMPs with water trap using High- T_c -MB are expected to have a higher pumping speed for water just as cryopumps and have no power supply and controller for magnetic bearings because this magnetic bearing system is all passive. Moreover, a refrigerator can be used for cooling of both a water trap and a high T_c superconductor.

For this purpose, a suitable High- T_c -MB system for TMPs with water trap was designed. A TMP of the 250 l s^{-1} class was reconstructed as a test apparatus for experiments of High- T_c -MB.

In this paper, the design and test results are described. Moreover, some points to improve this High- T_c -MB system are discussed.

High- T_c -MB system for TMP

The magnetic bearing system using a high T_c superconductor was developed and the principle is shown in Figure 1. It has three

special features to realize the High- T_c -MB system for TMP with water trap.

First, the system consists of a bulk of high T_c superconductor and some permanent magnets. The rotor of TMP is supported by two passive magnetic bearings using permanent magnets in the radial direction and one magnetic bearing using a high T_c superconductor and a permanent magnet in the axial direction. The second feature is it has passive radial damping devices which are similar to those of a one-axis active magnetic bearing⁴. Then the rotor supported by this system can be stably rotated at high speed over the resonant speed. The third feature is it has a holding device to set the rotor at the exact field cooling distance. When a high T_c superconductor is just cooled below its transition temperature, the rotor has been held radially at the definite position by

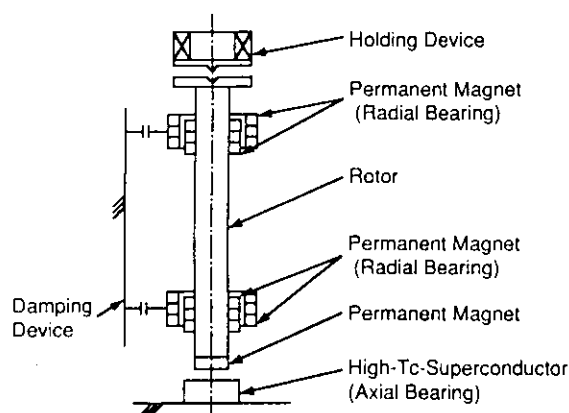


Figure 1. High- T_c -MB system.

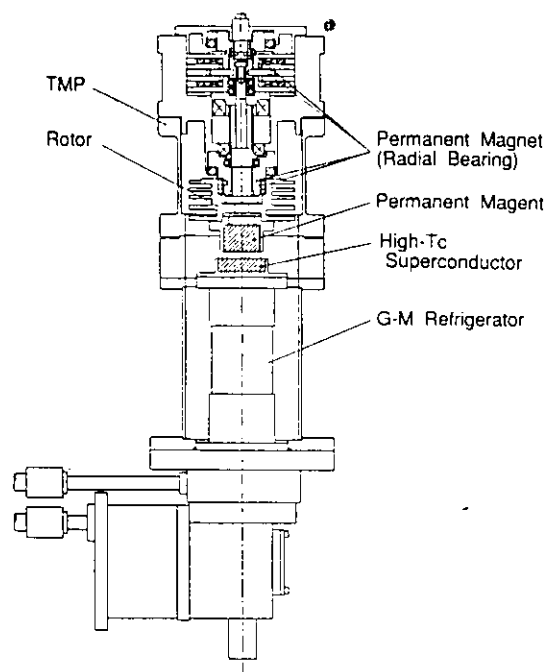


Figure 2. Experimental apparatus for High- T_c -MB.

the passive radial magnetic bearings and axially by the device which pulls it against the unstable axial force due to the radial magnetic bearings. After the superconductor is cooled below transition temperature, it is released from the device and levitates at the definite position where the axial levitation force due to the high T_c superconductor is equal to the axial unstable force due to the passive radial magnetic bearings. Therefore, the position of the rotor is precisely controlled and the rotor can be safely rotated.

This High- T_c -MB system was installed in the test apparatus shown in Figure 2. A high T_c superconductor in the system is cooled by a Gifford-McMahon (G-M) refrigerator. Since the water trap is set near the superconductor, the refrigerator can be used efficiently to cool both of these.

A TMP with water trap using this High- T_c -MB system is shown schematically in Figure 3.

Experiment and results

Stiffness of levitation force. The apparatus to measure the levitation force at various gaps between the high T_c superconductor and the permanent magnet is shown in Figure 4. The levitation force between them was measured by a load cell and the gap was measured by displacement of a vertical stage. The high T_c superconductor (YBaCuO bulk) made by Nippon Steel Corporation⁵ was 44 mm in diameter and 12.5 mm thickness. It was cooled directly by liquid nitrogen at 77 K. Two sizes of sintered Nd-Fe-B permanent magnets, whose diameter was 34 mm and thicknesses were 10 and 25 mm, respectively, were used. Their surface magnetic flux densities were 0.28 and 0.45 T, respectively.

The stiffness of the levitation force due to the superconductor was calculated from these measurements. Figure 5 shows it at various field cooling distances for two magnets.

Axial unstable force of radial magnetic bearings. The axial force acting on the rotor was measured by the same apparatus shown

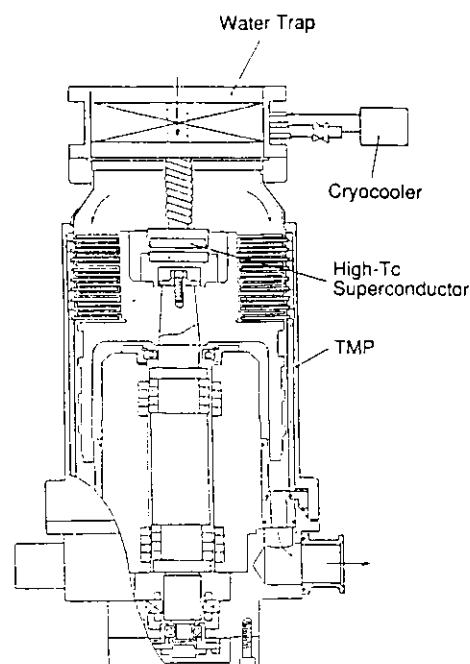


Figure 3. Schematic design of High- T_c -MB turbomolecular pump with water trap.

in Figure 4. The axial unstable force due to permanent magnets of passive radial magnetic bearings in the system is shown in Figure 6. The levitation force of the superconductor should be balanced to this unstable force.

Stiffness and damping coefficient of High- T_c -MB. As shown in Figure 5, since the stiffness of the levitation force due to the high T_c superconductor at 77 K is much smaller than expected, we cooled down the superconductor below 77 K to gain an expected

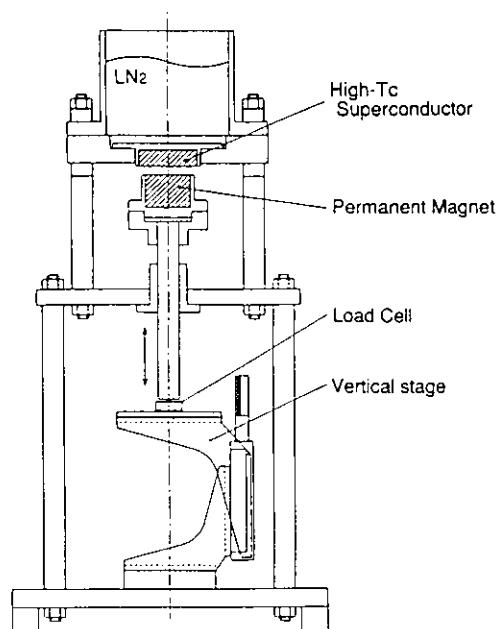


Figure 4. Apparatus for levitation force measurement.

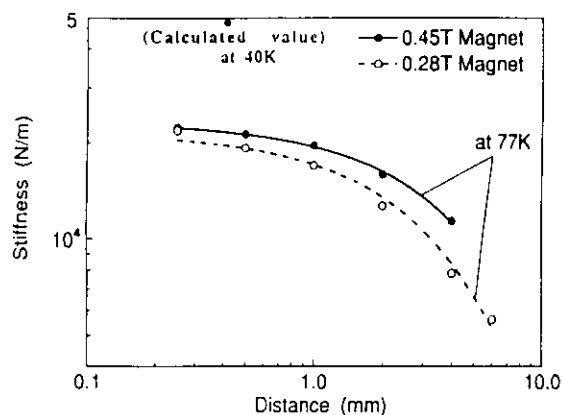


Figure 5. Stiffness of levitation force at various field cooling distances.

increase in stiffness. Figure 7 shows an axial motion of the rotor which was successfully suspended by this High- T_c -MB at 40 K. The mass of the rotor was 0.8 kg.

The net stiffness and the damping coefficient of this High- T_c -MB system was calculated from the impulse response of the rotor. They were $3.2 \times 10^4 \text{ N m}^{-1}$ and 0.04, respectively. Further, the stiffness of the levitation force due to the superconductor at 40 K was calculated from adding the stiffness of the unstable force in Figure 6 and the net stiffness. It was $4.7 \times 10^4 \text{ N m}^{-1}$ and is plotted in Figure 5.

Rotational test. The rotational test of this system has been carried out. Since high speed rotation was suspected to cause heat generation in the superconductor, the measurement for the power consumption of the refrigerator at high speed rotation was planned. However, since the system was operated at relatively low speed, the temperature rise in the superconductor was not found in this condition.

Discussion

In this experiment, we have found the stiffness of the levitation force due to the high T_c superconductor at 77 K is not strong enough to realize our design of High- T_c -MB. In other words, it cannot overcome the axial unstable stiffness due to all permanent magnets of radial passive magnetic bearings. Since the critical

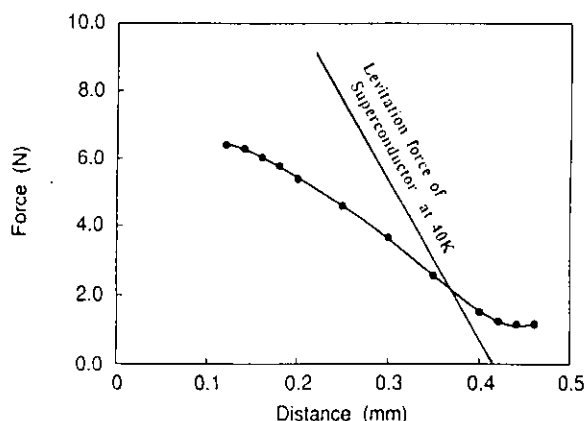


Figure 6. Axial unstable force of radial magnetic bearings.

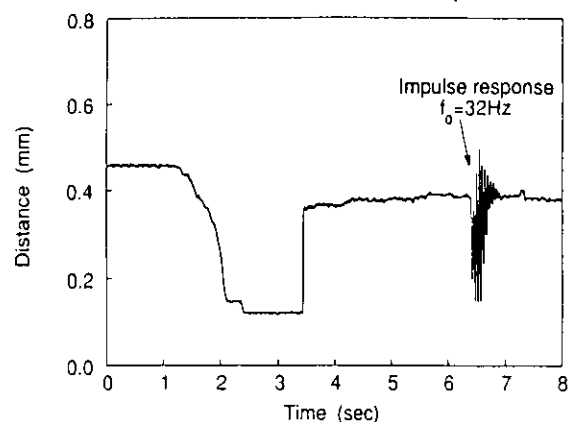


Figure 7. Axial motion for the rotor suspended by High- T_c -MB.

current density (J_c) of the superconductor at 40 K was expected to become larger than that at 77 K, the G-M refrigerator was employed to cool it down. The stiffness at 40 K is supposed to be about twice that at 77 K. However, it is still not high enough to realize our design goal of High- T_c -MB for TMP. From our experience of the MB-TMP design, the resonant frequency of a rotor due to a magnetic suspension must be at least 35 Hz in all directions. Therefore, when the mass of the rotor is 0.8 kg, the radial stiffness (K_r) is required to be $4 \times 10^4 \text{ N m}^{-1}$. Since the axial unstable stiffness (K_u) is twice the radial stiffness, the stiffness of the axial levitation force is required to be $1.2 \times 10^5 \text{ N m}^{-1}$ (K_u + net axial stiffness).

From the above result, the required stiffness of the levitation force due to a high T_c superconductor must be two or three times stronger than that of the experimental value at 40 K. This value could be realized after further development of high T_c superconductors.

Conclusion

From the fundamental test, our High- T_c -MB system has successfully operated at 40 K, though its performance is not good enough to apply it to a TMP with water trap. TMPs with water trap are available already though not with High- T_c -MBs. The authors believe that TMPs with water trap can be built using High- T_c -MB systems which are capable of all passive magnetic suspension.

Acknowledgement

The authors wish to thank Nippon Steel Corporation for providing a high T_c superconductor (YBaCuO bulk) for our study.

References

- ¹ K Narushima and H Ishimaru, KEK Report No 11 (1984).
- ² F C Moon, P-Z Chang, H Hojaji, A Barkatt and A N Thorpe, *Japan J Appl Phys*, **29**, 1257 (1990).
- ³ T Yotsuya, M Shibayama and R Takahata, *Adv Cryogenic Engng*, **37A**, 519 (1992).
- ⁴ M Miki, Y Tanaka, Y Yamaguchi, T Ishizawa and A Yamamura, *2nd Int Symp on MB*, p 183. T Higuchi, University of Tokyo, Japan (1990).
- ⁵ K Miyamoto, M Morita, M Tanaka, S Takebayashi, K Kimura, M Kimura and K Sawano, *Proc 3rd Int Symp Superconductivity*, p 727. Int Superconductivity Tech Center, Tokyo, Japan (1990).

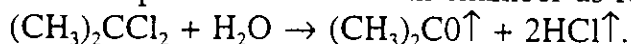
WATER IN VACUUM/CLEANING/FAST PUMP-DOWN PROCESS

Hajime Ishimaru and Masaharu Miki
 KEK/National Laboratory for High Energy Physics
 1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305 Japan

If the vacuum chamber with condition of ultrahigh vacuum was exposed to atmosphere, the water contained in atmosphere adsorbs immediately on the chamber's surface. The adsorbed water causes the problem of long pumping times to restore ultrahigh vacuum. To make clear followings: 1) Reduce adsorption and desorption for the material's surface, 2) Remove adsorbed water-using chemical reactions instead of baking, 3) Demonstrate extremely fast pump-down using super-dry nitrogen vent, 4) Demonstrate exact exponential $-(S/V)t$ pump-down from atmosphere to 10^{-5} Torr range, 5) Found a new elementary pump-down process, pressure proportional to pumping time t^2 , 6) Show the pump-down time depends on water content of vent nitrogen.

To minimize adsorption and desorption of water on the chamber wall, Ex-mirror finished on 99.99% high purity aluminum/aluminum alloy clad is used for vacuum chamber. After baking at 150°C for 24 hours, thermal outgassing rate was the order of 10^{-14} Torr l/s cm^2 . In the thermal desorption for mirror finished aluminum, the total amount of gas desorbed from the ordinary aluminum alloy surface was much larger than that of mirror finished surface.

Removing adsorbed water by chemical treatment, based on the decomposition and dissociation of O-H bond of the adsorbed water was examined. The dichloro-propane introduced and exposed to the vacuum chamber as following reaction:



The reactive products are acetone and chlorine-acid.

The extremely fast pump-down system consists of the main chamber with EX-mirror finished using high purity aluminum, roughing turbomolecular pump, main cryopump, S-P and B-A gauges, and super-dry nitrogen vent-gas line. Experiments were done after achieving 10^{-11} Torr range following baking (not yet: chemical reaction).

We make clear followings: 1) In the best aluminum ultrahigh vacuum system using super-dry nitrogen in venting, the pressure is proportional to exact exponential $-(S/V)t = \exp^{-4.0t}$ from 10^{-3} Torr range to less than 1×10^{-5} Torr, as a text book data. The effective pumping speed for nitrogen is 40 l/s and the total chamber volume is about 10 liters. 2) The changing point of time dependence from exponential to t^{-1} depends on the amount of water content of vent-gas in the chamber. The amount of water content is about 200 ppb in super-dry nitrogen, nearly corresponding adsorbed water 10^{-3} Torr-l. 3) New elementary pump-down process, pressure proportional to approximately t^2 , was found between exponential pumping $\exp^{-(s/v)t}$ and surface pumping t^{-1} . This process means fine

leak from many complicated structures like a micro-pores on chamber wall as a viscous flow. 4) The pressure reached 1×10^{-7} Torr from atmospheric pressure (760 Torr) in only 80 seconds, 1×10^{-8} Torr in 150 seconds, 1×10^{-9} Torr in 1×10^3 seconds, and 1×10^{-10} Torr in 10^4 seconds with super-dry vent-gas using series of the moisture trap and Mono Torr. The changing point of time dependence from $\exp^{-(S/v)t}$ to t^{-1} is between 10^{-6} Torr range and 10^{-8} Torr range. The changing point of time dependence from t^{-1} to $t^{-0.5}$ is approximately 2×10^{-10} Torr. 5) The dichloro-propane gas exposed as a chemical reaction instead of baking in vacuum chamber at a temperature of $50^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$ and pressure from 40 Torr to 10^{-2} Torr particularly shortens the pumping time from 1/4 to 1/500 th of the time required without chemical treatment to obtain less than 10^{-8} Torr.

1. H. Ishimaru, K. Itoh, T. Ishigaki, and M. Furutate, "Fast pump-down aluminum ultrahigh vacuum system," J. Vac. Sci. Technol., A10, No. 3, May/Jun (1992) 547.
2. K. Tatenuma, T. Momose, and H. Ishimaru: "Quick acquisition of clean ultrahigh vacuum by chemical process technology," J. Vac. Sci. Technol., A11, No. 4, Jul/Aug (1993) 1719.
3. M. Miki, K. Itoh, N. Enomoto, and H. Ishimaru, "Characteristics of extremely fast pump-down process in an aluminum ultrahigh vacuum system," to be published J. Vac. Sci. Technol., A12, No. 4, Jul/Aug (1994).
4. M. Miki, and H. Ishimaru, "Vacuum process of extremely slow leak from fine complicated structures in chamber surfaces," to be submitted with National Symposium of the American Vacuum Society, (1994).

謝 辞

主任指導教官として研究テーマの設定や研究内容について終始適切な助言とご指導をいただいた総合研究大学院大学数物科学研究科加速器科学専攻 石丸 肇教授に慎んで感謝の意を表します。

本研究全般にわたり、有益な助言をいただいた高エネルギー物理学研究所加速器研究部の金澤 健一助教授に深く感謝の意を表します。

筆者の総合研究大学院大学の研究活動に関して理解と助力をいただいた日本フェローフレイディクス社、エドワーズ社、サエス・ゲッターズ社、SMC社、アネルバ社の方々に深くお礼申し上げます。

最後に、本研究を遂行するにあたり、適切な助言および助力をいただいた高エネルギー物理学研究所加速器第二研究系 真空グループの方々に感謝いたします。

審査委員

所 属	氏 名
総合研究大学院大学 加速器科学	黒川 真一 教授（主査）
総合研究大学院大学 加速器科学	木村 嘉孝 教授
総合研究大学院大学 加速器科学	高田 耕治 教授
総合研究大学院大学 加速器科学	小林 正典 教授
総合研究大学院大学 加速器科学	石丸 肇 教授（主任指導教官）
東北大学 工学部電子工学科	大見 忠弘 教授
高エネルギー物理学研究所 加速器	水野 元 助教授
高エネルギー物理学研究所 加速器	金澤 健一 助教授

上記審査委員の方々の様々なご意見が、本論文をまとめるにあたり非常に参考になりました。
ここに、深く感謝の意を表します。