

R1448

## SUS 表面の水分(水素)量の加熱温度依存性評価

## Evaluation of dependence on heat temperature of amount of adsorbed water (hydrogen) on stainless steel surface by ERDA

松尾 智仁<sup>a</sup>, 光原 圭<sup>b</sup>, 山本 安一<sup>b</sup>  
Tomohito Matsuo<sup>a</sup>, Kei Mitsuhara<sup>b</sup>, Yasukazu Yamamoto<sup>b</sup><sup>a</sup>東京エレクトロン株式会社, <sup>b</sup>立命館大学 SR センター  
<sup>a</sup>Tokyo Electron Limited, <sup>b</sup>The SR Center, Ritsumeikan University

SUS の表面には微量な水分が吸着しており、この水分は真空引き時間などに影響する。加熱による SUS 上の吸着水分の除去効果を検討する為、Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)を用いて水素量の加熱温度依存性を調べた。その結果、最表面の水素は 60°Cで急激に減少はするが、400°Cでも完全には除去できなかった。400°C加熱後の残留水素は冷却後に再吸着した可能性がある。バルクの水素は 400°Cでなくなったことから、バルクの水素を除去するには少なくとも 300°C以上で加熱する必要がある。

Trace water adsorbs in a stainless steel chamber and affects evacuation time. We investigated the dependence of amount of hydrogen on stainless steel on heating temperature by Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA) to evaluate thermal effects for adsorbed water removal. As the result, the outermost hydrogen greatly decreased at 60 °C and remained slightly at 400 °C. Residual water after heating at 400 °C may be re-adsorbed after cooling. Hydrogen in bulk remained at 300 °C and was removed at 400 °C. Therefore heating at more than 300 °C is needed to completely remove water.

**Keywords:** stainless steel, water, hydrogen, ERDA

**背景と研究目的:** 半導体業界において、水は真空引き時間の遅延や異常放電、金属の腐食などを引き起こす。これらの問題に対処するためには水の挙動を把握することが重要となる。

SUS には微量な水分が吸着しており、真空引き時間などに影響を与える。この吸着水分の除去手法の一つに加熱(ベーキング)がある。昇温脱離ガス分析法(Thermal Desorption Spectroscopy: TDS)を用いれば、加熱による脱離水分は測定できるが、加熱後にどの程度水分が残っているかは明らかではない。金属上の微量水分を分析した例としては高萩ら<sup>[1]</sup>や石原ら<sup>[2]</sup>が行ったものがあるが、加熱による水分の除去については詳細には検討されていない。

本研究では加熱による SUS 上の水分の挙動を把握することを目的とし、ERDAでの加熱前後の SUS 上の水素量の測定から、加熱による SUS の吸着水分への効果を検討した。

**実験:** 各温度で加熱後、ERDAで水素量を測定した。加熱温度及び加熱時間は下記に記

す。実験時間の都合で60°Cと100°Cのみ二回測定を行った。

加熱温度: 60, 100, 200, 300, 400°C

加熱時間: 30 min

**結果、および、考察:**

Fig.1 に加熱前の SUS 上の水素の ERDA 測定結果を示す。加熱前は2つのピークが得られた。このとき高エネルギー側のピークが最表面、低エネルギー側のピークが表面下 10 nm 程度の水素である。このことから SUS 上は表面だけでなくバルクにも水分が吸着していると考えられる。

次に、各温度での加熱後の測定結果から求めた水素量を Fig.2 に示す。60°C, 100°Cについては二回測定を行った。まず 60°Cで水素量が急激に減少した。これは表面に付着していた水や有機物が脱離した事に起因すると考えられる。次に 100、200°Cの加熱では水素の量は 60°Cと変わらず一定量であった。これらの温度ではバルクからでてくる水素量と表面から脱離する水素量が平衡状態になっている可能性がある。400°C加熱ではバルクの水素はな

くなり、表面も 200°Cより減少した。300°Cではバルクの水素が残っていることから、バルクの水素を除去するには少なくとも 300°C以上で加熱する必要がある。表面の水素はサンプルの冷却後に再吸着した可能性がある。

この結果から、バルクの水素を完全に除去するには 300 度以上の加熱が必要であり、表面の水素は 400°Cで加熱しても除去できないと考えられる。

今後は TDS 等も行い、加熱による SUS 上水分の挙動を解明する。

文 献

[1] T. Takahagi, H. Sakaue and S. Shingubara: J. Appl. Phys. 40 (2001) 6198.  
 [2] Y. Ishihara, T. Ohmi, K. Kawada: J. Vac. Soc. Jpn. 53(2010) 527

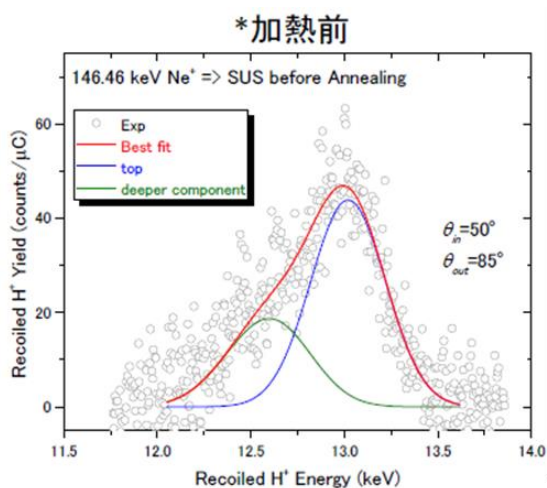


Fig. 1. 加熱前の SUS 上の水素量測定結果

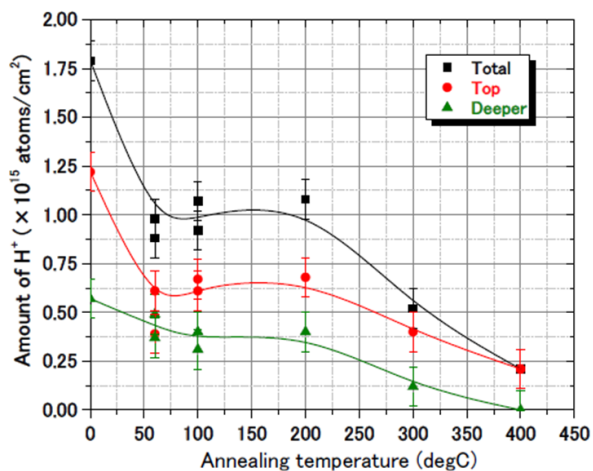


Fig. 2. 加熱温度による水素量の変化