

流量標準技術の製品への適用

Implement New Flow Standard Technology to The Products

磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

奥山 隆弘

Takahiro OKUYAMA

半導体デバイスの微細化、高集積化に伴い、ガス流量・液体材料の供給量に対する高精度化や信頼性向上への要求が高まりつつあり、流量計測・制御機器であるマスフローコントローラの高精度化、信頼性向上が必要である。京都福知山テクノロジーセンターでは、ガス流量の標準技術を確立するために、一次流量標準器の自社開発を行いISO/IEC 17025認定を取得した。そして一次流量標準器による測定とプロセスガス流量測定法との整合を進め、二次流量標準器の開発を進めている。本稿ではReadout No.47にて報告した流量標準技術の確立に関するその後について紹介する。

Higher accuracy and reliability for gas flow and liquid material supply are requested with the miniaturization and high integration of leading edge semiconductor device. To meet these requirements, at Kyoto Fukuchiyama technology center, we developed a primary flow standard equipment, and obtained the ISO/IEC 17025 accreditation. Now, we are minimalizing the deference between the calibration results against the primary flow standard and the calibration results using process gas flow measurement method. And we are developing secondary flow standard devices. In this issue, we introduce the subsequent status about our flow standard technology reported in Readout No.47.

はじめに

株式会社堀場エステックは半導体製造分野を中心とした流体計測制御機器の製造販売を行っている。半導体デバイスの微細化・高集積化に伴い、ガス・液体材料の計測制御技術の高精度化や信頼性向上への要求が高まりつつある。堀場エステックは、これらの要求に応えるために研究開発に特化した京都福知山テクノロジーセンター（Figure 1）を2013年12月に開設した。主な研究開発要素は、国家標準とトレーサブルな流量測定システムの開発および社内トレーサビリティ体系の再構築、半導体プロセス材料の流量測定、液体材料の気化装置を用いた気化試験などである。

流体計測制御機器の高精度化や信頼性向上のためには、機器の高性能化とともに、それらに付随する高精度で信頼性が高いデータの整備が重要である。

京都福知山テクノロジーセンターでは半導体材料の流量計測や気化試験ができる最新の設備を有しており、高精度で信頼性の高い試験が可能となっている。また、さらなる信

頼性向上のため、ガス流量校正についてISO/IEC 17025認定の一つであるNVLAP認定*1を取得し、液体流量校正についてもISO/IEC 17025認定取得の準備を進めている。

*1：NVLAP Lab Code 600160-0



Figure 1 Kyoto Fukuchiyama Technology Center

NVLAP認定取得

堀場エステックでは、アメリカ国立標準技術研究所 (National Institute of Standards and Technology, 以下 NIST) の認定プログラム National Voluntary Laboratory Accreditation Program (NVLAP) により、国際相互承認協定 (ILAC-MRA) 付きの認定を2017年5月1日付けで取得した。

認定取得までに次の事項を行った。

a) 認定対象とする校正方法の決定

秤量法測定システム (Gravimetric system) : SRoGSによる校正、及び実用標準器による校正を対象とした。

b) 秤量法測定システムSRoGSによる校正の妥当性確認

以下のように行った。

1) 比較に用いる機器 (Transfer Device) を決定。

今回は圧力式マスフローモジュール Criterion D500^[2] を使用する。

2) 秤量法測定システムで Transfer Device を校正し、不確かさ評価を行う。

3) Transfer Device を国家標準局 (今回は NIST) に、校正

結果とともに送付して校正してもらう。

同時に校正結果を認定機関 (NVLAP) にも送付する。

4) 2) での校正結果と国家標準局 (NIST) における校正結果から、国家標準局または認定機関にて試験所間比較とパフォーマンス評価を行う。パフォーマンス評価は ISO/IEC 17043 : 2010 附属書 B にある E_n 数 (E_n number, Equation 1 参照) で行った。

$$E_n = \frac{q_{m\text{STEC}} - q_{m\text{NIST}}}{\sqrt{U_{\text{STEC}}^2 + U_{\text{NIST}}^2 + U_{\text{TS}}^2}} \dots\dots\dots (1)$$

$q_{m\text{STEC}}$: STEC における質量流量測定結果

$q_{m\text{NIST}}$: NIST における質量流量測定結果

U_{STEC} : STEC における結果の拡張不確かさ

U_{NIST} : NIST における結果の拡張不確かさ

U_{TS} : Transfer Device に起因する拡張不確かさ

判定は以下による。

$|E_n| \leq 1$ 満足なパフォーマンス (合格 ✓)

$|E_n| > 1$ 不満足なパフォーマンス (不合格 ✗)

今回は NIST でパフォーマンス評価を行っていただいた。結果を Table 1 に示す。

Table 1 Result of the inter laboratory comparison

Flow q_m/sccm^{*2}	NIST flow / $\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$	STEC flow / $\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$	$\Delta q_m/\%$	Expanded Uncertainty			E_n number	Performance
				U_{NIST}	U_{STEC}	U_{TS}		
10.0098	0.012510	0.012511	0.001	0.025	0.04	0.03	0.02	✓
	0.012511	0.012511	-0.002	0.025	0.04	0.03	-0.04	✓
49.8439	0.062299	0.062297	-0.003	0.025	0.039	0.03	-0.05	✓
99.6523	0.124609	0.124549	-0.048	0.025	0.036	0.03	-0.91	✓
585.856	0.732445	0.73226	-0.025	0.025	0.036	0.03	-0.48	✓
10 041.1	12.5615	12.5498	-0.093	0.025	0.10	0.03	-0.87	✓
30 415.7	37.9747	38.0148	0.105	0.025	0.11	0.03	0.90	✓
50 524.3	63.0413	63.1473	0.168	0.025	0.18	0.03	0.91	✓

Table 2 Calibration and Measurement Capacity

Measured Parameter	Range	Expanded Uncertainty	Remarks
Gas Mass Flow q_m	$0.012\ 498\ \text{g}/\text{min} \leq q_m \leq 0.624\ 92\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 2}	0.08%	Dynamic Gravimetric Method ^{Note 6}
	$0.624\ 92\ \text{g}/\text{min} < q_m \leq 12.498\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 3}	0.10%	
	$12.498\ \text{g}/\text{min} < q_m \leq 37.495\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 4}	0.12%	
Gas : $\text{N}_2, \text{Ar}, \text{O}_2,$ $\text{CF}_4, \text{SF}_6,$ Air, $\text{CO}_2,$ N_2O ^{Note 1}	$37.495\ \text{g}/\text{min} < q_m \leq 62.49\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 5}	0.20%	Calibration against Working Standard ^{Note 7}
	$0.012\ 498\ \text{g}/\text{min} \leq q_m \leq 0.624\ 92\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 2}	0.12%	
	$0.624\ 92\ \text{g}/\text{min} < q_m \leq 12.498\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 3}	0.12%	
	$12.498\ \text{g}/\text{min} < q_m \leq 37.495\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 4}	0.25%	
	$37.495\ \text{g}/\text{min} < q_m \leq 62.49\ \text{g}/\text{min}$ ^{Note 5}	0.30%	

Note 1 About the other inert gases, we may be able to calibrate after technical consideration.

Note 2 For example, $10\ \text{sccm} \leq q_m \leq 500\ \text{sccm}$ for nitrogen gas (N_2),

Note 3 For example, $500\ \text{sccm} < q_m \leq 10\ \text{slm}$ for nitrogen gas (N_2),

Note 4 For example, $10\ \text{slm} < q_m \leq 30\ \text{slm}$ for nitrogen gas (N_2)

Note 5 For example, $30\ \text{slm} < q_m \leq 50\ \text{slm}$ for nitrogen gas (N_2)

where sccm is volumetric flow rate: cm^3/min converted on 0°C , $101.325\ \text{kPa}$,

slm is volumetric flow rate: $\text{l}/\text{min}(\text{dm}^3/\text{min})$ converted on 0°C , $101.325\ \text{kPa}$

Note 6 Supply pressure to Meter under test: $\leq 450\ \text{kPa}$ absolute, Temperature: $25.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

Note 7 Inlet pressure of the working standard: $250\text{-}325\ \text{kPa}$ absolute, Temperature: $25.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

- c) 実用標準器による校正、および試験所内比較
後出のCriterion Plusが開発初期段階だったので、他社製流量校正システムをSRoGSで校正してから、b)と同様にSRoGSとの比較を行った。(間接的にNISTと比較)
- d) マネジメントシステムの整備
堀場テクノサービスの事例を基に構築した。
- e) 認定の申請
以上の結果をもって、NVLAPに対し認定の申請を行った。申請時に、認定範囲Scopeに記載する校正測定能力(CMC, Calibration and Measurement Capacity 旧称最高測定能力)は、Table 1での結果に経時変化を見込んでTable 2の通り申請した。

ガス流量標準器

一次流量標準器 (Gravimetric system SRoGS)

認定取得のために開発した一次流量標準器としての秤量法測定システムSRoGSの概略構成をFigure 2に示す。基本技術は、米国HORIBA Instruments IncorporatedのReno Technology Centerで開発されたもので、京都福知山テクノロジーセンターにて製作する際に、日本の法令を遵守すること、振動影響を最小限にするために別基礎とするなど所要の変更を行った。

SRoGSにより流量計を校正する場合には、SRoGSで流量計測定を行うと同時に、試験体の出力と比較する。

測定容器にガスを封入した後、流量計を介してガスを測定容器から流出させて、その時の時間当たりの測定容器の質量減少を、電子天秤とGPS Timerで計測することにより質量流量を測定する。

実用標準器 (Working Standard)

圧力式マスフローモジュール Criterion D500^[2]の技術を用いた2機種の流量計の開発を行っている。

a) Criterion Plus

Criterion D500からバルブを除き、Flow restrictor(層流素子抵抗体。以下、リストリクタ)の上流側圧力、下流側圧力を測定する圧力トランスデューサーを高精度のものに変更し、ガス温度を測定する温度センサーも高精度のものに変更する。

質量流量の計算は、Criterion D500のように内部演算回路ではなくPC上のSCAFFOLDモジュールで行う。

この実用標準器は、製造ラインにて調整用に使用する予定で開発中である。

b) Super Criterion

上記のCriterion Plusの変更点に加え、ガス流路にも改良を加えたもので、他社製標準器に代わって工場における流量参照標準器として使用することを目標に開発中で、現在試作中である。

開発した技術の社内展開

目標とするトレーサビリティ体系の概略をFigure 3に示す。国家計量標準局に計量計測トレーサビリティの取れた秤量式社内流量計(Gravimetric system)を参照標準器とし、圧力式マスフローモジュールCriterion D500^[1]の技術を用いた流量計を実用標準器として、製品に適用できるように社内のトレーサビリティ体系の構築を行っている。

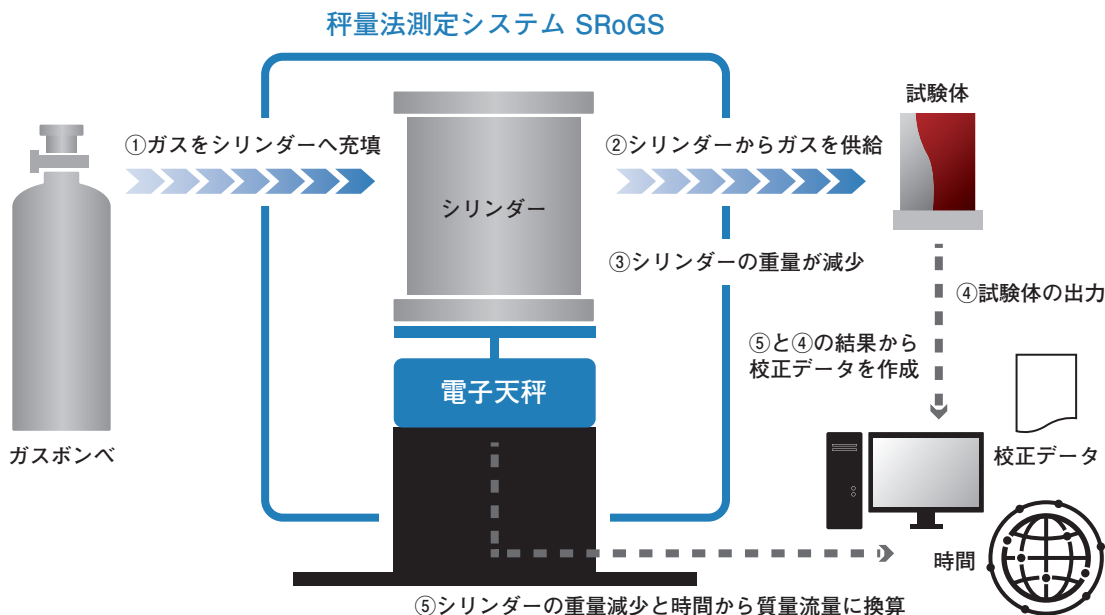


Figure 2 Gravimetric System: SRoGS



Figure 3 Target flow rate traceability system

プロセスガス流量標準化への取組み

半導体デバイスの大容量化、高性能化のために、デバイスの微細化・新材料の導入が進められている。それにつれて高度な半導体プロセス技術が要求されている。材料供給についても流量計測制御機器に対してプロセスガス流量の高精度化、高速化、高信頼性が求められている。

N₂やAirといった不活性ガスについては、流量トレーサビリティ体系は構築されている。一方、腐食性、毒性、反応性といった特性をもつプロセスガス流量に対しては、それらの特性ゆえに標準供給も相互比較も困難であり、流量トレーサビリティ体系が構築されているとはいいがたい。

マスフローコントローラメーカーはそれぞれプロセスガス流量標準器を持ち、製品であるマスフローコントローラのプロセスガス流量に関するデータを取得している。しかし、流量トレーサビリティ体系が構築されていないことによりメーカー間でプロセスガス流量が異なる場合がある。ユーザーがマスフローコントローラメーカーを変更するときには、再度プロセス条件を確定するために多くの労力を費やす場合がある。また、メーカーが取得するプロセスガス流量データの信頼性が不明といったことが起こる。このため国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センターを中心に標準化活動を行う予定である。

堀場エステックではそれに加えてプロセスガス流量測定用のRate Of Rise (ROR)System^[3]とSROGSの比較を準備中である。

おわりに

堀場エステック 京都福知山テクノロジーセンターでのガス流量標準の取組みとISO/IEC 17025認定取得の状況を紹介した。

堀場エステック創業時の社名は“スタンダードテクノロジー”である。その名はガス分析のための濃度標準技術を確立し業界の発展に貢献するおもいが込められている。流量校正機関としてISO/IEC 17025認定を維持し、確かな標準を供給することは創業時のおもいを具現化することである。

今回紹介した流量標準関連の技術を、液体流量等他の標準にも展開するとともに、堀場エステックが中心となってプロセスガス・液体流量標準技術を確立することおよび製品に展開することで業界の発展に貢献していく。

参考文献

- [1] 磯部泰弘, “流量標準技術確立の取組み”, Readout, 47, 16(2016)
- [2] 赤土和也, “最先端プロセスを支える技術 CRITERION D500シリーズ”, Readout, 43, 53(2014)
- [3] 清水哲夫, 磯部泰弘, 寺阪正訓, “株式会社 堀場エステック 京都福知山テクノロジーセンター (FTC)”, Readout, 45, 15(2015)



磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

株式会社 堀場エステック 標準技術推進室
副室長
Deputy Department Manager
Standard Technology Promotion Office
HORIBA STEC, Co., Ltd.



奥山 隆弘

Takahiro OKUYAMA

株式会社 堀場エステック 標準技術推進室
Standard Technology Promotion Office
HORIBA STEC, Co., Ltd.