多種ガス用微量水分発生装置における 希釈用ガス流量の安定性向上に関する研究

Improvement of stability of gas flow-rate in Multi-gas trace-moisture generator 産総研、○天野 みなみ、阿部 恒

NMIJ/AIST

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

半導体デバイスの製造工程では様々な種類の超高純度材料ガスが大量に用いられている。ガス中に不純物として含まれる ppb~ppm レベルの水分は、製品の性能や歩留まりに悪影響を与えるため、半導体製造工程には多数の微量水分計が導入され、水分濃度が厳しく測定・管理されている。ガス中微量水分の測定は非常に難しく、信頼性の高い測定結果を得るには、これらの水分計を校正・性能評価するための標準が不可欠である。本研究では、微量水分の一次標準となるガスを発生させるための「多種ガス用微量水分発生装置」を開発してきた。ターゲットガスは半導体製造で特に需要の高い窒素・アルゴン・酸素・ヘリウムの4種類で、発生可能な水分濃度は窒素:10 ppb~5 ppm、アルゴン・酸素・ヘリウム:10 ppm~1 ppm となっている。

本装置は、水分発生槽と乾燥ガスによる希釈装置から構成される。まず、発生槽内で拡散管法により約 100 ppm の窒素中水分(流量 Q_1)を発生させる。これを乾燥ガスにより目的の水分濃度まで 2 段階で希釈する。1 段階目は流量 Q_2 の乾燥窒素で希釈する。 Q_1+Q_2 (70 mL/min~7050 mL/min)のうち、 ΔQ : 20 mL/min を残して Q_3 (50 mL/min~7050 mL/min)を排気した後、2 段階目として乾燥ターゲットガス(流量 Q_4 : 2000 mL/min~3000 mL/min)を混合しさらに希釈する。

乾燥ガス流量を安定的に制御/測定するために、本研究では音速ノズル式の流量測定/制御装置 (FMCS)を開発した。音速ノズル式流量計では、ガスの質量流量はガスの密度・ノズル断面積・音速の積で得られる。密度はノズル上流のガスの温度と圧力の測定値から算出する。ガスの温度が室温変動の影響により変化すると質量流量も変化してしまうため、FMCS では温度の測定値に応じて圧力を制御することで、室温変動の影響をキャンセルした非常に安定性の高い流量制御を実現している。しかし、 ΔQ 測定の結果、相対標準偏差は約0.5%以下と十分な安定性が得られたものの、圧力制御によりキャンセルしきれていない室温変動の影響があることが明らかとなった。これは、ノズル上流に導入された白金抵抗温度計の指示値と実際のガス温度にわずかな差が見られることが原因と考えられる。この差は室温が短時間で大きく変化した時に顕著になるため、これを低減するために FMCS 周辺に温調装置を導入した。図1に温調装置導入前後の ΔQ の測定結果を示す。本発表では、FMCS と温調装置の概要、 ΔQ の長期安定性について述べる。

