

流量標準技術確立の取組み

Establishment of New Flow Standard Technology

磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

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流量標準器の自社開発、ISO/IEC 17025認定取得およびプロセスガス流量測定の標準化といった流量標準技術の確立を目指している。本稿では流量計測・制御機器であるマスフローコントローラの高精度化、信頼性の向上に必要な流量標準・標準化技術の確立についての取組みを紹介する。

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 the requirement, at Kyoto Fukuchiyama technology center, we aim to establish flow standard technologies that are to develop flow standards and to standardize method of process gas flow measurement and to be accredited to ISO/IEC 17025 as a flow calibration authority. In this issue, we introduce our efforts for standardization of flow standard technology.

はじめに

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月に竣工した。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認定取得の準備を進めている。



Figure 1 Kyoto Fukuchiyama Technology Center

ISO/IEC 17025認定取得に向けての取組み

ISO/IEC 17025は試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項に関する規格である。ISO/IEC 17025ではISO 9001に代表されるマネジメントシステムの要求に加えて、分析・測定などを行う試験所及び校正業務を行う事業所に対する技術的要求事項が加えられており、分析・測定や校正結果を出せる能力があるかどうかを認定機関が認定するための規格である。この認定を受けた試験所・校正機関は試験成績書や校正証明書に認定マークを付加することがで

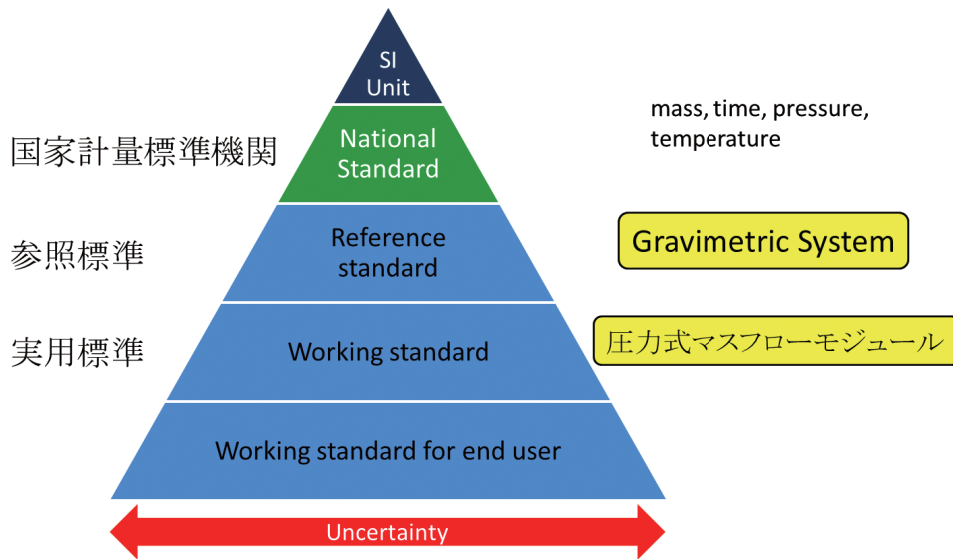


Figure 2 Target flow rate traceability system

き、国際的に通用する試験結果や校正結果の信頼性を高めることができる。

堀場エステックでは、国家計量標準機関であるアメリカ国立標準技術研究所(National Institute of Standards and Technology) (以下 NIST)および産業技術総合研究所計量標準総合センターの標準とトレーサブルな流量標準器の自社開発を行うと共に認定取得に必要なマネジメントシステムの整備を行っている。NISTの認定プログラムNational Voluntary Laboratory Accreditation Program(NVLAP)により、国際相互承認協定による認定を2017年に取得する計画である。

目標とするトレーサビリティ体系の概略をFigure 2に示す。国家計量標準機関に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D500^[1]の技術を用いた流量計を実用標準器として、今後の新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。認定マークが付加された校正証明書は、参照標準器を用いた校正および実用標準器を用いた校正時に発行可能となるように進めている。

流量標準器の自社開発

前述の参照標準器および実用標準器の自社開発を進めており、堀場エステックの流量トレーサビリティ体系を再構築するとともに信頼性向上を目指している。

参照標準器 (Gravimetric system)

開発中のGravimetric systemの概略構成をFigure 3に示す。

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。主な仕様をTable 1に示す。校正流量範囲は1 sccm^{*1}から50 slm^{*1}で拡張不確かさ0.1%以下を目標にしている。

Gravimetric systemにより流量計を校正する場合には、Gravimetric systemで流量計測を行うと同時に被校正流量計の流量出力(Flow Output)と比較する。Gravimetric systemの基本技術はHoriba Instruments incorporated-Reno オフィスで開発され、社内評価試験の結果、目標仕様を満たしていることを確認している。この

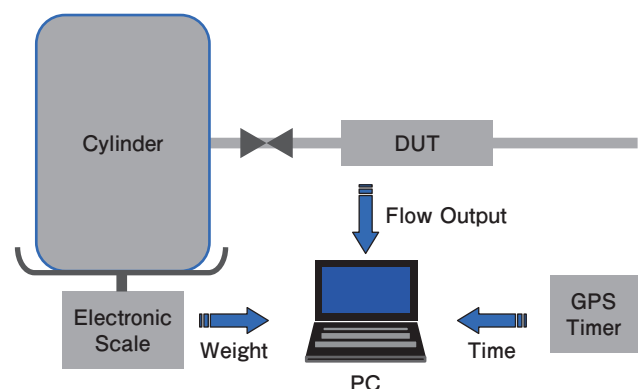


Figure 3 Gravimetric system

Table 1 Target specification for Gravimetric system

Specification	Description
拡張不確かさ	0.1% of set point
流量範囲	0.0012498~62.492 g/min(N ₂ : 1 sccm~50 slm)
対応ガス種	N ₂ , Ar, O ₂ , CF ₄ , SF ₆

技術を京都福知山テクノロジーセンターに導入し、参照標準器として完成させるために各種データを取得している。

校正機関の校正結果の信頼性を証明するためには、後述の実用標準器を仲介としてGravimetric systemでの校正結果とNISTの流量標準による校正結果を比較する技能試験が実施される^[2]。社内での各種データ取得後に技能試験を実施する予定である。

*1 : sccm, slm : Standard Cubic Centimeter per Minute, Standard Liter per Minute, 基準状態(0°C 101.3 kPa)におけるガス流量(mL/min, L/min)を表す単位

実用標準器

圧力式マスフローモジュールD500^[1]の技術を用いた流量計の開発を行っている。D500の構造をFigure 4に示す。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, ガス温度を計測し, 内部演算回路にて質量流量に換算する。

実用標準器はこの技術をベースにリストリクタ・温度センサ格納部と圧力センサ格納部で構成される。高精度なセンサを用いて, 高い再現性を実現することにより実用標準器として利用することを可能にするものである。

この実用標準器は, NISTとの技能試験および社内生産用流量計の校正用として使用される。

現在, 技能試験用として使用するための調整, 性能確認を行っている。

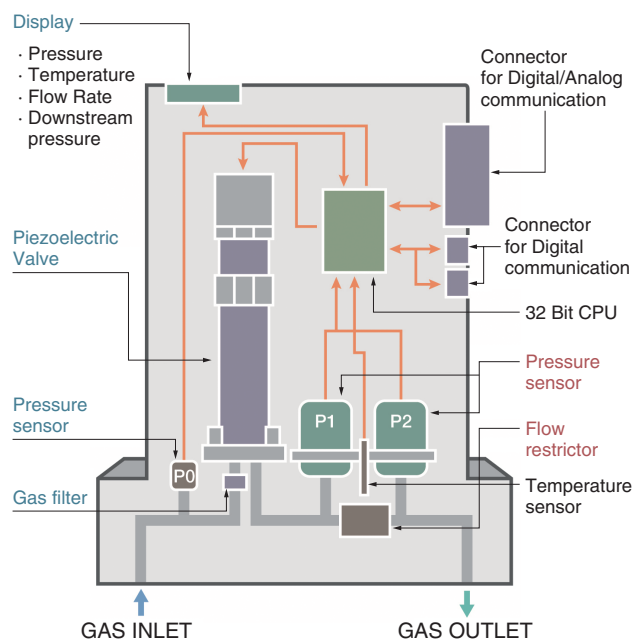


Figure 4 Mass flow module D500 structure

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, それらの特性により実用的にはトレーサビリティ体系は整備されていない。

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, プロセスガス流量のトレーサビリティ体系が実用的に整備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。このためマスフローコントローラメーカーに対してプロセスガス流量の標準化の要求が強くなり, 現在SEMIスタンダード技術委員会では流量計測方法等の標準化の取組みが産業総合技術研究所の協力を得て進められている。

産業総合技術研究所で校正した流量計を用いて国家標準器と各マスフローメーカーの標準器の差を調査する計画で, 先ずは不活性ガスから準備をすすめている。

堀場エステックはプロセスガス流量測定用のRate Of Rise (ROR)System^[3]を用いて参加する予定である。

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認定取得の取組みを紹介した。

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しろいことが込められている。ガス流量校正機関としてISO/IEC 17025認定を取得することは創業時のおもしろいを具現化することである。

プロセスガス流量標準への取組みの項でも述べたが, SEMI JAPANのSEMIスタンダード委員会においてプロセスガス流量の標準化の取組みが, 産業技術総合研究所の協力を得ながら行われている。今回紹介した流量標準の技

術を液体流量標準に展開するとともに、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開発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] 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] 伊藤直人, 松岡里絵, “サービスに求められるニーズ”, *Readout*, **42**, 97 (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
ISO/IEC 17025 認定準備室
ISO/IEC17025 Accreditation Calibration System
Planning Office
HORIBA STEC, Co., Ltd.