粗引真空過程における油の逆流防止について (第3報)*

堤 芳 紹**

(受理1995年12月1日, 掲載決定1996年3月2日)

Prevention of Oil Vapor Backstreaming in
Vacuum System by Gas Purge Method

Yoshitsugu TSUTSUMI**

(Mechanical Engineering Research Laboratory, Hitachi, Ltd., Tsuchiura, Ibaraki)

(Received December 1, 1995, Accepted March 2, 1996)

1. 緒 言

半導体製造の分野では素子の高集積化に伴い要求される装置内の清浄さが厳しいものとなってきた。そのため油の逆流のほとんど無いドライ真空ポンプが多用されるようになってきた。しかし価格や堅牢さ等の面から油回転ポンプ(ロータリーポンプ)も依然として用いられている。ロータリーポンプは到達圧力付近でポンプの油がポンプの吸込口へ逆流すると言う問題点があり¹⁾, 油の逆流を抑えるには, ポンプの吸込口で流れが粘性流領域に入る条件でポンプを使えばよい。そこで Santeler はポンプの吸込口の圧力が粘性流領域となるようにガスバージすることを提案した²⁾。この条件でポンプを使うと, バージガスの量は多くなり, 所要の圧力を得ることが出来なくなってしまうことが多い。筆者らは従来効果が無いとされていた中間流領域でも微量のガスバージを行えば油の逆流が効果的に抑えられることを見出し報告した³⁾。前報告⁴⁾では, バージガスの流量を減らして配管の中の油の逆流の様子を測定し, 油の逆流が抑えられる現象の解析を試みた。前報では⁴⁾, 気体の流れに注目し解析を行い, 現象をある程度説明出来た。本報告では, 前回の解析とは異なる気体の温度と言う観点からこの現象を解明しようと試みたので報告する。

2. 実験結果及びその検討

実験装置の構成は前報^{3,4)}に述べたので, ここでは実験結果とその検討を行う。Fig. 1 は逆流した油のマススペクトルである。縦軸は四重極質量分析器(Quadrupole Mass Analyzer; QMA)の信号強度で, 横軸は m/e である。実験に用いたロータリーポンプの動作油は鉱物系の Edwards の No. 15 である。この油は文献⁵⁾に拠ると分子量は 490 である。QMA による測定では $m/e=300$ まで測定を行ったが, $m/e=131$ 程度までのピークしか得られなかった。これは QMA のイオン化部での量子衝撃によるフラグメンテーションと QMA 中の透過率が高 m/e 側に比べ低 m/e 側で低下するマスディスクリミネーションのためかと思われる。同様の現象が文献⁶⁾に述べられている。また Fig. 1 の分析結果から, 逆流した油は直鎖状の飽和炭化水素 (C_nH_{2n+1}) がその成分の殆どであると考えられ, 文献⁷⁾と一致する。逆流した油は概ね元の油と同じ成分である。このことから逆流した油も元の油と同じ物性を持っていると考えることが出来る。

Baker らによると, ポンプのベーン部分では極圧潤滑状態になり 75°C 程度の高温になっていることが示唆されている^{1,8)}。この温度の時の油の蒸気圧は文献⁵⁾に示されて居る 50°C の時の値と 100°C の時の値から内挿すると $2.02 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ($1.52 \times 10^{-3} \text{ Torr}$) である。この時の残留ガスの主成分である水 ($m/e=18$) の分圧を仮に QMA のイオン化部でのイオン化率の差やマスディスク

* 1995年7月15日, 第36回真空に関する連合講演会で発表

** 株式会社日立製作所機械研究所 (〒300 土浦市神立町502番地)

Fig. 1 Mass Spectrum of a Residual Gas in Chamber evacuated by Rotary Pump.

リミネーションを無視して考えると、水と油の分圧の比は2対1となる。これにより全圧を考えると、 $6.06 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ($4.56 \times 10^{-3} \text{ Torr}$) となりロータリポンプでチャンバを真空排気した本実験の場合の到達圧力である $6.65 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ($5 \times 10^{-3} \text{ Torr}$) と近い値になる。このことは油の温度に注目することの重要性を示唆している。このことと次に述べることは、微小流量ガスバージ ($8.45 \times 10^{-5} \sim 1.69 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$; $0.05 \sim 1 \text{ SCCM}$ 程度) で油の逆流が防止される機構を解明する手掛かりを与えるものと考えられる。

微量のガスバージを行うと、ガスバージの初期には、ピラニ真空計の値が到達圧力である $6.65 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ($5 \times 10^{-3} \text{ Torr}$) より1目盛程度低い値 $5.53 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ ($4 \times 10^{-3} \text{ Torr}$) を示すことが観測される。この原因として当初バージガスが断熱膨張を起こしチャンパの中に拡散して行くことによると考えた。しかしこの拡散によりフィラメントの周囲の気体の温度が低下することになれば、圧力を測定しているピラニ真空計の動作原理を考えると、フィラメントからの熱の流出が大きくなることになり、このことは指示圧力が高くなることに相当し、観測される現象に合致しない。ピラニ真空計のフィラメントからの熱の流出が少なくなる現象が発生していなくてはならない。次のような機構を考えると、この現象の説明が出来る。

(1)バージしたガスと逆流した油の混合が起こる。(2)この混合により油の温度が低下する。(3)そのため油の蒸気圧が低くなる。(4)これにより凝縮した油が壁面或いはピラニ真空計のフィラメントに付着する。(5)フィラメントに付着した液体の油によりピラニ真空計のフィラメントから奪われる熱が少なくなる。このような現象が起こっているとすると、壁面に油が付着していくため気相の油

Fig. 2 Mass Spectrum of a Residual Gas in Chamber evacuated by Rotary Pump with Gas Purge ($1.69 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$).

蒸気は減少すると考えられる。以下に更に検討を進める。

バージガスとして窒素 (N_2) の場合を考える。真空中に小孔を通して大気圧程度の圧力の気体がバージされるので、一種のフリージェットが形成される。しかし完全なフリージェットが形成される訳ではないので、バージガスの温度は文献⁹⁾に拠り計算される約四十 K までは低下しないと考えて、室温約 20°C との算術平均の -10°C と仮定する。混合前後の系の熱について以下のように考える。但し混合後の条件として、Fig. 2 にマスペクトルを示すような流量が $1.69 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ (1SCCM) で圧力 1.33 Pa (0.01 Torr) の場合を仮定する。

$$\text{混合前: } q_1 = q_{\text{oil}} + q_{\text{N}_2} \quad (1)$$

但し、 $q_{\text{oil}} = m_{\text{oil}} C_{p_{\text{oil}}} t_{\text{oil}}$ 、 $q_{\text{N}_2} = m_{\text{N}_2} C_{p_{\text{N}_2}}} t_{\text{N}_2}$ である。

$$\text{混合後: } q_2 = (m_{\text{oil}} C_{p_{\text{oil}}} + m_{\text{N}_2} C_{p_{\text{N}_2}}) t_{\text{total}} \quad (2)$$

ここで m は質量、 C_p は定圧比熱、 t は温度、 q は熱量、添字の oil は油蒸気の状態は、 N_2 は窒素に関する状態を、total は混合後の状態を示す量であることを示す。さらに系が断熱状態にあれば、

$$q_1 = q_2 \quad (3)$$

の関係が成り立ち、最終的な系の温度が $t_{\text{total}} (^\circ\text{C})$ になるとして、 t_{total} を求めると、次のようになる。

$$t_{\text{total}} = (m_{\text{oil}} C_{p_{\text{oil}}} t_{\text{oil}} + m_{\text{N}_2} C_{p_{\text{N}_2}}} t_{\text{N}_2}) / (m_{\text{oil}} C_{p_{\text{oil}}} + m_{\text{N}_2} C_{p_{\text{N}_2}}) \quad (4)$$

ここで $t_{\text{oil}} = 75^\circ\text{C}$ 、 $t_{\text{N}_2} = -10^\circ\text{C}$ 、 $m_{\text{oil}} = 3.54 \times 10^{-3} \text{ g}$ 、 $m_{\text{N}_2} = 1.3 \times 10^{-3} \text{ g}$ とし、 $C_{p_{\text{oil}}}$ は値が不明であるが、オーダ的には文献¹⁰⁾を参照にすると、 $C_{p_{\text{N}_2}}$ と同じと考えることができるので、 $C_{p_{\text{oil}}} = C_{p_{\text{N}_2}}$ と仮定すると t が(3)式

から求められ、 $t=51.7^{\circ}\text{C}$ となる。この時の油の蒸気圧は、 $7.23 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ ($5.93 \times 10^{-4} \text{ Torr}$)となり、全圧は 1.33 Pa (0.01 Torr) なのでもはや全ての油蒸気が気相に留まらない。余剰の油はピラニ真空計のフィラメントや壁面等の固体面に凝縮し液体になる。液体がフィラメントに凝縮するためフィラメントの伝熱特性が悪くなり、見かけ上圧力が低下したようになる。バージガスが非常に微量の時にはピラニ真空計の値が1目盛程度低い値を示すことが説明できる。また油蒸気のひとつが気相から液相に凝縮するため、QMAによる残留ガス分析では検出されなくなる。以上のような機構で逆流した油蒸気が、温度が低下することで液相に凝縮しトラップされるため、実質上油の逆流が防止されたことになる。ただFig. 2では逆流した油の量はガスバージを行う前の約百分の一になっており、今回の計算では約三分の一になる。これはバージした窒素の温度を -10°C としているが、実際には更に低い温度の -19.9°C とすると、混合油の温度は 49.5°C になる。この時油の蒸気圧力は $1.5 \times 10^{-5} \text{ Torr}$ となりFig. 2のマススペクトルと対応する。バージした窒素の温度が仮定した温度より低い可能性を示唆しているものと思われる。また付記すると以上の過程により、油の逆流防止に必要なガスバージ量を算出することが出来る。

3. ま と め

微小流量のガスバージにより、ロータリポンプの油逆

流が防止される機構に関し検討を行った結果、高温のポンプ油が低温のバージガスとの混合で温度が低下し、蒸気圧が低くなった油が気相に留まれなくなり壁面等の固体壁に凝縮するためであることが判った。

謝辞

油の逆流成分のマススペクトルの検討及び機構のモデル化に関して議論いただいた元株式会社日立計測テクノロジーの三谷英介氏に感謝いたします。

【文 献】

- 1) D. A. Hockely and C. S. Bull: Vacuum, 4, 1, 40 (1954).
- 2) D. J. Santeler: J. Vac. Sci. Technol., 8, 229 (1971).
- 3) 堤 芳紹, 上田新次郎, 池川正人, 小林淳一: 真空, 32, 3, 370 (1989).
- 4) 堤 芳紹, 上田新次郎, 池川正人, 小林淳一: 真空, 37, 3, 155 (1994).
- 5) J. P. Deville, L. Holland and L. Laurenson: 3rd International Vacuum Congress, Stuttgart, 153 (1965).
- 6) M. J. Fulker: Vacuum, 18, 8, 445 (1968).
- 7) J. H. O'Hanlon: A User's Guide to Vacuum Technology 2nd Edition, Wiley Interscience, 215-216 (1988).
- 8) M. Baker, L. Holland and L. Laurenson: 3rd International Conference on Fluid Sealing Cambridge, England April 1967, C4, 45 (1967).
- 9) 手島光司: レーザ研究, 12, 11, 614 (1984).
- 10) 日本機械学会: 伝熱工学資料 (改訂第2版), 262-268 (1968).