

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年5月19日(19.05.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/076190 A1

- (51) 国際特許分類:
B01D 53/40 (2006.01) B01D 53/68 (2006.01)
B01D 21/26 (2006.01) H01L 21/31 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/081146
- (22) 国際出願日: 2015年11月5日(05.11.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-231944 2014年11月14日(14.11.2014) JP
- (71) 出願人: エドワーズ株式会社(EDWARDS JAPAN LIMITED) [JP/JP]; 〒2768523 千葉県八千代市吉橋1078番地1 Chiba (JP).
- (72) 発明者: 山田 俊樹(YAMADA Toshiki); 〒2768523 千葉県八千代市吉橋1078番地1 エドワーズ株式会社内 Chiba (JP). アレクサンダー マイケル ポープ(Alexander Michael Pope); ビーエス21 6 ティーエイチ ノース サマセット クリーヴドン ケン ロード ケン ビジネス

パーク エドワーズ リミテッド内 North Somerset (GB). アリスター ベネット(Alistair Bennett); ビーエス21 6 ティーエイチ ノース サマセット クリーヴドン ケン ロード ケン ビジネス パーク エドワーズ リミテッド内 North Somerset (GB). スティーブン バーロー(Steven Barlow); ビーエス21 6 ティーエイチ ノース サマセット クリーヴドン ケン ロード ケン ビジネス パーク エドワーズ リミテッド内 North Somerset (GB). クリストファー ペーター ジョーンズ(Christopher Peter Jones); ビーエス21 6 ティーエイチ ノース サマセット クリーヴドン ケン ロード ケン ビジネス パーク エドワーズ リミテッド内 North Somerset (GB).

- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS,

[続葉有]

(54) Title: DETOXIFYING DEVICE

(54) 発明の名称: 除害装置

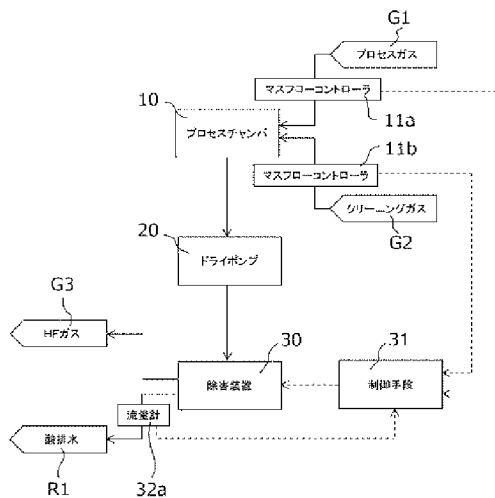


FIG. 1:
10 Processing chamber
11a, 11b Mass flow controller
20 Dry pump
30 Detoxifying device
31 Control means
32a Flowmeter
G1 Process gas
G2 Cleaning gas
G3 HF gas
R1 Acidic waste water

(57) Abstract: [Problem] To provide a detoxifying device wherein the amount of waste water for circulating water is reduced. [Solution] A detoxifying device 30 that, when the ratio of the concentration of silicon dioxide in circulating water R2 and the concentration of hydrogen fluoride in the circulating water R2 is greater than or equal to a prescribed value that can generate hexafluorosilicic acid, lowers the average waste water flow rate for the circulating water R2 to a low flow rate, and when the ratio of the concentration of silicon dioxide in the circulating water R2 and the concentration of hydrogen fluoride in the circulating water R2 is less than the prescribed value, raises the average waste water flow rate for the circulating water R2 to a high flow rate greater than the low flow rate.

(57) 要約: 【課題】循環水の排水量を低減する除害装置を提供する。【解決手段】循環水R2中の二酸化ケイ素の濃度と循環水R2中のフッ化水素の濃度との比が珪フッ化水素酸を生成可能な所定値以上の場合には、循環水R2の平均排水流量を低流量に下げ、循環水R2中の二酸化ケイ素の濃度と循環水R2中のフッ化水素の濃度との比が所定値未満の場合には、循環水R2の平均排水流量を低流量より大きい高流量に上げる除害装置30。



LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称 : 除害装置

技術分野

[0001] 本発明は除害装置、特に、ケイ素を含むプロセスガス及びフッ素を含むクリーニングガスを処理する除害装置に関するものである。

背景技術

[0002] 半導体製造装置、液晶パネル製造装置、太陽電池セル製造装置等では、ケイ素 (Si) を含むプロセスガス、フッ素 (F) を含むクリーニングガスが用いられている。例えば、半導体製造プロセスでは、絶縁体、金属膜等を半導体ウェーハ上に堆積させ、化学気相反応を利用して成膜するCVD (Chemical Vapor Deposition) 処理等が行われる際に、プロセスチャンバ内には例えばモノシラン (SiH₄) 等のプロセスガスが導入される。

[0003] また、プロセスチャンバ内に付着した生成物を除去する際には、生成物の種類に応じた三フッ化窒素 (NF₃) 等のクリーニングガスを定期的にプロセスチャンバ内部に導入し、付着物の分解、排出を行うことでプロセスチャンバ内をクリーニングしている。

[0004] プロセスチャンバから排出されたプロセスガス及びクリーニングガスは、除害装置に導入され、除害装置で除害処理が行われ無害化される。このような除害装置として、ガススクラビングユニットの循環水の酸性度を減少させる酸除去ユニットと、循環水中の固体粒子を補足するフィルタユニットと、を備えているものが知られている (例えば、特許文献1参照)。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1 : 特許第5457193号公報。

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 上述したような除害装置では、循環水の酸性度をフッ化水素が再揮発しない範囲内に維持するために、循環水の一部を排出すると共に水で循環水を希釈しなければならず、循環水の排水処理に多大なコストを要するという問題があった。

[0007] 本発明はこのような従来の課題に鑑みてなされたもので、循環水の排水量を低減する除害装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明は上記目的を達成するために提案されたものであり、請求項1記載の発明は、ケイ素を含む排出ガス及びフッ素を含む排出ガスを処理する除害装置であって、前記ケイ素を含む排出ガスから生成された二酸化ケイ素及び前記フッ素を含む排出ガスから生成されたフッ化水素を溶解させる循環水を収容するドレインタンクと、前記ドレインタンクに連通された循環経路と、前記循環経路に設けられて前記循環水の一部を外部に排水する排水弁と、前記循環経路に補給水を供給する補給水供給手段と、前記排水弁及び前記補給水供給手段を制御して、前記循環経路内の前記循環水の平均排水流量を制御する制御手段と、を備え、前記制御手段は、前記循環水中の前記二酸化ケイ素の濃度と前記循環水中の前記フッ化水素の濃度との比が珪フッ化水素酸を生成可能な所定値以上の場合には、前記循環水の前記平均排水流量を低流量に下げ、前記循環水中の前記二酸化ケイ素の濃度と前記循環水中の前記フッ化水素の濃度との比が前記所定値未満の場合には、前記循環水の前記平均排水流量を前記低流量より大きい高流量に上げる除害装置を提供する。ここで、「平均排水流量」とは、循環水を外部に排出する際の単位時間当たりの平均排水量をいう。

[0009] この構成によれば、二酸化ケイ素とフッ化水素とで珪フッ化水素酸を生成可能な場合、循環水内のフッ素水素が揮発することを抑制しつつ循環水の平均排水流量を低流量に下げ、循環水の平均排水流量を削減することができる。

[0010] 請求項2記載の発明は、請求項1記載の発明の構成に加えて、前記制御手

段は、前記ケイ素を含む排出ガスの積算流量と前記循環水の前記平均排水流量と前記補給水の流量とに基づいて前記二酸化ケイ素の濃度を導出する除害装置を提供する。

[0011] この構成によれば、除害装置内に残留する二酸化ケイ素の濃度に基づいて、珪フッ化水素酸の生成可否を判断可能なため、プロセスチャンバ内をクリーニングする場合等のプロセスガスが除害装置内に流入しない場合にも、循環水の平均排水流量を低減することができる。

[0012] 請求項 3 記載の発明は、請求項 1 又は 2 記載の発明の構成に加えて、前記制御手段は、前記フッ素を含む排出ガスの積算流量と前記循環水の前記平均排水流量と前記補給水の流量とに基づいて前記フッ化水素の濃度を導出する除害装置を提供する。

[0013] この構成によれば、除害装置内に残留するフッ化水素の濃度に基づいて、珪フッ化水素酸の生成可否を判断可能なため、CVD 処理等でクリーニングガスが除害装置内に流入しない場合にも、循環水の平均排水流量を低減することができる。

[0014] 請求項 4 記載の発明は、請求項 1 乃至 3 の何れか 1 項記載の発明の構成に加えて、前記循環水の酸性度を計測する酸性度計測手段を備えている除害装置を提供する。

[0015] この構成によれば、フッ化水素の溶解量に応じて循環水が過度に強酸性になることを抑制するため、フッ化水素が循環水から再揮発することを抑制することができる。

[0016] 請求項 5 記載の発明は、請求項 4 記載の発明の構成に加えて、前記酸性度は、伝導率センサが計測した前記循環水中のフッ化水素濃度に基づいて導出される除害装置を提供する。

[0017] この構成によれば、伝導率センサが計測したフッ化水素濃度に基づいて循環水の酸性度を導出することにより、安価でメンテナンスし易く長期に亘って除害装置を運転し続けられる。

[0018] 請求項 6 記載の発明は、請求項 1 乃至 5 の何れか 1 項記載の発明の構成に

加えて、前記循環水から前記二酸化ケイ素を分離する遠心分離器を備えている除害装置を提供する。

[0019] この構成によれば、遠心分離器より下流側の機器に二酸化ケイ素が目詰まりすることを抑制することができると共に、循環水の平均排水量低減に必要な二酸化ケイ素をドレインタンク内に留めることができる。

発明の効果

[0020] 本発明は、二酸化ケイ素とフッ化水素とで珪フッ化水素酸を生成可能な場合、循環水の平均排水流量を低流量に下げても循環水内のフッ素水素が揮発することが抑制されるため、平均排水流量を削減することができる。

図面の簡単な説明

[0021] [図1]プロセスチャンバ、ドライポンプ、除害装置の接続関係を示すブロック図。

[図2]本発明の一実施例に係る除害装置を示す模式図。

[図3]遠心分離器を示す斜視図。

発明を実施するための形態

[0022] 本発明は、循環水の排水量を低減する除害装置を提供するという目的を達成するために、ケイ素を含む排出ガス及びフッ素を含む排出ガスを処理する除害装置であって、ケイ素を含む排出ガスから生成された二酸化ケイ素及びフッ素を含む排出ガスから生成されたフッ化水素を溶解させる循環水を収容するドレインタンクと、ドレインタンクに連通された循環経路と、循環経路に設けられて循環水の一部を外部に排水する排水弁と、循環経路に補給水を供給する補給水供給手段と、排水弁及び補給水供給手段を制御して、循環経路内の循環水の平均排水流量を制御する制御手段と、を備え、制御手段は、循環水中の二酸化ケイ素の濃度と循環水中のフッ化水素の濃度との比が珪フッ化水素酸を生成可能な所定値以上の場合には、循環水の平均排水流量を低流量に下げ、循環水中の二酸化ケイ素の濃度と循環水中のフッ化水素の濃度との比が所定値未満の場合には、循環水の平均排水流量を低流量より大きい高流量に上げることにより実現した。

実施例

[0023] 以下、本発明の一実施例に係る除害装置を図面に基づいて説明する。なお、以下において、「上」、「下」の語は、上下方向における上方、下方に対応するものである。

[0024] 図1は、プロセスチャンバ10、ドライポンプ20、除害装置30の接続関係を示す図である。

プロセスチャンバ10は、図示しない半導体製造装置の一部である。プロセスチャンバ10内に配置された図示しない半導体ウェーハの表面に薄膜を被着させるCVD処理を施すことにより、デバイスを得る。なお、図1では、除害装置1台に対してプロセスチャンバ1台が接続されているが、除害装置1台に複数のプロセスチャンバが接続されても構わない。

[0025] プロセスチャンバ10内には、ケイ素を含むプロセスガスG1が供給される。プロセスガスG1は、プロセスチャンバ10内のCVD処理の反応体として供給される。プロセスチャンバ10に供給されたプロセスガスG1は、CVD処理の際に一部が消費され、その他はドライポンプ20に吸引される。

[0026] また、プロセスチャンバ10内には、フッ素を含むクリーニングガスG2が供給される。クリーニングガスG2は、プロセスチャンバ10内に充填された状態でプラズマエッチングを行うことにより、CVD処理の残留物を揮発させる。プロセスチャンバ10に供給されたクリーニングガスG2は、クリーニング処理の際に一部が消費され、その他はドライポンプ20に吸引される。

[0027] マスフローコントローラ11aは、プロセスガスG1の流量を計測して制御手段31に送る。マスフローコントローラ11bは、クリーニングガスG2の流量を計測して制御手段31に送る。なお、マスフローコントローラ11a、11bを設ける代わりに、半導体製造装置の加工条件に基づいてプロセスガスG1及びクリーニングガスG2の流量を算出しても構わない。

[0028] プロセスチャンバ10と除害装置30とは、ドライポンプ20を介して接

続されている。ドライポンプ20は、プロセスチャンバ10内に残留したプロセスガスG1及びクリーニングガスG2を吸引して除害装置30に導入する。

[0029] 除害装置30は、ドライポンプ20から導入されたプロセスガスG1及びクリーニングガスG2を粒状の二酸化ケイ素(SiO₂)及びフッ化水素(HF)ガスG3に変換した後、排ガスからそれらを分離して循環水R2に取り込み、酸排水R1に排出して無害化する。具体的には、排ガス中に含まれるフッ化水素濃度を所定値(例えば、3ppm)以下に低減する。また、フッ化水素ガスが溶解した酸排水R1を排水する。なお、二酸化ケイ素の形状は、粒状に限定されず、例えばペースト状であっても構わない。

[0030] 制御手段31は、マスフローコントローラ11a、11bから送られるプロセスガスG1及びクリーニングガスG2の流量及び流量計32aから送られるフッ化水素ガスG3及び酸排水R1の平均排水流量と後述する補給水の流量に基づいて、除害装置30の循環水の平均排水流量を制御する。

[0031] 次に、除害装置30の具体的構成について、図2、3に基づいて説明する。図2は、除害装置を示す模式図である。図3は、遠心分離器を示す斜視図である。

[0032] 除害装置30は、加熱手段33と、ドレインタンク34と、パッドタワー35と、を備えている。除害装置30に導入されたプロセスガスG1及びクリーニングガスG2は、加熱手段33、ドレインタンク34、パッドタワー35の順に流れて、排気口30aから外部に排気される。

[0033] 加熱手段33は、プロセスガスG1及びクリーニングガスG2を高温に加熱する。加熱手段33内の温度は、例えば、600~800℃に設定される。本実施例では、加熱手段33としてガスバーナーを採用している。なお、加熱手段33は、プロセスガスG1及びクリーニングガスG2を加熱可能であれば如何なる構成であっても良く、電気ヒーターの輻射熱で加熱するヒーター方式、プラズマで加熱するプラズマ方式等でも構わない。

[0034] ドレインタンク34は、加熱手段33の下方に配置されており、所定量の

循環水 R 2 が收容されている。ドレインタンク 3 4 は、ポリプロピレン等の耐食プラスチック製であり、循環水 R 2 の温度は 6 0 度以下で維持されるのが好ましい。

[0035] パックドタワー 3 5 は、ドレインタンク 3 4 の上方に設けられている。パックドタワー 3 5 内には、図示しないプラスチック製の微小粒体が充填されており、パックドタワー 3 5 の上方に設置された散水ノズル 3 5 a から水が微小粒体に向かって散水される。これにより、水溶性のフッ化水素ガスが微小粒体の表面の水に溶解して、水とともにドレインタンク 3 4 に滴下する。

[0036] ドレインタンク 3 4 は、循環経路 r に連通されており、ドレインタンク 3 4 内の循環水 R 2 が循環経路 r 内を循環するようになっている。循環経路 r の上流端はドレインタンク 3 4 に接続されている。循環経路 r は遠心分離器 3 6 で分岐し、一方は熱交換器 3 7 に接続され、他方はドレインタンク 3 4 に接続されている。第 1 の弁 v 1 を開くことにより、酸排水 R 1 として循環水 R 2 が外部に排水される。また、第 2 の弁 v 2 を開くことにより、循環水 R 2 がドレインタンク 3 4 に還流される。なお、符号 P は、ブースターポンプである。

[0037] 循環経路 r には、循環水 R 2 中の粒状の二酸化ケイ素を選別する遠心分離器 3 6 が設けられている。遠心分離器 3 6 は、図 3 に示すように、流入口 3 6 a から流入した循環水 R 2 を矢印で示すように遠心分離することにより、粒状の二酸化ケイ素を下方排出口 3 6 b から排出し、二酸化ケイ素を含まない循環水 R 2 を上方排水口 3 6 c から排水する。

[0038] 熱交換器 3 7 は、循環水 R 2 の温度を冷却し、循環水 R 2 の水温を所定値（例えば、6 0 度）以下に維持する。熱交換器 3 7 で冷却された循環水 R 2 は、ドレインタンク 3 4 に還流される。

[0039] 循環経路 r には、酸性度計測手段としての伝導率センサ 3 8 が設けられている。循環水 R 2 中の酸性度が高くなると、循環水 R 2 の伝導率が上がり、酸性度が低下すると伝導率が下がる。これにより、循環水 R 2 の酸性度を導出する。伝導率センサ 3 8 によって導出された酸性度は、制御手段 3 1 に送

られる。酸性度計測手段は、安価でメンテナンスし易い伝動率センサ38を採用したが、より正確に酸性度を計測可能なpH計等であっても構わない。

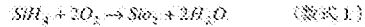
[0040] 補給水供給手段39は、パックドタワー35に補給水（純水）を供給する。ドレインタンク34内に設置された図示しない水位検知手段が、ドレインタンク34内の循環水R2の水位を制御手段31に送り、循環水R2の水位が所定値を下回る場合には、制御手段31が補給水供給手段39に補給水を供給させる。さらに、制御手段31が、第3の弁v3を開くと共に第4の弁v4を閉じることにより、パックドタワー35内に補給水が供給される。また、補給水の供給量は、フッ化水素ガスG3濃度が所定値以下になるように制御される。なお、符号39aは、補給水の流量を計測する流量計である。

[0041] 制御手段31は、プロセスガスG1、クリーニングガスG2、フッ化水素ガスG3及び酸排水R1の流量、循環水R2の酸性度に基づいて、第1の弁v1、第2の弁v2、第3の弁v3、第4の弁v4を開閉する。具体的には、循環水R2の酸性度が閾値以上に上昇すると、第1の弁v1と第3の弁v3を開け、酸排水R1を排出すると共に循環水R2を水で希釈することにより酸性度を下げる。循環水R2の酸性度が閾値未満の場合には、第2の弁v3と第4の弁v4を開け、循環水R2を循環経路r内で循環させる。なお、排水弁v1は開閉時間を制御することにより、循環水R2の平均排水流量を調整することができる。

[0042] 次に、除害装置30を用いたプロセスガスG1の処理について説明する。なお、以下、プロセスガスG1としてモノシラン（SiH₄）、クリーニングガスG2として三フッ化窒素（NF₃）を例に説明するが、プロセスガスG1はモノシランに限定されるものではなく、また、クリーニングガスG2は三フッ化水素に限定されるものではない。

[0043] プロセスチャンバ10から除害装置30に導入されたモノシランが加熱手段33で加熱されると、数式1の反応式に基づいて、粒状の二酸化ケイ素（SiO₂）が生成される。

[数1]

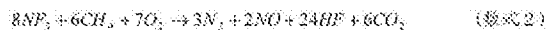


[0044] ドレインタンク34内に流入した二酸化ケイ素の多くは、循環水R2内に混入する微小粒径の粉塵として、循環経路r内に存在する。二酸化ケイ素の一部は、パックドタワー35を通過して、排気口30aから外部に排気される。ドレインタンク34内に存在する二酸化ケイ素と外部に排気される二酸化ケイ素の割合は、除害装置30の種類等に応じて変わるが、例えば、前者が60%、後者が40%である。

[0045] 次に、除害装置30を用いたクリーニングガスG2の処理について説明する。

[0046] プロセスチャンバ10から除害装置30に導入された三フッ化窒素が加熱手段33で加熱されると、数式2の反応式に基づいて、ガス状のフッ化水素(HF)が生成される。

[数2]



[0047] ドレインタンク34内を経由してパックドタワー35に流入したフッ化水素はパックドタワー35内を通過する際に水に溶解してドレインタンク34に滴下されるため、排気口30aから外部に排気されるフッ化水素濃度は、僅か(例えば、3ppm以下)である。

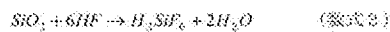
[0048] フッ化水素が循環水R2に溶解し、循環水R2の酸性度が高くなると、除害装置30の耐食性が問題となる。例えば、ステンレス(SUS316グレード)が循環水R2と直接接触する構成材料として使用されている場合、構成材料が短期間で腐食することを抑制するために、フッ化水素濃度が0.5%以下に管理されるのが好ましい。一方、除害装置30の許容フッ化水素濃度にマージンを取りすぎると平均排水流量が増加してしまい、結果として除害装置30のランニングコストが増加する。そこで、伝導率センサ38が循環水R2の伝導率を計測し、酸性度が所定の閾値以上であれば、第1の弁v

1及び第3の弁v3を開けて、酸排水R1の流量を上げると共に補給水の供給量を増やし、循環水R2の酸性度を下げる。酸性度の閾値は、任意に設定可能であり、例えば、0.5%に設定されることが考えられる。

[0049] 一方で、例えば閾値を0.5%に設定した場合、かつ循環水R2中にフッ化水素だけが存在する場合、すなわち、循環水R2中に二酸化ケイ素が存在しない場合、循環水R2中のフッ化水素が再揮発し、排気されるフッ化水素ガスのフッ化水素濃度が高くなる虞がある。

[0050] ところが、CVD処理の除害処理においては、モノシランと三フッ化窒素とが導入された除害装置30には、ドレインタンク34及び循環経路r内を循環する循環水R2内に存在した粒状の二酸化ケイ素と循環水R2に溶解したフッ化水素とが存在している。そして、二酸化ケイ素とフッ化水素とは、数式3の反応式に基づいて珪フッ化水素酸を生成する。

[数3]



[0051] 式3の反応式に基づいて生成される珪フッ化水素酸は、循環水R2に溶解するとフッ化水素と同様に酸性を示す、すなわち、循環水R2の伝導率を上昇させるがフッ化水素のように再揮発のおそれはない。したがって、上述した伝導率センサ38を用いて循環水R2の酸性度R2を閾値以下に管理して除害装置30の信頼性を確保すると共に、フッ化水素が減少し珪フッ化水素酸が生成されることにより、上述したようなフッ化水素に起因した酸性度の上昇が抑制されるため、酸排水の流量を削減することができる。式3に示すように、珪フッ化水素酸の生成に必要な二酸化ケイ素及びフッ化水素のモル比は、1:6である。したがって、循環水R2中の二酸化ケイ素/フッ化水素のモル比が、1/6、即ち、約0.17を上回る場合には、フッ化水素が二酸化ケイ素と反応して、珪フッ化水素酸が生成される反応が生じる。

[0052] 制御手段31は、プロセスガスG1の流量と循環水R2の平均排水流量とに基づいて、循環水R2中の二酸化ケイ素の濃度を算出する。二酸化ケイ素は、一部が除害装置30内に残留し、その他が外部に排出される。また、除

害装置30内に残留する二酸化ケイ素の一部が循環水R2中に收容され、その他が除害装置30内に收容される。したがって、二酸化ケイ素のモル数、即ち、プロセスガスG1中のモノシランのモル数に、除害装置30内に收容される二酸化ケイ素の割合及び循環水R2中に收容される割合を乗じて循環水R2中の二酸化ケイ素の濃度を算出する。例えば、前者の値は60%であり、後者の値は75%が考えられ、この場合には、循環水R2中の二酸化ケイ素のモル数は、0.6と0.75とを乗じて、モノシランのモル数の0.45倍となる。

[0053] 循環水R2中の二酸化ケイ素濃度は、プロセスガスG1の積算流量と補給水流量と循環水R2の平均排水流量とに基づいて算出される。これにより、プロセスチャンバ10内をクリーニングする等してクリーニングガスG2のみが導入される場合であっても、除害装置30内の二酸化ケイ素の残量に基づいて、珪フッ化水素酸が生成可能なときは、酸排水R1の流量を抑制することができる。

[0054] また、制御手段31は、クリーニングガスG2の流量と補給水流量と循環水R2の平均排水流量とに基づいて、循環水R2中のフッ化水素の濃度を算出する。フッ化水素は、ほぼ全量が循環水R2に溶解する。したがって、フッ化水素のモル数は、三フッ化窒素のモル数の3倍となる。

[0055] フッ化水素の濃度は、クリーニングガスG2の積算流量に基づいて算出される。これにより、プロセスチャンバ10からプロセスガスG1のみが除害装置30に導入される場合であっても、除害装置30内のフッ化水素の残量に基づいて、珪フッ化水素酸が生成可能なときは、酸排水R1の流量を抑制することができる。

[0056] このようにして、循環水R2中の二酸化ケイ素の濃度及びフッ化水素の濃度が算出され、二酸化ケイ素の濃度とフッ化水素の濃度との比が所定値以上の場合、即ち、約0.17以上の場合には、珪フッ化水素酸が生成されるため、循環水R2の平均排水流量を低流量（例えば、10L/min）に下げる。一方、二酸化ケイ素の濃度とフッ化水素の濃度との比が所定値未満の

場合、即ち、約0.17未満の場合には、フッ化水素の再揮発を抑制するために、循環水R2の平均排水流量を高流量（例えば、20L/min）に上げる。なお、循環水R2中の二酸化ケイ素濃度とフッ化水素濃度が十分に低い場合には、循環水R2の平均排水流量をゼロにすることも可能である。

[0057] ドレインタンク34及び循環経路r内を循環する循環水R2の流量について、プロセスガスG1の単位時間当たりの流量を20slmに設定し、クリーニングガスG2の単位時間当たりの流量を50slmに設定した場合を例に説明する。

[0058] 標準循環モード（循環水R2中の二酸化ケイ素濃度とフッ化水素濃度が十分に低い場合）では、循環水R2の平均排水流量及び補給水流量はそれぞれゼロであり、ドレインタンク34及び循環経路r内を循環する循環水R2の流量は、除害装置30の除害処理に必要な流量として80L/minに設定される。具体的には、標準循環モードにおいては、熱交換器37を経由して循環する循環水R2の戻り量を70L/minに設定し、第2の弁v2を開けて、ドレインタンク34への戻り量を10L/minに設定する。

[0059] 低流量モード（循環水R2の酸性度が閾値以下であり、珪フッ化水素酸の生成条件を満たす場合）では、排水弁v1を開けて循環水R2が酸排水R1として排水される。排水弁v1を開いたときの排水流量は30L/minに設定されており、排水弁v1の開閉制御により循環水R2の平均排水流量は10L/minに制御される。したがって、ドレインタンク34及び循環経路r内の循環水R2の流量は、80L/min~100L/minに設定される。具体的には、循環水R2の最小流量は、排水弁v1が閉じている場合であり、熱交換器37を経由して循環する循環水R2の戻り量（70L/min）とドレインタンク34への戻り量（10L/min）との和である80L/minに設定される。一方、循環水R2の最大流量は、排水弁v1が開いている場合であり、熱交換器37を経由して循環する循環水R2の戻り量（70L/min）と、排水弁v1に介して外部に排水される排水流量（30L/min）との和である100L/minに設定される。なお、第3

の弁 v 3 を開いたときの補給水の流量は 20 L / m i n に設定されており、第 3 の弁 v 3 の開閉制御により補給水の平均流量は 10 L / m i n に制御される。

[0060] 高流量モード（循環水 R 2 の酸性度が閾値以上である場合、または、珪フッ化水素酸の生成条件を満たさない場合）では、排水弁 v 1 を開けて循環水 R 2 が酸排水 R 1 として排水される。排水弁 v 1 の開閉制御により循環水 R 2 の平均排水流量は 20 L / m i n に制御される。したがって、ドレインタンク 3 4 及び循環経路 r 内の循環水 R 2 の流量は、低流量モードと同様に、80 L / m i n ~ 100 L / m i n に設定される。なお、高流量モードでは、第 3 の弁 v 3 は常時開いており、補給水の流量は 20 L / m i n で一定である。

[0061] このようにして、本発明に係る除害装置は、二酸化ケイ素とフッ化水素とで珪フッ化水素酸を生成可能な場合、循環水 R 2 の平均排水流量を低流量に下げても循環水 R 2 内のフッ素水素が揮発することが抑制されるため、酸排水流量を削減することができる。さらに、循環経路 r 内に設けられた遠心分離器 3 6 より下流側の機器に粒状の二酸化ケイ素が目詰まりすることを抑制することができる。

することができる。

[0062] さらに、本発明は、上記変形以外にも、本発明の精神を逸脱しない限り種々の改変を為すことができ、そして、本発明が該改変されたものに及ぶことは当然である。

産業上の利用可能性

[0063] 本発明は、半導体製造装置の他、液晶パネル製造装置、太陽電池セル製造装置等にも適用することができる。

符号の説明

[0064] 10・・・ プロセスチャンバ

20・・・ ドライポンプ

30・・・ 除害装置

- 3 1 . . . 制御装置
- 3 2 a . . . 流量計
- 3 3 . . . 加熱手段
- 3 4 . . . ドレインタンク
- 3 5 . . . パックドタワー
- 3 6 . . . 遠心分離器
- 3 7 . . . 熱交換器
- 3 8 . . . 伝導率センサ（酸性度計測手段）
- 3 9 . . . 補給水供給手段
- G 1 . . . プロセスガス
- G 2 . . . クリーニングガス
- G 3 . . . フッ化水素ガス
- R 1 . . . 酸排水
- R 2 . . . 循環水
- r . . . 循環経路
- v 1 . . . 第 1 の弁（排水弁）
- v 2 . . . 第 2 の弁
- v 3 . . . 第 3 の弁
- v 4 . . . 第 4 の弁

請求の範囲

[請求項1] ケイ素を含む排出ガス及びフッ素を含む排出ガスを処理する除害装置であって、

前記ケイ素を含む排出ガスから生成された二酸化ケイ素及び前記フッ素を含む排出ガスから生成されたフッ化水素を溶解させる循環水を収容するドレインタンクと、

前記ドレインタンクに連通された循環経路と、

前記循環経路に設けられて前記循環水の一部を外部に排水する排水弁と、

前記循環経路に補給水を供給する補給水供給手段と、

前記排水弁及び前記補給水供給手段を制御して、前記循環経路内の前記循環水の平均排水流量を制御する制御手段と、

を備え、

前記制御手段は、

前記循環水中の前記二酸化ケイ素の濃度と前記循環水中の前記フッ化水素の濃度との比が珪フッ化水素酸を生成可能な所定値以上の場合には、前記循環水の前記平均排水流量を低流量に下げ、

前記循環水中の前記二酸化ケイ素の濃度と前記循環水中の前記フッ化水素の濃度との比が前記所定値未満の場合には、前記循環水の前記平均排水流量を前記低流量より大きい高流量に上げることを特徴とする除害装置。

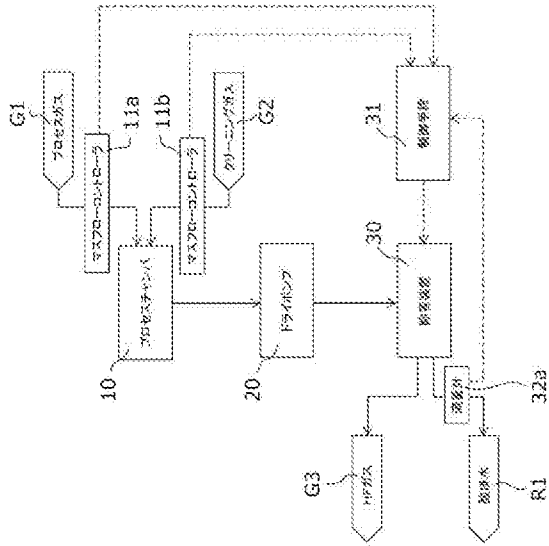
[請求項2] 前記制御手段は、前記ケイ素を含む排出ガスの積算流量と前記循環水の前記平均排水流量と前記補給水の流量とに基づいて前記二酸化ケイ素の濃度を導出することを特徴とする請求項1記載の除害装置。

[請求項3] 前記制御手段は、前記フッ素を含む排出ガスの積算流量と前記循環水の前記平均排水流量と前記補給水の流量とに基づいて前記フッ化水素の濃度を導出することを特徴とする請求項1又は2記載の除害装置。

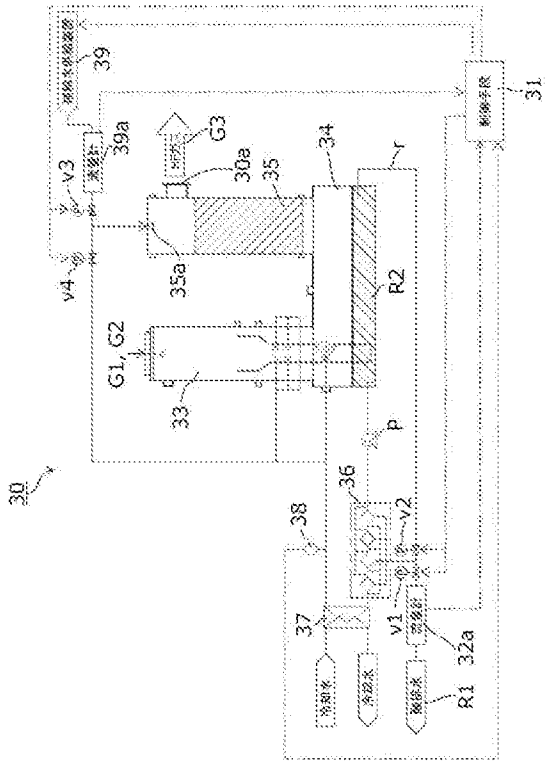
。

- [請求項4] 前記循環水の酸性度を計測する酸性度計測手段を備えていることを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れか 1 項記載の除害装置。
- [請求項5] 前記酸性度は、伝導率センサが計測した前記循環水中のフッ化水素濃度に基づいて導出されることを特徴とする請求項 4 記載の除害装置。
- [請求項6] 前記循環水から前記二酸化ケイ素を分離する遠心分離器を備えていることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項記載の除害装置。

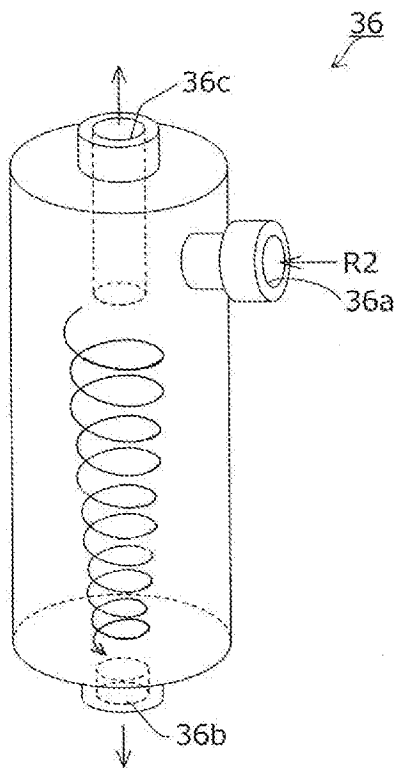
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/081146

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B01D53/40(2006.01)i, B01D21/26(2006.01)i, B01D53/68(2006.01)i, H01L21/31(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D53/34-53/85, B01D53/92, B01D53/96, B01D21/00-21/34, H01L21/205, H01L21/31, H01L21/365, H01L21/469, H01L21/86, C23C16/00-16/56

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

<i>Jitsuyo Shinan Koho</i>	<i>1922-1996</i>	<i>Jitsuyo Shinan Toroku Koho</i>	<i>1996-2016</i>
<i>Kokai Jitsuyo Shinan Koho</i>	<i>1971-2016</i>	<i>Toroku Jitsuyo Shinan Koho</i>	<i>1994-2016</i>

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 5457193 B2 (Edwards Ltd.), 02 April 2014 (02.04.2014), & US 2010/0139481 A1 & WO 2008/072006 A1 & EP 2094373 A1 & KR 10-2009-0088955 A & CN 101610831 A & AU 2007331291 A1 & ZA 200904082 A & AT 481153 T & TW 200838599 A & RU 2009126765 A & BR PI0720033 A2	1-6
A	JP 2005-334729 A (Canon Inc.), 08 December 2005 (08.12.2005), (Family: none)	1-6
A	JP 2006-095486 A (Hitachi, Ltd.), 13 April 2006 (13.04.2006), (Family: none)	1-6

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 15 January 2016 (15.01.16)	Date of mailing of the international search report 02 February 2016 (02.02.16)
---	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/081146

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2010-063951 A (Taiyo Nippon Sanso Corp.), 25 March 2010 (25.03.2010), & US 2011/0158878 A1 & WO 2010/026708 A1 & EP 2324902 A1 & CN 102143794 A & TW 201010790 A	1-6
A	JP 2006-159017 A (Ebara Corp.), 22 June 2006 (22.06.2006), (Family: none)	1-6
A	JP 2014-113583 A (OG Corp.), 26 June 2014 (26.06.2014), & TW 201439010 A	1-6

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B01D53/40(2006.01)i, B01D21/26(2006.01)i, B01D53/68(2006.01)i, H01L21/31(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B01D53/34-53/85, B01D53/92, B01D53/96, B01D21/00-21/34, H01L21/205, H01L21/31, H01L21/365, H01L21/469, H01L21/86, C23C16/00-16/56

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 5457193 B2 (エドワーズ リミテッド) 2014.04.02, & US 2010/0139481 A1 & WO 2008/072006 A1 & EP 2094373 A1 & KR 10-2009-0088955 A & CN 101610831 A & AU 2007331291 A1 & ZA 200904082 A & AT 481153 T & TW 200838599 A & RU 2009126765 A & BR PI0720033 A2	1-6
A	JP 2005-334729 A (キヤノン株式会社) 2005.12.08, (ファミリーなし)	1-6

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 15.01.2016	国際調査報告の発送日 02.02.2016
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官（権限のある職員） 金 公彦	4Q	5805
	電話番号 03-3581-1101 内線 3468		

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2006-095486 A (株式会社日立製作所) 2006.04.13, (ファミリーなし)	1-6
A	JP 2010-063951 A (大陽日酸株式会社) 2010.03.25, & US 2011/0158878 A1 & WO 2010/026708 A1 & EP 2324902 A1 & CN 102143794 A & TW 201010790 A	1-6
A	JP 2006-159017 A (株式会社荏原製作所) 2006.06.22, (ファミリーなし)	1-6
A	JP 2014-113583 A (オー・ジー株式会社) 2014.06.26, & TW 201439010 A	1-6