

クリーンルームの空気質管理について

朝日工業社 中島 啓之

はじめに

半導体やフラットパネルディスプレイ (FPD), ハードディスクなどのクリーンルームにおいては, パーティクルの制御が空気質管理項目として重要である。パーティクルの発生源としては, クリーンルームや作業員, 材料, 製造装置など様々な要因が考えられるが, 近年では, クリーンルームや作業員起因によるパーティクル汚染はほとんど対策・改善されている。ただし, 量産工場における歩留り低下要因のトップは, 未だ製造プロセス起因のパーティクルによる汚染であるため, 今後も製造プロセスのパーティクル管理は必須の課題である。

一方, 近年ではデバイスの集積度の向上と微細化に伴い, HEPA や ULPA フィルタでは除去されないクリーンルーム環境に存在する分子状汚染物質 (AMCs: Airborne molecular contaminants) によるデバイスへの悪影響が問題視されている。例えば, 半導体デバイスが有機物に汚染されると, 酸化膜の耐圧不良や熱酸化膜の異常成長, レジストの密着不良などを引き起こすことが明らかになっている。そのため, クリーンルーム環境の分子状物質濃度を抑制するなどの空気質管理が重要になってきている。

本講演では, クリーンルームの分子状物質を対象とした空気質管理に必要な, 以下の分子汚染対策技術について説明する。

1. 分子汚染の概要

2. 分子汚染対策技術

1) クリーンルーム構成材料の選別

2) ガス除去技術

ケミカルフィルタ

エアワッシャによる外気、循環空気処理

その他の空気薄化技術

1) UV 光利用技術

2) 非平衡プラズマによるガス分解

3) 分離空調方式と局所クリーン化方式

4) プロセス由来ガスの空気質への影響: 移送・拡散・付着挙動

5) 空気質モニタと表面汚染モニタ

3. まとめ

クリーンルーム雰囲気の有機物汚染とその対策

(株)朝日工業社 中島啓之 , 本田重夫

Hiroyuki Nakajima Shigeo Honda

1. はじめに

THT-LCD 市場では、2000 の年を「世界市場の液晶モニタ元年」と位置づけており、価格の低下により LCD モニタ市場も順調に拡大している¹⁾。また、有機 EL ディスプレイ (OELD) が本格的に立ち上がるようとしているなど、フラットパネル・ディスプレイ (FPD) の発展は著しいものがある。

デバイスの発展に伴い FPD や LSI 製造用クリーンルームでは、空気中の微粒子に加えて分子状物質、いわゆるガス状物質の制御が重要になってきた。特に有機物は、セル工程において製品基板表面に付着すると配向膜印刷時の膜圧異常によるスジ状のムラが発生する²⁾。例や、ガラス基板の表面抵抗率を増加させ、静電気障害の頻度が大きくなる³⁾、等の影響が報告されており、クリーンルーム雰囲気の汚染対策が必要である。

本稿では、著者らが提案している「分子汚染を防止するためのクリーンルーム五原則」¹⁾を基にして、クリーンルーム雰囲気の有機物汚染対策について述べる。

2. 分子汚染を防止するためのクリーンルーム五原則

従来は、パーティクルに対する清浄度を維持するための基本的な考え方として「クリーンルーム四原則」があった。図 1 に示す「分子汚染を防止するためのクリーンルーム五原則」は、クリーン

ルーム内の分子状物質の濃度を低減し、分子汚染を防止するための考え方である。以下に、代表的な項目について詳細を述べる。

3. 外気と循環空気の処理 ; 「導入しない」「除去する」

クリーンルームに分子状物質が持ち込まれる要因の 1 つとして、取り入れ外気が考えられる。外気導入における基本的な汚染防止対策は、建物周辺規模の外気汚染に注目し、近隣建物の煙源などからの直接的な汚染の影響を受けない外気取入れ口の位置を選択することである⁵⁾。

ガス除去技術には大別して吸着法、湿式法、乾式法の 3 つの方法がある⁶⁾。吸着法はガス除去方法として最も一般的な技術であり、吸着剤や活性炭繊維などをベース材としたケミカルフィルタを利用する方法である。ただし、外気やクリーンルーム雰囲気に存在する成分は多種多様であるため、対象物実に応じてフィルタの種類を選定する必要がある。選定の際には、各メーカーのデータを比較する必要があるが、性能試験方法などがメーカー毎で異なるため、ユーザー側としては一概に比較できず、独自の性能比較試験を行うケースが多いのが実状である。そのため、(社)空気清浄協会では「クリーンルーム用ケミカルフィルタの性能評価試験方法作成委員会」を発足させ、試験方法の標準化を進めている⁷⁾。また、ケミカルフィルタで酸・塩基・有機成分のすべてを除去しようとする場合、一般に 3 種類のフィルタを設置する必要があり、コスト的にまだ課題が残されているが、

(株)朝日工業社 技術研究所

〒275-0001 千葉県習志野市女習志野 6-17-16

047-477-5825 hiro-nakajima@asahikogyosha.co.jp



図1 分子汚染を防止するためのクリーンルーム五原則

1枚でいずれの物質にも対応できるケミカルフィルタも販売されはじめています⁸⁾。

湿式法としてはエアワッシャがある。従来は加湿手段として利用されてきたが、近年では外気に含まれる分子状物質の除去手段として運用されている⁹⁾¹³⁾。その除去対象は、アンモニアや二酸化硫黄といった水溶性無機成分が多いが、クリーンルーム循環空気中の有機物に適用している例も報告されている¹³⁾¹⁴⁾。表1は、LCD工場のクリーンルーム雰囲気で検出された有機物(モノエタノールアミン(MEA)・酢酸・ジメチルスルホキシド(DMSO))について、エアワッシャによる除去効果を試験したものである¹⁴⁾。いずれの物質とも、エアワッシャで80%以上の除去効果を示した。また、有機物も無機成分と同様に、エアワッシャ後段に設定されている冷水コイル表面での冷却凝結の効果によって濃度が低減され、空調機全体での

表1 エアワッシャによる有機物除去性能試験結果の一例

測定ポイント	濃度 [µg/m] (除去率 [%])		
	MEA	酢酸	DMSO
ワッシャ1次側	540	420	820
ワッシャ2次側	71(87%)	39(91%)	150(82%)
冷水コイル2次側	25(95%)	13(97%)	65(92%)
定量下限	0.05	0.1	20

除去効率は90%以上と非常に高いものである。表2は、このエアワッシャを循環系に採用した場合のクリーンルームの定常濃度を試算した例¹⁴⁾である。各物質の定常濃度は、エアワッシャ採用前の1/2~1/10以下に低減されることがわかる。

乾式法の中でクリーンルーム雰囲気中のガス除去を目的としたものには、非平衡プラズマ、UV/光電子や光触媒、光化学反応によるガスの微粒化などを利用した技術が研究されている⁶⁾。こうした技術は単独で利用するだけでなく、ケミカルフィルタやエアワッシャと組み合わせることも検討されている¹⁵⁾¹⁶⁾。また、クリーンルームだけでなく、ウェハ保管ボックスへも適用されている¹⁷⁾。

4. 構成材料の評価・選別；「導入しない」「発生させない」

クリーンルームにおける分子状物質の発生源には、導入外気に起因するもの、製造プロセス(装置からの薬品蒸気の漏洩やメンテナンス時の発生ガスなど)に起因するもののはかに、クリーンルームや製造装置の構成材料に起因するものも多い。そのため、発生ガスの少ない材料を使用することが、分子状物質を管理するために重要である。1999年には(社)空気清浄協会において「クリーンルーム構成材料から発生する分子状汚染物質の測定方法指針」¹⁸⁾が制定された。

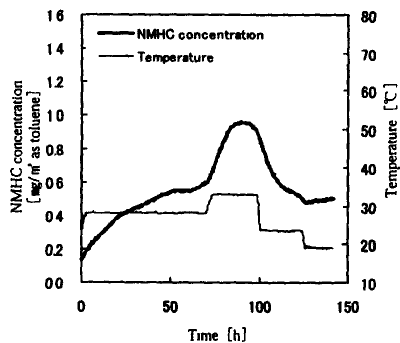


図2 クリーンルーム空調温度とNMHC濃度の変化

発生ガスが少ない材料を選別して建設されたクリーンルームは、建設直後の雰囲気の有機物濃度が大幅に低減される¹⁹⁾、ケミカルフィルタを使わなくても分子状物質濃度が非常に少ない²⁰⁾、などの効果がある。

また、図2に示すように、クリーンルームの空調温度によっても雰囲気中の有機成分濃度が変化する²¹⁾。試験用クリーンルームの有機物

(NMHC：非メタン炭化水素)濃度は、空調温度の上昇に伴って次第に増加し、33では初期濃度の7倍に達する。

5. 製造装置からの漏洩対策；「発生させない」

プロセス装置で使用されるガスや薬液蒸気成分は、クリーンルームの特定の工程に限定されず広い範囲から検出される。そのため、一旦クリーンルーム循環空気へ混入した後、広範囲に移送・拡散されていると考えられる。つまり、あるプロセスで発生した有機化合物は、そのプロセスへの直接的な影響の他に、別のプロセスへも影響を及ぼす可能性がある。稼働中のプロセス装置からの有機化合物の発生量を測定した例は発表されていないが、発生源の中では、装置からの発生量の比率がかなり大きいと思われる。図3に、クリーンルームと装置内の雰囲気濃度の比較を示す²²⁾。製品に最も近い製造装置内の有機物濃度が周囲よりも高濃度である。この高濃度空気が装せ外に漏洩す

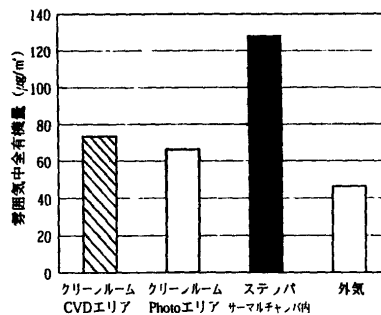


図3 クリーンルームと装置内部雰囲気の有機物量

れば、クリーンルーム雰囲気汚染の大きな因子になり得ることがわかる。

エアワッシャ採用時の定常濃度の試算結果を示した表2に、プロセス装置の排気対策などを行って室内発生量が1/5に低減したと仮定した時の試算結果¹⁴⁾が示されている。発生量が減少するとクリーンルームの定常濃度も大きく低減できることがわかる。

6. 空調系での移送・拡散挙動、製品表面への付着挙動；「付着させない」

汚染対策の最終的な目的は、製品不良を引き起こし歩留りを低下させる汚染物質をガラス基板やウェハなどのデバイス表面に付着させないことである。そのためには、クリーンルーム空調系における汚染物質の挙動を明らかにし、更に、雰囲気から製品表面への付着挙動を明らかにすることが

表2 エアワッシャを採用した場合のCR定常濃度の試算値

物質名	クリーンルーム定常濃度 (未採用時の濃度を100としたときの相対濃度)		
	エアワッシャ 未採用	エアワッシャ採用	
		室内発生量が 現状の場合	室内発生量が現 状の1/5と仮定 した場合
MEA	100	9	2
酢酸	100	56	11
DMSO	100	8	2

重要である。

図4はクリーンルーム雰囲気における有機化合物の挙動をまとめたものである²³⁾。発生した有機化合物は、外気によって希釈されると共に、空調循環系で移送・拡散される。また、プロセスガスが空調空气中で反応したり、ガス-粒子転換を起こしたりする場合がある。例えば、フォト工程で使用されるHMDSは、気相での加水分解反応によりトリメチルシラノール・ヘキサメチルジシロキサン・アンモニアを生成する²⁴⁾。さらに、ガラス基板等の製品表面では、雰囲気との間で吸着や脱着等が生じていると考えられ、理論的な検討も行われている^{25) 26)}。

7. 分離空調・局所クリーン化・ミニエンパイロメントの採用 ; 「付着させない」

空調方式からみた汚染防止対策として、各工程を完全に独立させた「分離空調」方式や清浄空間を局所化させた「ミニエンパイロメント」方式が考えられる。しかし、分離空調方式は現状では搬送路などが仕切られていないため、完全な分離はなされていない。また、ミニエンパイロメント方式は、ボックスの構成材料からの発ガスによりボックス自体が汚染源となるため、材質等に対して

十分な注意が必要であるなど、課題は残っている。

8. 空気質モニタ ; 「監視する」

様々な対策を施しても、日常の管理が不十分であれば、クリーンルーム環境の空気質レベルは低下してしまう。常にクリーンルーム雰囲気の分子状物質の濃度をモニタし、製品歩留りとの相関を把握しておけば、トラブル発生時にも迅速に対応できると思われる。

パーティクルの場合、パーティクルカウンタによって定期的な測定や多点連続測定などが比較的簡単に実施できるが、分子状物質の場合には長時間のサンプリングや手間のかかる分析が必要であるため連続的な測定は難しい。近年では、イオンクロマトグラムやIMS (Ion Mobility Spectrometry)、テープ光電光度法 N.V.R.M (Non-Volatile residue monitor) を利用したガスモニタなどが開発されている²⁷⁾。著者らは、既存の大気環境判定用の自動計測器をクリーンルームのモニタとして利用し、アンモニアや炭化水素濃度などの測定を行っている。

上述の方法はクリーンルーム雰囲気のモニタであるが、厳密な意味での「監視」は、ガラス基板などの表面に付着する汚染物質をリアルタイムでモニタできることが理想である。その理想に比較

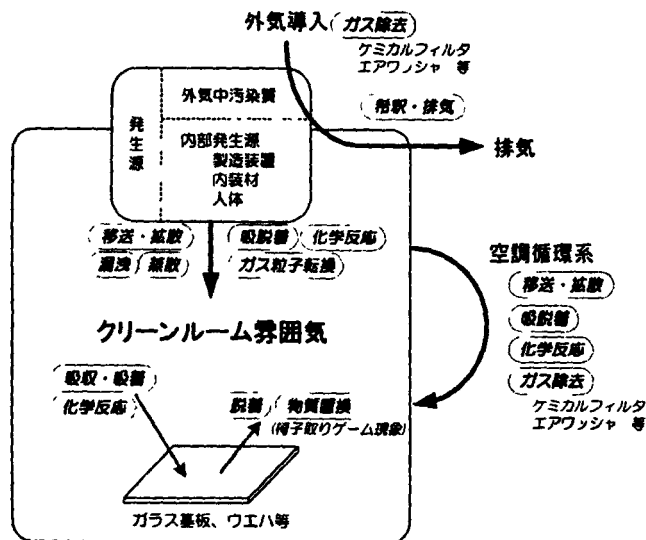


図4 クリーンルーム雰囲気の有機物の挙動

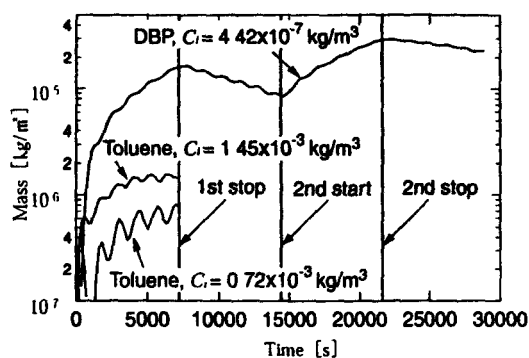


図5 表面汚染モニタによる測定例

的に近いものとしては、SAW (Surface Acoustic Wave) を応用した装置が市販されている²⁰⁾。また、図5は島田らが開発した水晶振動子を利用した表面汚染モニタで表面への有機物付着量を連続測定したものである²¹⁾。トルエン、DBPガスそれぞれに対して、時間の経過に伴う付着量の増加が見られる。ただし、トルエンは気相濃度がかなり大きいにもかかわらず、付着量は小さいことがわかる。MOSAICモデル²²⁾を用いて解析すると、DBP、DOPはトルエンよりも付着しやすく、脱離しにくいと考えられ、この傾向はシリコンウェーハ表面の有機物吸着挙動²³⁾と一致している。

9. おわりに

本稿では、「分子汚染を防止するためのクリーンルーム五原則」に基づき、クリーンルーム雰囲気の有機物汚染対策について述べた。これらの対策を有効かつ効率的に行うためには、クリーンルーム雰囲気やガラス基板表面に付着した汚染物質濃度と生産障害や歩留りとの相関を把握し、対策すべき対象となる物質の特定が重要であると思われる。

更に、LCDメーカーとクリーンルームメーカー、装置メーカーがそれぞれ個別に対策するだけでなく、相互に連携し合うことが重要であると考えられる。

参考文献

- 1) Electronic Journal (2001年7月号), p 56-58 (2001)
- 2) 木村, 桑田, 小竹 月刊ディスプレイ, Vol 6 (11), p 7-11 (2000)

- 3) 高橋, 佐藤, 阪田, 岡田. 高砂熱学工業総合研究所報, No 11, p 71-77 (1997)
- 4) 中島, 本田 月刊ディスプレイ, Vol 5 (10), p 64-70 (1999)
- 5) 石原 コンタミネーションコントロール便覧, オーム社 p 34 (1996)
- 6) 本田, 中島, 柏瀬, 関口 月刊ディスプレイ, Vol 2 (10), p 25-33 (1996)
- 7) 藤井 第19回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 59-61 (2001)
- 8) 富士電機株式会社カタログ
- 9) 中島, 本田 空気調和・衛生工学会学術講演会講演論文集, p 1597-1600 (1999)
- 10) K Murata Proceeding of the 42nd Annual Technical Meeting, IES, p 128 (1996)
- 11) 稲葉, 岡村, 高橋 第18回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 50-53 (2000)
- 12) 吉崎, 城間, 秋田, 篠原 第19回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 158-161 (2001)
- 13) 岡田, 梶間, 田中, 八柳, 鈴木 第19回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 155-157 (2001)
- 14) 中島, 本田 空気調和・衛生工学会学術講演会講演論文集, (2001)
- 15) 関口, 福沢, 高橋, 乾, 石谷, 坂本 第18回エアロゾル科学・技術研究討論会, p 176-177 (2001)
- 16) 井上, 藤井, 若松, 寺本 第16回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 13-16 (1998)
- 17) 横山, 原, 廣瀬, 鈴木, 藤井, 大山 第17回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 268-269 (1999)
- 18) 空気清浄協会 クリーンルーム構成材料から発生する分子状汚染物質の測定方法指針, JACA No 34-1999 (1999)
- 19) 本田, 中島 第15回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 21-24 (1997)
- 20) 小林, 小林, 嶋原, 若山, 松尾, 林, 末永, 斎藤 空気調和・衛生工学, Vol 74 (11) p 57-64 (2000)
- 21) 本田, 中島 第19回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p 172-174 (2001)
- 22) 西山 半導体プロセスセミナー「クリーンルーム用ケミカルフィルタの性能と評価」テキスト, リアライズ社, p 3 2 1-3 2 12 (1999 4 27)
- 23) 本田, 中島 月刊ディスプレイ, Vol 6 (11), p 12-18 (2000)
- 24) 齊木他編 半導体プロセス環境における化学汚染とそ

