



Ultra
Clean
Room
ウルトラクリーンルーム

ULTRA PRECISION MACHINING RESEARCH CENTER, OSAKA UNIVERSITY



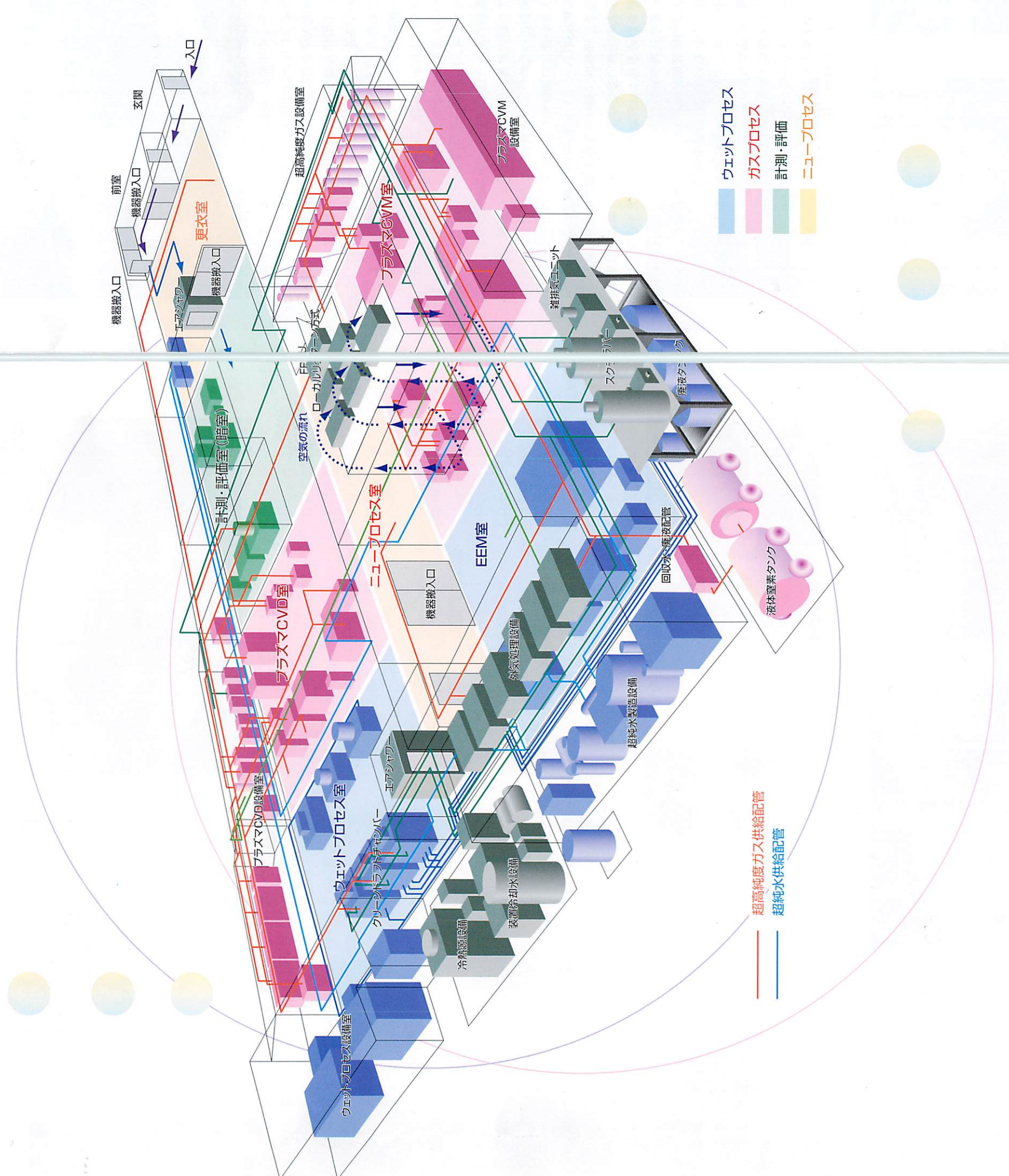
CENTER OF EXCELLENCE
文部省・COE 大阪大学・超精密加工研究拠点

Ultra Clean Room



●大阪大学・超精密加工研究拠点における ウルトラクリーンルームの意義	大阪大学 森 勇 藏	4
●大阪大学・超精密加工研究拠点形成に寄せて	東北大学 大見忠弘	5
●ウルトラクリーンルーム外観		6
●ウルトラクリーンルーム内部		7
●ウルトラクリーンルーム平面図		10
●ウルトラクリーンルーム断面図		11
●ウルトラクリーンルーム技術 概 要		12
●1. クリーンルーム		13
1.1 はじめに		
1.2 クリーンルームに求められる要件		
1.3 クリーンルームの構成と性能		
1.4 清浄化		
1.4.1 汚染物質の速やかな排除		
1.4.2 汚染物質の室内流入防止		
1.4.3 汚染物質の堆積防止		
1.4.4 汚染物質の発生防止		
1.5 室内温湿度の制御		
1.6 超清浄防水型クリーンルーム		
1.7 静電気対策		
1.8 装置冷却水システム		
1.9 排気処理システム		
1.10 電力供給系		
●2. 超高純度ガス供給システム		25
2.1 はじめに		
2.2 超高純度ガス供給システムに求められる要件		
2.3 超高純度ガス供給システムの構成と特徴		
2.4 超高純度ガス供給システムの要素技術		
2.4.1 液化窒素貯蔵タンク		
2.4.2 Cr ₂ O ₃ 不動態処理		
2.4.3 Cr ₂ O ₃ 不動態膜の水濡れ特性		
2.4.4 Cr ₂ O ₃ 不動態膜の耐腐食性		
2.4.5 Cr ₂ O ₃ 不動態膜の非触媒作用		
2.4.6 配管施工		
2.4.7 配管・ガス部材		
2.4.8 高性能小型メタルガスケット継手		
2.4.9 集積化ガスシステム		
●3. 超純水供給システム		34
3.1 はじめに		
3.2 超純水供給システムに求められる要件		
3.3 超純水供給システムの構成と特徴		
3.3.1 一次純水製造システムの機能と特徴		
3.3.2 二次純水製造システムの機能と特徴		
3.3.3 純水回収システムの機能と特徴		
3.4 要素技術		
3.4.1 低圧・高脱塩率の逆浸透処理装置および 電気再生式連続イオン交換処理装置		
3.4.2 選択的ホウ素除去技術		
3.4.3 高性能ガス透過膜による溶存ガスフリー超純水技術		
3.4.4 二次純水製造用クリーンイオン交換樹脂技術		
3.4.5 外圧型の中空糸限外濾過処理装置		
3.4.6 低発塵クリーンポンプ		
3.4.7 システムエンジニアリング		
●4. 高性能薬液洗浄システム		46
4.1 はじめに		
4.2 薬液洗浄システムに求められる要件		
4.3 高性能薬液洗浄システムの構成と特徴		
4.4 クリーンドラフトチャンバー		
4.4.1 構成と特徴		
4.4.2 水平エアカーテン		
4.5 廃液処理システム		
●5. 安全管理システム		50
5.1 はじめに		
5.2 安全管理システムに求められる要件		
5.3 安全管理システムの構成と特徴		
5.3.1 防災設備の概要		
5.3.2 ユーザーと管理者に対する危険情報の自動通報		
5.3.3 危険信号の検知		
5.4 安全管理システムを支える要素技術		
5.4.1 指紋照合技術		
5.4.2 漏水検知技術		
●大阪大学吹田キャンパス配置図・交通案内図		58

目 次
CONTENTS



- ウェットプロセス
- ガスプロセス
- 計測・評価
- ニュープロセス

- 超高純度ガス供給配管
- 超純水供給配管

ULCR



大阪大学・超精密加工研究拠点における ウルトラクリーンルームの意義

大阪大学・超精密加工研究拠点 研究リーダー 森 勇藏



「超精密加工」という言葉は、昭和38年(1963年)頃、米国においてUltra-Precision Machiningとして、人工衛星に関連した加工の論文で使われたのが初めてである。これに刺激され、恩師故津和秀夫先生が精機学会(現精密工学会)に超精密加工分科会(専門委員会)を設立され、我が国で初めて超精密加工という言葉が使われたのである。当時、精度の高い加工といえば機械加工であり、超精密加工といっても形状精度 $0.1\mu\text{m}$ 、表面あらさ $0.01\mu\text{m}$ 程度であるが、機械要素の加工としては申し分のない高い精度であった。また、機械加工は、人類始まって以来、石器時代から主に経験に裏付けされた素晴らしい加工法として発展し、今日でも大いに人類に貢献していることは言うまでもない。

ところで、人類が成し得る加工の究極といえ、物の形を構成している最小の単位が原子であることから、当然原子の大きさ($0.0002\mu\text{m}$)までであると断言できるのであるが、それを機械加工で可能なのか、それ以外に新しい加工法があるのかという自問自答の末、材料内の欠陥の運動、増殖にもとづく機械加工では不可能であるという帰結に達し、新しい物理化学的な現象による原子単位の加工への挑戦が始まったのである。そのとき、筆者は25歳、今から32年前のことである。当時、我が国は大量生産が至上命令の時代、原子単位の加工ができたとしても何の役に立つのかも見えず、時が経ても、筆者が生きている間に役に立つとも思えなかったものである。しかし、世の中の進歩は目覚ましく、30年を経て原子レベルの加工があらゆる先端技術や基礎科学の分野で必要となってきたのである。

大阪大学・超精密加工研究拠点の研究テーマは「完全表面の創成」である。“完全表面”という言葉は抽象的で非科学的に見えるが、その中に多くの物理的意味を包含したつもりである。過去における高精度の表面は幾何学的に平らであればよかったのであるが、今やそれは一つの必要条件でしかないのである。完全表面(層)の創成とは、人類が神の摂理(物理現象)にもとづいて考え出した理想的な原子配列を創成することであり、それによって未だ経験したことのない新しい電子物性の発現を体験しようとすることに他ならないのである。言い換えれば、現在の先端科学技術の求めている心髄は、原子配列の操作

による電子状態のコントロールと言っても過言ではなく、具体的には、超LSI、太陽電池、超高精度光学素子など、その分野は枚挙にいとまがないのである。

しかるに、以上のような理想的な物理・化学現象の発現を実験、観察しようとした場合、理想的な環境を兼備しなければ、科学の本質である再現性を保証することは不可能であり、ここにウルトラクリーンテクノロジーの重大な意義を見出すのである。最表面や極表面層の物性を云々する場合、極微量の不要な不純物の混入は論外である。計算物理から思考した場合、極微量の不純物の存在は、長距離に影響を及ぼし、新しい物理の発見にペールをかぶせることになる。それゆえ、次世代をになう新しい加工、成膜、物理計測など、極限技術の研究を行う上で必ず付帯してくる環境、空気、水、ガスの原子、分子レベルでのウルトラクリーン化技術は先端科学技術にとって必須技術となるのである。

この度、大阪大学・超精密加工研究拠点に、世界最高性能のウルトラクリーンルームを設置することができましたのは、文部省をはじめとして、大阪大学本部ならびに工学部の関係各位の御支援の賜と衷心より御礼申し上げます。また、東北大学の長見忠弘教授が長年にわたり築いてこられたウルトラクリーンテクノロジーのすべてを投入していただき、その技術開発に参画されてきた多くの企業の方々を天下国家のためと御奉仕くださった結果と肝に銘じております。

本冊子は、大阪大学・超精密加工研究拠点に設置されたウルトラクリーンルームの最新のウルトラクリーンテクノロジーを公表し、現状の技術を理解していただくとともに、今後の大阪大学での新展開を期して発行するものであります。大阪大学・超精密加工研究拠点での本来の研究成果につきましては、学会発表、国際会議の開催、報告書の作成などによって逐次世界に発信する予定です。

本拠点におきまして、大いなる研究成果をあげるべく、大阪大学精密科学専攻の総力を結集して研究に邁進することはもちろんであります。この場を学・産・官・学の素晴らしい共同研究の場として活用し、多くの成果を共有できればと考えております。今後とも関係各位の御指導、御支援を心からお願い申し上げます。



大阪大学・超精密加工研究拠点形成に寄せて

東北大学 教授 大見 忠弘



大学は新しい学問を創出する場である。新しい着想はある研究者の頭の中に誕生する。着想が新しければ新しい程、その内容は定説化している従来の学問の常識とはかけ離れた姿形になり、その内容を適切に表現する言葉すら存在しないのが通常である。その新たな着想が正しいか否かを指摘できる人は誰もいない。正しく行われた実験結果だけがその正否を判断する。

未知の要因に左右されることのない完全な再現性を有する完全な実験技術が、新しい学問の創出を役割とする大学には不可欠なのである。超LSI(大規模集積回路)技術の格段の飛躍を可能にする金属基板SOI(Silicon On Insulator)LSIを着想して、筆者は半導体表面・界面を完全に制御するために、一切の汚染を排除し、かつ結果に影響を与えるすべてのパラメータを所定の値に制御する環境制御技術、すなわちスーパークリーンルーム技術、超純水供給技術、超高純度薬品供給技術、超高純度プロセスガス供給技術、装置技術等の全面開発に1980年代前半から着手した。分かり易く言ってしまえば、目標を実現するために必要な道具類は全て作り上げようということである。

ウルトラクリーン技術(Ultraclean Technology)と総称される半導体製造用環境制御技術の開発は現時点でも継続中であるが、多くの志の高い方々の協力を得てほぼ初期の目標を達成する段階に達している。ウルトラクリーン技術を貫く技術思想は次の3原則に集約される。

- ① Ultraclean Wafer Surface (完全に制御されたいきれいな基板表面)、
- ② Ultraclean Process Environment (完全に制御されたいきれいなプロセス空間)、
- ③ Perfectly Parameter Controlled Process (結果に影響を与えるすべてのパラメータを完全に制御したプロセス)。

0.25 μm 以降の超LSI生産には従来技術の延長では突破できない多くの困難な課題が山積している。半導体産業界は、今まさに0.25 μm 超LSIの生産を開始しようとしている。東北大学の提唱により作り上げられた学問に裏付けられた半導体基盤技術がいよいよその本格的な出番を迎えたのである。遠い将来に必要な技術を洞察して、あらかじめ作り上げておくことが大学の役割でもある。どうやら間に合ったというのが今の筆者の思いである。

文部省のCOE(Center Of Excellence)に選ばれた森勇藏教授から、大阪大学に形成する超精密加工研究拠点に、ウルトラクリーン技術を全面導入したいとの要請を受けた。筆者に異論のあろうはずはない。地球規模の大競争時代を迎えて、国内産業の弱体化に直面するわが国では今、新規産業創出のための産学連携強化の要請が強い。スケールの大きい骨格の部分から新規産業を創出しようとすると、現状技術にいっさい拘束されず、理想のあるべき姿、極限の姿を原理原則に基づいて考えることが日常化している大学人の主体的参加が不可欠である。新たな技術体系の骨格を定める基本特許取得が大学の大きな役割なのである。産学連携を有効に機能させるには、大学間連携による大学の研究開発能力強化が大前提となる。わが国から誕生した新しい学問、技術を逸早く互いに活用し合うことが、世界に先駆けて新規産業をわが国から創出する殆ど唯一の道である。

大阪大学大学院工学研究科精密科学専攻に世界最高性能のスーパークリーン研究拠点が完成した。学内、他大学並びに産業界とも連携し、わが国の英知を結集しながら連続して新しい技術、新しい学問を創出されることを熱望する。



外観（北面）



外観（南面）



入口



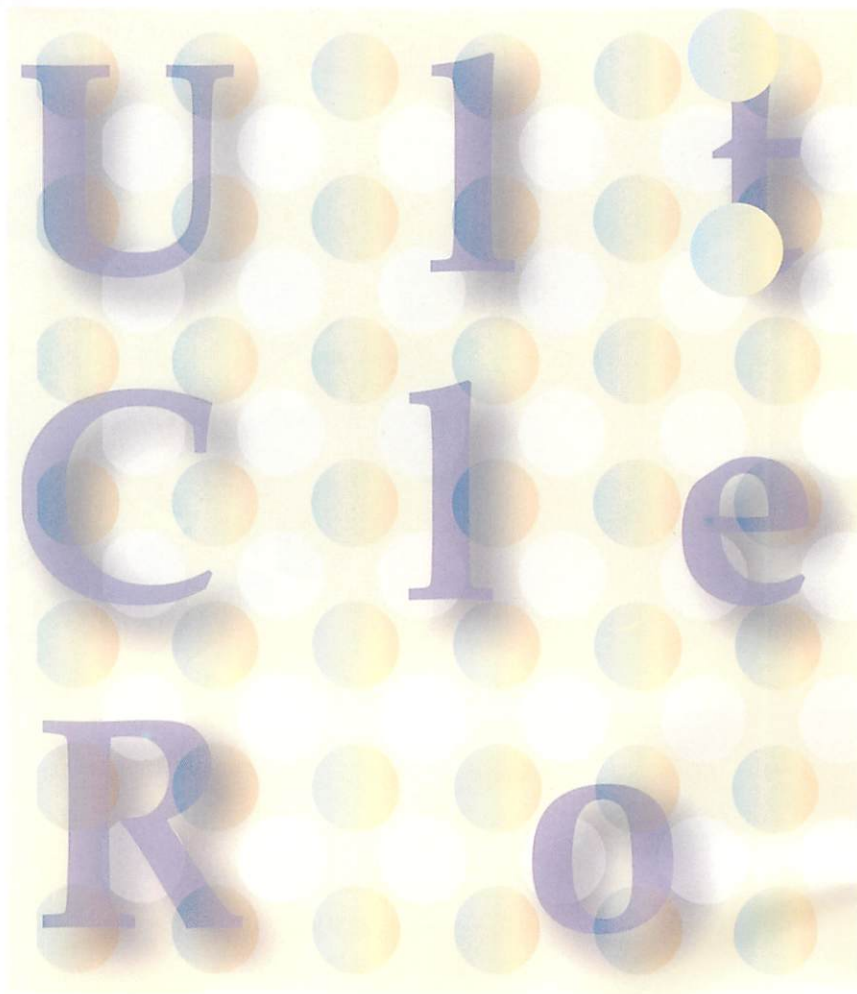
冷熱源設備



排気、廃液処理設備



超高純度ガス設備室





更衣室 (Class 1000)
安全管理用集中制御盤、クリーンルーム内モニターシステムを装備しています。



計測・評価室 (Class 1)
光学測定用暗室、STM実験用防音室を設置しています。



プラズマCVD室 (Class 1)
Cr₂O₃不動態処理配管系を採用した世界最高性能の超高純度ガス供給系(成膜用)を備えています。



プラズマCVM室 (Class 1)
Cr₂O₃不動態処理配管系を採用した世界最高性能の超高純度ガス供給系(加工用)を備えています。



EEM室 (Class 1)
壁面・床面に耐水性材料を使用し、撥水性ULPAフィルターを採用した世界初の防水仕様の超高清浄度クリーンルームです。



ウェットプロセス室 (Class 1)
大口径シリコンウエハ、全長1mのSR光ミラー等の大面積試料の洗浄が可能な、少排気量型クリーンドラフトチャンバーを設置しています。

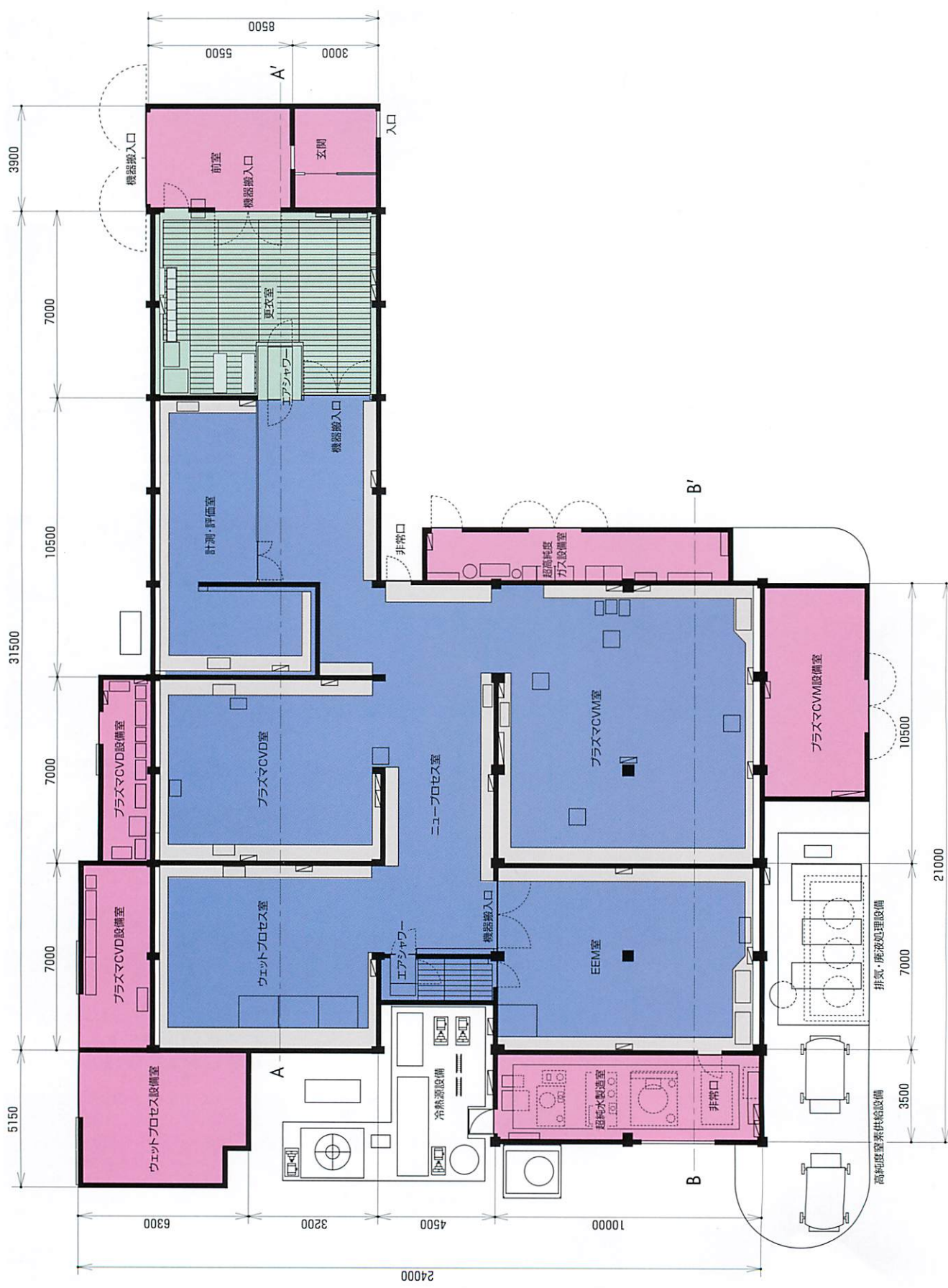


ニュープロセス室 (Class 1)
装置冷却用一次純水、雑排気用ポートなどのユーティリティを備え、今後開発される新しい装置を設置するためのスペースです。正面はEEM室出入口のエアシャワーを示しています。



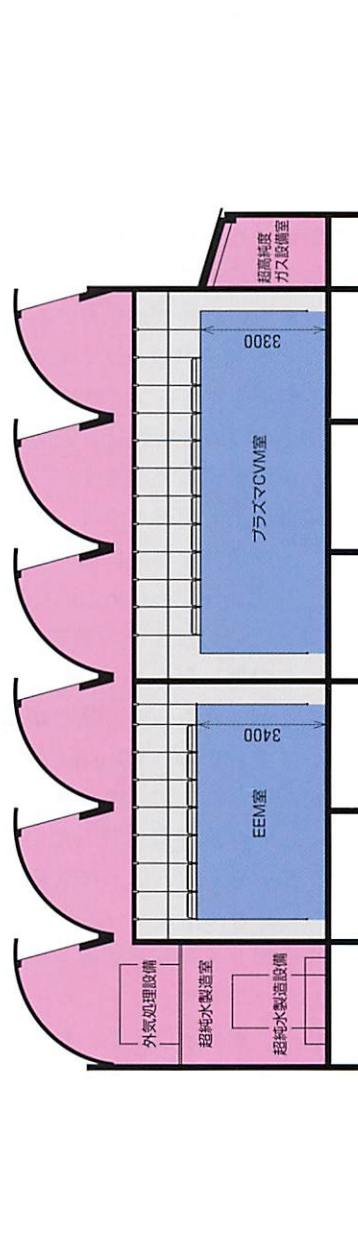
超純水製造室 (クリーンエリア外)
世界最高性能の超純水を製造し、各室に供給します。







A-A'断面



B-B'断面

概 要

大阪大学・超精密加工研究拠点では、新しい原理に基づく超精密加工技術を開発するとともに、超精密加工を科学的根拠に基づく学問領域として体系化することを目指しています。任意形状でありながら原子レベルで表面構造が制御された表面(完全表面)の創成は、従来の機械加工法では不可能です。完全表面は、基礎科学に立脚して原子の振る舞いを明らかにすることによって開発される、これまでにない超精密加工技術によってのみ創成が可能となります。すなわち、完全表面を創成することは、新現象の発見や新しい学問分野の創出につながっています。

完全表面を創成するため、大阪大学・超精密加工研究拠点において研究・開発されている、EEM(Elastic Emission Machining)は、超純水中の微粒子表面と固体表面間の化学的相互作用を、プラズマCVM(Cheical Vaporization Machining)は、大気圧プラズマ中のラジカルと固体表面間の化学的相互作用を利用する、全く新しい原理に基づく超精密加工法です。したがって、EEMでは、水中での微粒子や固体表面の原子レベルでの振る舞いと水の機能との因果関係を解き明かす必要があり、プラズマCVMでは、大気圧プラズマ状態の解明、固体表面とラジカルとの反応素過程の解明が必要です。このような超精密加工技術の応用には、シンクロトン放射光(SR)用ミラー、重力波検出用の光共振器等の開発があり、それらは最先端科学分野の発展の鍵を握っています。日本の将来を担う産業の一つである半導体分野においては、次世代プロセスに不可欠のステップ用非球面レンズや、SOI(Silicon on Insulator)ウエハの作製のために、完全表面を創成する超精密加工技術の開発が、最重要課題となっています。

原子レベルで制御された超精密加工を実現するためには、クリーンな材料、クリーンな表面、およびクリーンな加工環境が必要となります。すなわち、水を用いるEEMや試料洗浄プロセスでは、汚染物質を全く含まない超純水が必要であり、プロセスガスを用いるプラズマCVMや大気圧プラズマCVDプロセスでは、超高純度ガスが必要です。さらに、大気から微粒子等を除去し、プロセス装置を設置している環境をクリーンに維持するクリーンルームが不可欠です。完全表面を創成するためのクリーンな加工環境の必要性は、表面科学の最近の急速な進歩が、超高真空技術の開発によって促進されたことから理解できます。

大阪大学・超精密加工研究拠点では、新しい超精密加工技術の研究・開発に必要な独自のクリーンルームを提案し、空調・除塵系に加えて超高純度ガス、超純水、高性能薬液洗浄系を備えたウルトラクリーンルーム(Ultra Clean Room: UCR)を完成しました。その特徴として、超純水に微細粉末粒子を懸濁させた大量の加工液の供給と管理が要求されるEEM室のために、防水型の超高清浄度クリーンルームを開発したこと、プラズマCVM室、プラズマCVD室では、加工や成膜に大気圧プラズマを用いることができる、超高純度ガス供給・除害システムを設置したこと、ウェットプロセス室では、大口径シリコンウエハや1m長のSR光用ミラー等、大面積試料に対応できる洗浄設備を開発したこと、等があげられます。ウルトラクリーンルームには、水、ガスおよび装置設置雰囲気のクリーン化技術として、現在最も進んでいるウルトラクリーンテクノロジーが導入されています。また、ウルトラクリーンルームは、排気量の低減化、超高純度ガスの精製循環、超純水の回収再利用等、環境に配慮した省エネルギー思想に基づく設計がなされており、さらに、研究条件にきめ細かく対応した安全管理システムが整備されています。

本拠点に完成したウルトラクリーンルームでは、世界最高レベルの技術が用いられ、空調除塵系、超高純度ガス供給系、超純水供給系、高性能薬液洗浄系の性能が格段に向上しています。ウルトラクリーンルームにおける加工環境制御技術は、完全表面創成のための理想的な場を与えるとともに、最も再現性の高い実験結果を与えることにより、超精密加工分野における研究の推進に貢献します。そして、大阪大学・超精密加工研究拠点は、最先端の研究環境において、先導的研究に携わる機会を提供することにより、世界をリードする多くの指導者、研究者を育成することに貢献します。

以下の各章では、クリーンルーム、超高純度ガス供給システム、超純水供給システム、高性能薬液洗浄システム、安全管理システムについて説明します。

1. クリーンルーム

1.1 はじめに

クリーンルーム^(1,2)とは、空気のごみ、微粒子(パーティクル)、温度、湿度、気流、圧力を一定の範囲内に制御するために積極的な措置をとっている部屋のこと、特にその目的のために作られた部屋のことです。

一般に、クリーンルームと呼べるのは、粒径 $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒子が 1ft^3 (1立法フィート、約28リットル)当たり100,000個以下の空間です。外気中のパーティクル数は、約1,000,000個/ ft^3 あります。クリーンルームはアメリカ航空宇宙局(NASA)のアポロ計画等ともなつてアメリカで開発されたため、クリーンルームの能力をあらわす清浄度(微粒子数)の単位も一般的に 1ft^3 中の微粒子の個数で規定されています。現在では、JIS B9920やFED.ST. 209E等のように m^3 の単位で表示することもあります。クリーンルーム技術は、電子工学、精密工学分野での必要性が最も大きく、現在でも半導体の集積度向上に伴い発展しています。これらをインダストリアルクリーンルームと呼び、さらに他の多くの分野で必要性が高まっています。また、病院、製薬、食品など病原菌の影響を抑えたい分野で用いられる場合は、バイオロジカルクリーンルーム(無菌室)と呼ばれます。

本ウルトラクリーンルーム[1]は、 $0.1\mu\text{m}$ 以上の粒子が1個/ ft^3 以下の清浄度(微粒子数)で、図1.1に示すように最近のJIS基準ではクラス1とクラス2の中間であり、アメリカFED.ST. 209Eでは最高レベルClass M1をさらに超える清浄度になっています。

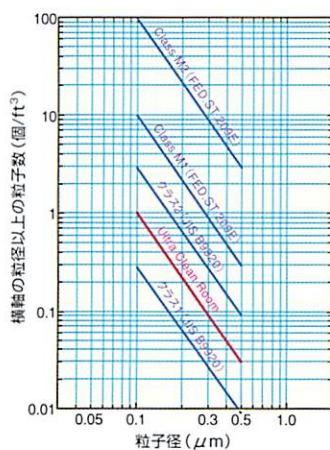


図1.1 クリーンルームの清浄度

1.2 クリーンルームに求められる要件

大学における研究開発に利用される本ウルトラクリーンルームには、下記のような要件が求められています。

- まず、空気の清浄化のために、
- ① 汚染物質の速やかな排除
 - ② 汚染物質の室内流入防止

- ③ 汚染物質の室内堆積防止

- ④ 汚染物質の発生防止

が必要です。ここに、汚染物質とは、粉塵やミスト(微小液滴)等の微粒子と、有機系や無機系の汚染ガスを含んでいます。これまで、清浄度は微粒子を中心に考えられてきましたが、最近では、有機系、無機系の汚染ガスについても問題視されてきています。

さらに、

- ⑤ 室内の温湿度制御

- ⑥ 静電気対策

- ⑦ 排気の処理

- ⑧ 省エネルギー対策

が求められています。

1.3 クリーンルームの構成と性能

本ウルトラクリーンルームは、上記の要件を満たすために、外気から微粒子を除去して温湿度制御した新鮮空気を取入れる外気処理機、室内空気を循環させて高性能フィルターで微粒子を濾過するファンフィルターユニット(FFU)、汚染された空気や熱を強制的に取り除く排気処理システムから構成されています。さらに、構成要素として室温制御系や装置冷却水システム、電力供給系があります。

上述の構成によって達成された本ウルトラクリーンルームの部屋別の性能を表1.1に示します。

表1.1 ウルトラクリーンルームの性能

室名	面積 m^2	CF面積 m^2	天井高 m	容積 m^3	清浄度	温度	湿度	清浄空気量 m^3/min	循環回数 R/H	FFU台数 台	外気量 m^3/min	冷却水量 l/min
ウェットプロセス室	60	41	2.38	98	$0.1\mu\text{m}$ Class1	$23\pm 1^\circ\text{C}$	$45\pm 10\%$	340.2	207	14	30	40
プラズマCVD室	60	43	2.38	101	$0.1\mu\text{m}$ Class1	$23\pm 1^\circ\text{C}$	$45\pm 10\%$	340.2	202	14	20	72
計測・評価室	49	31	2.38	73	$0.1\mu\text{m}$ Class1	$23\pm 1^\circ\text{C}$	$45\pm 10\%$	315.9	259	13	10	86
プラズマCVM室	105	59	3.30	196	$0.1\mu\text{m}$ Class1	$23\pm 1^\circ\text{C}$	$45\pm 10\%$	680.4	209	28	10	200
E E M 室	70	50	3.40	169	$0.1\mu\text{m}$ Class1	$23\pm 1^\circ\text{C}$	---	437.4	155	18	40	100
ニュープロセス室	71	55	2.38	131	$0.1\mu\text{m}$ Class1	$23\pm 1^\circ\text{C}$	$45\pm 10\%$	437.4	200	18	15	10
小計	415	279		768				2552	平均199	105	125	508
E E M 前室	5	5	2.38	11	$0.3\mu\text{m}$ Class1000	23°C	---	24.3	136	1	5	0
更衣室	60	60	2.38	143	$0.3\mu\text{m}$ Class1000	23°C	---	97.2	41	4	0	0
合計	480	344	5	922				2673	平均174	110	130	508

1.4 清浄化

クリーンルームの清浄化のためには、先に述べたように以下の4つの事項に注意する必要があります。

- ① 汚染物質の速やかな排除(高速高効率空気濾過技術等)
- ② 汚染物質の室内流入防止(室内圧力保持技術等)
- ③ 汚染物質の室内堆積防止(空気流制御技術、微粒子沈着防止技術等)
- ④ 汚染物質の発生防止

以下に、それぞれの項目について説明します。

1.4.1 汚染物質の速やかな排除

汚染物質(特に微粒子)を排除するために、クリーンルームでは室内空気を循環させ、高性能フィルターで濾過します。本ウルトラクリーンルームでは、室内空気を1時間当たり平均200回循環させて高性能フィルターで濾過しています。一般の空調では10回程度、100,000個/ft³(粒径0.5μm)レベルのクリーンルームで15回程度ですから、約15倍の速さで濾過していることになります。したがって、クリーンルームは、空気を循環させるために非常に大きなエネルギー(電力)が必要であり、そのエネルギーをいかに小さくするかが重要な課題となります。今回使用しているファンフィルターユニットローカルリターン方式は、図1.2に示すように他の方式に比べ空気流路が短いため、最も少ない消費エネルギーで高浄度化が可能です。さらに、ファンの効率が従来より高いファンユニット[2,3]を使用していますので、トータルのエネルギー効率が非常に高くなっています(1m³/minの空気当たり6.6W、従来は

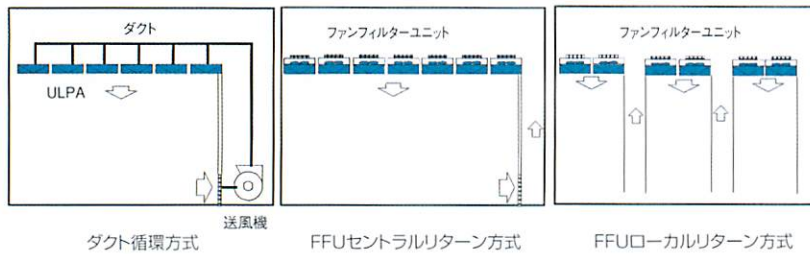


図1.2 クリーンルーム徐塵方式の比較

8.5W)。図1.3に示すように、本ウルトラクリーンルームではファンフィルターユニットを110台使用しています。

また、図1.4からわかるように、フィルターは、0.1μm以上の粒子を99.999999%(9N)以上捕集することができる最高レベルのULPAフィルター(Ultra Low Penetration Airfilter)を使用しております。今回採用しているフィルターは、材質が現在一般的なULPAフィルターの方法であるグラスファイバーではなく、フッ素樹脂を用いています[4]。これは、表1.2に示すようにグラスファイバーで起こるボロンの発生が全くないフィルターです。ボロンは、室内で発生するフッ酸とグラスファイバーとの間で起こる反応により発生し、シリコンの性質を変化させ半導体デバイスの品質に影響を与えます。したがって、半導体産業では、ボロン対策が最近のクリーンルームの重要課題の一つになっています。

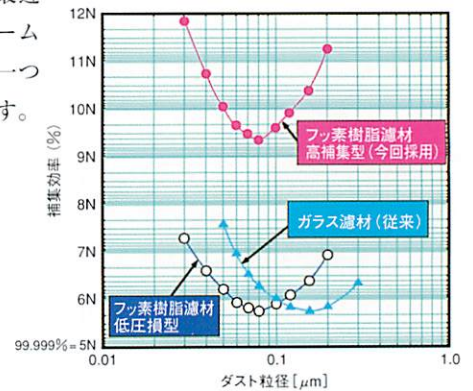


図1.4 ULPAフィルターの捕集効率



図1.3 ファンフィルターユニットの配置

ファンユニット	薄型 [2]	一般 [3]	
フィルター	HEPA	従来ULPA	新しいULPA [4]

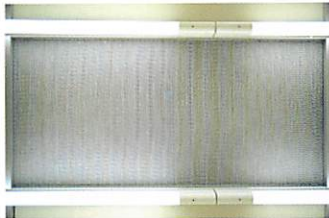


図1.5 従来のULPAフィルター



図1.6 今回採用したULPAフィルター



図1.7 フィルターユニット

表1.2 ULPAフィルター発生不純物の評価

*超純水中への不純物溶出試験

	フッ素樹脂濾材(ppb)	ガラス濾材(ppb)
ボロン	ND(<3.0)	1200
ナトリウム	38	8200
カリウム	26	260
マグネシウム	2	130
カルシウム	5.8	50
バリウム	ND(<0.1)	220
アルミニウム	ND(<1.2)	62
亜鉛	ND(<2.4)	150
シリコン	ND(<2.4)	7400

ND:検出限界値以下

1.4.2 汚染物質の室内流入防止

外界からクリーンルーム内への空気を通じて流入する汚染物質対策のため、クリーンルームは外界に対して常にプラス圧に保たれています。クリーンルームは、実験時に装置から発生する微粒子、ミスト、ガス、熱などを取り除くために強制的に排気を行っています。排気だけを行えば、室内は外部に比べマイナス圧となりますから、外部から自然に汚れた空気が室内に流入して室内は汚染されます。そこで、汚染物質を除去した外気を強制的にクリーンルーム内へ導入する必要があります。外気は、排気される量に加え、部屋をプラス圧に保つために必要な量を導入しなければなりません。本ウルトラクリーン

ルームの外気の取入れから排気までを表すエアフロー図を図1.8に示します。

本ウルトラクリーンルームの外気取入れ量は、排気が最大130m³/minで、室内プラス圧力保持分として20m³/minの合計150m³/minが必要ですが、図1.9に示す外気処理機[5]は、200m³/minの新鮮空気の取入れが可能のため、十分な能力があります。外気の微粒子を濾過するために、外気処理機には4段階のフィルターが取り付けられています。まず1段階目で目に見える大きなゴミを除去、2段階目で1μm以上の粒子を、3段階目のHEPAフィルター(High Efficiency Particulate Airfilter)で0.3μm以上の粒子を99.97%以上濾過し、そして最終ULPAフィルターにて0.1

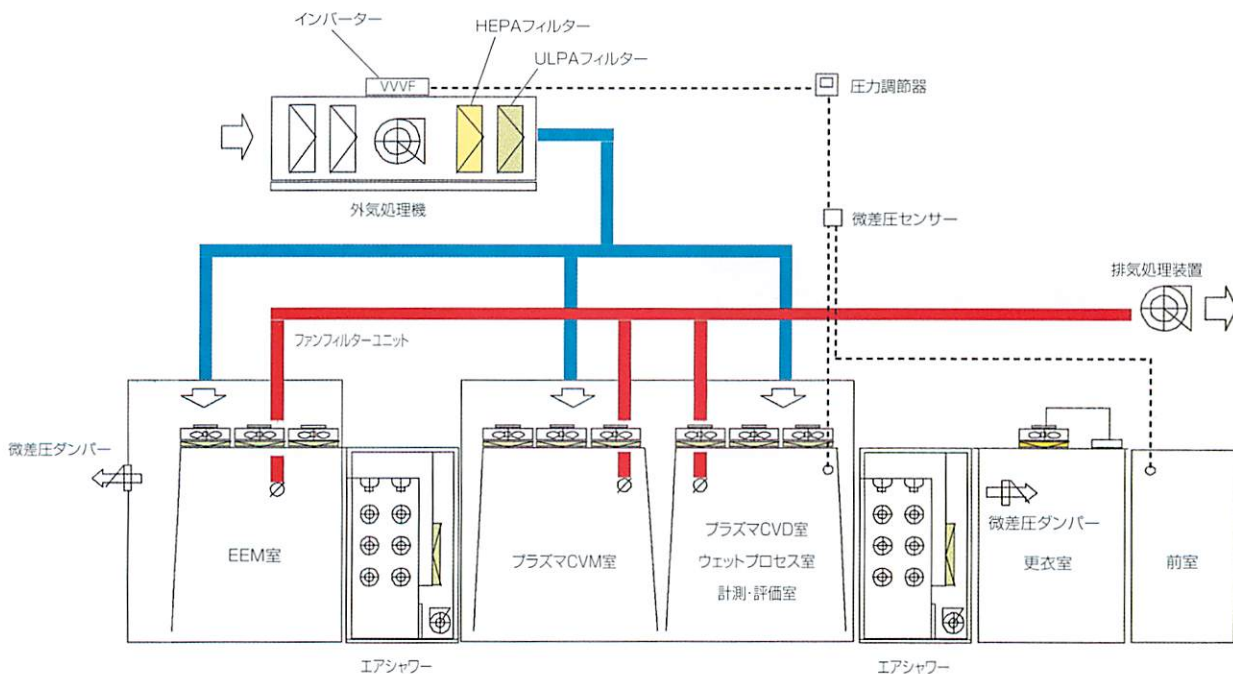


図1.8 クリーンルームエアフロー図

μm 以上の粒子を99.9999%以上濾過していますので、室内へ供給される外気中の $0.1\ \mu\text{m}$ 以上の粒子は1個/ ft^3 以下となります。供給された外気はファンフィルターユニットのULPAフィルターを通して室内に供給されます。

さらに、外気処理機は、室内のプラス圧力を一定に保持するため、送風機の風量を図1.10の制御盤によって自動的に制御しています。クリーンエリア(清浄空間)内と前室の間に取り付けられた圧力センサーの信号により、クリーンエリアの圧力が一定になるように送風機モーターの回転数をインバーター制御[6,7]しています。また、防水仕様であるEEM室は、他室から独立して外気を導入していますので、室内圧力保持のために図1.11に示す微差圧ダンパー[8]を設置しています。微差圧ダンパーは、おもりの重さで室内圧力を調整する機構で室内圧力が高いときは大きく開き、小さい時は少ししか開きません。自然の力を利用した単純な方法ですが圧力保持のためには制御性が良い最も有効な手段です。また、清浄空間の新鮮空気が、更衣室へもこの微差圧ダンパーを通じて流入しています。このような制御によって最も清浄度の高い空間を外部に比べ 30Pa (3mmAq)プラス圧に設定すると、天井内部が外部に対して 20Pa (2mmAq)に、更衣室が 10Pa (1mmAq)となり、建物全体が外部よりプラス圧に保たれます。このようにして、クリーンルームにとって最も大きな汚染源である外気が、直接清浄空間に流入することを防ぎます。



図1.9 外気処理機



図1.10 外気処理機制御盤



図1.11 微差圧ダンパー



図1.12 エアシャワー

次に、人や物に付着して持ち込まれる汚染物質の対策が必要となります。防塵衣に着替える更衣室は、 $0.3\ \mu\text{m}$ 以上の粒子が 1000 個/ ft^3 以下になるように設計されており、外部とクリーンエリアとの緩衝空間になっています。更衣室で着替えた人は、エアシャワーをあびてクリーンエリア内に入ります。図1.12に示す今回採用のエアシャワー [9,10] は、ULPAフィルターを使用しているため、通常のエアシャワーより高潔の空気が吹き出されます。また、側面に加え天井内にも吹き出しノズルがあり、全身まんべんなく高潔空気をあびることができる、非常に性能の高いエアシャワーです。また、更衣室は、図1.13に示すように 50mm 高さのグレーティング床[11]となっており、更衣時発生する人からの塵埃や搬入機材から発生する塵埃を床格子面から下へ落とし、塵埃の内部持ち込みを減少させています。



図1.13 グレーティング床 (更衣室)

1.4.3 汚染物質の堆積防止

汚染物質を室内に堆積させないためには、高浄空気が届かない場所を作らないことと、内装を清掃が容易な構造にすることが大切です。天井面から供給される高浄空気は、図1.14に示す帯電防止ビニールカーテン[12]の下を通り、壁面にそって天井内へまわります。各部屋壁面は、ほとんど空気の通り道になっているため浄空気が均等に循環される構造です。照明器具には、吹き出し airflow を乱さないため図1.15に示すような気流整流カバーがとりつけられています[13]。また、室内表面の仕上げ材[14~17]は、図1.16のアルミフレームシステム天井[18]を含め、壁と床は全て帯電防止材料であります。内装は、表1.3の帯電防止性能からわかるように静電気による汚染物質の付着がきわめて少なく、清掃が容易な材料で構成されています。



図1.14 帯電防止ビニールカーテン



図1.15 照明器具

図1.16 アルミフレームシステム天井

表1.3 内装材の帯電防止性能

	内装材	表面固有抵抗値 Ω/\square
壁	クリーンクロス	1×10^9 以下
	ビニールカーテン	1×10^9 以下
	珪酸カルシウム板	1×10^8 以下
床	長尺シート	1×10^8 以下
	エポキシ塗床	1×10^9 以下

1.4.4 汚染物質の発生防止

汚染物質の発生防止は、クリーンルーム内の清浄度を保つために最も重要なことです。最も大きな発生源は、人と実験装置です。

人からの発塵を防止するために、図1.17に示すような防塵衣[19]を着用します。防塵衣には、①無発塵、②帯電防止、③発生塵埃が外に出にくい構造、④快適な着用性能が求められます。これらの要件を満たすために、長繊維ポリエステルに、炭素繊維が織り込まれた素材が用いられています。また、衣服の構造は、首・袖口に伸縮性の素材を用い、拭料を取り扱う正面を避けて左前にファスナーが付けられています。帽子(防塵フード)は、内帽子を一体化した二重形式にし、首振り時の発生塵の放出を防いでいます。このような特徴を持つ防塵衣によって、人からの発塵、汚染物質の持ち込みを防止しています。なお、防塵衣は、微粒子が付着しないよう更衣室のガーメントロッカー[20]に保管します。

また、本ウルトラクリーンルームでは、実験装置本体からの発塵を防止するため、発塵が多いポンプ等は、できるだけクリーンルームの外に設置して配管接続し、使用しています。やむを得ずクリーンエリアに汚染物質の発生可能性がある実験装置を設置する場合は、その部分を隔離して排気ダクトを介して局所的に排気することによって、汚染物質の発生拡散を防止しています。

人、物以外に内装材からの発塵があります。内装材は表面が平坦なものを用い、断熱材、塗装材からの発塵を抑えるため、できる限り断熱、塗装を行わなくてよい構造としています。また、金属部材はサビを抑えるためアルミニウムまたはステンレス、鉄は亜鉛メッキ品を使用しています。



図1.17 防塵衣 ガーメントロッカー

1.5 室内温湿度制御

室内には、実験装置や照明、人間、清浄空気循環に用いるファンからの発熱、また壁や屋根、床からの伝熱、外気導入による熱の流入があります。これらの熱を処理しなければ室内温度を一定に保つことはできません。本ウルトラクリーンルームでは、図1.18に示すような温湿度の制御を行っています。

各室にはこれらの熱を処理するため、図1.19に示す空気調和器いわゆる水冷式パッケージユニット[21,22]が設置されており、冷房、暖房を行っています。冷房は冷媒蒸発を利用して行い、室内の熱は水で搬送され、図1.20に示す冷却塔[23]から大気へ放熱されます。水による冷却(水冷式)は空気による冷却(空冷式)に比べ熱効率がよく、消費電力が低減されます。暖房は電気ヒーターで行われますが、壁が二重構造になっており、天井部が断熱されていますので、暖房による消費電力は年間を通じわずかしかありません。



図1.19 空気調和器 (水冷式パッケージユニット)

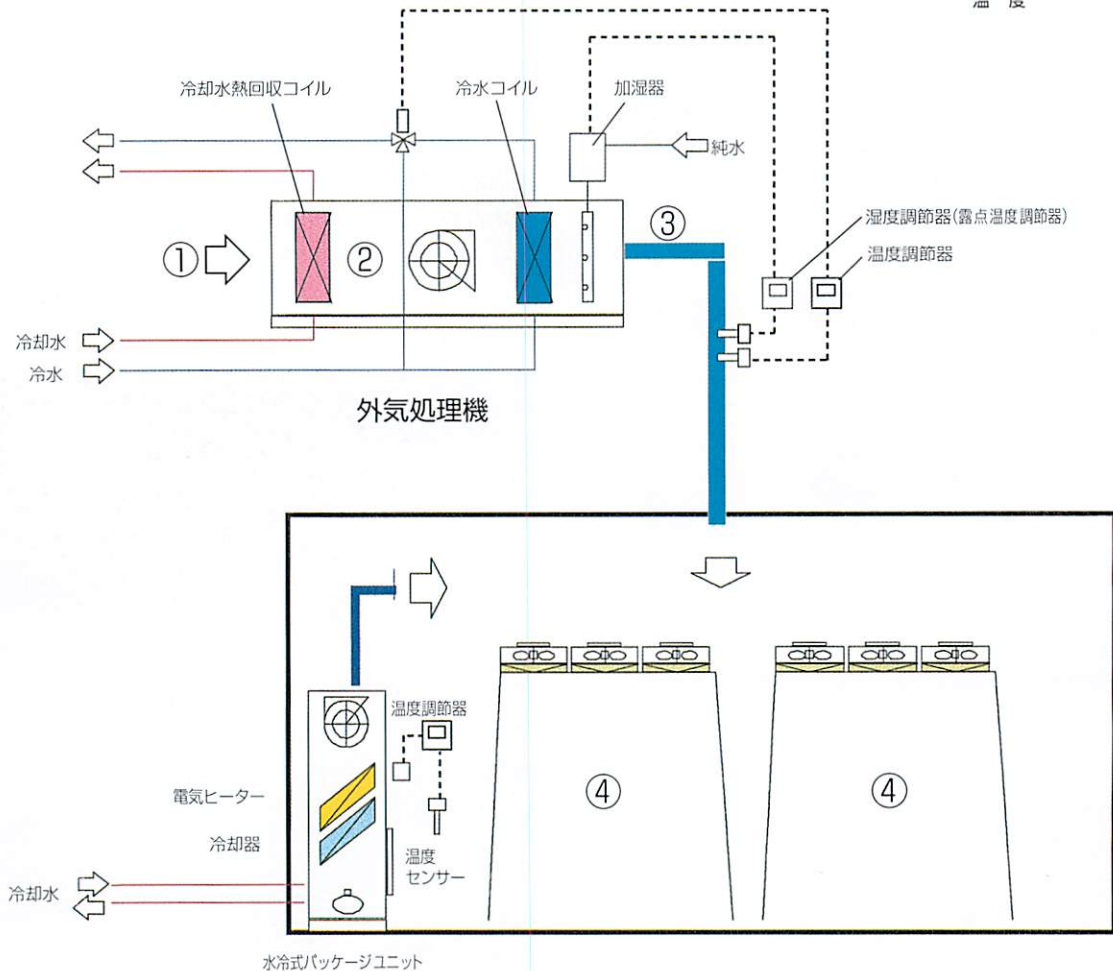
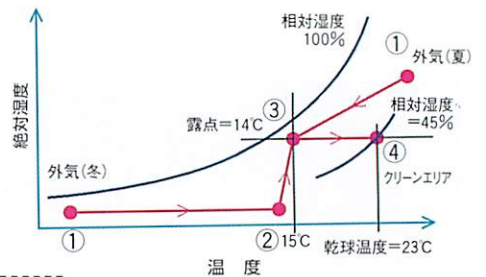


図1.18 クリーンルーム温湿度の制御フロー図

導入外気の冷却は、図1.21の水冷式チリングユニット[24]によって製造された冷却水を外気処理機に送り、冷却水と空気間の熱交換により行っています。導入外気の加熱は、室内で装置やファンにより発生する熱を利用しており、冷却塔で大気へ放熱する量を減らしています。各室の温度状態や外気処理機出口温度は、更衣室に設置された図1.22の温湿度制御盤[25]で監視できます。

次に、湿度は取入れる外気を所定の水分量にコントロールすることで室内湿度をコントロールします。これは、室内での湿度変化は室内での水分変化量よりも外気での水分変化量の影響が圧倒的に大きいためです。外気の湿度が室内設計条件より高い場合は外気処理機によって冷却除湿され、低い場合は図1.23の蒸気発生器[26]により加湿されます。なお、加湿の水は純水を使用しており、汚染物質の持ち込みを少なくしています。

1.6 超清浄防水型クリーンルーム

EEM室は、大量の水を使用するため、防水仕様のクリーンルームになっています。図1.24に示すように、床はエポキシ材による塗り床、壁は珪酸カルシウムを基材に表面処理した材料を使用し、耐水性を維持しています。また、実験で使用する微細粉末粒子が防塵衣に万が一にも付着して室外に持ち出すことがないようにEEM室は他室と独立させ、単独で更衣室、エアシャワーを設置しています。一般的なガラスファイバー性ULPAフィルターは耐水性がなく水を使用するクリーンルームでの採用には注意が必要でしたが、今回のULPAフィルターは撥水性があり、耐水性に優れているので、防水仕様クリーンルームには最適です。

1.7 静電気対策

大面積ガラス基板を実験試料として使用するプラズマCVD室には、基板表面で発生する静電気による汚染物質の付着を防止するため、図1.25のように静電気を中和させるイオンイザー [27] が天井面に設置されています。このイオンイザーで発生したイオンは、清浄気流によって対象物表面に到達し、表面の電荷を中和します。一般的なイオンイザーは、電極のコロナ放電によるスパッタリングによって発塵し、クリーンルームの汚染源になります。しかし、本イオンイザーは、イオン発生部分を高純度石英ガラスで被覆した特殊な構造の電極であるため、従来の金属（タングステン）電極のような酸化やスパッタリングによる自己発塵はありません。また、単位面積当たりの放電エネルギーが従来より小さいためにオゾン発生も抑制され、電極直下500mmの位置で濃度は5ppb以下です。このように、自己発塵はありませんが、連続使用すると空気中の不純物が電極先端部に付着堆積します。これも定期的なメンテナンスによって解決されます。



図1.20 冷却塔 (クーリングタワー)



図1.22 温湿度制御盤



図1.21 水冷式チリングユニット



図1.23 蒸気発生器 (加湿器)



図1.24 EEM室の壁と床



図1.25 イオンイザー

1.8 装置冷却水システム

実験装置の発熱を空気で冷却するのは、水に比べ非常に効率が悪く無駄なエネルギーを使います。そこで、本ウルトラクリーンルームでは、効率よく熱処理するため、実験装置はできるだけ水で冷却しています。図1.26に装置冷却水システムフロー図、次頁の図1.27に装置冷却水配管図を示します。

冷却水には純水を使用していますが、これは装置冷却器の汚れによる効率低下を抑えることと、冷却水の導電

性による高周波電源等への影響を抑えるためです。冷却水は、図1.28のFRP製のタンク[28]に貯水され、図1.29のステンレス製のポンプ[29]により、各種実験装置へ供給されます。供給圧力は400kPa(4.0kgf/cm²)、温度は10°Cと20°Cの2種類あり、それぞれ水冷式チリングユニットによって製造された冷却水を図1.30のステンレス製プレート式熱交換器[30]により熱交換して供給します。さらに、冷却水の導電性を抑えるため、冷却水タンクには常に新しい純水が供給されます。

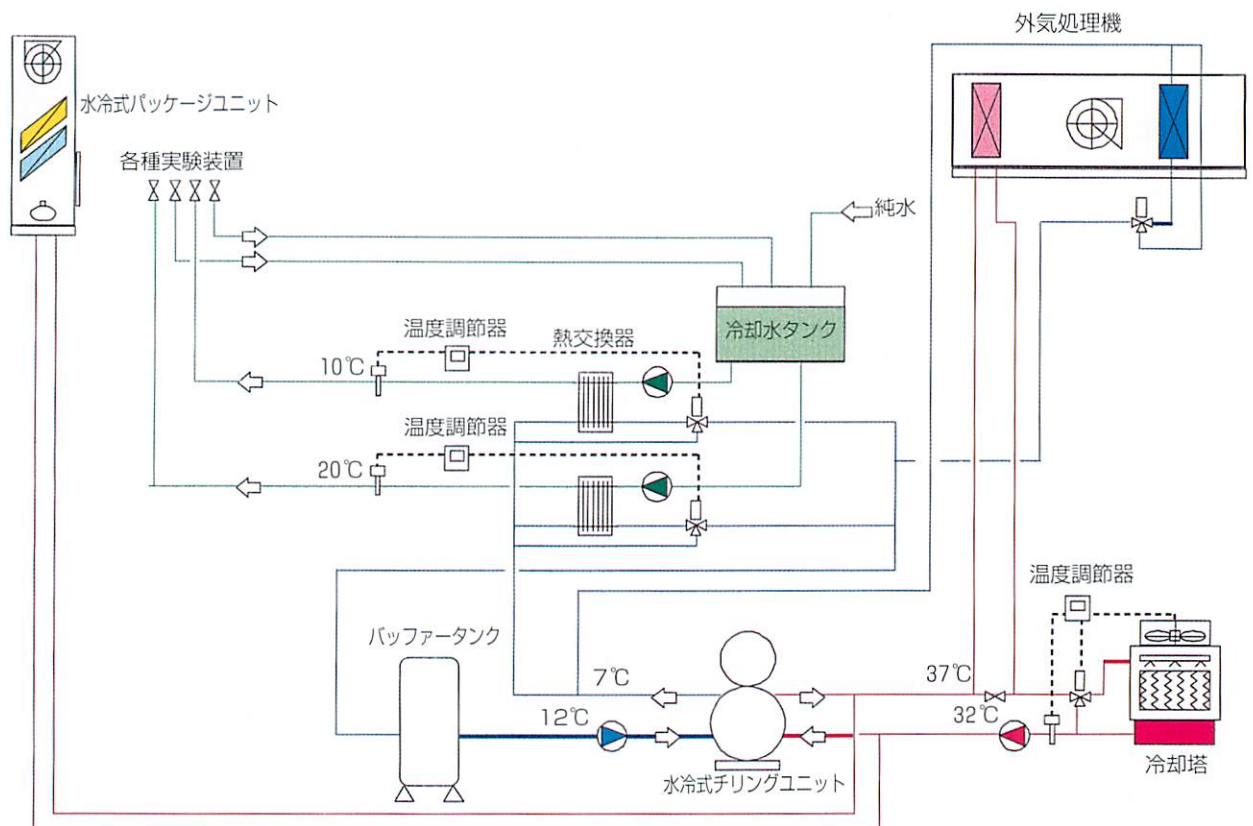


図1.26 装置冷却水システムフロー図

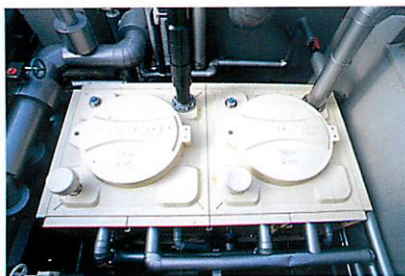


図1.28 冷却水タンク

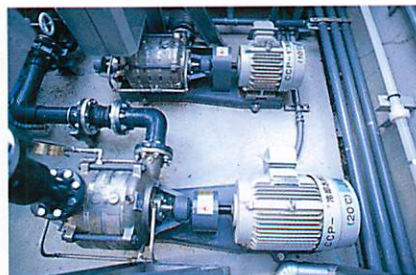


図1.29 ステンレス製のポンプ



図1.30 ステンレス製プレート式熱交換器

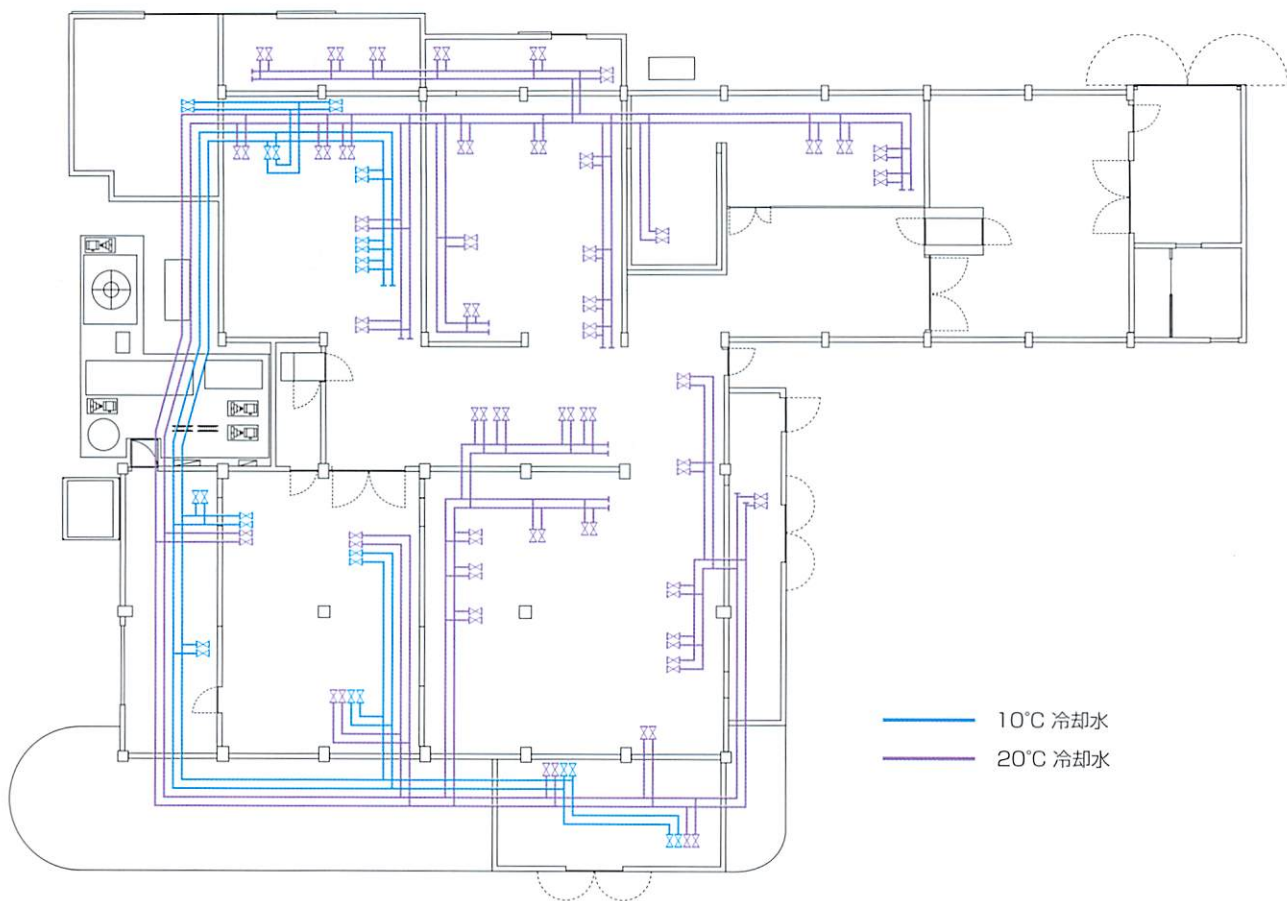


図1.27 装置冷却水配管図

1.9 排気処理システム

排気には実験の結果発生する様々な有害物質が含まれています。これを直接大気に放出すると周辺環境を悪化させるため、その対策として排気処理装置[31]を設置しています。図1.31に、排気ダクト配管系統図を示します。無機系統 $40\text{m}^3/\text{min}$ 、可燃系統 $20\text{m}^3/\text{min}$ 、有機系統 $20\text{m}^3/\text{min}$ の3種類の処理装置を持っています。無機、可燃系統は、図1.32に示す湿式充填塔によって水に有害物質を溶解させる水洗浄で、有機系統は活性炭による吸着で処理します。無機、可燃系統洗浄塔および送風機はFRP製、内部充填材は塩化ビニール製であり、腐食に強い構造です。有機系統はSS製エポキシ塗装品です。それぞれ入口濃度に対し出口濃度は約90%減少します。

また、将来圧縮空気を使用する場合に備えて、低騒音タイプの小型スクリーコンプレッサー[32]を用意しています。



図1.32 スクラバー(可燃系統)



図1.33 スクラバー(有機系統)

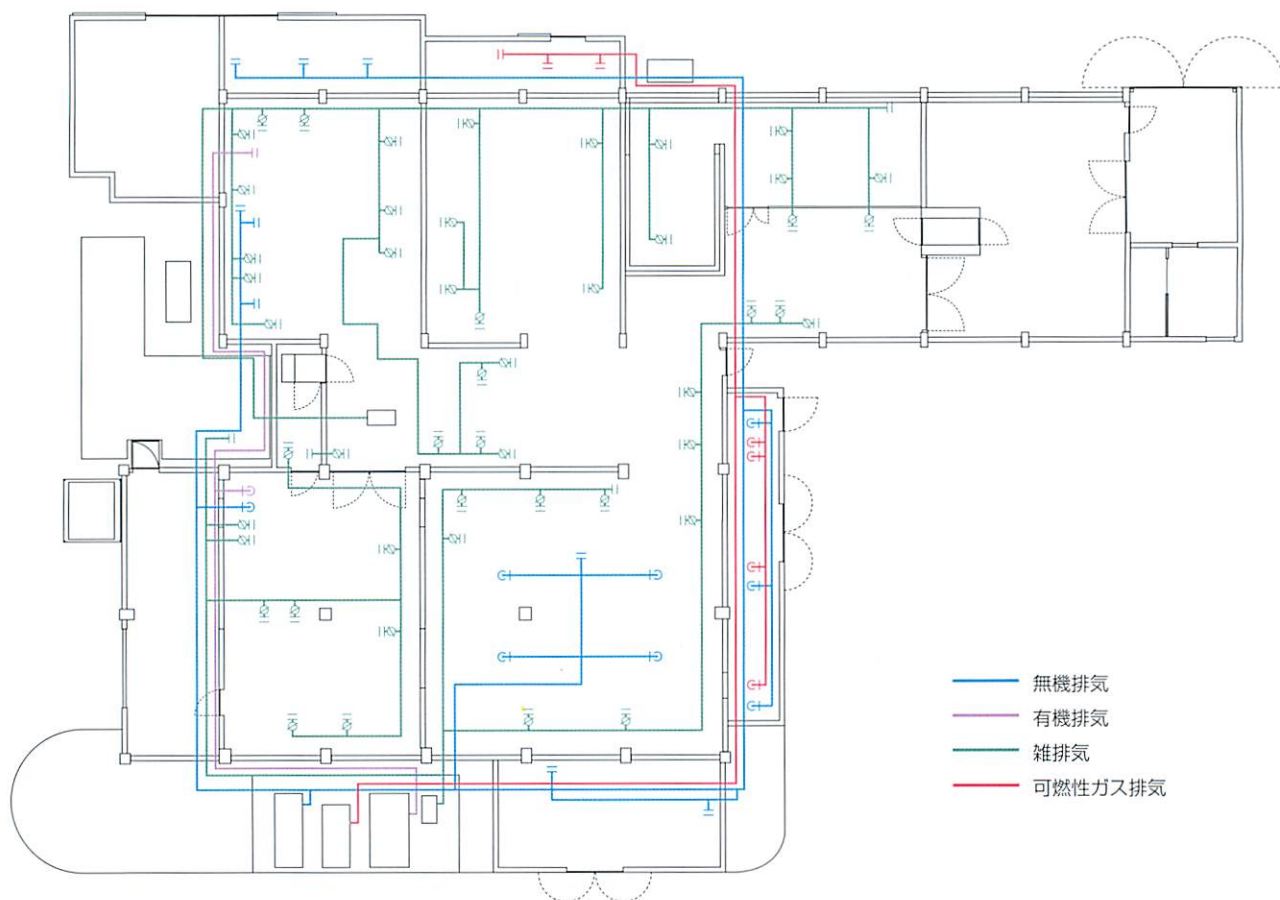


図1.31 排気ダクト配管系統図

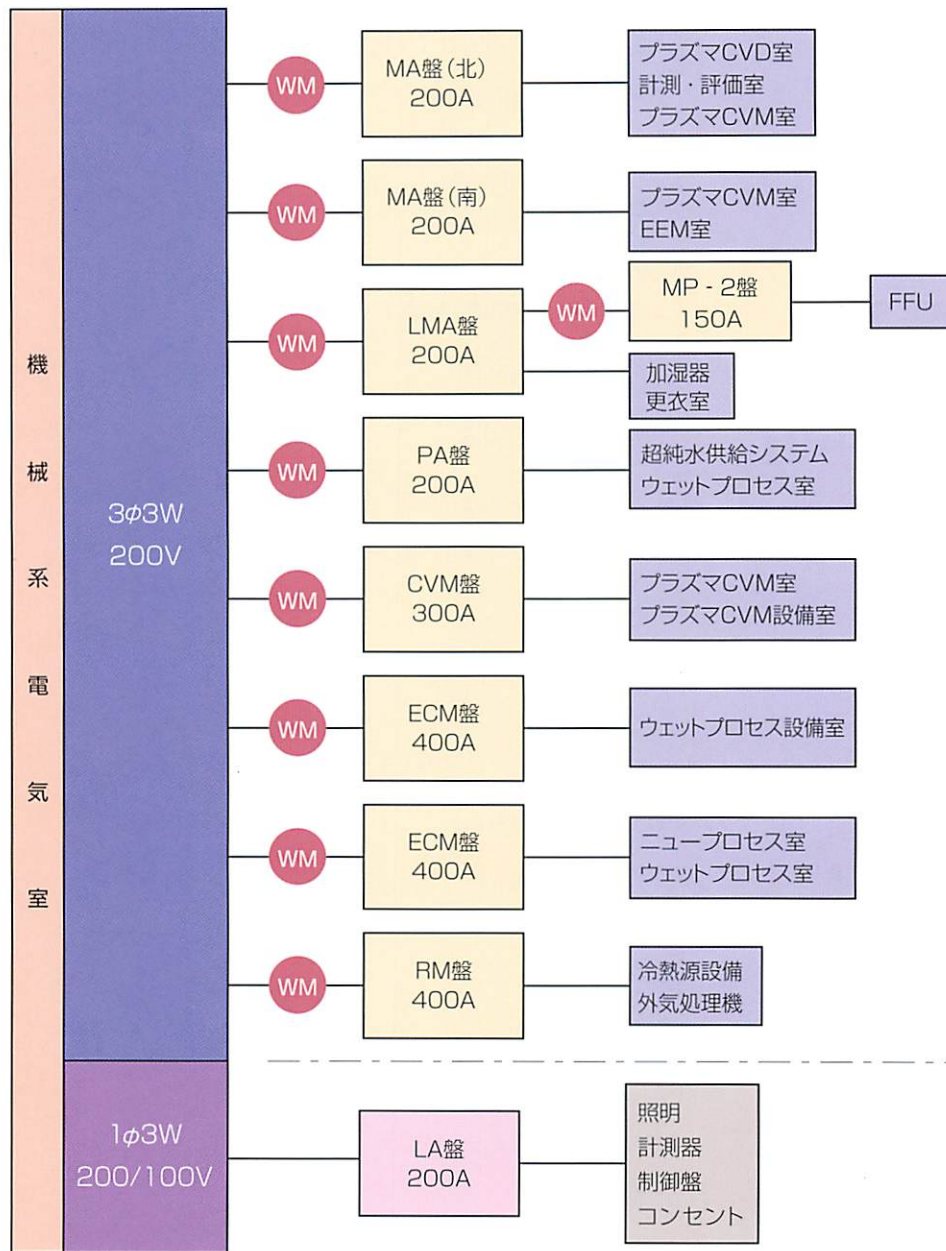


図1.34 配電盤系統図と消費電力モニター

WM 電力計

1.10 電力供給系

配電盤系統図と定格容量、消費電力モニターの配置を図1.34に示します。本ウルトラクリーンルームでは、電力計で刻々と変化する電力を計測・監視し、そのデータをパーソナルコンピューターにより収集しています。このデータから、電力消費量のチェックを行い、消費電力の把握・分析により、不要な電力使用を避け、省エネルギー対策に努めています。

- (1)大見忠弘，新田雄久監修：超LSIにおけるトータルクリーン化技術，リアライズ社（1988）。
- (2)大見忠弘，新田雄久監修：LSI製造におけるプロセス高性能化技術Ⅳ－クリーンルーム付帯設備の高度化－，リアライズ社（1990）。

〈高砂熱学工業株式会社 倉田昌典〉

[1] 高砂熱学工業株式会社	設計および施工
[2] 東プレ株式会社	TEN型ファンフィルターユニット TEN-72W14-03
[3] 新晃工業株式会社	クリーンジョイ KJ-2360L
[4] ダイキン工業株式会社	ニューロファインフィルター KMH7201470
[5] 新晃工業株式会社	外気処理空調機
[6] 山武ハネウエル株式会社	圧力指示調節器
[7] 松下電工株式会社	インバーター BFV61502
[8] 協立エアテック株式会社	微差圧ダンパー BCD-2
[9] 進和テック株式会社 日本エアー・フィルター株式会社	エアシャワー 1600W×2420H×1000L (2連型)
[10] 日本スピンドル製造株式会社	エアシャワー AS-0810LSF-BEF
[11] 日立機材株式会社	日立クリーンフロア フロアモジュール300
[12] 積水化学工業株式会社	エスロンDCシート
[13] 松下電工株式会社	クリーンルーム用照明器具 JF41801
[14] リリカラ株式会社	クリーン壁紙
[15] 積水化学工業株式会社	アスベール
[16] 東レ株式会社	帯電防止フロアリユーム
[17] 日軽アーバンビルド株式会社	帯電防止エポキシ塗り床
[18] 日軽アーバンビルド株式会社	アルミフレームシステム天井, ブランクパネル
[19] 東レ株式会社	防塵衣
[20] 日本エアーテック株式会社	ガーメントストッカー
[21] ダイキン工業株式会社	水冷式パッケージユニット
[22] 三洋電機株式会社	水冷式パッケージユニット
[23] 空研工業株式会社	冷却塔
[24] ダイキン工業株式会社	水冷式チリングユニット
[25] 山武ハネウエル株式会社	自動制御盤
[26] ピーエス工業株式会社	加湿器
[27] 高砂熱学工業株式会社	スーパークリーンイオナイザー
[28] 三菱樹脂株式会社	FRP製タンク
[29] 株式会社荏原製作所	MCS型冷水ポンプ
[30] 株式会社日阪製作所	SUS製熱交換器
[31] セイコー化工機株式会社	テクセル排ガス処理装置 TRS-D20,TRS-D40,AC-20
[32] 株式会社神戸製鋼所	小型スクリーコンプレッサー

2. 超高純度ガス供給システム

2.1 はじめに

ガスプロセスであるプラズマCVMや大気圧プラズマCVDにより、高性能な加工表面および成膜表面を再現性よく得るためには、プロセス雰囲気の超高清浄化が不可欠です。そのため、超高純度ガス供給システムは、超精密加工技術を支える基盤として重要となっています。

超精密加工プロセスにおいては、チャンパー内に設置された被加工物や成膜基板表面がクリーンで、必要なガスが必要量流れてくることが要求されます。ところが従来のガス供給系では、ガスを流すと、微粒子、カーボン、金属等の汚染が発生し、加工表面や膜品質が劣化するという問題が生じています。これは、配管表面の腐食や、触媒作用による反応性ガスの分解、水分の吸着などが原因であり、これら为了避免するためには、大量の高純度な不活性ガスで置換する必要があります。超高純度ガスを汚染せずにユースポイントに供給するには、ガス供給配管系のトータルなクリーン化が不可欠です。また、ガス供給系の理想像は我々が慣れ親しんでいる水道方式です。必要ときにバルブを開ければ必要な超高純度のガスが必要量流れ、使い終わればバルブを閉じるだけで十分という技術が、すべての特殊材料ガスに対して確立されることが理想です⁽¹²⁾。

ここでは、ウルトラクリーンルームの超高純度ガス供給システムについて、求められる要件とシステムの特徴および要素技術について説明します⁽¹²⁾。

2.2 超高純度ガス供給システムに求められる要件

超高純度ガス供給システムには下記のような要件が求められています。

- ① 外部リーク (External Leak) がないこと
- ② 微粒子 (Particle) を発生しないこと
- ③ ガス滞留部 (Dead Space) が存在しないこと
- ④ 放出ガス (Outgas) が極力少ないこと
- ⑤ 腐食 (Corrosion) しないこと
- ⑥ 触媒作用 (Catalytic Behavior) がないこと
- ⑦ 実効表面積が極力少ないこと (Effective Area Minimum)
- ⑧ 誤動作 (Error Operation) がないこと

これらの要件を満たすことで超高純度ガス供給システムが構築され、たとえ腐食性の特殊材料ガスや反応性の特殊材料ガスを扱う際も安全かつ安定に供給を行うことが可能となります。すなわち、使用したいときにバルブを開ければ、必要な超高純度のガスが必要量流れ、使い終わればバルブを閉じるだけで十分という、水道のように手軽に使用できる超高純度ガス供給システムが確立されます。

実際にこれらの要件を実現するためには、配管施工の段階から一貫してウルトラクリーン仕様とすることが不可欠です。ウルトラクリーン施工を施し、使用部材もウルトラクリーン仕様の機器を選定することにより、水道方式による超高純度ガス供給システムが確立できます。

2.3 超高純度ガス供給システムの構成と特徴

本ウルトラクリーンルームに整備された超高純度ガス供給システムは、前述の要件を満たすために最新の要素技術を採用しています⁽¹²⁾。使用可能なガス種としては、 N_2 、 O_2 、 H_2 、Ar、He、 NH_3 、CO、 Cl_2 、 SF_6 、 CF_4 、 SiH_4 、 PH_3 、 B_2H_6 、 CH_4 の計14系統が配管されています。

図2.1および図2.2にシステム全体の構成図および平面図を示します。

超高純度ガス供給システムは、液化窒素貯蔵タンク、シリンダーキャビネット (ポンベスタンド)、ガス精製装置、集積化ガスシステムの各装置から構成されており、それらの装置間は超高清浄配管により接続しています。

配管施工は施工時の空気からの汚染を排除するために、高純度Arによる常時パージ方式で行っています [1]。使用した配管材や各種単体機器 (バルブ、継手、エルボ、ティーズ、圧力調整器、圧力センサー、フィルター、マスフローコントローラーなど) の内表面はすべて Cr_2O_3 不働態処理 [2] が施されており、ガス純度の劣化が生じないように配慮されています。また、これら単体機器は、自動溶接あるいは内表面をすべて Cr_2O_3 不働態処理された高性能小型メタルガスケット継手 [3] を用いて接続されています。なお、 Cr_2O_3 不働態処理の前処理には電解複合研磨 (Electrochemical Buffing ; ECB) および精密洗浄 [4] を行っています。

本ウルトラクリーンルーム内の各実験装置への超高純度ガスの供給には、集積化ガスシステム [5] を採用しています。オールメタルバルブ [6] やマスフローコントローラー [7] は、小型メタルガスケットフランジシール方式により上部着脱が可能で、メンテナンス性に優れています。また、超高純度ガスのユースポイントにはオールメタル仕様の分流弁や二連三方弁、ストップ弁 [6,8] が適宜配置されています。オールメタルバルブはプラスチックマテリアルフリーであるため放出ガスが非常に少なく、超高純度ガス供給システムには最適なバルブです。

高純度窒素ガスは内面を電解複合研磨した液化窒素貯蔵タンク [9] から供給します。他のガスはシリンダーキャビネットおよびポンベスタンド [10] からシリンダーによって供給します。シリンダーキャビネットやポンベスタンドに用いられている圧力調整器 [11] や圧力センサー [12] 及び指示計、オールメタルフィルター [13]、オールメタルバルブ [6,8] 等の各単体機器についても、内表面には

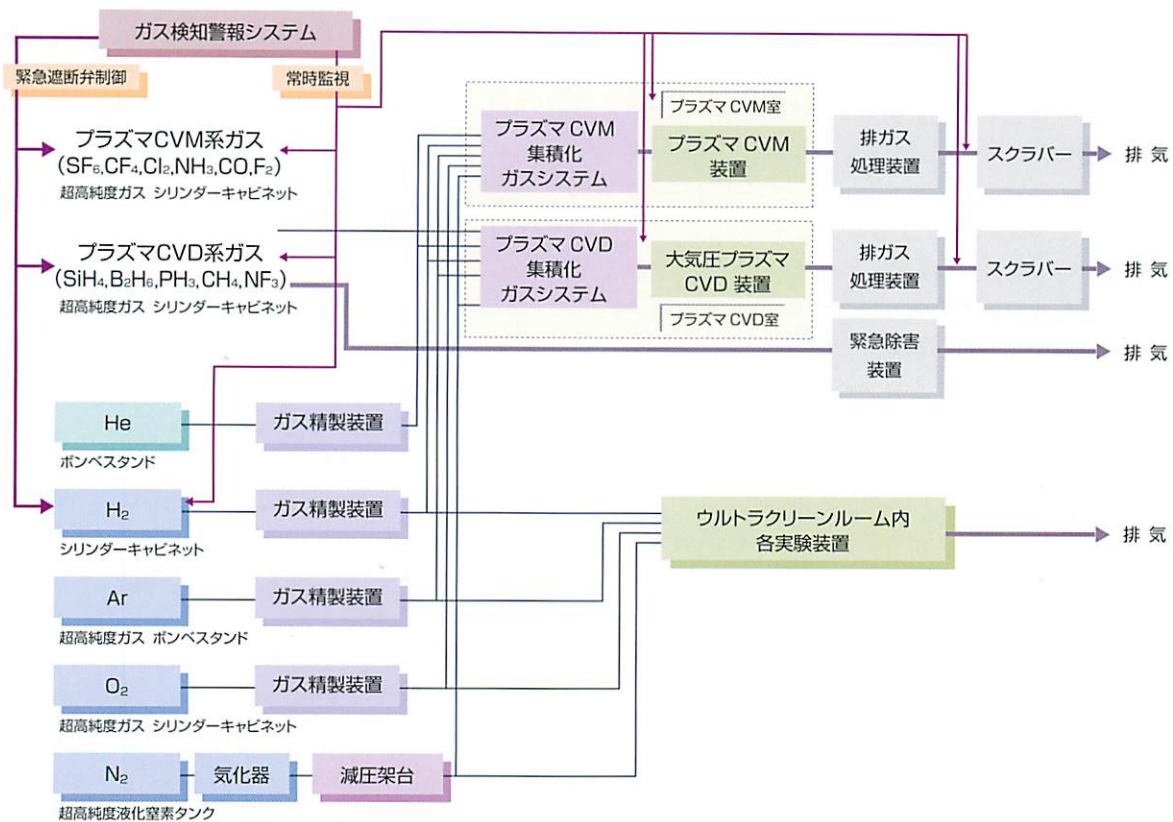


図2.1 システム全体の構成図

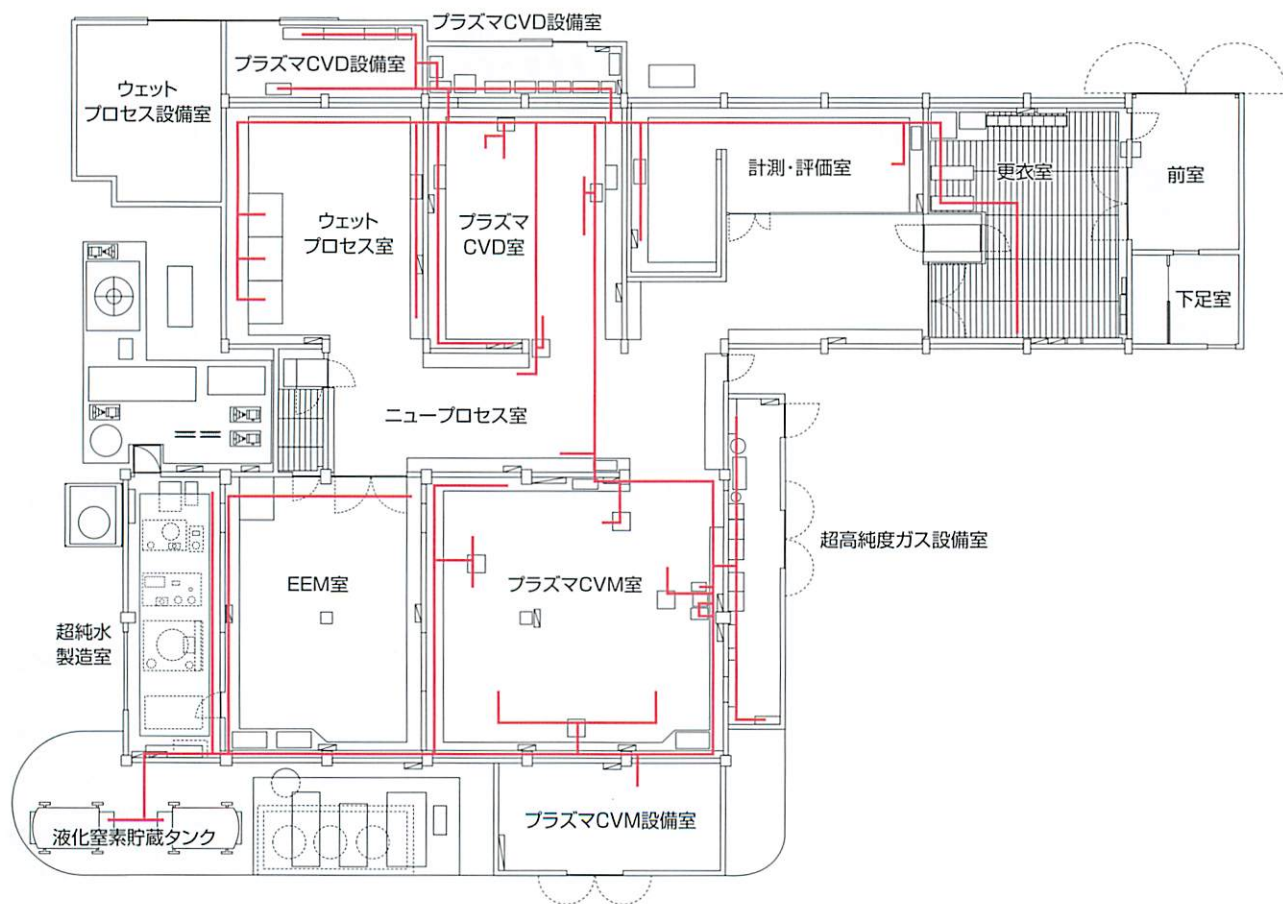


図2.2 システム全体の平面図

すべてCr₂O₃不働態処理が施されています。また、水素ガスとヘリウムガスのラインには内表面をCr₂O₃不働態処理した精製装置[14,15]を組み込んでいます。本ウルトラクリーンルームで使用しているオールメタルフィルターは、1989年に世界で初めて開発されたオールメタルの半導体プロセスガス用フィルターで、除粒子効果をはじめ、圧力損失、脱ガス、耐腐食性等が総合的に考慮されて設計されています。

使用した部材として、ガス配管には溶接部近傍の耐食性劣化防止に適した低マンガン(Mn<0.05%)のSUS316L真空二重溶解材[16,17]を採用しています。また、コーナー部の配管は曲げ施工でなく、自動溶接継手(エルボ・テイズ)[18]を用いています。この自動溶接継手についても、素材としては超高純度配管用真空二重溶解材が使用されており、さらに内面はCr₂O₃不働態処理が施されています。

図2.3は、真空二重溶解材と一般材について溶接部内面状態を観察した一例ですが、真空二重溶解材の場合は、粗さが小さくきれいな溶接ビード部が得られ、耐食性にも優れています。

一方、有害な特殊材料ガスの排気は除害装置を通して行います。SiH₄、PH₃、B₂H₆、CO[19]、NH₃、ハロゲン系の各ガス系統には、専用の除害装置が設置されています。

また、本ウルトラクリーンルーム内で実験を行う上での安全を確保するために、シリンダーキャビネットの緊急遮断弁と連動しガス漏れによりガスの供給を遮断するガス漏洩検知警報装置[20]を設置しています。

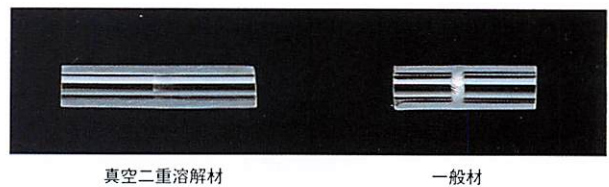


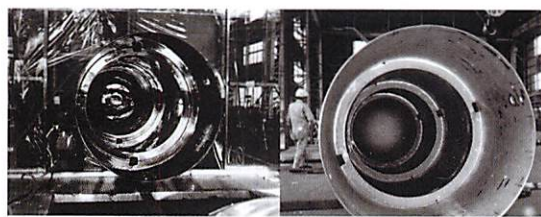
図2.3 溶接部内面状態の比較

2.4 超高純度ガス供給システムの要素技術^(1,2)

2.4.1 液化窒素貯蔵タンク

ガスが最も長時間滞留するのは、ガスシリンダーと貯蔵タンクであり、ここがクリーンでなければ、クリーンなガスは供給できません。従来の液化ガスの貯蔵タンクを、電解複合研磨により表面を平滑化することで、ガス中に含まれる微粒子は8桁以上減少しました。

図2.5に示しますように従来のタンクの内表面は石垣状に割れ目が多数観測されますが、電解複合研磨表面においては研磨痕が観察されるのみで非常にきれいな表面です。表面粗さの測定結果からも非常に平坦な表面であることがわかります。



クリーンルーム内で電解複合研磨処理を行ったタンク内表面 従来のタンク内表面

図2.4 液化窒素タンク内表面の比較

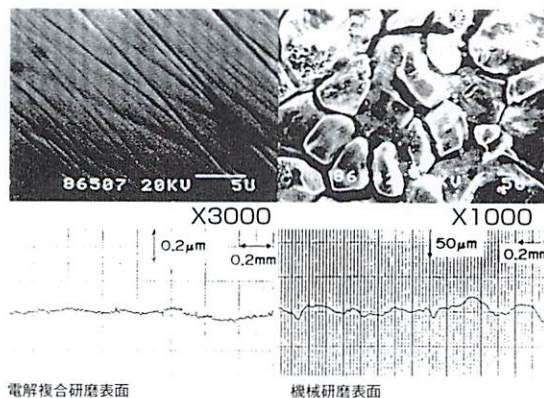


図2.5 液化窒素貯蔵タンク内表面の表面粗さ

2.4.2 Cr₂O₃不働態処理

従来の電解研磨（EP）処理は薬液中での不働態処理であったため、不純物が表面に吸着しやすい処理でした。今回採用したCr₂O₃不働態処理はドライ雰囲気での処理であり、ステンレス表面を強還元性雰囲気下で酸化することによって、Crの選択酸化を行い100%のCr₂O₃不働態膜を表面20nmの厚さで形成しています。

ガス供給系に用いているSUS316Lはオーステナイト系ステンレスで面心立方格子構造を持つことから、Crが拡散しにくく、Cr₂O₃不働態膜の形成が難しい材料です。しかし、表面を電解複合研磨（ECB）することにより表面付近の粒径を小さくし（ベイルビー層の形成）、Crの粒子拡散を促進した結果、表面に100%のCr₂O₃不働態膜を形成することが可能になりました。

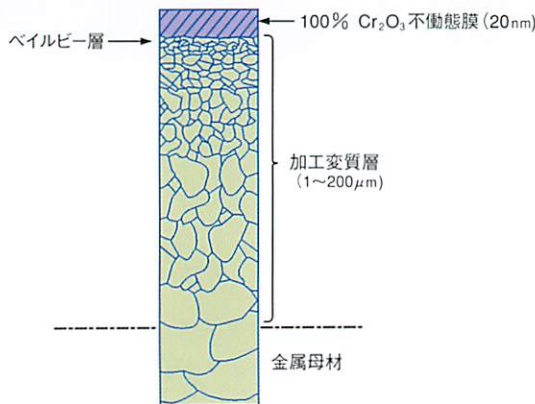


図2.6 ステンレス表面に形成された加工変質層の模式図

X線光電子分光(XPS)によるCr₂O₃不働態膜の深さ方向の成分分析の結果、図2.7に示しますように、表面から約20nmの深さまで、耐腐食性に劣るFe成分の検出されない、100%Cr₂O₃不働態膜が形成されています。

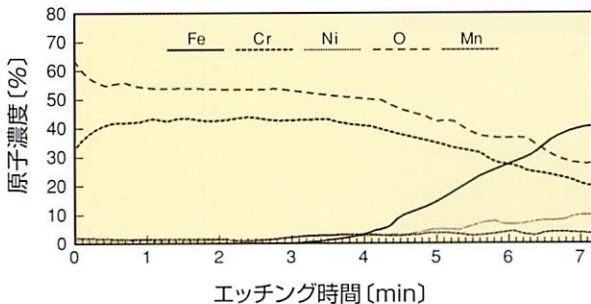


図2.7 X線光電子分光(XPS)によるCr₂O₃不働態膜の深さ方向の成分分析結果

2.4.3 Cr₂O₃不働態膜の水洩れ特性

水分の吸着における活性化エネルギー（0.04eV）が室温のエネルギー（0.026eV）とほぼ同等であることにより、室温でのパージにより不純物濃度1ppb以下のガス供給が可能です。電解研磨（EP）処理の配管2mでは10時間のパージ後も水分濃度は約3ppbですが、Cr₂O₃不働態処理の配管であれば4時間のパージで1ppb以下の水分濃度に低減できます。

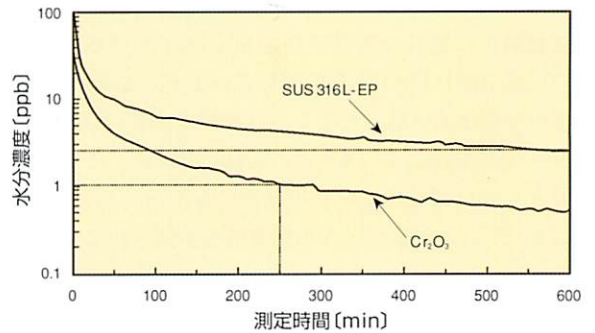


図2.8 従来の電解研磨（EP）処理配管とCr₂O₃不働態処理配管の水洩れ特性の比較
サンプルチューブ:1/4"×2m,Arガス流量:1.2ℓ/min(室温)

図2.8は、従来の電解研磨（EP）処理配管とCr₂O₃不働態処理配管の水洩れ特性を比較したものです。サンプルチューブ2m、1/4"、Arガス流量1.2ℓ/分で流通したときの、チューブ出口のガス中に含まれる水分濃度を大気圧イオン化質量分析計（APIMS）で測定したときの結果を示しています。

2.4.4 Cr₂O₃不働態膜の耐腐食性

Cr₂O₃不働態膜は、腐食性を有するハロゲン系特殊材料ガス（HCl, HBr, etc.）に対し完全な耐食性を示し、ステンレスに起因する金属汚染を完全に抑制します。電解研磨（EP）処理の表面ではHCl, HBrによって、表面は腐食されます。耐食性に優れるといわれる Hastelloy でも表面の腐食は確認されますが、Cr₂O₃不働態処理表面では腐食性ガス成分は表面に吸着するのみであり完全な耐食性を示します。

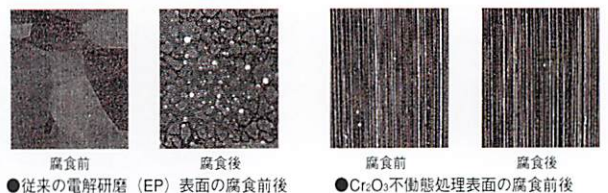


図2.9 HBrによる腐食試験前後の表面SEM観察例
腐食テスト条件: 100%HBr 20cc/min, 120°C×120時間 前処理条件: Arベーキング (200°C×6時間)

図2.9は、各チューブの試験片を反応管に入れ、200°Cで6時間のベーキングを行った後、100%のHBrガスを20cc/min、120°Cで120時間流通した腐食試験前後の表面の走査型電子顕微鏡（SEM）写真です。

従来の電解研磨(EP)表面では、試験前は粒界がはっきりと見えますが、試験後には完全に腐食していることが分かります。これに対してCr₂O₃不働態処理表面では、腐食試験前後において表面に変化はなく、HBrによって一切腐食が発生していない様子が分かります。

また、図2.10に示しますように、従来の電解研磨 (EP) 表面では、腐食により深さ方向にBrが検出されていますが、Cr₂O₃不働態処理を施した表面は、表面に吸着しているのみで、深さ方向には検出されていません。

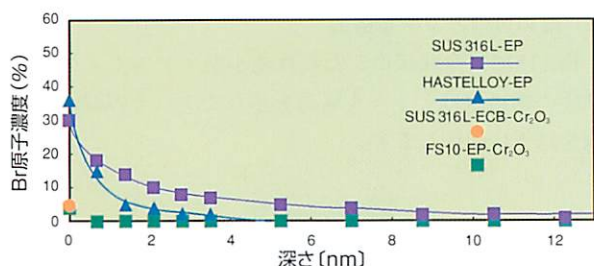


図2.10 腐食試験後のX線光電子分光計 (XPS) による、深さ方向の成分分析の結果
腐食テスト条件: 100% HBr 20cc/min, 120°C × 120時間 前処理条件: Arベーク (200°C × 6時間)

2.4.6 配管施工

高純度Arによる常時パージ方式での配管施工により、施工中、空気から微粒子やガス状汚染物質 (水分、有機物) を侵入させずにガス供給系を構築することができます。その結果、施工終了と同時に超高純度ガス供給システムの垂直立ち上げが可能となります。

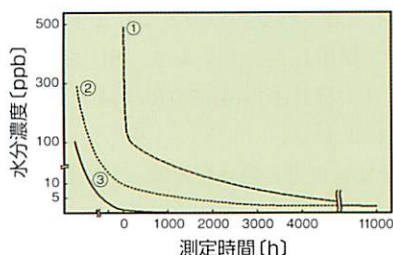


図2.12 異なる配管システムにおける水漏れ特性
① 電解研磨 (EP) 処理配管、接ガス表面にプラスチック材料を含んだ部材を使用。配管施工中、夜間は封止状態。
② 電解研磨 (EP) 処理配管、接ガス表面にプラスチック材料を含んだ部材を使用。配管施工中、昼夜常時パージ。
③ 不働態処理配管、接ガス部オールメタルで不働態処理された部材を使用。配管施工中、昼夜常時パージ。

図2.12は、構成材料、施工方法が異なる配管システムにおける水漏れ特性を示しています。接ガス表面にプラスチック材料を使用して、配管施工中および夜間は封止していた配管システムでは、水分濃度が1ppbに達するのに1年以上の時間を要しますが、配管内表面をメタルの材料のみで構成して不働態処理を行い、配管施工中は夜間も常時パージを行っていた場合では、配管施工終了後わずか24時間以内で水分濃度1ppb以下に達しています。

2.4.5 Cr₂O₃不働態膜の非触媒作用

反応性を有する特殊材料ガス(SiH₄, PH₃等)に対し触媒作用を示さないため、ガスを分解することなく安定な供給が可能です。

図2.11は、100ppmに希釈したSiH₄を1mの各種サンプルチューブに流し、出てきたガス中のSiH₄濃度および水素濃度をモニターした結果です。上側の図はSiH₄濃度の推移、下側の図はSiH₄の分解により発生する水素濃度の推移を示しています。

チューブは加熱することにより、触媒作用が顕著に表れます。従来の電解研磨(EP)処理配管よりもCr₂O₃ 処理配管の方がより高温で分解が起こっており、触媒作用が少ないことがわかります。Niチューブでは室温でもシランの分解が起こり、最も低温の約200°Cで完全に分解が起こっています。

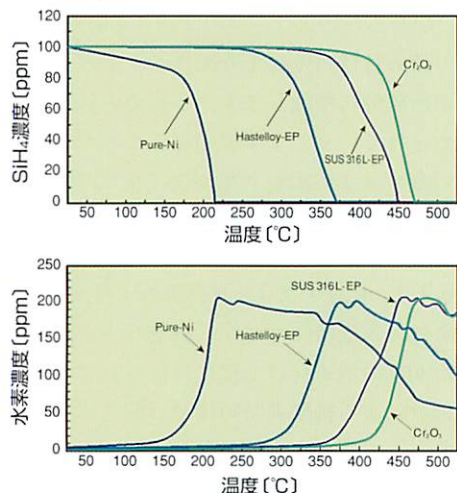


図2.11 各種配管材料の触媒効果によるSiH₄の分解特性
腐食テスト条件: サンプルチューブ1/4" X1m, SiH₄濃度100ppm (Ar希釈), 流量26.3cc/min, 20°C/h. 上側の図: SiH₄濃度の推移, 下側の図: 水素濃度の推移

2.4.7 配管・ガス部材

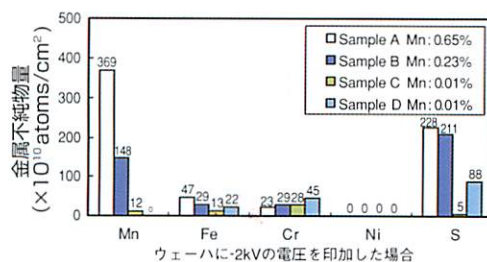
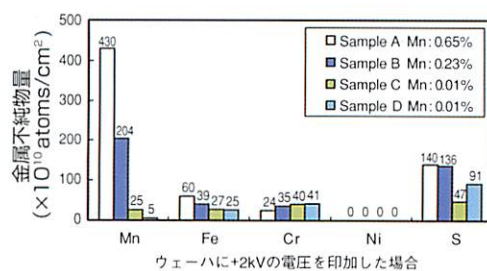


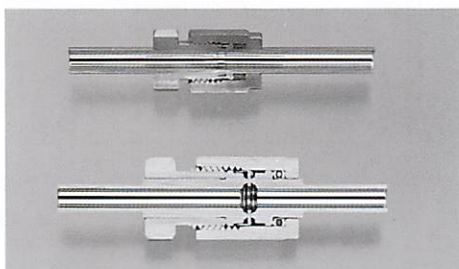
図2.13 溶接時にSiウェーハ表面に付着した金属ヒュームの評価結果
溶接条件: 7.5rpm × 2周, ビード幅2mm, B.S.G: 6ℓ/min, A.S.G: 12ℓ/min

HCl, HBrによる腐食の原因となるマンガン (Mn) ヒュームを抑えるため、材料中のMn濃度を0.05%以下に低減したステンレスを使用しています。従来のステンレス中には0.65%程度のMnが含有されており、蒸気圧の高いMnは溶接時に金属ヒュームとして溶接バックシールディングガスの下流側に飛散します。Mnが付着すると、局部電池を形成するため、腐食の原因となります。今回配管・ガス部材として採用したステンレス (SUS316L) は真空二重溶解により、材料中のMnを0.05%以下に低減した材料を採用しています。

図2.13は、全反射蛍光X線分析装置 (TRXRF) を用いた、各種サンプルチューブの溶接時にSiウェーハ表面へ付着した金属ヒュームの評価結果を示します。上側の図はウェーハを+2kVに印加した場合で、下の図は-2kVに印加した場合です。Siウェーハへの電圧の印加に関係なく、溶接時に発生する金属ヒュームは蒸気圧の高いMnが多く、材料中のMn含有量に比例しています。

2.4.8 高性能小型メタルガスケット継手

一般にガス供給システムはバルブ、レギュレーター、マスフローコントローラー、フィルター、圧力センサーといった単体機器を継手や溶接により接続することで構築されています。超高純度ガス供給システム用の継手に求められる要件には外部リークフリー、パーティクルフリー、デッドスペースフリー、小型で高信頼性といったことが挙げられていますが、今回採用した高性能小型メタルガスケット継手はこれらの要件を十分に満足するだけでなく、名人芸を必要とせず誰にでもインストラクションマニュアル通り施工すれば、リーク検査を必要としない、即ちインスペクションフリーを目指した小型継手です。従来のメタルガスケット継手はシール部 (ガスケットとスリーブの線接触部) で外部リークに対する気密性確保と配管からの応力負荷の両方を受け持っていたため、振じり等の外力に対するシール性で不安がありました。そこで、この継手は外部リークに対する気密性を確保する部分と外部応力の負荷を受け持つ部分を分離した構造になっています。図2.14を見ると分かりますように、従来継手に比べサイズは約30%小型になっています。



上：高性能小型メタルガスケット継手
下：従来タイプのメタルガスケット継手

図2.14 従来継手とのサイズの比較

(1) 仕様

- ・設計圧力 220kgf/cm²
- ・設計温度 40℃
- ・使用温度範囲 -196℃～450℃
- ・各部品材質

ボディー・スリーブ・ガスケット：SUS316L(真空二重溶解材)

ナット：SUS316

ベアリング・リテーナー：ステンレス鋼

(2) 締め付けとシール構造

図2.15に、今回採用した高性能小型メタルガスケット継手の締め付けとシール構造を示します。その機能と特徴を以下に列挙します。

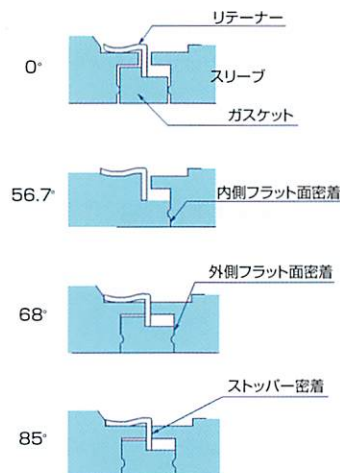


図2.15 高性能小型メタルガスケット継手の締め付け状態とシール構造

- リテーナーによって取り付けられたガスケットを挟み込みナットを手締めします。次にスパナ等を用いて締め付けることによってスリーブを前進させガスケットをスリーブのシール形状に塑性変形させることでシールを確保します。尚、ナットの内側にはベアリングが内蔵されていてナットの回転力は吸収され推力のみがスリーブに伝わるためスリーブの共回りを防止します。
- ナットの締め付け角度によりガスケットとスリーブの接触部が断続的に増加します。手締めの状態を原点として締め付けていくとまず突起部にガスケットが食い込んでいきナットの回転角度が56.7度で内側のフラット面が密着します。さらに締め付けていくと68度で外側のフラット面が密着しガスケットは全面密着したことになります。85度でスリーブ外周のツバが密着します。規定締め付け角度は90度です。外部リークに対する気密性は約30度の締め付けで既に確保されています。規定締め付けによる接触面積の増加は配管応力の分散保持を目的としています。締め付け後ガスケットとスリーブ、チューブの内径が同一であることにより全くデッドスペースはありません。

(3) 継手の特性

●締め付けトルクとナットの回転角度の関係

図2.16に締め付けトルクとナットの回転角度の関係を示します。ガスケットとスリーブの接触面積が締め付けと共に増加していくことによりトルク曲線がリニアではなくカーブします。規定締め付け角度は90度、締め付けトルクは110kgf・cmです。従来のメタルガスケット継手の場合、トルク曲線がリニアなため締め付けを感覚的に行なうのは困難でした。この継手は規定締め付け量を過ぎると、ナットがほとんど回転しないでトルクが急激に大きくなるので締め付け感が得られます。締め付け過ぎや締め付け不足といったヒューマンエラーの低減に効果が有ります。

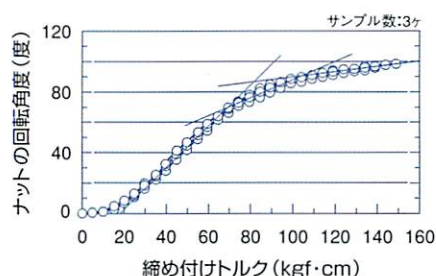


図2.16 締め付けトルクとナットの回転角度の関係

●締め付けトルクと外部リークの関係

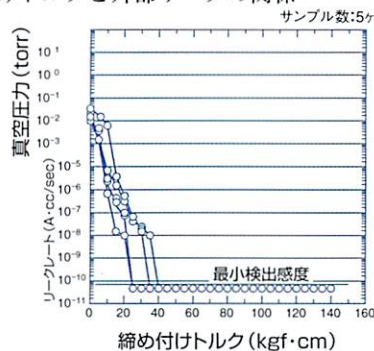


図2.17 締め付けトルクと外部リークの関係

図2.17に締め付けトルクと外部リークの関係を示します。40kgf・cmの締め付けトルク(締め付け角度では約30度)で外部リークはヘリウムリークディテクターの検出感度以下となっています。規定締め付けトルクの110kgf・cmまで十分なマージンが有ります。

●締め付けトルクと共回り角度の関係

本体を固定しナットを締め付けていったときのスリーブの共回り角度を測定しました。共回り角度は0.1度以下であり非常に良好です。従来の継手でベアリングを用いた場合は0.3～0.5度、ベアリングを用いない場合は、約20～30度になります。共回りが小さいということはガスケットとスリーブにスベリがなく安定したシール性や施工による微粒子汚染の心配がないと言えます。

●ねじりリーク試験結果

締め付けを行なった継手をヘリウムリークディテクターに接続しナットの端面から100mm離れた部分をナットが緩む方向に振じったときのリークを調べました。従来の継手では5度のねじりで 10^{-10} Pa·m³/sec (10^{-9} A·cc/sec) オーダーのリークが発生しましたが、この継手は70度のねじりまで一切リークは検出されませんでした。75度のねじり操作中にリークが検出されましたが、このリークもねじり操作を終了するとヘリウムリークディテクターの検出感度以下となりました。85度までねじりリーク試験を継続しましたが、結果は同様でねじり操作中にのみリークが検出され振じり操作を終了すると外部リークは一切検出されません。試験終了後のガスケットを観察した結果、シール面を横切るキズ(カジリ)の発生がなく接触面積の増加がリーク防止に有効に働いていることが分かりました。

●超高感度リーク試験結果

極高真空チャンバーを用いてチャンバー封じきりによるビルドアップ法で継手の外部リークを試験しました。その結果、継手単体でのリークレートは 2.98×10^{-16} Pa·m³/sec (2.94×10^{-15} A·cc/sec) 以下であることが確認できました。

2.4.9 集積化ガスシステム

集積化ガスシステムは超高純度ガス供給システムに求められる条件を満たしつつ小型化や施工性、メンテナンス性を考慮したガスシステムです。従来のガスシステムはマスフローコントローラーやバルブといった単体機器や配管を継手で接続し構築されていましたが、集積化ガスシステムは2本ボルトによるメタルガスケットフランジシール方式で直接単体機器を接続します。この方法により各機器の着脱を一方向から且つ他の機器に関係なく可能とする上部着脱方式や小型化が可能となりました。図2.18に一例としてプラズマCVM用集積化ガスシステム(10系統)の写真を示します。

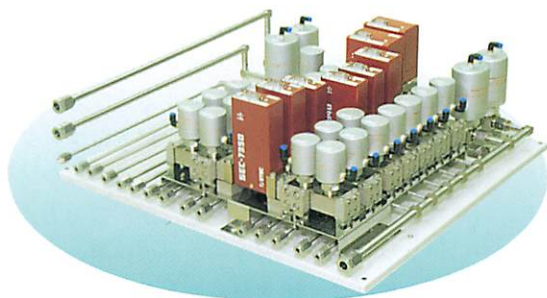


図2.18 プラズマCVM用集積化ガスシステム(10系統)の外観写真

(1) メタルガスケットフランジシール方式について

新型小型継手とシール部分の設計は同じで、低トルクで外部リークに対するシール性を確保しました。また、外部応力に対してはフランジ本体部が受ける構造としています。ボルト1本当たり7kgf・cmのトルクで外部リークはヘリウムリークディテクターの検出感度以下となります。規定締め付けトルクは50kgf・cmです。フランジシール方式としてメタルCリング方式も提案されていますが、外部リークに対する信頼性の面で不安があり現場での担当者による交換には不向きです。

(2) 特徴

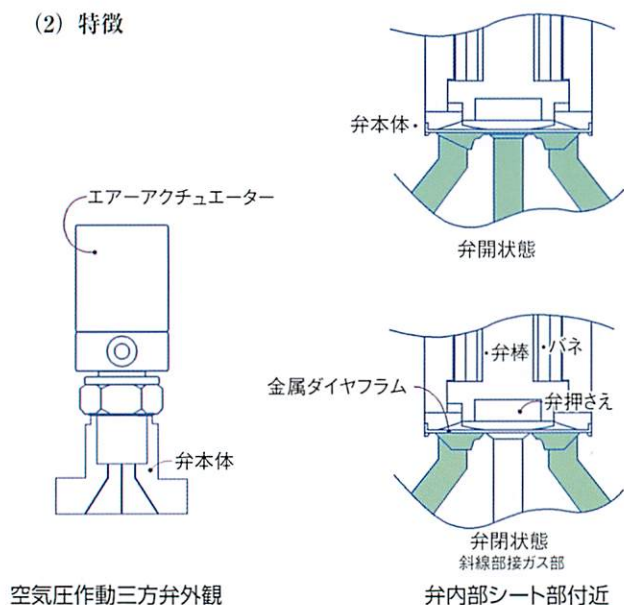


図2.19 特殊三方弁の内部流路

●水道方式による超高純度ガス供給システムの確立

Cr₂O₃不働態処理とオールメタル機器の採用、メタルガスケットフランジシール方式による集積化により必要ときにバルブを開閉するだけで特殊材料ガスの供給が可能な水道方式によるガス供給システムが確立できました。

●上部一方向着脱方式によるイーザーメンテナンス

マスフローコントローラーは一方向から容易に着脱が可能なメタルガスケットフランジシール方式で集積化されています。従来のガスパネルの場合、例えばマスフローコントローラーを交換しようとする前後のバルブ等の固定を緩めなければなりませんでしたが、この方式だと交換したいマスフローコントローラーの両端のボルトを外すだけで他の部品は一切さわることなく短時間で交換できます。そのため大気開放による汚染を最小限に抑えることができます。

●小型化

本ウルトラクリーンルームにおける集積化ガスシステムの横幅は600mmで、全ガスのやり取りが上面からという同一条件で従来方式に比べ約30%小型化されています。

●特殊三方弁の採用によるデッドスペースフリーフロー

特殊三方弁とは図2.19に示すような内部流路を持ったバルブです。このバルブを用いることでデッドスペースフリーなフローが実現できます。

(3) ガス制御パネル

図2.20にガス制御パネルの外観写真を示します。グラフィック銘板上に各バルブの開閉スイッチ（照光式）を設け操作性を良くしています。また、バルブの開閉状態がすぐに認識できます。充填、パージ、回分パージ等の各モード切り換えにより操作は容易です。各種インターロックにより安全設計しています。



図2.20 ガス制御パネルの外観写真（プラズマCVM用10系統）

- (1) UCS半導体基盤技術研究会編：超高純度ガスの科学，Surface Science Technology Series No.2, リアライズ社（1993）。
- (2) 大見忠弘 編著：ガスサイエンスが拓くプロダクトイノベーション，リアライズ社（1996）。

〈大阪酸素工業株式会社 水口 泰光〉
 〈株式会社フジキン 池田 信一〉

[1] 大阪酸素工業株式会社	設計および配管施工
[2] 大阪酸素工業株式会社	Cr ₂ O ₃ 不動態処理
[3] 株式会社フジキン	高性能小型メタルガスケット継手 UPGシリーズ
[4] 株式会社ネオス	電解複合研磨、精密洗浄
[5] 株式会社フジキン	集積化超高純度ガスシステム
[6] 株式会社フジキン	金属ダイレクトダイヤフラムバルブ メガシリーズ
[7] 株式会社エステック	小型高性能マスフローコントローラー SEC-7300シリーズ 高品位マスフローコントローラー SEC-4000シリーズ
[8] 株式会社本山製作所	オールメタルダイヤフラムバルブ UCV3シリーズ
[9] 大阪酸素工業株式会社	超高純度ガス用液化窒素貯蔵タンク Y01
[10] 大阪酸素工業株式会社	超高純度ガス用シリンダーキャビネット、ボンベスタンド
[11] 株式会社長野計器製作所	圧力調整弁 XR64シリーズ
[12] 株式会社長野計器製作所	圧力トランスミッター ZT15シリーズ
[13] 日本ポール株式会社	オールメタルガスフィルター ウルトラメット-Lガスクリーンシリーズ
[14] 日本パイオニクス株式会社	pd式水素高純度精製装置 LS-12
[15] 日本パイオニクス株式会社	不活性ガス精製装置 JIP-5E
[16] 住金ステンレス鋼管株式会社	半導体製造用超高純度ガス配管 スミクリーンシリーズ
[17] 神鋼特殊鋼管株式会社	半導体プラント用超高純度配管 エクセルクリーンシリーズ
[18] 株式会社ベンカンユーシーティー	自動溶接継手 SCF (スーパークリーンフィッティング) SCM (スーパークリーンマイクロ継手)
[19] 日本パイオニクス株式会社	バイオクリン排ガス処理装置 WGC-12A-2
[20] 理研計器株式会社	特殊材料ガス検知警報器 RM-580シリーズ

3. 超純水供給システム

3.1 はじめに

超純水とは、多くの不純物を含む水から、その不純物の一つ一つ取り除く操作を施した結果得られる極めて人工的な水です。その限りなく純粋な水を超純水と称しています。

水が多くの物質を分散、浮遊させ、また溶解させる力は驚異的なものであり、超純水を製造し安定供給するには、クリーンな単位操作技術、材料技術、システム化技術、メンテナンス技術およびそれを支える高度分析技術といった総合力が必要になります。近年、半導体デバイスのデザインルールの急速な微細化に伴い、その洗浄工程に用いられる超純水の製造技術および水質も、歩調を合わせるように高度化してきました。表3.1に、半導体分野で使われている超純水の水質の一例を示します。現在では金属イオンが1ppt (parts per trillion:1兆分の1)以下という、レベルまで高純度化した水を作ることができるようになってきました。

表3.1 半導体 (DRAM) 集積度と超純水水質の高純度化

	1985	1988	1991	1994	1997	2000
集積度	256k	1M	4M	16M	64M	256M
デザインルール	1.2 μm	1.0 μm	0.8 μm	0.5 μm	0.35 μm	0.25 μm
比抵抗値 (M Ω ·cm)	> 17.5	> 17.6 ~18.0	> 18.0	> 18.1	> 18.2	> 18.2
パーティクル (P/m)						
> 0.2 μm	< 50					
> 0.1 μm		< 10~20	< 5			
> 0.05 μm				< 5	< 1	< 1
> 0.03 μm					< 10	< 10
バクテリア (CFU/ml)	< 0.1	< 0.01	< 0.005	< 0.001	< 0.001	< 0.001
TOC ($\mu\text{gC}/\text{Q}$)	< 50~100	< 30~50	< 10~20	< 2	< 1	< 1
シリカ ($\mu\text{gSiO}_2/\text{Q}$)	< 10	< 3~5	< 1~3	< 1	< 0.1	< 0.1
Na ($\mu\text{g Na}/\text{Q}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Fe ($\mu\text{g Fe}/\text{Q}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Zn ($\mu\text{g Zn}/\text{Q}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Cu ($\mu\text{g Cu}/\text{Q}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Cl ⁻ ($\mu\text{g Cl}/\text{Q}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
溶存酸素 ($\mu\text{gO}/\text{Q}$)	< 100	< 50~100	< 20~50	< 2	< 1	< 1

ここでは、ウルトラクリーンルームに設置された超純水供給システムについて、求められる要件とシステムの特徴および要素技術について説明します。

3.2 超純水供給システムに求められる要件

超純水供給システムには下記のような要件が求められています。

- ① 不純物を極限まで低減した水質が得られること。
- ② 装置・供給系構成材料からの不純物溶出、バクテリアの発生がないこと。
- ③ 連続かつ安定した超純水供給が可能なこと。
- ④ 装置メンテナンスが簡便なこと。
- ⑤ 装置およびユースポイントからの廃薬品、廃水等の廃棄量を極少化し、超純水の有効再利用が可能なこと。

本ウルトラクリーンルームでは、最先端の要素技術を導入し、現状で可能な最高レベルの超純水を供給することのできるシステムの構築が要求されています。また、システムの維持・管理のための研究者の負担を減らすとともに研究スペースを確保するためのメンテナンス性および省スペース化にも積極的に取り組むことが求められます。さらに、超純水を可能な限り有効に再利用すること、超純水供給システムそのものから出る廃薬品等を低減することと言った環境への配慮も必要です。

3.3 超純水供給システムの構成と特徴

本ウルトラクリーンルームに設置された超純水供給システム[1]は上述の要件を満たすために、以下のブロックから構成されています。

- ① 一次純水製造システム
- ② 二次純水製造システム
- ③ 純水回収システム

図3.1は、システム全体の構成図を示しています。また、図3.2は本ウルトラクリーンルーム内における超純水設備の配置図です。このシステムで得られる超純水の水質を表3.2に示します。

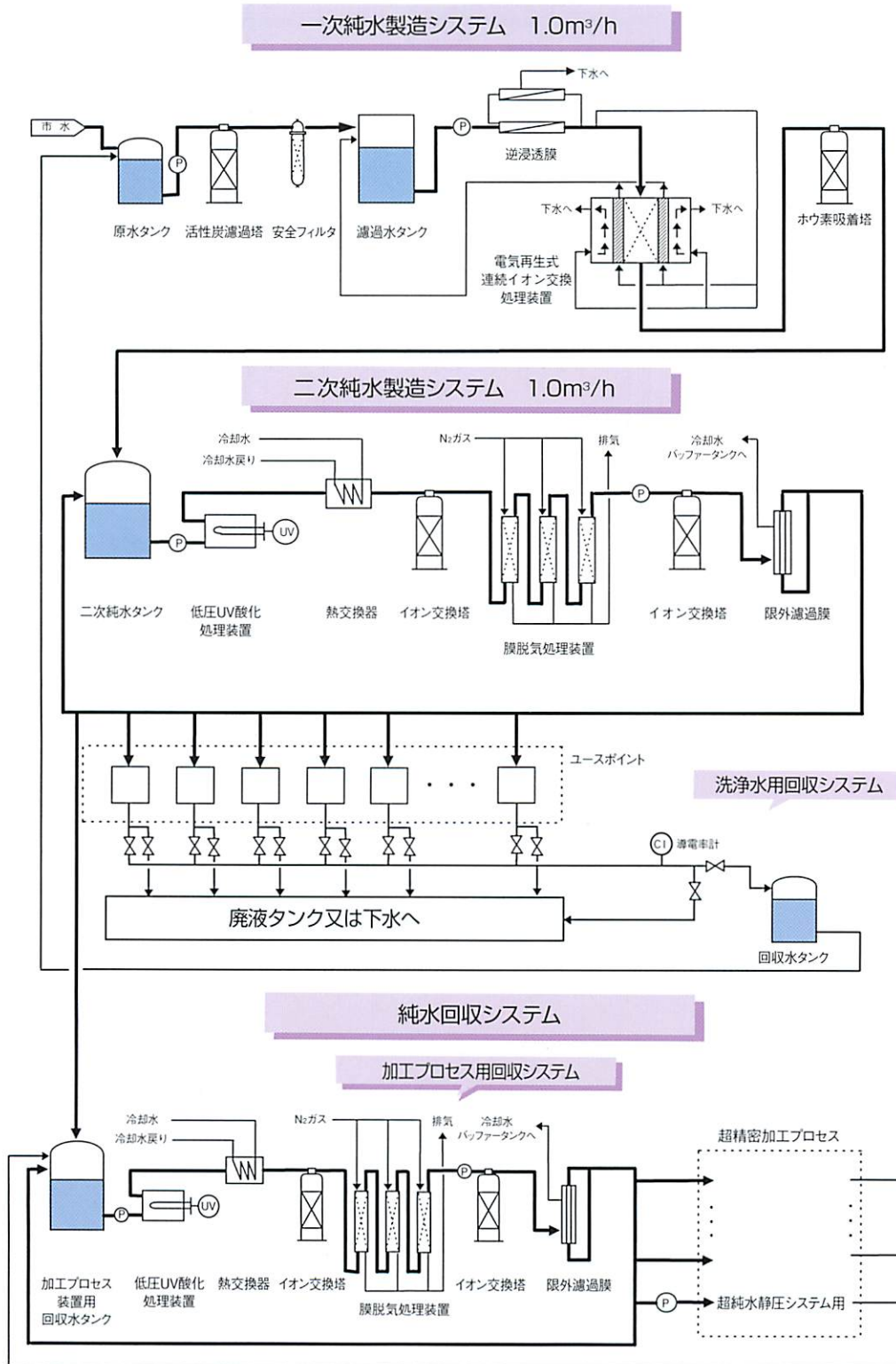


図3.1 ウルトラクリーンルームにおける超純水供給システムの全体構成図

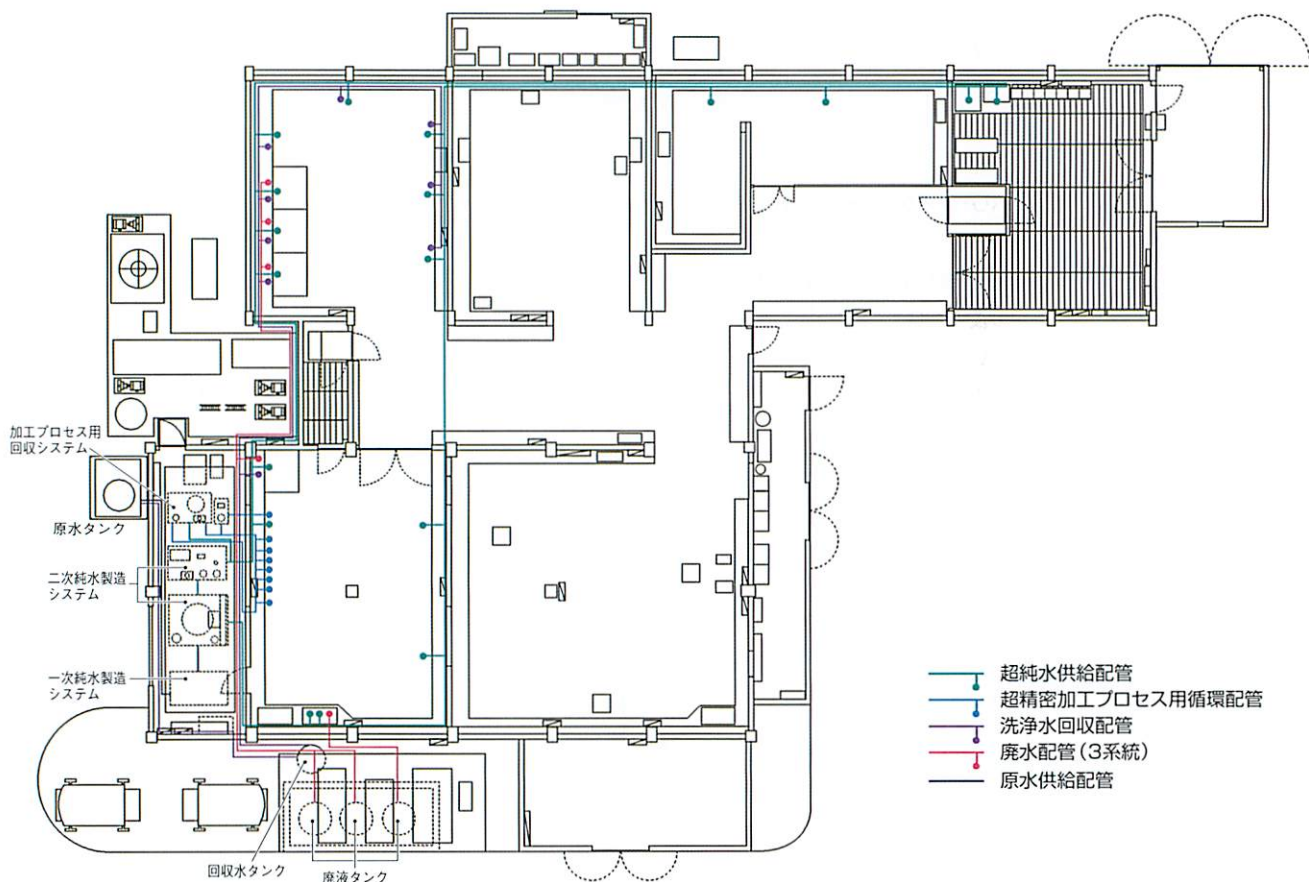


図3.2 ウルトラクリーンルームにおける超純水供給システムの配置図

表3.2 大阪大学ウルトラクリーンルームにおける超純水水質

項目	大阪大学（超精密加工研究拠点）
処理水量	1.0m ³ /h
水温	23℃
比抵抗	18.2MΩ・cm以上
TOC	1ppb以下
微粒子	0~1個/ml以下（φ0.07μm以上）
シリカ	1ppb以下
生菌	0.001個/ml以下
溶存酸素	1ppb以下

3.3.1 一次純水製造システムの機能と特徴

本システムは、原水(市水)からイオンや微粒子、有機物(Total Organic Carbon:TOC)等の不純物の大部分を取り除いた一次純水を製造するシステムです。本システムは、活性炭濾過処理装置、低圧高脱塩率の逆浸透処理装置(Reverse Osmosis:RO)[2][3]、電気再生式連続イオン交換処理装置(Electric Deionization:EDI)[4]およびホウ素ポリリッシャー[5]から構成されています。活性炭濾過処理装置により原水中の濁質除去および有機物の吸着除去を行った後、溶解しているイオン性不純物のほとんどを逆浸透処理装置、電気再生式連続イオン交換処理装置およびホウ素ポリリッシャーで除去することができます。また、一次純水系配管材料には、内面の平滑化により、自身からの溶出を低減したクリーンPVC(Polyvinyl Chloride)配管材料[6]を用いるとともに、施工においても接着剤を使わない熱溶着工法を採用することで、管部からのTOCの溶出を押さえる配慮がなされています。一次純水製造システムの純水製造能力は $1\text{m}^3/\text{h}$ です。一次純水システムの特徴は、以下のようにまとめることができます。

① 省スペース化：

逆浸透処理装置と電気再生式連続イオン交換処理装置を一体にユニット化することで省スペース化が図られています。

② 無薬品・省メンテナンス：

逆浸透処理装置と電気再生式連続イオン交換処理装置を採用したイオン除去システムのため、再生廃液が一切発生せず、再生や樹脂交換と言ったメンテナンス作業も必要としません。

③ 安定水質：

逆浸透処理装置と電気再生式連続イオン交換処理装置の採用により、高水質を安定して得ることができます。

④ ホウ素除去：

逆浸透処理装置やイオン交換処理装置による排除が難しく、ユースポイントにリークする危険性が高かったホウ素成分をホウ素ポリリッシャーによって確実に除去できます。

3.3.2 二次純水製造システムの機能と特徴

二次純水製造システムは、一次純水をさらにポリッシングして不純物を極限まで低減した超純水を製造し、クリーンルーム内の各ユースポイントに供給するシステムです。ユースポイントは大別して3種類あり、研究に使用する様々な基板や材料を洗浄するクリーンドラフトチャンバーへの供給とEEM加工装置を始めとする超精密加工システムへの供給、さらに、クリーンウェアの洗濯用水およびクリーンルームの清掃や持ち込み機材の清拭用水の供給です。

本システムは、一次純水タンク(内面はPVDF(Polyvinylidene Fluoride)ライニング)[7]、熱交換器、高効率紫外線酸化処理装置[8]、外部貫流式の膜脱気処理装置[9]、非再生クリーンイオン交換樹脂を用いたイオン交換処理装置(カートリッジポリリッシャー)[10]および外圧型の限外濾過処理装置(Ultrafilter:UF)[11]によって構成されています。各部の役割を以下に示します。まず、高効率紫外線酸化処理装置では、水への短波長紫外線(185nm)照射によって、薬品注入することなくOHラジカルを生成させ、一次純水中に微量残留するTOC成分を酸化分解し、イオン交換処理で容易に吸着除去が可能な炭酸イオンあるいは有機酸イオンに変化させます。そして、溶出物を低減したクリーンイオン交換樹脂で、残存する微量のイオン成分を吸着除去します。次に、ガス透過膜を用いた膜脱気処理装置では、超純水中の溶存ガスの除去を行い、また、最終処理として、外圧型の限外濾過処理装置では、 $0.1\mu\text{m}$ 以下レベルの微粒子とともにコロイド成分が除去されます。この際の濃縮水は、装置冷却水として再利用するため、冷却水製造システムのバッファータンクへ圧送されます。さらに、配管部は、PVDF配管[12]の採用と突き合わせ溶着施工の実施により、構成材料からのTOCの溶出が最小に抑えられています。図3.2にPVDF配管部および突き合わせ溶着部を示します。以上のように構成された二次純水製造システムの純水循環量は $1\text{m}^3/\text{h}$ です。

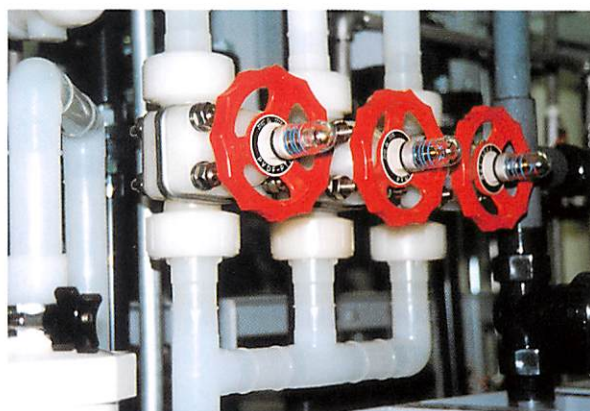


図3.3 PVDF配管および溶着部

また、運転開始後の供給超純水の水質管理用に、レーザー光散乱型パーティクルカウンター[16]、紫外線酸化型TOCメーター[17]、ポーラログラフ方式溶存酸素モニター[18]、高感度シリカメーター[19]が設置されており、常時、水質のモニタリングを行うことができます。

二次純水製造システムの特徴は、以下のようにまとめることができます。

① 高水質：

高効率紫外線酸化処理装置、低溶出イオン交換樹脂を用いたイオン交換処理装置、外圧型の限外濾過処理装置および低溶出のPVDF配管の採用により、構成材料からの溶出を抑えるとともに、一次純水中に微量残留する不純物を極限まで除去した超純水をユースポイントに供給できるシステムです。

② 溶存ガスフリー：

膜脱気処理を二次純水系に採用したことで、溶存酸素だけでなく溶存窒素も除去した超純水を供給できます。

③ バクテリアフリー：

二次純水がクリーンルーム内に常に循環するようにループ配管を構築するとともに、配管施工もPVDFの突き合わせ溶着工法を採用することで、超純水の停止・滞留によるバクテリアの発生を抑制するよう配慮されています。また、超純水電解法[13]で生成したオゾンによる殺菌システムが導入できるようにユースポイントからのリターン配管にオゾンガス注入口を設けています。

3.3.3 純水回収システムの機能と特徴

クリーンルーム内の各ユースポイントで、洗浄等に用いられた超純水を回収して一次純水製造システムの原水として再利用するためのシステム、および、EEM (Elastic Emission Machining)プロセスを始めとする超精密加工プロセスで使用された超純水から、プロセス内で溶出した不純物成分を取り除き、再度プロセスに供給するシステムの2つから成ります。

まず、洗浄後の純水回収システムについて述べます。ウルトラクリーンルームの各クリーンドラフトチャンバーでは、洗浄に用いた薬品および超純水を分別して排出できるように配慮されています。排水系統には、濃厚系として、酸・アルカリ排水系、フッ酸排水系、有機配水系の3系統があり、それぞれクリーンルーム外の耐薬品・耐候性ポリエチレンタンク[14]に貯蔵されます。一方、リンスに用いた超純水は、一次純水の原水である市水よりもはるかに不純物量が少ないことが予想されるため、回収水タンクを経由して原水タンクへ回収するための系統が追加され、超純水の再利用を可能にしています。本系統には、フェールセーフのために、回収水タンク入口部で電気伝導率のチェック機構を設けており、万一、規定値よりも濃度の高い不純物を含む排水が回収系に混入した場合でも、バルブの自動切り替えにより、原水タンクへの流入を防ぐことができます。

次に、超精密加工プロセスからの使用後純水の回収システムについて述べます。本システムは、EEMを始めとする超精密加工プロセスにおいて大量に使用される超純水を回収し、極微量溶出した不純物を除去した後、再度

加工プロセスに供給することで水の有効利用を図るためのシステムです。回収水を貯蔵するタンクと、熱交換器、高効率紫外線酸化処理装置、膜脱気処理装置、非再生クリーンイオン交換樹脂を用いたイオン交換処理装置および外圧型の限外濾過処理装置によって構成される循環系からなります。この構成は、二次純水製造システムと同じであり、超精密加工プロセスに最高水準の超純水を供給できます。また、ここでも限外濾過処理装置の濃縮水は、原水タンクまたは装置冷却水として再利用します。加工プロセス装置と一体で稼動する本システムでは、限外濾過処理装置から出る濃縮水が系外へ放出されますが、前述の二次純水製造システムから自動的に補給され、加工プロセスが停止することなく回収処理された超純水が安定して再供給できるよう配慮されています。また、本システムの循環量は $3\text{m}^3/\text{h}$ であり、十分な処理能力をもつと同時に、EEMプロセスへの供給部には、高圧力送水を行うためのブースターポンプを備えています。本ブースターポンプは低発塵型クリーンポンプ[15]を採用しており、EEMプロセスへの微粒子の混入を防止しています。

純水回収システムの特徴は、以下のようにまとめることができます。

① 水利用率の向上：

排水系を濃厚系(3系統)と純水回収系に分別配管し、原水よりも純度の高い使用後純水はすべて回収再利用することができます。

② フェールセーフ機構：

回収系では、常時電気伝導率のチェックを行い、濃厚廃水が原水タンクに混入することを未然に防止しています。

③ 加工プロセスで使用した超純水の再利用：

大量に使用される加工プロセス用の超純水を回収し、再度加工プロセスに供給します。二次純水製造システムと同等の水質性能をもち、処理能力は3倍の $3\text{m}^3/\text{h}$ です。また、加工プロセスに柔軟に対応できるように独立したシステムを構成しています。

3.4 要素技術

3.4.1 低圧・高脱塩率の逆浸透処理装置および電気再生式連続イオン交換処理装置

本超純水供給システムでは、原水中の不純物のほぼ全量を除去し、一次純水を供給するための装置に、低圧・高脱塩率の逆浸透処理装置および電気再生式連続イオン交換処理装置が導入されています。これらを用いてイオン除去を行うことにより、装置の無停止化・無薬品化および水質安定化を同時に達成することができます。

逆浸透処理装置が超純水製造に用いられはじめて20年近く経ちますが、当初は、膜材質が酢酸セルロース系でバクテリアの繁殖に弱く、また十分な脱塩率と流量を得るためには30kgf/cm²以上の高圧をかける必要がありました。さらに、有機物の排除性能が低い等の課題もありました。約10年前、ポリアミド系等の合成高分子系材料による逆浸透膜が開発され、その後、膜表面の分子設計技術も格段の進歩を遂げたことから、現在では、10kgf/cm²前後の低圧でも、高い脱塩率と優れた有機物除去性能が十分な流量とともに得られるようになっています。膜のモジュール化技術、クリーン化技術においても、膜メーカー自身が、生産工場のクリーンルーム化や水処理エンジニアリングメーカーとの協力によって、ユーティリティーとしての超純水設備を持つ等の様々な努力を重ねてきた結果、構成材料からのTOCや微粒子、金属イオンの溶出がほとんどない逆浸透膜モジュールが採用可能になっています。本システムでは、こうした最先端の技術を導入した極めてクリーンかつ高性能な逆浸透膜モジュールが採用されています。図3.4、表3.3にその構造と基本性能を示します。

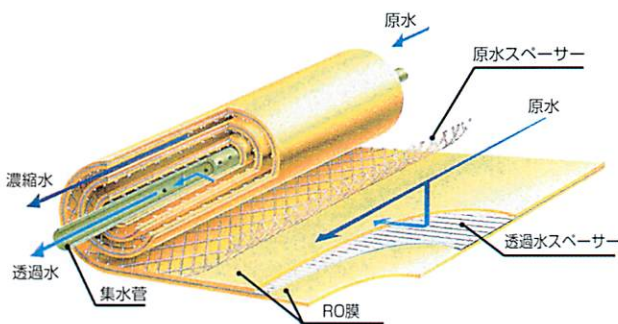


図3.4 逆浸透膜(RO)モジュールの構造

表3.3 逆浸透膜 (RO) モジュールの基本性能

項目	分類		
	型番	単位	
	NTR-759HR		
	S4		
性能	阻止率	%	99.5
	透過水量(平均値)	m ³ /day	7.0
m ³ /h		0.29	
評価条件	評価液	—	0.15%NaCl
	圧力	kgf/cm ²	15
	温度	°C	25
	ph	—	6.5
	回収率	%	10~20
	分画分子量(公称)	—	—
使用範囲	最高圧力	kgf/cm ²	30
	最高温度	°C	40
	最大供給水量	ℓ/min	42
	供給水濁度	FI	4以下
	供給水塩素	ppm	1以下
	供給水ph	—	2~10
	最大圧力損失	1エレメント	kgf/cm ²
6エレメント		4.2	
材料	膜素材		合成高分子膜
	特徴		低圧高阻止率タイプ

一方、イオン成分の除去のためには、イオン交換樹脂が最も基幹となる機能材として用いられています。しかし、イオン交換樹脂は、イオンを吸着して取り込むことによって処理水中のイオン濃度を低減するものですから、吸着飽和に伴って、酸・アルカリ薬品で定期的に再生処理、あるいは、頻繁に樹脂そのものを交換する必要が生じ、薬品廃液の処理やメンテナンスの煩わしさを伴いました。また、従来のイオン交換処理では、運転条件によっては、取量限界前にシリカ等の吸着能の低い成分の微量リークが始まることもあり、長期的にみて水質の不安定化を引き起こすことも課題となっていました。今回採用した電気再生式連続イオン交換処理装置は、イオン交換樹脂を電氣的に連続再生することが可能なため、従来のイオン交換処理装置のように、薬品による再生工程が不要であり、かつ装置を停止することなく連続して運転することのできる技術です。図3.5、表3.4に電気再生式連続イオン交換処理装置の原理図および基本性能を示します。

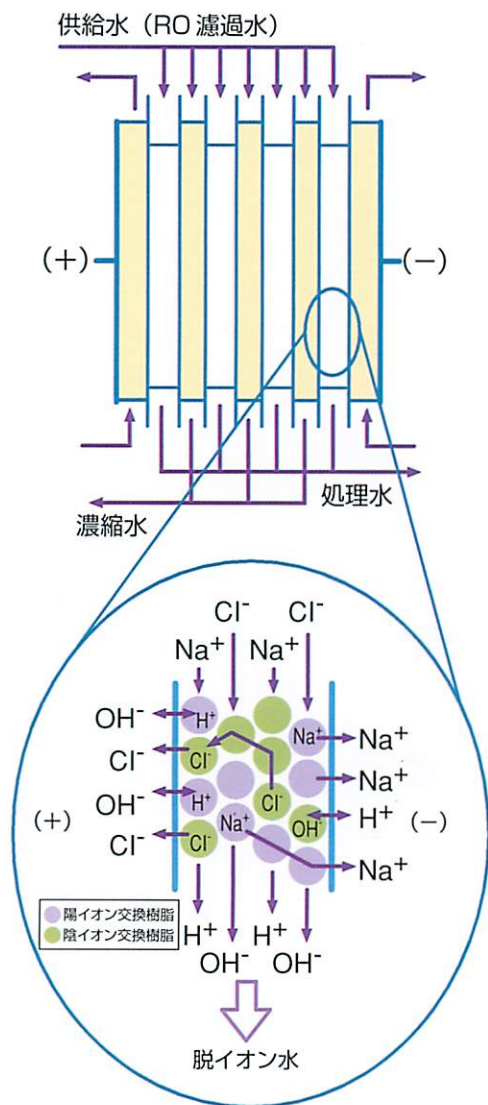


図3.5 電気再生式連続イオン交換処理装置(EDI)の原理図

表3.4 電気再生式連続イオン交換処理装置(EDI)の水質性能例

	供給水	処理水
導電率 (μS/cm)	3.8	
比抵抗 (MΩ・cm)		17.0
Na (μg/l)	420	0.5
K (μg/l)	70	0.05
Ca (μg/l)	10	0.3
Mg (μg/l)	1.1	< 0.05
HCO ₃ (mgCaCO ₃ /l)	1.1	--
Cl (μg/l)	60	< 0.5
NO ₃ (μg/l)	100	< 0.1
SO ₄ (μg/l)	10	< 0.1
SiO ₂ (μg/l)	370	3
シリカ除去率 (%)		99.2
TOC (μgC/l)	80	20

3.4.2 選択的ホウ素除去技術

ホウ素は、通常、ホウ酸イオン(BO₃⁻)の形態で、原水中に10~100ppb(parts per billion:10億分の1)程度含まれています。ホウ酸イオンは解離度が小さく、イオン交換樹脂への親和度も低いため、その他のイオンに比べて、現在の高性能逆浸透膜やアニオン交換樹脂、電気再生式連続イオン交換処理装置でも除去が難しく、水質管理上、変動しやすい不純物です。そのため、超純水供給システムを運転している際に、最も初期にリークする危険性があります。本超純水供給システムにおいては、一次純水システムにおいて、選択的にホウ素を吸着する吸着剤を用いたホウ素ポリッシャーを設置し、二次純水製造システムへのホウ素リークのないシステムを構築しています。図3.6に、選択的ホウ素吸着剤の原理を、図3.7に、ホウ素ポリッシャーの性能を示します。

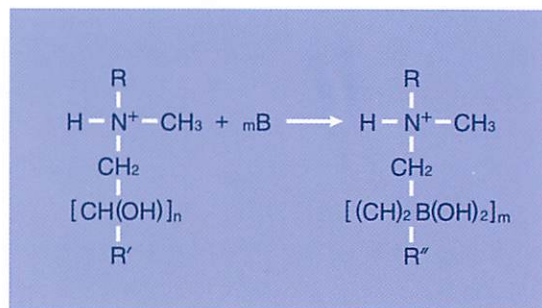


図3.6 選択的ホウ素吸着樹脂によるホウ素の吸着原理

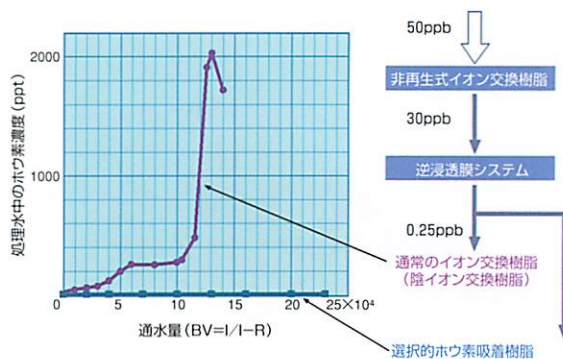


図3.7 選択的ホウ素吸着樹脂によるホウ素除去性能

3.4.3 高性能ガス透過膜による溶存ガスフリー超純水技術

超純水に溶存酸素が残留した場合、被加工物の表面を酸化することがあり、完全表面の創成を目指す本研究拠点では、徹底的な除去が必要とされています。溶存酸素除去法には、従来より真空脱気塔方式が多く用いられていますが、これに対して、膜脱気法では省スペース化が図れる点が大きな特徴です。本超純水供給システムでは、二次純水製造システム内において外部貫流方式のガス透過膜を用い、溶存酸素除去を行っています。外部貫流方式の脱気膜モジュールの概観図を図3.8に示します。外部貫流方式は中空糸の内部を層流状態で超純水が流れる内部貫流方式に比べ、ガス透過膜表面近傍の超純水が乱流状態となり、ガス交換効率の向上が期待できるとともに、圧力損失の低減も同時に図ることができます。さらに、今回用いたモジュールは、モジュール内部にバブル板を組み込み、供給される超純水の流線が、中空糸ガス透過膜表面に対して直角に流れるようにしたことで、低濃度域におけるガス交換効率を向上させています。また、二次純水製造システムで膜脱気を行うことによって、溶存酸素だけでなく、溶存窒素も除去することができ、ユー

スポイントでの気泡発生による洗浄不良やエッチング不良の防止にも効果が期待されます。図3.9に今回使用した脱気膜モジュールを示します。

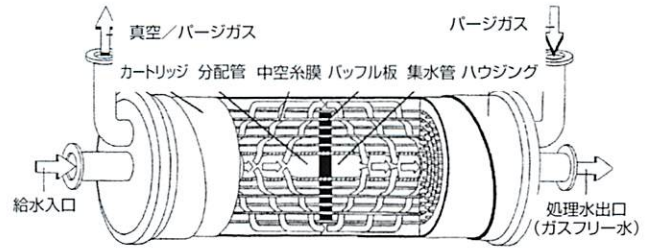


図3.8 脱気膜モジュールの概観図



図3.9 脱気膜モジュール

3.4.4 二次純水製造用クリーンイオン交換樹脂技術

二次純水製造システムにおいて用いられるイオン交換樹脂の役割は、一次純水中に残留する極微量のイオン成分および紫外線酸化によって分解された有機物由来の微量の炭酸・有機酸イオンの除去です。いずれも、一次純水の段階で、少なくともppbレベルまで低減された不純物です。その際に用いられるイオン交換処理装置には、不純物除去性能とともに、自身の低溶出性能が要求されます。イオン交換樹脂はそれ自身が有機物であるため、製造時の重合過程で未重合成分が残り、これが常に溶出すると、供給される超純水中のTOCを低減することができません。また、イオン交換樹脂の精製過程で使用された酸・アルカリ成分が残留していても、比抵抗の立ち上がり性能が悪いといった不具合を生じます。本超純水供給システムでは、もっとも厳重な管理の下で製造、精製された低溶出のクリーンイオン交換樹脂を採用しています。採用した低溶出イオン交換樹脂通過後のTOC、および比抵抗の立ち上がり性能を図3.10、図3.11に示します。

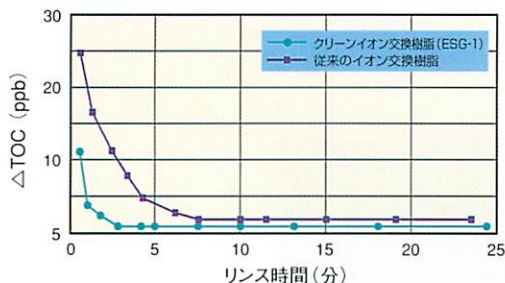


図3.10 クリーンイオン交換樹脂(ESG)のTOC立ち上がり性能

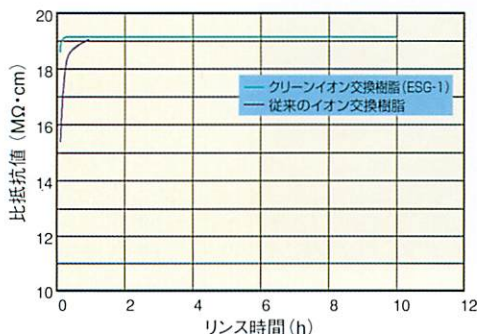


図3.11 クリーンイオン交換樹脂(ESG)の比抵抗立ち上がり性能

3.4.5 外圧型の中空糸限外濾過処理装置

中空糸限外濾過膜モジュールは、その微粒子除去性能、コロイド成分除去性能から、超純水製造の最終フィルターとして用いられています。かつては、微粒子目詰まりに対する耐性が高い等の理由から、中空糸の内側に供給水を通水する内圧型が用いられました。しかし、限外濾過処理装置までのシステムのクリーン化により限外濾過処理装置への微粒子負荷が減少していること、圧力損失が小さいこと、モジュールそのものからの発塵が低減できること等から、最近では中空糸外側に供給水を送り、中空糸内側に透過水を得る外圧型が用いられています。採用した外圧型の中空糸限外濾過処理装置の概観図を図3.12、基本性能を表3.5に示します。

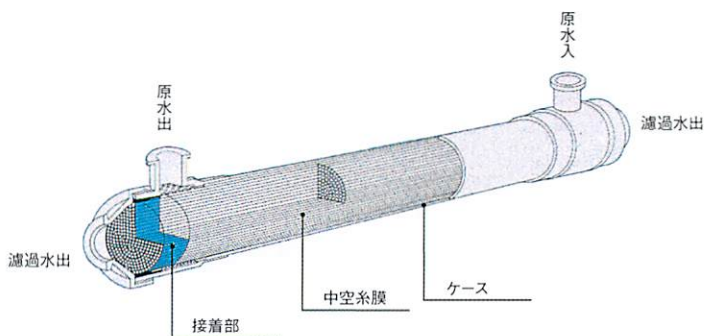


図3.12 外圧型の中空糸限外濾過膜(UF)モジュールの概観図

表3.5 外圧型の中空糸限外濾過膜(UF)モジュールの基本性能

型式	OLT-3026	
仕様	中空糸膜サイズ	外径1.1mm ϕ
	有効膜面積	10.7m ²
	モジュール径	89mm
	モジュール長	1,129mm
能力	公称分画分子量 (CMW)	10,000
	濾過水量	3.5m ³ /hr・kgf/cm ² (25℃)
使用条件	膜内外最高差圧	3.0kgf/cm ²
	原水供給最高圧力	6.0kgf/cm ²
	上限温度	90℃
	pH範囲	1~14
主要材質	中空糸膜	ポリスルホン系
	モジュールケース	ポリスルホン系
	接着剤	エポキシ樹脂
	ガスケット	フッ素ゴム

3.4.6 低発塵クリーンポンプ

ポンプは、接液部の構造が複雑なうえに、機械的な回転部や摺動部をもつことから、摩耗・はく離による微粒子発生危険性の極めて高い機器です。特に、ポンプのケーシングやインペラーが鋳鉄製の場合、接液部表面にピンホールが多数あるために、微粒子の放出を避けることができません。本超純水供給システムでは、ユースポイントへの圧送ポンプに、ポンプからの発塵を従来よりも大幅に低減した低発塵クリーンポンプを用いています。接液部は、SUS316Lを切削加工をした後、複合電解研磨処理が施されており、内面平滑度を高めることによって付

着微粒子が大幅に低減されています。また、摺動部であるメカニカルシールは回転部を接液部の外型に配置し、さらにメカニカルシール部手前から内部液を極微量排出する機構を設けることによって、発生する微粒子を速やかに外部に出すことができるようになっていました。さらに、ケーシングとカバーの接合部からも内部液を一部外部へ排出できるようになっており、滞留部を可能な限り無くすよう配慮された設計となっています。図3.13に採用した低発塵クリーンポンプの構造図を示します。また、低発塵クリーンポンプの吐出水中の微粒子数、及び吐出水の比抵抗立ち上がり性能を表3.6、図3.14に示します。

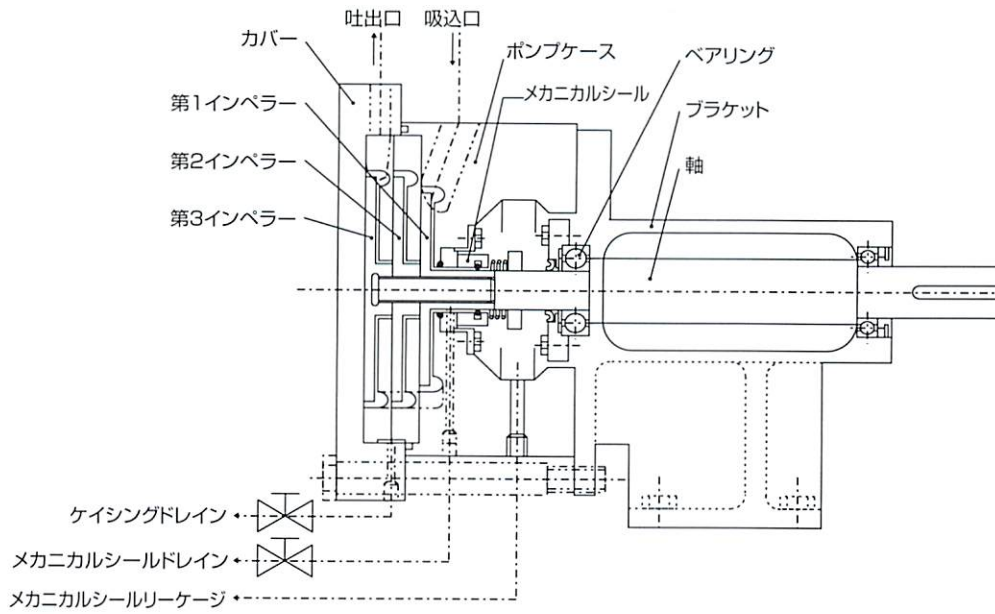


図3.13 低発塵クリーンポンプの構造図⁽¹⁾

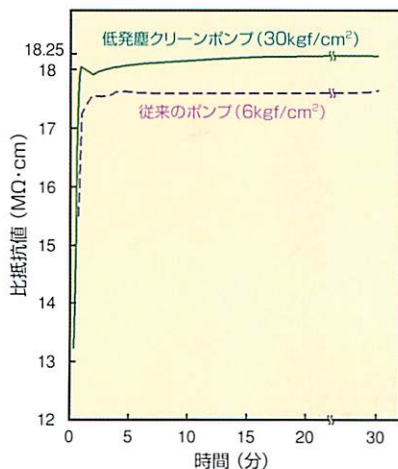


図3.14 低発塵クリーンポンプの比抵抗立ち上がり性能⁽¹⁾

表3.6 低発塵クリーンポンプ吐出水中の微粒子数の評価結果⁽¹⁾

装置	低発塵クリーンポンプ 30kgf/cm ²	従来型ポンプ 6kgf/cm ²
サイズ範囲		
> 0.1 μm	147	1620
> 0.2 μm	51	868
> 0.5 μm	2	15

3.4.7 システムエンジニアリング

超純水に含まれる不純物量が極限まで低減されることが要求される今日、不純物除去のための水処理プロセスの高性能化と同時に、構成材やプロセス装置自体から発生する不純物の低減にも配慮したシステムエンジニアリングが強く求められています。本ウルトラクリーンルームの超純水供給システムでは、可能な限りの高水質が要求されることから、これらが十分に配慮された設計・施工が行われています。

我々にとって、もっとも身近な液体である水は、“固体(氷)が液体(水)に浮く”であるとか、“融点(0℃)と沸点(100℃)が、分子量(18)の割に異常に高い”と言ったユニークな性質を備えた“変わり種の物質”です。図3.15は、同類の分子との比較を示したものです。これらの性質は、単独の H_2O 分子が単に寄り集まっただけのものではなく、 H_2O 分子同士が水素結合によって結ばれ、 $(\text{H}_2\text{O})_n$ の集団を形成しているためと説明されています。この水素結合の生成と消滅は 10^{12} 秒と言った驚くべき速さで絶えず繰り返され、時々刻々と $(\text{H}_2\text{O})_n$ の集団は形を変えているのです。この“変わり種の物質”の本質については、未だ未解明の部分が数多く残されており、現在の技術をもってしても、その能力のすべてを引き出して利用できているとは言えません。超純水製造技術は、水の中の不純物を取り除く“水を整理する技術”です。非常に重要かつ有用な技術であり、これからもより高純度の水の製造を目指して研究を進める必要があります。しかし、不純物がゼロに近い超純水が手に入った今、いよいよ水の性質が本質的に解明されるとともに、必要な物質を必要な量だけ溶かし込んだり、必要なエネルギーを与える等して、水の秘められた機能を引き出すと言った“水に機能をもたせる技術”の基盤も整いつつあると言えます。洗浄力の高い水、何でも完全に酸化して有害な副生成物を作らない水、健康や動植物の発育に効果のある水、食品を腐らさない水等、現在は化学薬品に頼っている機能を水の持つ能力を使いこなすことで実現しようとする研究開発が行われ始めています。本ウルトラクリーンルームで実施される研究、すなわち完全表面の創成においても、超純水の本質が示され、そして、様々な加工プロセスの中で超純水がどのような役割を演じているのか解き明かされることが期待されます。

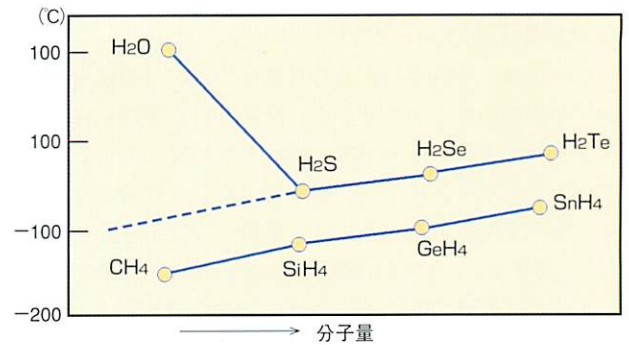


図 3.15 水素化合物の沸点

- (1) UCS半導体基盤技術研究会編：超純水の科学, Surface Science Technology Series No.1, リアライズ社 (1990).
- (2) T.Ohmi (ed.): Ultraclean Technology Handbook, Vol.1, Ultrapure Water, Marcel Dekker, Inc. (1993).
- (3) 大見忠弘：ウルトラクリーンULSI技術, アドバンスドエレクトロニクスシリーズ I-15, 培風館 (1995).

〈オルガノ株式会社 今岡孝之〉

[1] オルガノ株式会社	システム設計・施工
[2] 日東電工株式会社	ROモジュール：NTR-759HR
[3] 株式会社荏原製作所	RO膜送水用ポンプ：32AAVF406.3
[4] オルガノ株式会社	RO/EDIユニット：スーパーデザリナー
[5] オルガノ株式会社	選択的ホウ素吸着樹脂：IRA-743T
[6] 積水化学工業株式会社	C-PVC配管材・バルブ
[7] ニチアス株式会社	PVDFライニング
[8] 千代田工販株式会社	低圧UV酸化処理装置：TDFL-4
[9] ヘキストジャパン株式会社	脱気膜：Liqui-Cel 5PCG-326
[10] オルガノ株式会社	低溶出イオン交換樹脂：ESGシリーズ
[11] 旭化成工業株式会社	外圧限外濾過膜：OLT-3026
[12] 旭有機材工業株式会社	PVDF配管材・バルブ
[13] ベルメレック電極株式会社	オゾンナイザー：ピュアゾンS-200-W-SC
[14] ダイライト株式会社	ポリエチレンタンク：SPシリーズ、Aシリーズ
[15] 二国機械工業株式会社	クリーンポンプ：40PWK32
[16] リオン株式会社	パーティクルカウンター：KL-26
[17] 伯東株式会社	ANATEL TOCモニター：ANATEL A1000 S20P
[18] オービスフェア ラボラトリーズ ジャパン インコーポレイテッド	溶存酸素メーター：model 3600
[19] 電気化学計器株式会社	シリカメーター：SLC-1605

4.高性能薬液洗浄システム

4.1 はじめに

原子レベルの超精密加工を実現するためには、加工前の試料表面から、微粒子、有機物、各種金属原子などの汚染物質を取り除く必要があります。さらには、加工前の試料表面から酸化膜を取り除くことが必要な場合もあります。また、加工後の試料表面の洗浄も重要になる場合があります。本ウルトラクリーンルームにおいても、薬液洗浄を行うクリーンドラフトチャンパーと、使用後の薬液や超純水を処理する廃液処理システムとからなる、高性能薬液洗浄システムを設置し、最先端の洗浄プロセスが行えるようになっています。

クリーンドラフトチャンパーは、無機薬液を使用する場合は塩化ビニル (PVC: Polyvinyl Chloride) 板、有機薬液を使用する場合はステンレス板で製作された筐体を有しています。この筐体の中にクリーンな空気を供給しながら、超純水や薬品により、LSIの基板となる大口径ウエハ、大型ミラーおよび大口径レンズなどの各種試料を洗浄し、洗浄により発生したガスを屋外に排気する装置で、他に「ウエット洗浄装置」、「ウエットベンチ」、あるいは「ウエットステーション」等と呼ばれる場合もあります。

LSIの製造において、ウエハの洗浄工程はLSIの超微細化、多機能化を始め、ウエハの大口径化等に伴い今後ますますその機能が重要になってきます。クリーンドラフトチャンパーは、ウエハなどの試料を洗浄するための各種洗浄治具を収納した筐体であり、その主機能は、供給される超純水や、使用される高純度薬液と洗浄治具等により決定されますが、付帯機能として重要なものに、洗浄工程で発生する各種の排気ガスを、いかに少ない排気量で外部に排出するかということがあります。クリーンルームは、昼夜にわたり高度の環境条件を維持するため、膨大なエネルギーを消費しています。高額な運転経費を低減するための省エネルギー対策は、重要課題となっています。運転費で大きな比率を占めているのが、外気をクリーンルームに取り込む際に温湿度調整を行うため必要となる空調動力費です。そして、得られたクリーンエアの大半が、クリーンドラフトチャンパー内における洗浄工程で発生するガスとともに屋外に排気されます。本ウルトラクリーンルームに設置された各種のクリーンドラフトチャンパーは、主要機能を始め少排気量機能を兼ね備えた付帯機能を満たしたものになっています。

以下では、本ウルトラクリーンルームに設置されているクリーンドラフトチャンパーの省エネルギー性能を中心に、機器構成等について説明します。

4.2 薬液洗浄システムに求められる要件

薬液洗浄システムに求められる要件は、以下のようになります。

- ① 供給されたクリーンエア、超純水、超高純度ガス、高純度薬液の品質を低下させることなく洗浄槽に供給することができ、かつ薬液洗浄プロセスにより発生した排気ガスの漏洩によるクリーンルーム内部の汚染がないクリーンドラフトチャンパーであること。
- ② クリーンエアの排気量が極力抑えられた、少排気量型クリーンドラフトチャンパーであること。
- ③ 次世代の大口径シリコンウエハ、高性能X線ミラー、ステッパ用大口径非球面レンズ等の大型試料の洗浄プロセスが可能であること。
- ④ 使用後の超純水を再利用するための回収水システムを備えていること。
- ⑤ 回収水、無機廃液、有機廃液、一般廃液等の各種廃液を分別し、処理することが可能な廃液処理系を備えていること。
- ⑥ 廃液量が少ない、省エネルギー、環境保護優先型の洗浄プロセスが可能であること。

4.3 高性能薬液洗浄システムの構成と特徴

図4.1に本ウルトラクリーンルームに設置された、高性能薬液洗浄システムの構成を示しました。クリーンドラフトチャンパーは、

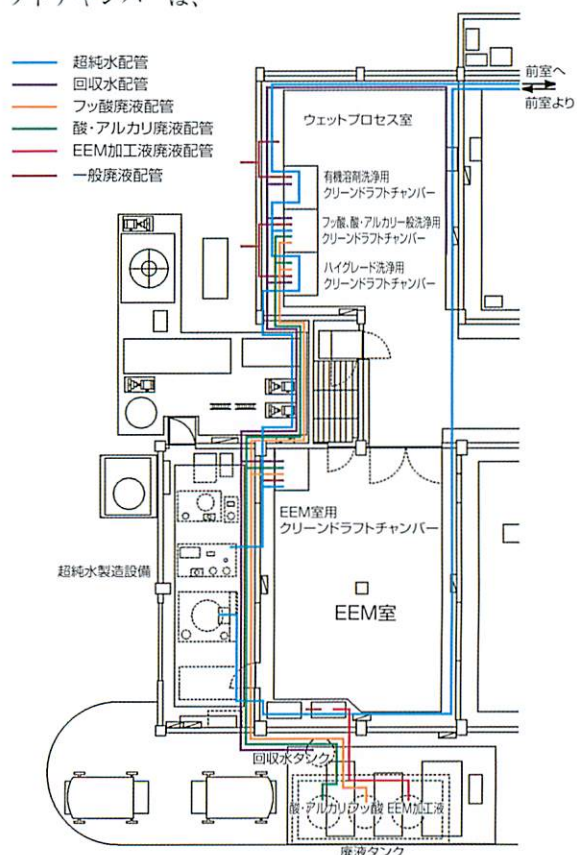


図4.1 高性能薬液洗浄システムの構成

- ① ハイグレード洗浄用(ウエットプロセス室) [1]
- ② フッ酸、酸・アルカリ一般薬液洗浄用(ウエットプロセス室) [2]
- ③ 有機溶剤洗浄用(ウエットプロセス室) [3]
- ④ EEM室用(EEM室) [4]

の計4台が設置されています。各クリーンドラフトチャンパーは、それぞれが屋外に設置された排気処理装置に接続され、チャンパー内を常時排気しています。また、超音波洗浄装置[5]やオゾン水製造装置[6]などの設備が備えられ、最新の洗浄プロセス⁽¹⁾が可能となっています。

廃液処理システムは、回収水配管、回収水タンク、各種廃液配管と廃液タンク等により構成され、廃液タンクは屋外に設置されています。

4.4 クリーンドラフトチャンパー (Clean Draft Chamber)

4.4.1 構成と特徴

装置正面からの写真を図4.2に、装置の構造および各部の名称を図4.3に示します。図中の赤い矢印は、クリーンドラフトチャンパー内のクリーンエアの流れを示しており、シンク上方からのダウンフローと、シンク上部を水平方向に流れるエアシールの二系統があります。



図4.2 クリーンドラフトチャンパー

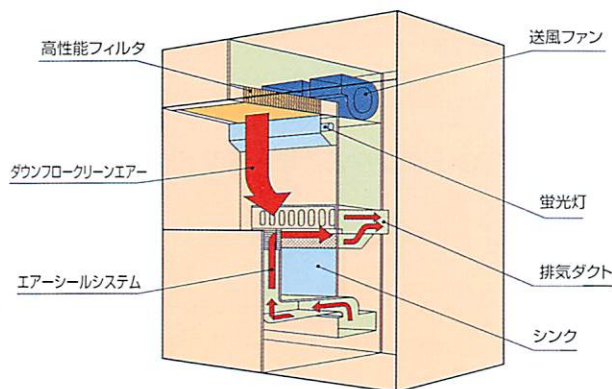


図4.3 装置の構造と各部の名称

また、表4.1には、各部の寸法を示します。

表4.1 装置各部の寸法 (mm)

外形	幅	1500
	奥行き	1200
	高さ	2200
シンク	幅	1200
	奥行き	600
	高さ	450

本ウルトラクリーンルームに設置されているクリーンドラフトチャンパーの大きな特徴としては、以下の項目が挙げられます。

- ① 水平エアカーテン機能：クリーンルームの膨大な運転経費の削減は大きなニーズであり、種々の省エネルギー対策が必要です。そのためには、外気空調負荷を低減する、少排気量型のクリーンドラフトチャンパーが必須の設備です。本ウルトラクリーンルームにおいても、省エネルギー化は重要課題であり、プッシュプルエアカーテンによる薬液槽シール方式、いわゆる水平エアカーテン機能を装備した、ベンチ幅1m当たりの排気量が $6 \text{ m}^3/\text{min}$ 以下の少排気量型クリーンドラフトチャンパーを設置しました。
- ② 大容量シンク：次世代の $\phi 300\text{mm}$ シリコンウエハ、全長1mの高性能X線ミラー、ステッパ用大口径非球面レンズなどの大型試料の洗浄が可能です。
- ③ 超純水供給部：ハイグレード洗浄用クリーンドラフトチャンパーでは、液溜りの無い三方弁を使用し、供給される超純水の品質を低下させないように配慮されています。
- ④ 回収水配管：再使用可能な超純水は、回収水配管から回収水タンクに還すことにより、超純水の使用量を節約します。その他の廃液は、フッ酸、一般酸・アルカリ、有機溶剤別に廃液タンクに排出された後、処理されます。
- ⑤ フィルター：クリーンエアを作るためのフィルターとして、ボロンの発生の無い高性能ULPA(Ultra Low Penetration Airfilter) [7]を使用しています。
- ⑥ 本体パネル材料：本体を構成する材料として、帯電防止処理を施した塩化ビニル(PVC: Polyvinyl Chloride)を使用し、塵埃の付着を最小限に止めています。なお、有機溶剤洗浄用クリーンドラフトチャンパーはステンレス製となっています。
- ⑦ EEM室用クリーンドラフトチャンパー：EEM室は、湿度100%の特殊環境のクリーンルームです。EEM室に設置されたクリーンドラフトチャンパーは、電装部をすべてエアタイトにするなど、湿度100%の特殊環境下においても稼働可能となっています。
- ⑧ 超高純度窒素ガス：本ウルトラクリーンルームでは、超高純度ガスが供給されていますが、クリーンドラフトチャンパー内の窒素ガス配管においても高性能小型メタルガasket継手[8]を使用し、窒素ガスの品質をできる限り低下させずに窒素ガンに供給しています。

4.4.2 水平エアカーテン

プッシュプルエアカーテン方式⁽²⁾クリーンドラフトチャンバーの基本構成を、通常型と比較して図4.4に示しました。小型送風機、高性能フィルターとダクトでつないだ吹出フード、及び排気ダクトとつながる吸込フードによって流しを覆うエアカーテンを形成しています。

薬液を加熱して使用すると、槽から有害蒸気を含む流速0.3m/s程度の上昇気流を生じます。これをできるだけ拡散させないで排気するため、クリーンドラフトチャンバーでは風速0.5m/s程度のダウンフロー気流を吹き出させます。すなわち、20~30m³/minの吹出風量が排気されます。エアカーテン(水平層流)で薬液槽からの上昇気流を拡散しないうちにすぐ吹き払うと、その上部空間は清浄度を維持するだけでよく、0.1m/s程度のダウンフロー気流で十分となります。エアカーテンの風量は毎分数立方メートルにすぎず、したがって総排気量は1/3~1/4となります。

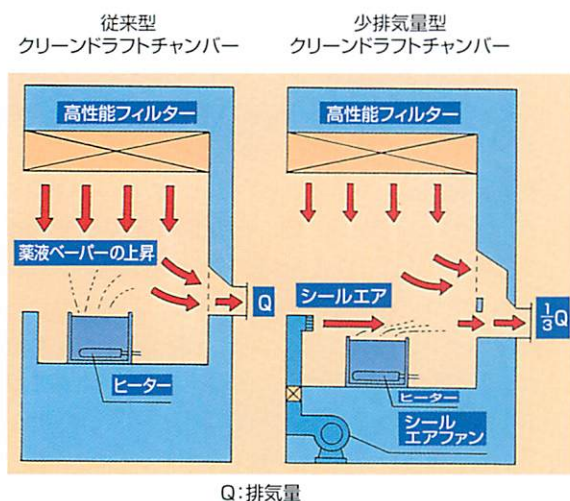


図4.4 フッシュプルエアカーテン方式クリーンドラフトチャンバーの基本構成と機能説明

図4.5にエアカーテン構造の概要を示しました。たとえば、煮沸水の水蒸気をシールするには厚さ50mm程度で1m/s以上の風速を持つ水平層流が必要です。本ウルトラクリーンルームのクリーンドラフトチャンバーでは、

- ① 吹出口には整流用のハニカム格子板と通気抵抗を増す汙布を設ける。
- ② 吹出風速の均等化を図るため、フード内にガイド板を設ける。
- ③ 吸込風速の均等化を図るため、吸込ダクトに整流板を設ける。
- ④ 流し中央での風速低下をなくすため、吹出口高さは45mm以上にする。

等の対策により、シンク上部において均一な水平層流を形成しています。

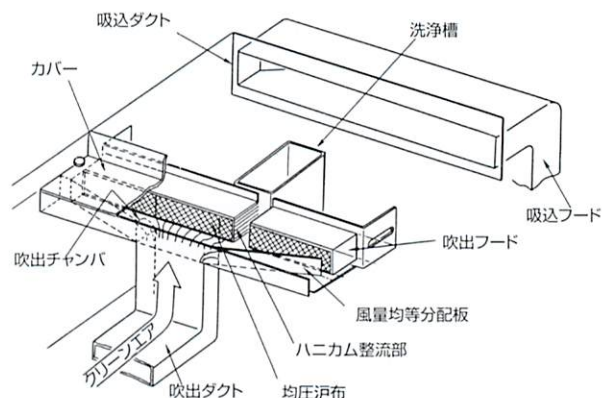


図4.5 フッシュプルエアカーテン装置の構造

4.5 廃液処理システム

本ウルトラクリーンルームの廃液処理システム[9]は、

- ① 超純水を再利用するための回収水配管[10]と回収水タンク(200L)[11]
- ② フッ酸廃液用の廃液配管と廃液タンク(1t)
- ③ 酸・アルカリ廃液用の廃液配管と廃液タンク(1t)
- ④ EEM加工液用洗浄槽、廃液配管、および廃液タンク(1t)
- ⑤ 一般廃液配管(下水)

から構成されています。廃液配管(PVC:PolyvinylChlorid)[10]は1/200の勾配がつけられ、リターンスペースや屋外を通して廃液タンク[11]に接続されています。廃液タンク内は、上部に設置された排気処理装置によって常時排気されています。また、有機廃液はアルコール系とハロゲン系に分別され、有機溶剤洗浄用ベンチに附属するタンクに排出されます。

- (1) UCS半導体基盤技術研究会編：シリコンの科学, Surface Science Technology Series No.3, リアライズ社(1996)pp.349-384.
- (2) 藤崎芳男、平塚豊、大見忠弘：LSI製造におけるプロセス高性能化技術Ⅲー ULSIプロセス技術ー, リアライズ社(1989)、第4章、第2節、省電力型クリーンドラフト, pp.163-181.

〈日立プラント建設株式会社 福田宗治〉

- | | |
|--|--------------------------------|
| [1] 日立プラント建設株式会社
株式会社日立プラント建設機電エンジニアリング | ハイグレード洗浄用クリーンドラフトチャンバー |
| [2] 三協エンジニアリング株式会社
三協テクニカ株式会社 | フッ酸、酸・アルカリ一般洗浄用クリーンドラフトチャンバー |
| [3] 株式会社ダン科学 | 有機溶剤洗浄用クリーンドラフトチャンバー |
| [4] 株式会社スガイ | EEM室用クリーンドラフトチャンバー |
| [5] 株式会社カイジョー | 超音波洗浄機CA-78S-62 |
| [6] ペルメレック電極株式会社 | 超純水電解オゾン水製造装置 ピュアゾン S-600-W-SC |
| [7] ダイキン工業株式会社 | ニューロファインフィルター KMH7201470 |
| [8] 株式会社フジキン | 高性能小型メタルガasket継手UPGシリーズ |
| [9] オルガノ株式会社 | 廃液処理システム |
| [10] 積水化学工業株式会社 | C-PVC配管材・バルブ |
| [11] ダイライト株式会社 | ポリエチレンタンク：SPシリーズ、Aシリーズ |

5.安全管理システム

5.1 はじめに

安全は、最優先の課題です。安全の確保は、ユーザー教育の徹底と訓練、全設備の保守・点検による事故の予防が基本です。清浄度を保つために外気から隔離されたクリーンエリアの中で安全に実験を行うためには、地震、設備故障、ヒューマンエラー等による万一の事故発生を想定してその被害を最小限に食い止められるよう、防災管理ハードウェアを整備することが不可欠です。ウルトラクリーンルームでは、危険信号の収集・処理・通報を自動化する安全管理システムを整備して、防災管理をサポートしています。

ウルトラクリーンルームには、火災、酸素欠乏、ガス漏洩等の検知器を設置しています。その危険信号は、外気取入、排気除害等の設備故障信号とともに、安全管理用シーケンサで処理され、事故や異常が発生した直後、自動的に緊急避難放送が行われます。同時に、回転灯(パトライト)により危険区域を赤色の光で知らせ、入室者を安全な避難経路へと誘導します。さらに、隣接した教室棟にいる複数の管理者へは、その警報が構内無線ポケットベルにより伝達されます。また、教室棟に設置した回転灯と非常ベルによっても、緊急事態の発生を知らせます。もし、夜間や休日に異常が発生した場合には、自動的に電話で複数の安全管理者に警報が連絡されます。

なお、各室にはTVカメラを設置しており、クリーンエリアの外からTVモニターの映像で各室の状況が把握できます。非常口には、救命・救助活動のために自給式呼吸器(ライフゼム)を備えています。

5.2 安全管理システムに求められる要件

フェールセーフ(Fail safe)、フールプルーフ(Fool proof)、インターロック(Interlock)の三つの概念は、安全をサポートするシステムの基本です⁽¹⁾。すなわち、

- ① ユーザーが誤操作しないよう、また、容易に判断できるように、設備・操作の標準化、単純化、明確化すること。
- ② システムを構成する機器類が、故障や誤操作された場合でも、災害に発展しないように、システム全体を安全側に導くこと。
- ③ システムの作動に際して、決められた条件を満足しなければ、次の状態に移行できないようにインターロックをとり、異常発生時や誤操作に対して安全な状態へ導くようにすること。

これらの3つを反映させたトータルなシステムを整備して、大事故を未然に防ぐことが、安全管理システムに求められています。以下に「危険信号の検知」と「通報・避難と緊急停止」の2つに大別して要件を述べます。

(1) 危険信号の検知

1. 「火災」：火災の検知、ウェットプロセスで使用する化学薬品の異常反応による発熱と発火の検知
2. 「酸素欠乏」：密閉空間であるクリーンエリアの空調異常や酸素ガスの過度な使用等による酸素欠乏事故の防止
3. 「ガス漏洩」：プラズマプロセスで使用する有害ガスの漏洩検知
4. 「化学薬品漏洩」：クリーンドラフトチャンバーでの有機ガス・薬液・水漏洩と廃液処理設備の監視
5. 「純水設備故障」：超純水製造設備の保全、冷却水漏洩による感電事故の防止
6. 「電気設備故障」：停電時の保安電力の確保、設備の漏電検知、電力の監視

(2) 通報・避難と緊急停止

1. 「ユーザー」：事故発生の自動放送、適切な緊急避難の情報伝達
2. 「管理者」：異常事態の報知、避難誘導と救命・救護の情報伝達
3. 「ガス設備」：有害ガス漏洩信号の自動処理によるガス供給一括遮断とプラズマプロセス実験装置の自動緊急停止

5.3 安全管理システムの構成と特徴

5.3.1 防災設備の概要

防災のために、次の各設備が備えられています。

- ① 「避難・救助設備」：非常用照明装置、避難口誘導灯、非常口、自給式呼吸器(ライフゼム)、避難用空気呼吸器(ライフレスク)、避難器具の設置
- ② 「監視設備」：指紋照合装置[1]、入退室管理タッチパネルコンピューター、TVカメラ、TVモニター
- ③ 「通報設備」：火災報知設備、非常ベル装置、自動構内無線報知装置[2]、自動電話報知装置、回転灯(パトライト)、避難警報放送設備、連絡放送装置、電話
- ④ 「防火設備」：火災警報器、火災感知器(感熱式火災センサー、炎センサー)、消火設備、難燃性内装材、排気(排煙)設備
- ⑤ 「ガス・薬品防災設備」：ガス漏洩検知警報器[3](特殊材料ガス漏洩センサー、水素ガス漏洩センサー)、薬液漏洩センサー、有機ガス濃度センサー、酸素濃度センサー、外気取入用空調設備監視盤、排気除害設備監視盤、廃液処理タンク液面計、超純水製造設備監視盤、漏水センサー[4]、緊急時ガス一括遮断装置、クリーンドラフトチャンバー、保護メガネ

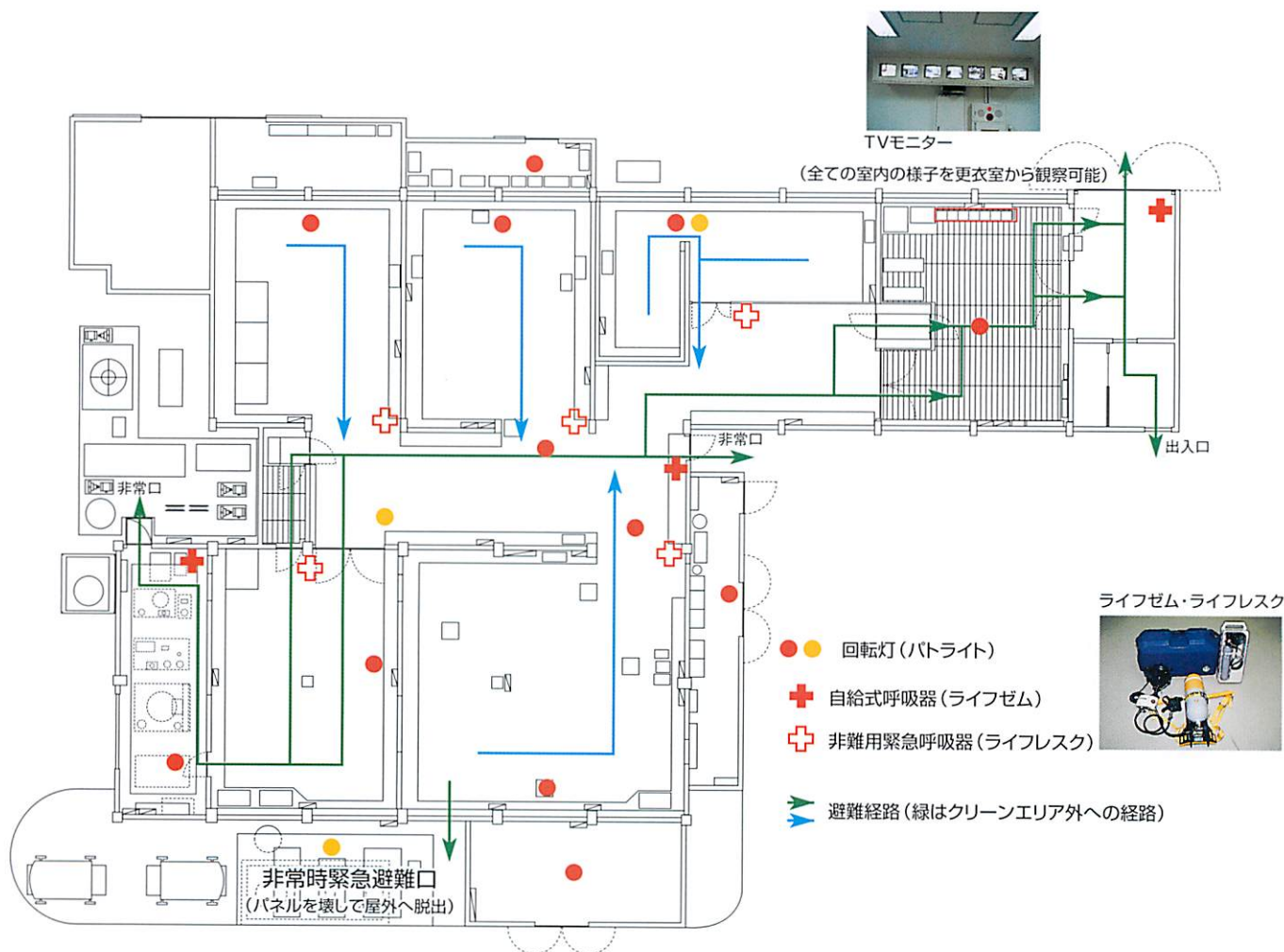
⑥ 「電気防災設備」:

漏電ブレーカー、漏電センサー、電力監視装置[5]、保安用発電装置、無停電電源装置、停電センサー、バッテリー、除電装置(アース)、帯電防止内装材

図5.1に示すように、ウルトラクリーンルームには通常の出入口の他に2カ所の非常口を設け、さらに直接外へ緊急脱出できる位置を表示しています。なお、出入口と非常口には、30分間使用可能な救援者用自給式呼吸器(ライフゼム)を設置し、救命・救急活動に用います。ウルトラクリーンルーム各室入口付近には10分間使用可能な避難用空気呼吸器(ライフレスク)を備え付けています。

ウルトラクリーンルーム各室の中で「何が起きているのか」を外から監視できるように、TVカメラを取付け、更衣室にTVモニターを設置しています。非常時に緊急避難を終えた後、前室と更衣室の間の扉を全部開いて、

安全な避難路を確保した上で更衣室に入り、TVモニターの映像によりクリーンエリア内の状況を確認します。このTVモニターシステムは、非常事態に備えて、ウルトラクリーンルームのメイン電源を切っても働くようにしています。なお、プラズマCVDとプラズマCVM室では、隣接した高純度ガス供給設備室の映像をTVモニターで監視可能にし、ガスポンベの操作手順をクリーンエリア内外のユーザーにより確認することで、バルブの誤操作を防ぐようにしています。クリーンエリアに入室して行う実験は、必ず複数のユーザーで行います。これは、急病や化学薬品による負傷事故などが発生した場合に備えて、非常事態を電話通報できるようにし、直ちに救護できる実験体制を常にとる必要があるためです。なお、各室入口付近に発火直後の消化水として超純水を貯めています。更衣室と超純水製造室には、火災報知器と消火栓が設置されています。



5.3.2 ユーザーと管理者に対する危険情報の自動通報

ウルトラクリーンルームのユーザーには、更衣室出入口に設置した指紋照合装置[1]へ登録する前に、必ず安全教育を実施しています。安全教育は、「クリーンエリア（一般、EEM室）」、「超高純度ガス」、「超純水」、「クリーンドラフトチャンパー」の4つに大別され、各項目毎に試験を行って使用資格を認定し、その資格を名札に表示しています。見学者等が入室する際には、安全教育を受けたユーザーが必ず付き添い、万一の場合に避難誘導を行います。ウルトラクリーンルームの全出入口には防犯センサーが設置され、不審な扉の開閉を感知すると、直ちに館内自動放送と構内特定小電力無線ポケットベル自動通報[2]でその注意情報が伝達されます。

ユーザーの入室情報は指紋照合装置[1]の判定データを入退室管理用タッチパネルコンピューターにて処理することで、また、退室情報は更衣室扉の解錠操作をタッチパネルで行う時に取得します。このようにして、クリーンエリア内にいるユーザーの情報を精密科学教室内LAN (Local Area Network)を経由し、ウルトラクリーンルーム外から検索できます。さらに、更衣室では名札によって、クリーンエリア内へ入室しているユーザーの詳細な情報を表示しています。

表5.1と図5.2に示すとおり、安全管理システムでは危険信号に応じた警報・注意報メッセージを音声合成して、自動的にウルトラクリーンルーム館内放送で緊急避難を呼びかけます。また、回転灯により危険を赤色光で知らせ、安全な避難経路の選択を助けます。特に、防音構造の計測・評価室（暗室）で超精密測定を行う時には、音波による振動を可能な限り回避するために放送用スピーカーを切り替えますので、警報発令を赤色光で、注意報を黄色光で伝達しています。

構内特定小電力無線ポケットベル自動通報装置[2]は、シーケンサでの警報信号処理後、わずか数秒で表5.1の文字メッセージを半径50m以内の近距離にいる複数のウルトラクリーンルーム管理者が持つポケットベルへ伝達します。従来の電話回線を利用するポケットベルでは数分を要するのに比べ、構内無線での伝達は桁違いに速く、迅速に防災活動を開始できます。

電話回線自動通報装置は、夜間や休日など時間帯を設定して監視でき、ウルトラクリーンルームで「空調設備故障」、「酸素欠乏」、「ガス漏洩」、「火災」、「漏水」の非常事態が発生した場合に、その警報を音声メッセージで安全管理者に連絡します。停電の際には、その情報が同時に通報され、停電に伴う異常の通報か否かを判断できます。また、管理者はこの通報システムに電話をして、非常事態発生の有無を音声メッセージで聞くことができ、異常の場合はその種別を知ることができます。

表5.1 安全管理用シーケンサによる警報の音声合成による館内放送と回転灯（パトライト）点灯、および構内無線ポケットベル通報、電話通報の自動化

警報・注意報	回転灯（パトライト）	クリーンルーム館内放送 （音声自動合成）	構内特定小電力無線 ポケットベル自動通報	電話回線 自動通報
新鮮空気取入	精密科学教室棟	非常事態が発生しました！	シンセンクウキ	避難警報
異常警報	計測・評価室（暗室）	避難して下さい！	トリイレティシ ケイホウ1	No. 1
スクラパー排気	発生箇所・教室棟	排気がストップしました！	スクラパー X	避難警報
異常警報	計測・評価室（暗室）	避難して下さい！	ハイキティシ ケイホウ1	No. 1
酸素欠乏	発生箇所・教室棟	酸欠発生！	サンケツ	避難警報
警報	計測・評価室（暗室）	避難して下さい！	サンソフソク ケイホウ2	No. 2
特殊ガス	発生箇所・教室棟	ガス漏れ発生！	ガスモレ	避難警報
漏洩警報	計測・評価室（暗室）	避難して下さい！	トクシュガス ケイホウ3	No. 3
特殊ガス漏洩	発生箇所・教室棟	ボンベ室ガスもれです。	ボンベモレ	避難警報
ボンベ室警報	計測・評価室（暗室）		トクシュガス ケイホウ3	No. 3
火災	発生箇所・教室棟	火事です！直ちに室外へ	カジハッセイ	避難警報
警報	計測・評価室（暗室）	避難して下さい！	カサイ ヒナノ ケイホウ4	No. 4
火災（クリーンドラフト チャンパー）警報	発生箇所・教室棟	火事です！直ちに室外へ	カジハッセイ	避難警報
チャンパー警報	計測・評価室（暗室）	避難して下さい！	ドラフト チャンパー 4	No. 1, 4
水素ガス	発生箇所	水素異常です。	スイソガス	異常通報
漏洩注意報	計測・評価室（暗室）		キケン ガスモレテンケン	No. 3
超純水設備 故障注意報	超純水製造装置室	給水設備故障です。	ジュンスイ X	純水通報
			ミス セツビ コショウ	No. 7
廃液タンク	ドラフトチャンパー付近	廃液異常です。	ハイエキタンク	異常通報
異常注意報	廃液タンク	タンクが満ちています。	マンタン イジョウ アリ	No. 5
漏水	発生箇所	水もれ発生	レイキヤクスイ	漏水通報
注意報	計測・評価室（暗室）	点検して下さい。	ミズモレ カンデンケン	No. 6
漏電	EEM室	漏電が発生しました。	ロウデン	異常通報
注意報	計測・評価室（暗室）		ケンEEMシツテンケン	No. 8
停電	計測・評価室（暗室）	停電です。	テイデン	停電通報
注意報			ケン デンキ テンケン	No. 0
電力監視	計測・評価室（暗室）	電力がオーバーしています。	デンリョク	異常通報
注意報			ケン パワー モニター	No. 8
指紋照合装置	計測・評価室（暗室）	異常が発生しました。	イジョウ アリ	異常通報
異常注意報		点検して下さい。	デイリグチ テンケン	No. 8
非常扉開閉	計測・評価室（暗室）	異常が発生しました。	イジョウ アリ	異常通報
異常注意報		警戒してください。	デイリグチ テンケン	No. 8
テスト警報	—	テスト警報です。	テストケイホウ チャクシン レンラク	異常通報 No. 8

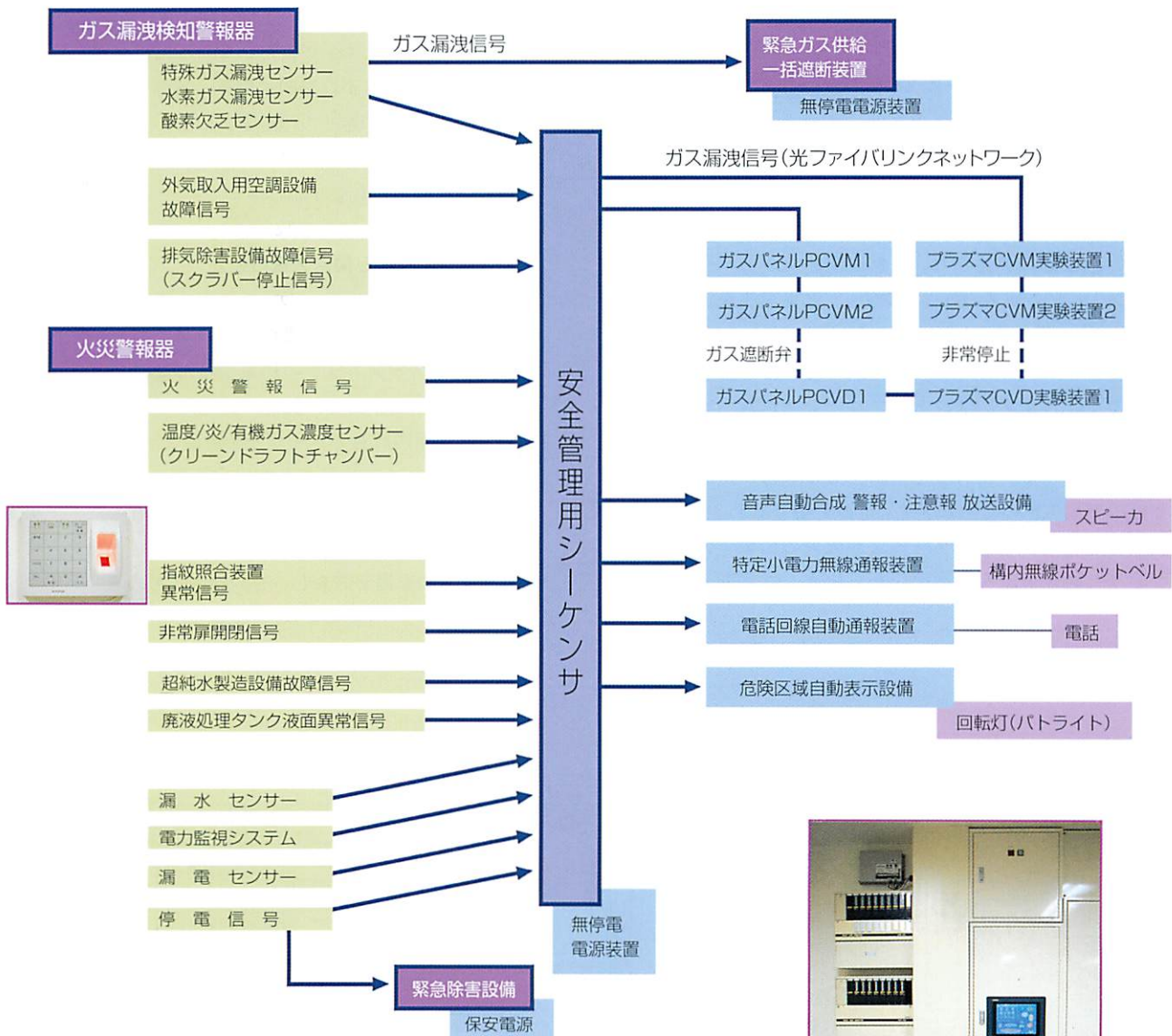


図5.2 安全管理用シーケンサによる危険信号の処理



安全管理用集中制御盤

5.3.3 危険信号の検知

(1) 火災の検知

万一、ウルトラクリーンルーム内で火災が発生した場合、図5.3に示した感熱式火災センサーが働き、火災警報器のベルが、ウルトラクリーンルームと精密科学教室棟で同時に鳴ります。表5.1に示したように、ウルトラクリーンルームでは、自動的に「火事です! 直ちに室外へ避難して下さい!」と館内放送され、これを聞いたユーザーは、直ちにクリーンエリアの外へ避難し、火災発生を消防署に電話(119)通報します。

同時に、構内無線ポケットベル[2]で警報内容が管理者に通報されます。ウルトラクリーンルームへ安全管理者が到着すると、第一にガス供給が自動遮断されていることを確認して避難誘導を指示するとともに、放水に伴う感電事故防止のためにメイン電源を切ります。また、複数の管理者でTVモニターにより火災の情報を分析し、更衣室と純水製造室の消火栓から放水して初期消火に努めます。

有機溶剤用クリーンドラフトチャンバーには、①温度センサー、②炎センサー、③有機ガス濃度センサーの3種

のセンサーが設置されています。①と②の検知信号については、クリーンドラフトチャンバーに付属された炭酸ガス(CO₂)消火器が自動的に働き、避難警報が発令されます。③で異常が検知された場合については火災に至る可能性が高い状態であるため、避難警報を館内放送し、管理者に自動通報します。

(2) 空調設備故障と酸素欠乏の検知

ウルトラクリーンルームの外気取入用空調設備の運転停止、あるいは、排気除害設備のスクラパーが停止した時には、クリーンエリアの換気が不可能になり、徐々に酸素の欠乏が起きます。従って、警報信号が各設備から出力され、館内放送でユーザーを避難させます。

自動通報[2]を受け到着した安全管理者は、前室と更衣室の間の扉を全部開いて安全な避難路を確保した上で更衣室に入り、空調設備モニターと酸素濃度モニターを点検して異常発生の原因を調査し、その復旧に努めます。また、酸素欠乏センサー[3]を表5.2のとおり設置し。万一の酸素欠乏事故を防止するための監視を行っています。

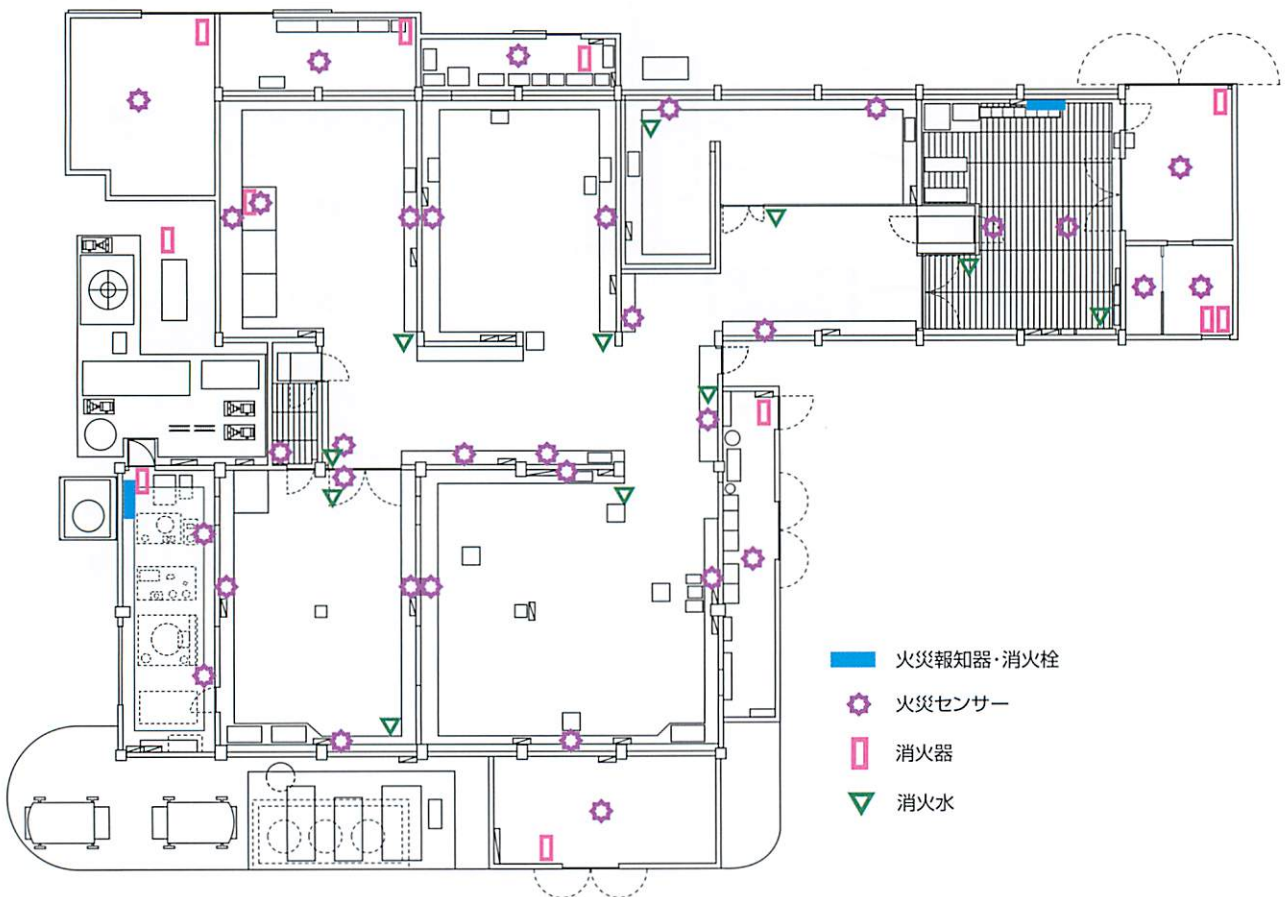


図5.3 火災センサー・火災警報器・消火栓・消火器・消化水の配置

表5.2 酸素欠乏センサー、特殊材料ガス漏洩センサー、水素ガス漏洩センサーによる監視

酸素欠乏・ガス漏洩検知器	警報設定濃度 (許容濃度)	センサー設置	室名	監視位置
酸素(O ₂)欠乏 警報用	18% (≥ 17%)	更衣室		西側壁面 (床上1.4 m)
		計測・評価室(暗室)		中央壁面 (床上1.4 m)
		プラズマCVD室		北東壁面 (床上1.4 m)
		プラズマCVM室		西側壁面 (床上1.4 m)
		ウェットプロセス室 EEM室		北東壁面 (床上1.4 m) 北側壁面 (床上1.4 m)
ジボラン(B ₂ H ₆) (PH ₃ およびSiH ₄) 漏洩警報用	0.1ppm (≤ 0.1ppm)	プラズマCVD室		プラズマCVD装置3横
		プラズマCVD設備室		PH ₃ , B ₂ H ₆ 用C/C 排気ダクト内
モノシラン(SiH ₄) 漏洩警報用	5ppm (≤ 5ppm)	プラズマCVD室		プラズマCVD装置1横
		プラズマCVD設備室		SiH ₄ 用C/C 排気ダクト内
		プラズマCVD設備室		PH ₃ , B ₂ H ₆ , SiH ₄ 用除害装置 排気ダクト内
		プラズマCVM室		プラズマCVM装置1横
		プラズマCVM室		プラズマCVM装置2横 プラズマCVM装置3横
一酸化炭素(CO) 漏洩警報用	50ppm (≤ 50ppm)	プラズマCVM室		プラズマCVM装置1横
		超高純度ガス設備室		CO, NH ₃ 用C/C 排気ダクト内 CO用除害装置 排気ダクト内
塩素(Cl ₂) 漏洩警報用	1ppm (≤ 1ppm)	プラズマCVM室		プラズマCVM装置1横
		超高純度ガス設備室		Cl ₂ 用C/C 排気ダクト内 ハロゲン除害筒 排気ダクト内
三フッ化窒素(NF ₃) 漏洩注意報用	10ppm (≤ 10ppm)	プラズマCVD室		プラズマCVD装置3横
		プラズマCVD設備室		NF ₃ 用C/C 排気ダクト内 NH ₃ 用除害装置 排気ダクト内
フッ素(F ₂) 漏洩警報用	AL-1: 1ppm (AL-2: ≤ 1ppm)	プラズマCVD設備室		プラズマCVM装置1横
		プラズマCVM室		
フッ化水素(HF) 漏洩警報用	3ppm (≤ 3ppm)	プラズマCVM室		プラズマCVM装置1横
		プラズマCVM室		プラズマCVM装置2横
		プラズマCVM室		プラズマCVM装置3横
		プラズマCVM室		プラズマCVM装置4横
		プラズマCVM室		プラズマCVM装置5横
水素(H ₂) 漏洩注意報用	500ppm (≤ 4.0%)	ニュープロセス室		天井
		EEM室		システム天井裏
		超高純度ガス設備室		H ₂ , SF ₆ 用C/C 排気ダクト内

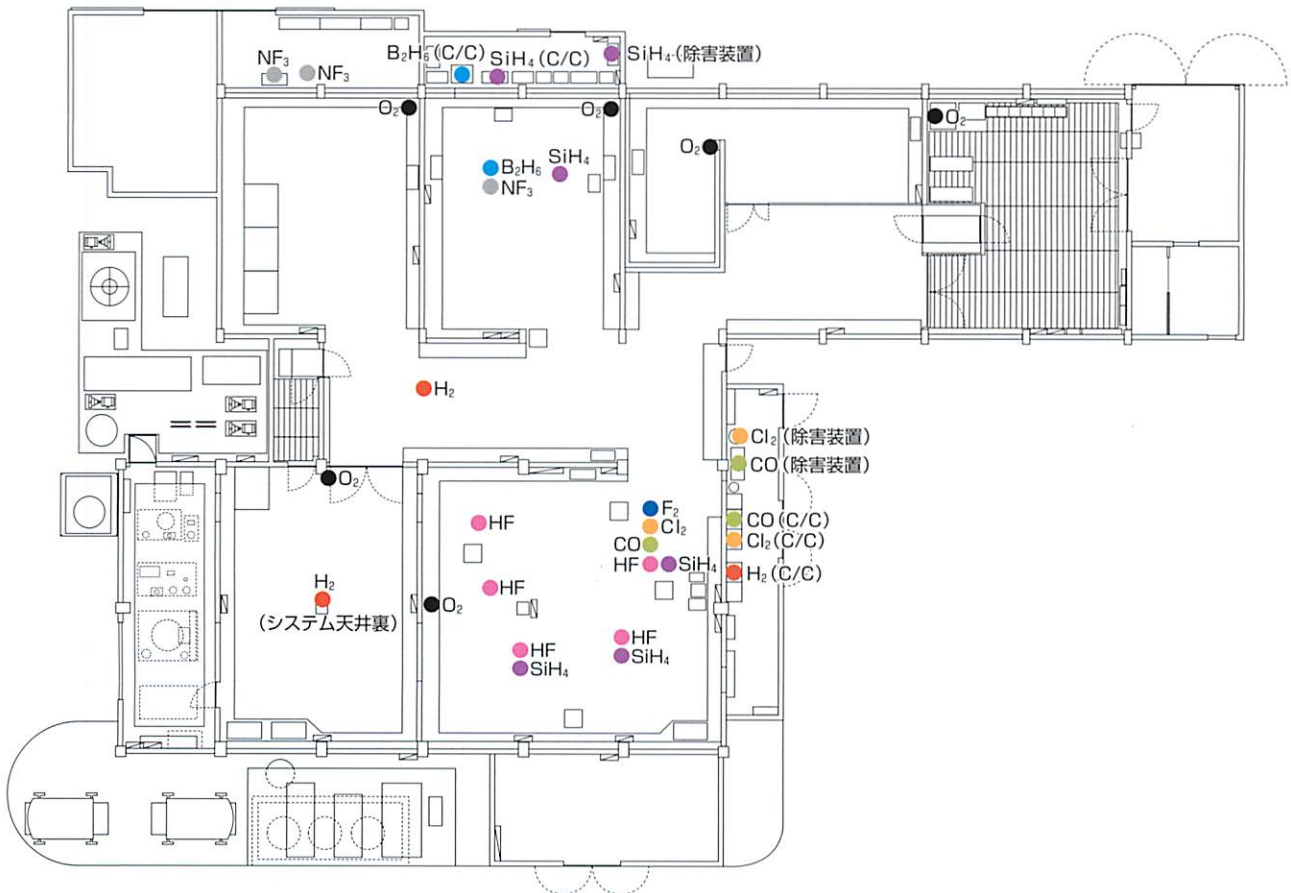


図5.4 酸素濃度センサー、ガス漏洩センサーの配置

(3) ガス漏洩の検知

特殊材料ガス漏洩センサーと水素ガス漏洩センサー[3]が、表5.2と図5.4のとおり、ウルトラクリーンルームに設置されています。ガス漏洩が検知されると、一括遮断システムで各ガスボンベのガス遮断弁を働かせ、新たなガスの供給を緊急停止します。ガス漏洩信号を安全管理用シーケンサが受信すると、ガスが漏洩している部屋の回転灯が点滅し、緊急避難の放送が行われ、構内無線ポケットベル・電話で警報が安全管理者に伝達されます。同時に、図5.2の中に示したとおり、安全管理用シーケンサと光ファイバリンクネットワークで接続された各プラズマプロセス実験装置のガスパネルでは、警報発令時にバルブを自動的にオールクローズとし、それぞれの装置を安全に緊急停止させます。

(4) 薬液漏洩、漏水の検知

クリーンドラフトチャンバー下の廃液配管部には薬液漏洩センサーを設置し、純水を使用して冷却する機器周囲には超高感度の漏水センサーを配置して、薬液・水漏れを検知しています。検知信号が出ると、その部屋の赤色回転灯が点滅して「水もれ発生」と緊急放送され、ユーザーに感電事故の危険を知らせます。

(5) 純水・廃液設備監視

超純水製造設備室において設備の異常が検出されると、その信号が更衣室の安全管理用シーケンサに送られ、館内放送でユーザーに異常を知らせるとともに、構内無線ポケットベル[2]で管理者に設備故障を伝達します。

廃液処理設備の監視は、廃液タンクの液面センサーで実施しています。毎日、外回りの始業・終業点検を励行して、処理能力がオーバーすることを未然に防止しています。しかし、万一、廃液タンクが満杯に近ずくと、その危険信号を安全管理用シーケンサで処理し、「廃液異常です。タンクが満たんです。」と緊急放送して、直ちにユーザーのクリーンドラフトチャンバー使用を止めさせます。

管理者には、構内無線ポケットベル[2]でこの注意報が伝達され、緊急廃液処理の作業に入ります。なお、廃液タンクの設置されている豪内に雨水が溜まった場合には、排水ポンプが自動運転され、廃液タンク内への雨水流入を防止します。

(6) 漏電の検知と電力監視

EEM室には多湿環境下の実験に備えて漏電センサーを配置し、感電事故の防止に努めています。実験中、EEM室で漏電が検知されると、回転灯(パトライト)が点滅し、直ちにEEM室からユーザーを退去させます。また、漏電注意報を館内放送してEEM室への新たなユーザーの入室を阻止し、感電事故を未然に防止します。管理者には、構内無線ポケットベル[2]で漏電注意報を伝達し、EEM室メイン電源を切って漏電原因の究明にあたり、安全確保に努めます。

ウルトラクリーンルームには、電力計[5]が設置され電力消費量を計測しています。そのデータをパーソナルコンピュータで収集し、定格電力を超えないように監視しています。

5.4 安全管理システムを支える要素技術

5.4.1 指紋照合技術

指紋照合システムは、

- ① 万人不同、終生不変の指紋の特徴点によりユーザーを確認、
- ② 従来のキーやIDカードのように紛失・盗難・偽造の心配不要、
- ③ 「鍵を忘れて入れない」といった不便を解消して運用管理面の向上、

等の特徴を持っています。

ウルトラクリーンルームの指紋照合装置[1]では、図5.5にその原理を示すように、ファイバーオプティックプレート(FOP: Fiber Optic Plate)センサーにより指紋画像を読み取り、次に各指紋の特徴点を抽出して判定しています⁽²⁾。FOPセンサーは、光源の発光ダイオード(LED)、FOP、固体撮像素子(CCD)から構成され、FOPの入力面に指を接触させると、その反射光パターンが光ファイバー内を導波されて出力面のCCDへ直接伝送されます。従来のプリズムを用いた全反射法に比べて結像レンズが不要で小型化でき、FOPで歪みなく伝送された指紋パターンは、CCDにより256×240×8ビット濃淡画像信号に変換され、指紋照合処理回路へ入ります。指紋画像の照合処理の流れは、大きく次の4ステップに分かれます。

- ① 指紋パターンの隆線の大局的な流れの方向を調べる方向角算出
- ② 端点や分岐点を探す特徴点抽出
- ③ 隆線の方向角による粗照合
- ④ 特徴点データによる精密照合

このように指紋の特徴だけを登録・照合するため、本指紋照合装置には最大200人のユーザーが登録でき、指紋読取判定時間は1秒以下です。暗証ID番号キー入力と指紋照合という簡単な操作により、本指紋照合装置はユーザーを確実に判定します。その際の誤認識率は、本人拒否率0.1%以下、他人受入率0.002%以下です。すなわち、登録者以外の者が操作をしても、ウルトラクリーンルームへ入室できる確率は5万人に1人と極めて小さく、高度なセキュリティを実現しています。



図5.5 ファイバーオプティックプレート (FOP: Fiber Optic Plate) センサーによる指紋照合²⁾

5.4.2 漏水検知技術

ウルトラクリーンルームには、装置冷却水の漏洩を検知して感電事故を未然に防ぐとともに、設備への漏水被害を最小限に食い止めるため、導電率計と電極帯を組合わせた高感度漏水検知システムが備えられています。装置冷却水は、超純水製造における最終行程の限外濾過膜による処理で排除された濃縮水を利用しているため、プラズマプロセスに使用する高周波電源の冷却水として要求される $50\text{k}\Omega\text{cm}$ の値より1桁以上大きい抵抗率を有しています。従って、この純水の漏洩を検知するためには、高感度のセンサーが必要です。高感度導電率計と電極帯で構成された本漏水検知システム^[4]は、絶縁された電極帯の一对の芯線間にAC24Vの交流一定電圧を印加し、その芯線間に設けた検知部電極へ水が浸入した際に流れる微弱電流を増幅して、水漏洩発生の信号を安全管理用センサーへ伝達します。

本装置の特徴としては、

- ① 検知部電極間抵抗 $1\text{M}\Omega$ 以上の高感度の導電率計を採用
- ② 交流信号を用いることで電気腐食による電極の損耗を回避
- ③ 電極帯の芯線に耐食・耐酸性に優れたステンレス(SUS)導電性ワイヤを採用
- ④ 芯線劣化の目視検査を可能にするため絶縁被覆に透明軟質塩化ビニールを採用

等があり、漏水検知システムとしてトータルな信頼性を向上させています。

- (1) 労働省労働基準局安全衛生部化学物質調査課監修：クリーンルーム内における化学物質取扱い安全指針，社団法人日本空気清浄協会 JACA, No.25 (1989)。
- (2) 藤原秀人：指紋パターンの識別－FOPセンサと指紋照合方式－，光アライアンス(Optical Alliance)，日本工業出版，Vol.8, No.4 (1997) pp.8-11。

〈大阪大学 中野 元博〉

- [1] 三菱電機株式会社 小型指紋照合装置、FPR-200AD
- [2] オムロン株式会社 FAポケベルコントローラ、TP400
- [3] 理研計器株式会社 特殊材料ガス検知警報器、RM-580シリーズ
- [4] オムロン株式会社 漏水検知システム、K7L-AT50 F03-16
- [5] オムロン株式会社 パワーモニター、TP700

