

多種ガス用微量水分発生装置における ガス流量制御の安定性向上に関する研究

Improvement of stability of flow-rate control in Multi-Gas Trace Moisture Generator

○天野 みなみ、阿部 恒 (産総研)

○Minami Amano, Hisashi Abe (NMIJ/AIST)

E-mail: minami-amano@aist.go.jp

[背景] 半導体デバイスの製造工程では、製品性能の劣化や歩留まりの低下を防ぐために、非常に高純度な材料ガスを用いる必要がある。中でも水は最も代表的な不純物の1つで、材料ガス中に残留する微量な水分を測定・管理することが重要な課題である。信頼性の高い微量水分測定を行うためには、適切な計測器を選定し、その指示値を標準に基づいて校正することが不可欠である。そこで当研究室では、「多種ガス用微量水分発生装置」を開発し、様々な半導体材料ガスに対する微量水分標準の開発を進めている。本装置は、目標水分濃度 10 nmol/mol (ppb)-1 μ mol/mol (ppm) を得るために、2段階の希釈を導入している。まず、拡散管法により得られた 100 ppm のガス中水分(流量 Q_1)に、流量 Q_2 の乾燥ガスを混合させる(1 段階)。この後、流量の大部分に相当する Q_3 を排気し、残った小流量のガス($Q_1+Q_2-Q_3=\Delta Q$)に、流量 Q_4 の乾燥ガスを混合させる(2 段階)。 $Q_1 \sim Q_4$ は、音速ノズルを用いた流量制御装置により制御する。

[ΔQ 制御の課題] 安定的な水分発生を行うためには、 ΔQ の安定性が重要な課題となる。排気を伴うガス流量制御は容易ではなく、特に 10 ppb の水分発生においては、 Q_1 ; 70 mL/min、 Q_2 ; 7000 mL/min、 Q_3 ; 7050 mL/min から ΔQ ; 20 mL/min を得るため、 Q_2 と Q_3 を相対値 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ %オーダーの安定性で制御しなければ、目標とする ΔQ の安定性(2%)を実現することは困難である。

[実験と結果] Q_1 ; 70 mL/min、 Q_2 ; 7000 mL/min、 Q_3 ; 7050 mL/min に制御し、 ΔQ を音速ノズル式流量計で測定したところ、 ΔQ 変動の周期は室温(T_{RT})変動の周期と概ね一致していることがわかった(Fig.1)。2 $^{\circ}$ C の室温変動に対し、 ΔQ の標準偏差は 0.13 mL/min であった。次に、 Q_2 および Q_3 ラインの音速ノズル付近を断熱材で覆い、希釈装置周辺の雰囲気を攪拌しながら同様の測定を行った(Fig.2)。その結果、室温の変動幅は Fig.1 と同程度であったが、 ΔQ の標準偏差は 0.054 mL/min となり、 ΔQ の安定性を向上させることができた。 Q_2 と Q_3 の制御には音速ノズル上流のガス温度を使用しているが、スロート部の実際のガス温度と温度計の指示値の差や、温度変化に対するそれぞれの温度計の応答性の違いが、流量制御の安定性に影響を与えていると考えている。 $Q_2 \cdot Q_3$ ラインに温調をかけることで、さらに安定的な流量制御が可能になると予想される。

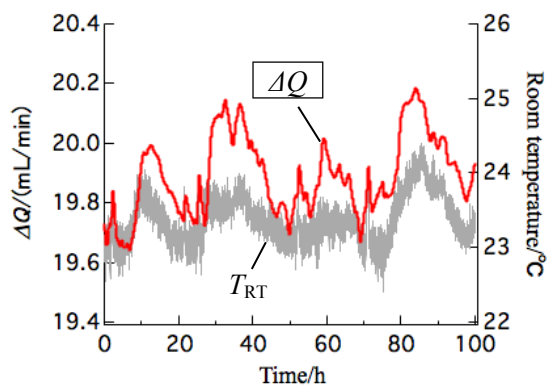


Fig.1 Measurement of ΔQ (Before improvement)

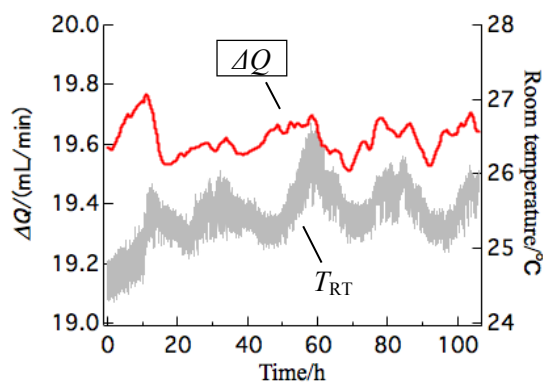


Fig.2 Measurement of ΔQ (After improvement)