

Facilities Introduction

施設紹介

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)

HORIBA STEC, Co., Ltd. Kyoto Fukuchiyama Technology Center

清水 哲夫

Tetsuo SHIMIZU

磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

寺阪 正訓

Masanori TERASAKA

はじめに

堀場エステック 京都福知山テクノロジーセンター (Figure 1)は京都本社、米国に次ぐ3番目の開発拠点として2013年12月に竣工した。主な業務は主力製品であるガスマスフローコントローラ(MFC)の流量トレーサビリティの自社内での確立、実ガス流量の測定および液体マスフローコントローラの流量測定、気化装置を用いた液体材料気化試験などである。堀場エステックの流体計測・制御機器は半導体製造装置を始め、太陽電池製造装置、LED製造装置、FPD装置などで広く使用されている。特に半導体製造装置においては半導体デバイスの微細化、高集積化に伴い、用いられるガス、液体材料の供給量の高精度化、信頼性の向上の要求が高まりつつある。材料の供給量の高精度化のためには、MFCの高性能化、再現性の向上は必要不可欠であるが、同様に調整に用いられる高精度な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各種法律を順守した最新の設備を整備し、あらゆる材料の高精度な試験を可能にしている。これら試験データを製品に反映させることにより、堀場エステック製品の性能向上、信頼性向上に努めている。本稿ではガス、液体の流体計測分野での京都福知山テクノロジーセンターでの取組みについて紹介する。



Figure 1 京都福知山テクノロジーセンター

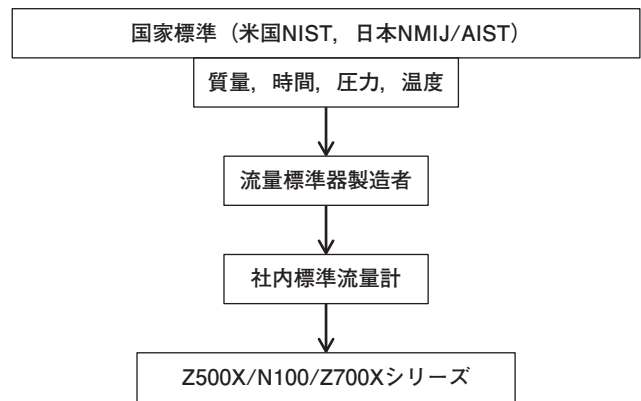


Figure 2 現在の標準トレーサビリティ体系概略 (Z500X/N100/Z700Xシリーズ)

ガス流量のトレーサビリティ確立の取組み

MFCが使用される各種プロセスにおいては、MFCの高機能化と共に流量の正確な計測・制御が求められる。そのためには計測器の信頼性が必要不可欠であり、トレーサビリティが確保されている計測器を使用する必要がある。

系の概略をFigure 2に示す。米国National Institute of Standards and Technology (NIST)に対して質量、時間、圧力、温度がトレーサブルな社内標準流量計を使用し、校正ガス(N₂等不活性ガス)を用いてMFCの校正を行っている。

①現在のガス流量トレーサビリティ体系

Z500X/N100/Z700Xシリーズの標準トレーサビリティ体

②今後目指すトレーサビリティ体系

目標とするトレーサビリティ体系の概略をFigure 3に示

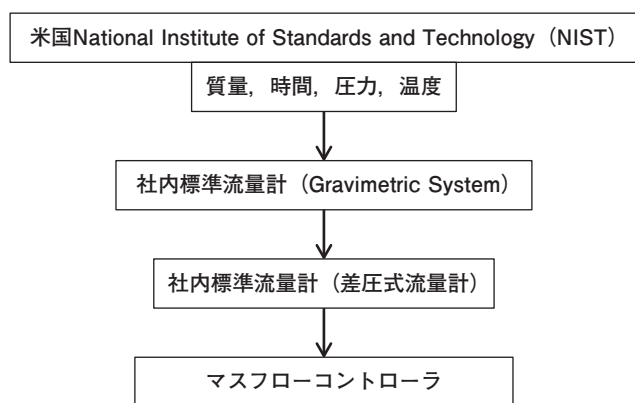


Figure 3 今後目指すトレーサビリティ体系概略

す。現在NIST (米国)やNational Metrology Institute of Japan (NMIJ/AIST, 日本)と直接トレーサビリティを確保するための秤量式社内標準流量計 (Gravimetric System)の開発を行っている。測定容器からガスを流出または流入させて、その質量変化を高性能天秤で測定することにより質量流量を測定する。また、圧力式マスフローコントローラモジュールD500技術^[1]を用いた社内標準流量計の開発を行い、自社内で国家標準とトレーサビリティの取れた流量計を備えることを目標としている。

マスフローコントローラの プロセスガス流量測定について

MFCはN₂等の不活性ガスを用いて流量校正されることが多い。そのため、MFCで流量制御した時、これら不活性ガスと実際に使用されるプロセスガスとの相関データをあらかじめ測定する必要がある。また、場合によってはMFC個体のプロセスガスの流量を確認する必要がある。

①現在のプロセスガス流量測定

プロセスガス流量はRate Of Rise (ROR) Systemにて測定している。ROR Systemの概略図をFigure 4に示す。ROR Systemの測定原理は真空排気した容器にMFCで制御したガスを流し、容器内の圧力上昇率からガスの状態方程式を用いて流量に換算している。測定器である圧力計、温度計の管理を行うと共に社内上位流量計を使用して校正を行うことにより、性能を維持している。

$$Q \propto \left(\frac{\Delta P}{\Delta t} \right) \cdot \frac{V}{T} \cdot \frac{1}{Z}$$

Q: 流量, P: 上昇圧力, Δt: 上昇時, V: 容器内容積,
T: 温度, Z: 圧縮係数

②プロセスガス流量の標準化の取組み

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。流量の国家標準へのトレーサビリティは腐食

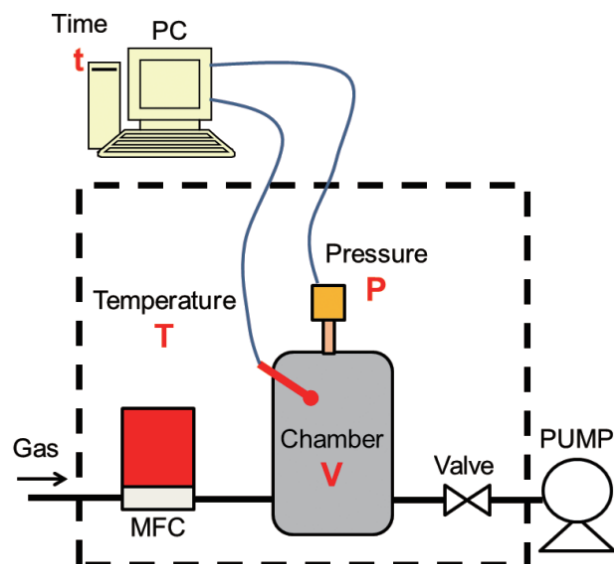


Figure 4 Rate Of Rise (ROR) System概略図

性、毒性、反応性をもつプロセスガスに対しては実用的には体系が整備されていないため、MFCメーカー間で流量の差異があることが起こりうる。このため、使用者がMFC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った。このため、MFCメーカーに対してプロセスガスの標準化の整備の要求が強くなり、現在SEMIスタンダード委員会で流量計測方法等の標準化の取組みが行われている。

液体材料の流量測定

液体流量計の製品として対応している流量域は、LF/LVシリーズで0.02~100 g/min (ml/min), XFシリーズで0.2~30 g/min (ml/min)となっている。この流量域は一般的には微小液体流量といわれる領域になる^[2]。使用用途として最も多く使用されているのが半導体製造装置の成膜装置などである。一般的に、成膜装置など半導体製造に使用される液体は、成膜時に化学反応をさせて目的の物質を得るため反応性が高く、腐食性、毒性、引火性および爆発性などの有害な物質が多い。これらの材料は大気中および気体中に含まれる微量な水分と反応するため、大気雰囲気下での取り扱いはできない。これらの材料の流量測定を行うシステム構成をFigure 5に示す。基本的な構成は大気雰囲気下で取り扱う時と同様に電子天秤を用いた重量法であり、一定時間の質量の増分を測定して質量流量を求めている。特別な構成としては、電子天秤をグローブボックス内に設置し、その内部にガス精製装置で精製されたN₂ガスが導入される。このN₂ガスの精製純度として、ガス中に含まれるH₂Oの場合は0.1 ppb以下の純度である。また、真空ポンプの排気側には熱酸化型およびウォータースクラバー型の除害装置が設置されており液体材料の無害化処理を行っている。

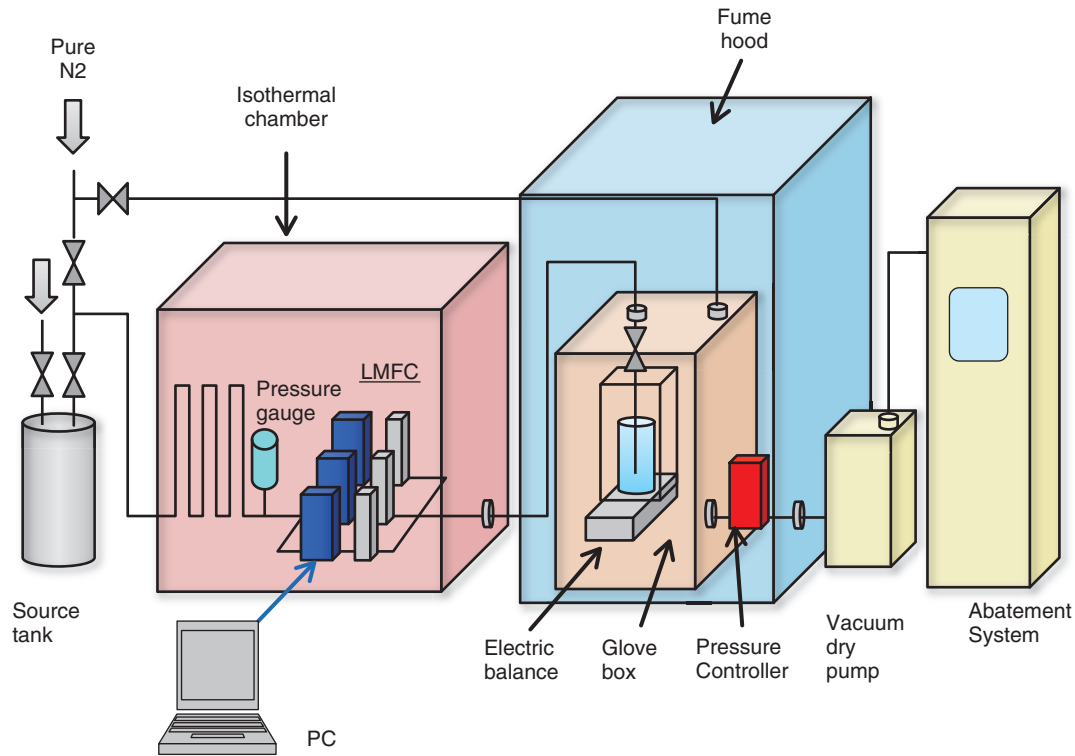


Figure 5 Liquid Flow Measurement System概略図

液体材料の気化・流量計測

常温常圧下で液体材料を気体流量として計測・制御するLSCシリーズおよびVCシリーズの製品について説明する。これらの製品は液体を気化させる気化器(気化部)と気体流量を測定して制御する高温MFC、マスフローメータ(MFM)を内蔵する。そのため、制御対象は液体材料でありながら気体流量として流量を計測・制御する。実際の液体材料を気体流量として測定する方法としては、前述の気体流量計測と同様にROR Systemを用いた方法で行っている。異なる点としては常温常圧下で液体であるため室温付近では測定ができない。そのため、高温に加熱可能な恒温槽内に定積槽を設置して測定を行う。気化器および高温MFCはヒーターが内蔵されているため恒温槽の外の室温環境下に設置される。

液体流量計測の今後の課題

液体流量計の計測の課題として測定精度の問題がある。近年、様々な測定原理の流量計が開発されており流量計の計測精度の向上が行われている。具体的には、FS(最大測定値)に対する精度ではなくRS(読み値)に対する精度でかつ $\pm 0.5\%$ 、 $\pm 0.2\%$ といった高精度を保証する製品も開発されている。高精度流量計の開発には高精度新規センサーを開発すると同時に、高精度な測定技術を構築していく必要がある。さらに、将来的には自社内で流量の国家および国際標準とのトレーサビリティを確保して行く必要もある。

また、他の産業分野では、精度だけではなく $\mu\text{l}/\text{min}$ 単位の超微小流量の範囲の測定の要求もあるため、その測定方法についても今後構築していく必要がある。

一方、気化器と組合せた流量計測に関する課題は、半導体製造装置に使用される液体材料への対応が要求される。具体的には、低蒸気圧材料の気化および流量制御が求められる。低蒸気圧材料を測定する場合は、液体材料が再液化しないように定積槽の温度設定を上げる必要があり、耐熱性の観点から使用機器の制限や選定が必要となる。また、製品としては、熱による材料劣化の観点から低温での気化および流量制御ができる製品が求められる。そのため、今後は流量測定技術および製品性能向上の両方が必要とされる。

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、液体の流体計測・制御の高精度化、信頼性の向上についての取組みを紹介した。ガス流量計測・制御の項でもふれたが、半導体製造装置の業界を中心にプロセスガス流量の標準化の要求の高まりつつある。現在SEMI JAPANを中心にプロセスガス流量の標準化のための規格作りが産業技術総合研究所の協力を得ながら進行している。かつて堀場エステックの前身である株式会社スタンダードテクノロジーがガス分析のための濃度標準技術を確立して、業界の発展に貢献した。今後は堀場エステックが中心的役割を果

たして、プロセスガス流量標準技術を確立することおよび高度の流体計測技術を製品に反映させることにより、業界の発展に貢献していきたいと考えている。

参考文献

- 【1】 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)
- 【2】 チョン・カー・ウィー, “微小液体流量計測の現状と将来展望”, 産総研計量標準報告 Vol. 8, No. 1



清水 哲夫

Tetsuo SHIMIZU

株式会社 堀場エステック
開発本部
京都福知山テクノロジーセンター長
マネジャー



磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

株式会社 堀場エステック
開発本部 京都福知山テクノロジーセンター



寺阪 正訓

Masanori TERASAKA

株式会社 堀場エステック
開発本部 京都福知山テクノロジーセンター