

R1527

ERDA による SUS 表面の水分(水素)量の加熱温度依存性評価その 2

Evaluation of dependence on annealing temperature of amount of adsorbed water (hydrogen) on stainless steel surface by ERDA part 2

松尾 智仁^a, 光原 圭^b, 山本 安一^b
Tomohito Matsuo^a, Kei Mitsuhara^b, Yasukazu Yamamoto^b

^a東京エレクトロン株式会社, ^b立命館大学 SR センター
^aTokyo Electron Limited, ^bThe SR Center, Ritsumeikan University

SUS 上の吸着水分を効率よく除去する為に、ベーキング(加熱)の効果を ERDA を用いて検討した。60℃加熱の時間依存性について検討した結果、加熱後の残留水素は 30 分と 60 分で大きな違いは見られなかった。低温での加熱は短時間では大きな効果は得られないことがわかった。

We investigated water removal effects of baking by Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA) to efficiently remove adsorbed water on stainless steel. We evaluated the dependence on baking time at 60 deg. C of amount of hydrogen on stainless steel surface. As the result, residual adsorbed water after baking for 30 and 60 minutes are almost the same. Low temperature baking for a short time has almost no effect.

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原因となる。これらの水による問題に対処するためには水の挙動を知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ベーキング(加熱)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¹⁾や石原ら²⁾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: 前回の実験で加熱温度依存性を検討し、60℃の加熱で SUS 上の吸着水素が脱離することが分かった。60℃の加熱の効果を更に検討するため、本実験では加熱温度を 60℃として、加熱時間を変えて加熱前後の水素量の変化を調べた。ERDA で条件毎に加熱前後の

水素量を測定した。加熱時間は15, 30, 60分の3条件とした。

結果、および、考察: 加熱前の水素量の測定結果を Table. 1 に示す。top が最表面、deep が表面下 1 nm 程度の水素量である。加熱前の吸着水素量は top、deep 共にサンプルによって異なる。サンプルは全て同じ SUS316L に EP 処理したものであるが、EP 処理の精度にはばらつきがあるといわれており、このばらつきによる僅かな表面の差が、吸着水素量の差となっていると考えられる。

次に、加熱時間依存性のグラフを Figure 1 に示す。サンプルにより加熱前の水素量が異なる為、各サンプルの加熱前の水素量で規格化した。30 分の加熱で 10~15%程水素量が減り、60 分は 30 分とほぼ同じ結果だった。60℃の加熱は表面近傍の水素を一定量除去する効果はあるが、バルクの水素を完全に除去するには 60 分程度では不十分だったため、バルクの水素が表面に出てくる影響で 30 分と 60 分に大きな差がなかったと考えられる。

400℃加熱であれば 30 分でほぼ水素を除去できることから、短時間の加熱で水素(水分)を除去するためには温度を上げる方が効果的である。

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

Table 1. 加熱前の SUS 上の水素量測定結果

sample	total	top	deep
A	4.68	2.71	1.97
B	7.41	4.52	2.88
C	8.56	5.53	2.99

unit: $\times 10^{14} \text{ H}^+/\text{cm}^2$

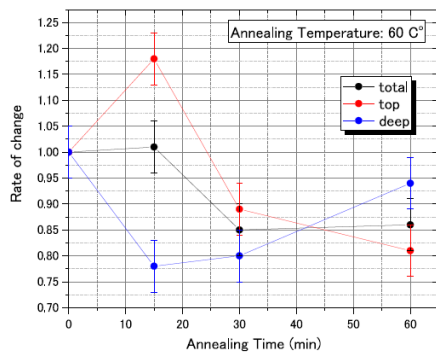


Figure 1. 加熱時間による水素量の変化