

CF₄ ガスからプラズマ合成された C₂F₄ ガスの分離濃縮技術の検討

Study on separation and concentration techniques for

C₂F₄ gas synthesized by pure CF₄ plasma

阪大院工¹, キオクシア(株)²: °大参宏昌¹, 田中領¹, 中塚宏学¹,

飯野 大輝², 栗原 一彰², 福水 裕之², 福原 成太², 林 久貴², 垣内 弘章¹, 安武 潔¹

Osaka Univ.¹, Kioxia Corp.²: H. Ohmi¹, R. Tanaka¹, H. Nakatsuka¹, D. Iino², K. Kurihara²,

H. Fukumizu², J. Fukuhara², H. Hayashi², H. Kakiuchi¹, K. Yasutake¹

E-mail: ohmi@prec.eng.osaka-u.ac.jp

1. 緒 言

我々は、成膜ならびにエッチングなど材料プロセスの高機能化に寄与すると期待されるテトラフルオロエチレン(C₂F₄)ガスのオンサイト生成を目指している。ここで、廉価な CF₄ 原料ガスをプラズマにより処理した場合、得られるガス中には C₂F₄ 以外にも未利用の CF₄ ガスなど多種のガスが混在しており、これら混合ガスから、C₂F₄ を分離する必要がある。また合成された C₂F₄ を分離・回収し、未利用の CF₄ ガスのみプラズマへ循環させることで、CF₄ の利用効率を極限まで高めることが期待できる。そこで本研究では、CF₄ のプラズマ処理により生成される C₂F₄ ガスの分離・濃縮のため、各種フルオロカーボンガスのゼオライトへの吸脱着挙動を検討し、C₂F₄ の分離・濃縮システムを構築した。今回は、その結果を報告する。

2. 実験方法

実験では、まず吸着媒としてゼオライト 5A、および 13X を選定し、ボンベ供給可能な CF₄、C₂F₆、C₃F₈、ならびに C₄F₈ をサンプルガスとして、各種ガスのゼオライトに対する吸着等温線を取得した。ここでは、吸着媒の温度を -20℃ から 20℃ まで変化させた。得られた吸着等温線を踏まえ、図 1 に示す装置を用いて、プラズマ処理後のガスを対象として各種吸着媒の吸着・分離特性を気相 FTIR により評価した。まず、図 1 のバイパスを通過させることで吸着前のガス成分を測定し、その後、ガス排気ラインを吸着槽側に切り替えることで、改質ガス中に含まれる各種ガス成分の吸着・分離特性を評価した。また、吸着媒に吸着したガスの昇温脱離特性を評価した。

3. 結果及び考察

吸着媒にゼオライト 5A を用い、その温度を 0℃ に維持した際に得られたプラズマ処理後のガスの破過特性を図 2 に示す。図より CF₄ はプラズマ生成直後からその濃度が低下し、C₂F₄、ならびに C₂F₆ が生成されていることが分かる。プラズマ生成後 10 分経過した時点で、図のガスラインを吸着槽に変更すると、CF₄、ならびに C₂F₆ はゼオライト 5A への顕著な吸着が生じないため、透過率は低下しないが、C₂F₄ については 60 分間に亘り吸着され続けており、破過する様子は確認されなかった。この結果から、ゼオライト 5A は、分子篩等の効果によりプラズマ処理ガスのうち C₂F₄ ガスのみを選択的に吸着できることが明らかとなった。また、吸着された C₂F₄ ガスは、吸着熱等により変質することなく、吸着媒の加熱により脱着されることが分かった。

4. 結 言

CF₄ プラズマにより生成されるガス群から重合性に優れた C₂F₄ ガスの分離濃縮法の検討を行い、ゼオライト 5A を用いることで、C₂F₄ の分離濃縮が可能となることが明らかとなった。当日は、各種吸着媒への各種ガスの吸着特性等の詳細を述べ、得られた濃縮 C₂F₄ ガスをプラズマ CVD に利用した結果についても触れる予定である。

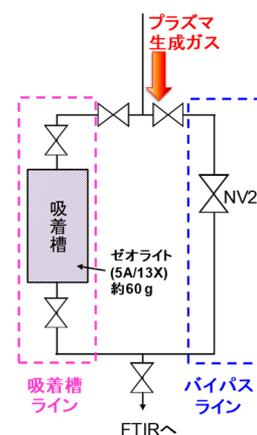


図 1. 用いた吸着装置

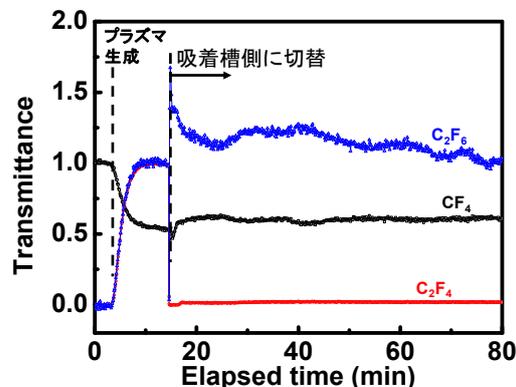


図 2. 各種ガスのゼオライト 5A に対する破過特性。