

in-situ パーティクル計測

リオン株式会社 蛭田 陽一

はじめに

製造ラインの高純度化技術が進み、生産工程や製造装置の状況把握に必要な計測技術に対する要求も変化してきた。

生産ラインを止めずに、リアルタイムに計測した結果は、すぐにラインにフィードバックでき、しかもその計測は直接製品に触れることがなく、またできあがった製品の抜き取りによる破壊的な検査はできれば避けたい。そして測定結果は記録として保存したい。

これを微粒子計測に置き換えると、リアルタイムの粒子計測を通して生産工程や製造装置の状況把握に積極的に利用し、ラインの管理にまでフィードバックさせるということであろう。しかも、計測するポイントはクリーンルームの中ばかりではなく、装置の周辺や装置の内部、さらに、薬液などを例に取れば、使用する直前での計測が要求され、しかも計測結果は保存されいつでも見直しができること、である。

上記の要求を完全に満たす計測技術はまだ確立されていないが、in-situ モニタリングの技術を微粒子計測の面から眺めてみることにする。

1.in-situ モニタリング

現在パーティクルカウンタを使用して、クリーンルームの清浄度を管理するという手法は、半導体製造分野においては、ほとんど確立された技術となっている。これは当初クリーンルームのクリーン度と製品の歩留りとの間には明らかに相関があったからである。ところが、その後半導体製造分野では、クリーンルームの管理だけではさらなる歩留まりの改善ができなくなってきた。工程の1つひとつを見直し、発生する微粒子を低減していくことが歩留まりの向上、もしくは品質の安定を図る唯一の手段となってきた。

クリーンルームの管理が現在見直されている分野もある。高集積化、高密度化、超微細化は半導体製造分野ばかりでなく他のあらゆる分野で要請される

永遠のテーマとなりつつある。しかも厄介なのは、例えば製薬分野⁽¹⁾では GMP やバリデーションが導入され製品の品質を国際基準に従って保証しなければならなくなりつつある。このことは、インラインの品質保証がますます必要となってきたことを意味しており、それに必要な計測も連続的な in-situ モニターとなってくる。

いままで、たとえばパーティクルカウンタを台車に乗せ、決められた時刻に決められた場所に行き計測を行ってはまた次の場所に移動するといった計測を行っていたとすると、上記で要求されるインラインでの品質保証は実現できなくなる。これは、例えば1台のパーティクルカウンタに多数のチューブを接続し測定ごとにそのチューブを切り替えて行う、いわゆるチューブ多点方式にも同様のことがいえる。チューブを切り替えて、再度そのポイントに戻るまでの間、データは欠落するからである。品質保証上決め手となる工程には、バッチ式の計測ではなく個々にセンサを配置し連続的に計測する必要がある。以下、各工程における連続モニタリングの実例をいくつか挙げながら説明する。測定系の図の中に示したパーティクルカウンターは当社パーティクルカウンターの型式を示している。

2.クリーンルームの in-situ モニター

クリーンルームのクリーン度は中に設置した装置や人の出入りの影響により時々刻々変化する。図1は、クリーンルーム内のある1点にパーティクルカウンターを設置し、連続モニタリングした結果である。突発的な粒子発生が計測されている。この突発的な粒子発生がどのようにして起こったかを探り当てることはなかなか難しい。たとえば、人の動き、作業内容、装置の稼動状況など、考慮しなければならない要素が多数ある。しかし、このように突発的な粒子発生が許される場所であるならともかくそうでなければ原因を突き止めなければならず、他の計測器もふくめてその周辺に配置し連続モニタリング

を行い、各測定器から得られたデータとの相関をとり考慮しなければならない。なおかつ製品の破壊検査を行い物質同定を行わざるを得ない。それにしても、連続モニタリングが粒子計測ばかりでなく他の要素についても必要になってくる。

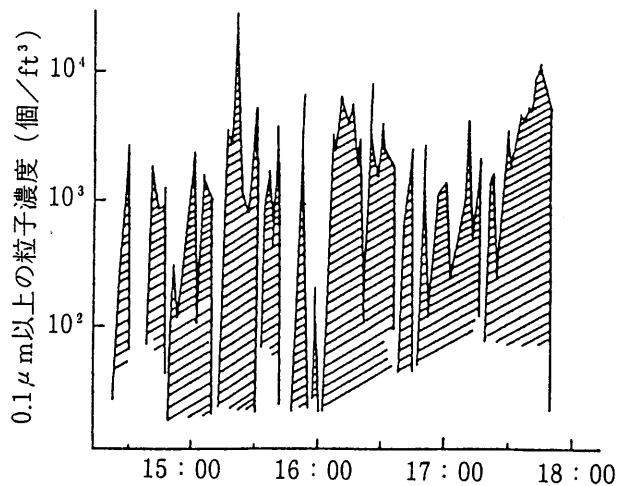


図1 クリーンルーム内のある1点における
0.1 μm以上の微粒子濃度の時間変化

3. 純水供給装置の in-situ モニタリング

一般的に、純水供給ラインは図2のようなフローシステムである⁽²⁾。フィルタの粒子除去効果が劣化していないか等の監視にはまさにインラインでの in-situ モニタリングが必要なのは言うまでもないが実際に純水を使用するそのポイントでの計測はさらに重要である。当然ながら、この計測も連続的でなければ意味がない。図3はその良い例である。これは、供給圧力の変化時に粒子が発生していることを示している。圧力が変化すると、0.1 μm や 0.15 μm 粒子の数が急増ししばらくその影響が残っている。供給ラインの圧力変化はよく起こることである。このような粒子数の変化は連続モニタリングでなければ発見できないし、圧力のデータもなければその相関すら把握できない。

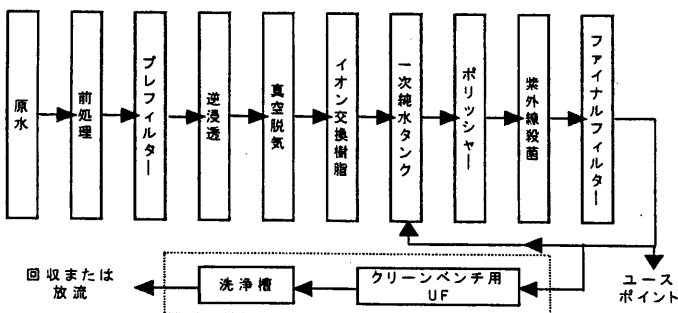


図2 超純水の基本的な製造のフローシステム

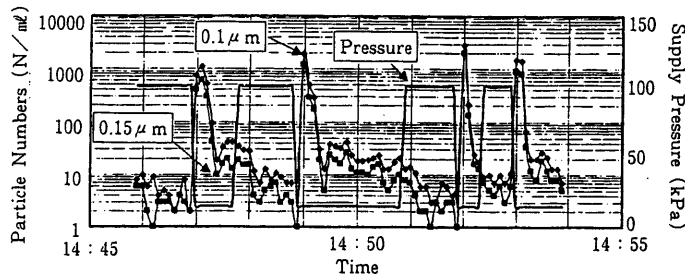


図3 供給圧変動時の突発計数例

図4、図5は流量を変化させるためにバルブを動かさせた時の粒子発生を示している。図4に測定系を、図5に結果を示す。供給液の流量を変化させる

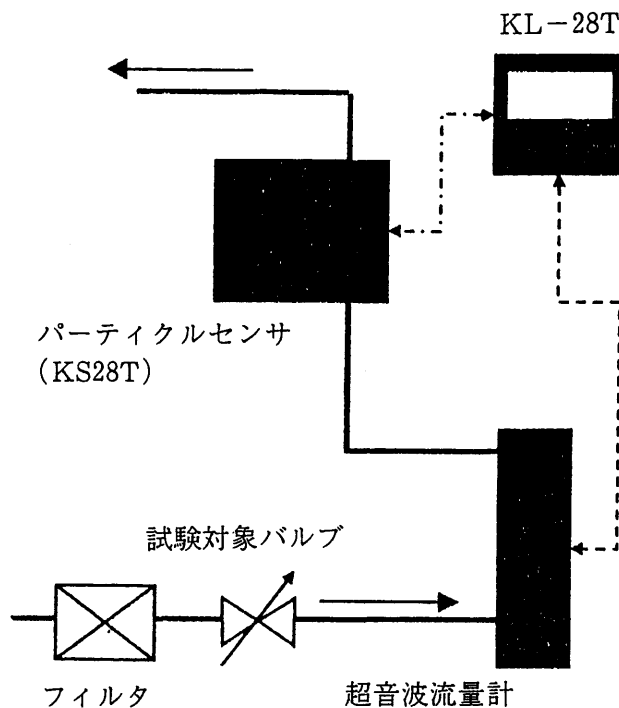


図4 On-Stream 粒子測定

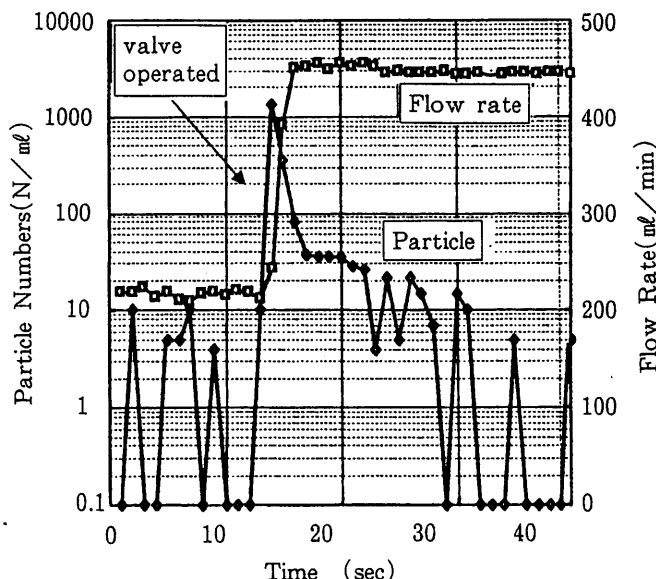


図5 試料流量追従方式パーティクルカウンタ
によるバルブ発塵測定

と粒子が発生し、この計測では、20sec くらいで粒子数は元のレベルに戻っている。しかし、一般的に、粒子数が増大した影響はラインの複雑さにもよるがいつまでも残ってしまう。ここでも粒子計測のほかに流量計の連続モニタリングのデータがなければその相関を見つけ出すのに相当の労力を強いられる。

4.薬液供給ラインの in-situ モニタリング

図6は、薬液供給ライン、この場合はHNO₃の複数ポイントにそれぞれパーティクルカウンタを設置しさまざまなプロセスによる粒子発生を計測した結果である。グラフ横軸に沿って、M1からM12のバーが書かれている。これがそれぞれのプロセスが行われた時刻を示している。これによりどの時点で粒子が発生したか、プロセスとの関連まで含めて把握できる。このことは、今後のプロセス改善に役立つばかりでなく、製品の品質安定に対する大きなよりどころとなる。微粒子数を社内で決めた基準値内に管理し、その結果をこのように残すことで、インラインの品質保証が確立されていくことになる。

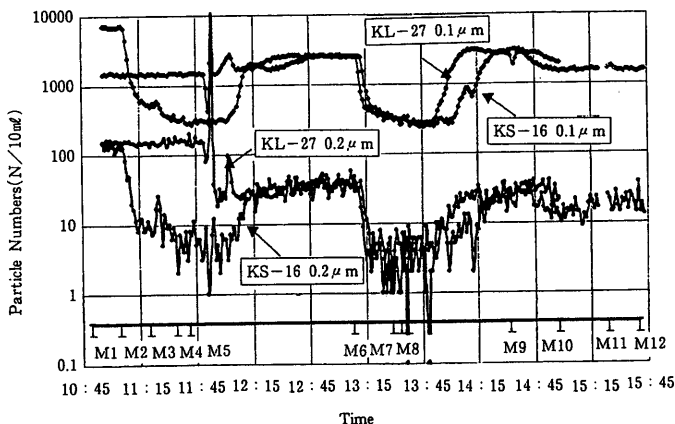


図6 HNO₃ 供給システムのインライン測定結果

5.プロセス中の in-situ モニタリング(ウエットプロセス)

ウエットプロセスではその洗浄効果が常に問題となる。洗浄液のバックグラウンドの粒子数、適切な洗浄液のオーバーフロー量、最適な洗浄時間、つまり引き上げのタイミング等考慮しなければならない要素が多いばかりでなく、スループットの問題も考えなければならない。これらを解決する手段として微粒子の in-situ モニタリングは効果がある。

図7は測定系を、図8は測定結果を示している。

パーティクルカウンターはオーバーフロー槽の直後(A)、循環ポンプの後(B)そして最終フィルタを通り洗浄槽に戻る直前の(C)に設置してある。測定結果は、オーバーフロー槽直後に設置したパーティクルカウンターの、粒子数の変化を示している。グラフ中、●は被洗浄物を投入した時期である。このように連続モニタリングすると、洗浄槽内の粒子数変化が読み取り、引き上げのタイミングも決定しやすくなる。最適な洗浄時間が決まるとスループットが計算でき、改善策が取り易くなり結果的に、スループット向上につながる。

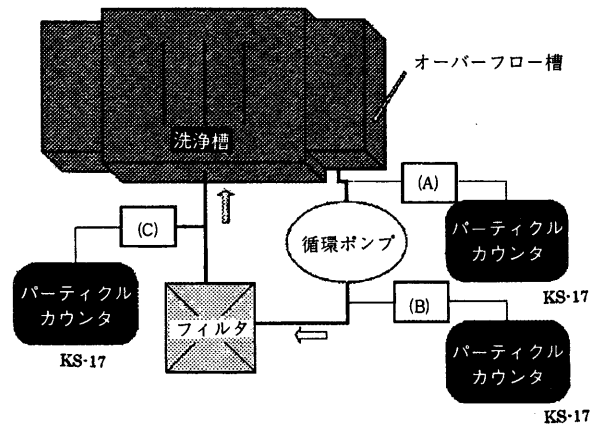


図7 洗浄プロセスのインライン粒子測定

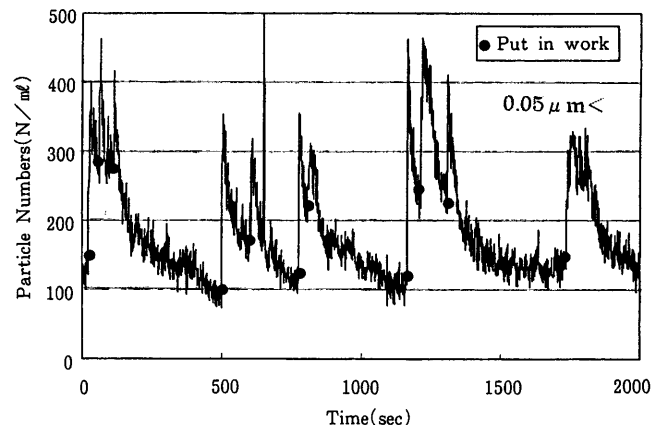


図8 洗浄層内粒子の In-Line 測定結果

6.プロセス中の in-situ モニタリング(製造装置)

製造装置に供給する材料ガス中の粒子数は、例えば薄膜を作る工程では極めて重大な問題である。特にこのような材料ガスでは、供給元できちんと管理され、たとえ粒子が存在しなくても、配管中を流れ装置内に供給されるその間に、反応による粒子発生が考えられる。

図9(a)は、常圧エピ成長装置へ供給する材料ガス

ライン(この場合シランガス)にパーティクルカウンタを設置した測定系を示している。パーティクルカウンタは装置に供給される直前の材料ガスを連続モニタリングしている。図 9(b)は、その測定結果を示している。供給ラインのバルブやマスフローコントローラが動作すると粒子発生が突発的に起きているのが良く分かる。 N_2 ガスで同様の工程を行った際には、粒子発生が見られなかったラインが、シランガスを導入するとこのように粒子発生が起こる。バルブ等のデッドスペースに存在していた酸素や水分と反応して粒子発生したと思われる。この測定のように、ユースポイントでの連続測定は歩留まり向上や品質安定に大きな効果があるばかりでなく、製造ライン中のバルブやフィルタのメンテナンス時期を決める重要な測定となる。実際にこの結果をもとに、ラインの部品を更新して粒子数の低減が図られ、歩留まり向上に役立った良い例である。

7.in-situ モニタリングシステム

インラインの in-situ モニタリングは、上で挙げたいくつかの計測例からもわかるようにパーティクルカウンタだけのシステムを作り上げても、その効果を最大限に利用できるものではない。製造ラインを構築しているいろいろな要素が関連しあって作用を及ぼしている。しかも、どの要素を取り入れたら製造ラインの改善につながるのかはケースバイケースである。そのためシステムとして要求されるのは、いろいろなインターフェースを持つ計測器に対応でき、将来にわたって拡張できるフレキシビリティのあることと、現在工場内に存在しているバラバラなシステムがあるとすれば、それらを最小限の改造で、つまりコストをあまりかけることなく、一つにまとめあげることができることである。

図 10 は、システムの構築例である。ここに示したようなシステムを用いることで製造ラインの品質保証が確立し、歩留まり向上に役立つと考える。

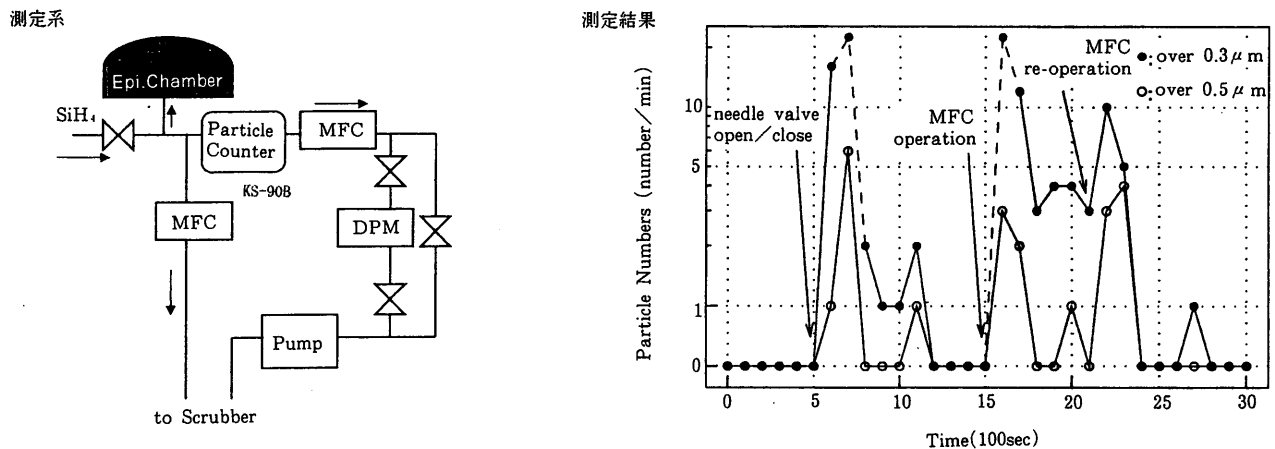


図9 エピ成長装置用プロセスガス供給系中の粒子測定

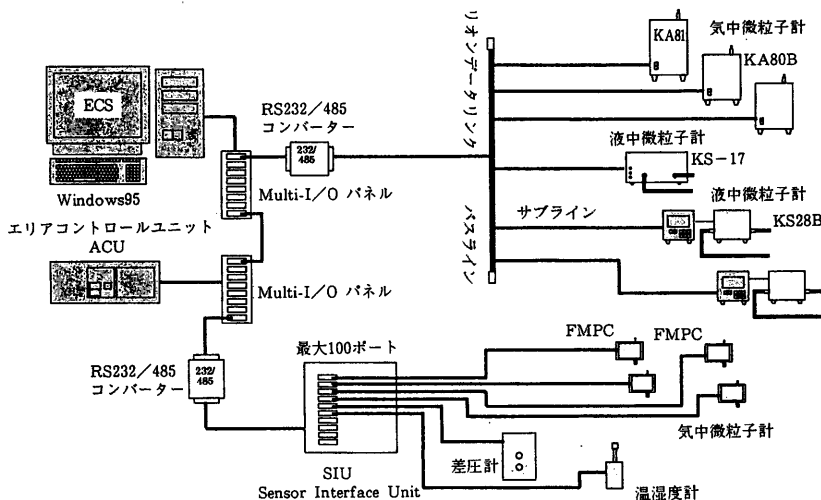


図10 多点モニタリングシステム例

<参考文献>

- (1)川村邦夫：製薬工場と製造管理の将来像、PDA Journal of GMP and Variation in Japan, Vol.1, No.1, pp.9-17(1999)
- (2)西村正人：水、27, No.372, p.61(1985)