

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4776073号  
(P4776073)

(45) 発行日 平成23年9月21日(2011.9.21)

(24) 登録日 平成23年7月8日(2011.7.8)

|                                |                       |
|--------------------------------|-----------------------|
| (51) Int.Cl.                   | F I                   |
| <b>B O 1 D 53/46 (2006.01)</b> | B O 1 D 53/34 1 2 O A |
| <b>F 2 3 G 7/06 (2006.01)</b>  | F 2 3 G 7/06 Z A B M  |
| <b>F 2 3 J 15/00 (2006.01)</b> | F 2 3 J 15/00 Z       |

請求項の数 7 (全 7 頁)

|               |                               |           |                     |
|---------------|-------------------------------|-----------|---------------------|
| (21) 出願番号     | 特願2000-551870 (P2000-551870)  | (73) 特許権者 | 397045873           |
| (86) (22) 出願日 | 平成11年5月31日(1999.5.31)         |           | セントローテルム・エレクトリツシエ・ア |
| (65) 公表番号     | 特表2002-516741 (P2002-516741A) |           | ンラーゲン・ゲゼルシャフト・ミト・ベシ |
| (43) 公表日      | 平成14年6月11日(2002.6.11)         |           | ユレンクテル・ハフツング・ウント・コン |
| (86) 国際出願番号   | PCT/DE1999/001581             |           | パニー                 |
| (87) 国際公開番号   | W01999/062621                 |           | ドイツ連邦共和国、D-89143 ブラ |
| (87) 国際公開日    | 平成11年12月9日(1999.12.9)         |           | ウボイレ、ヨハネス・シュミット・スト  |
| 審査請求日         | 平成18年3月10日(2006.3.10)         |           | ラーセ、3               |
| (31) 優先権主張番号  | 198 24 287.5                  | (74) 代理人  | 100069556           |
| (32) 優先日      | 平成10年5月29日(1998.5.29)         |           | 弁理士 江崎 光史           |
| (33) 優先権主張国   | ドイツ(DE)                       | (74) 代理人  | 100092244           |
|               |                               |           | 弁理士 三原 恒男           |
|               |                               | (74) 代理人  | 100111486           |
|               |                               |           | 弁理士 鍛冶澤 實           |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プロセス廃ガスを精製する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

反応室を有する廃ガス精製システム(1)にプロセス廃ガスを導入し、付属する洗浄剤の循環部を備えた精製室または収着室内でこの反応室から出る反応生成物を再処理して、半導体基板の化学的処理装置からのプロセス廃ガスを精製する方法において、

プロセス廃ガスを廃ガス精製システム(1)に入れる直前に、プロセス廃ガス中の有害物質である $C_2F_4$ 、 $CF_4$ 、 $C_4F_6$ のうち少なくとも1つの種類と量を第一の検出器によって連続的に測定し、同時に廃ガス精製システム(1)から出る反応生成物であるHFに加えて前記有害物質のうち少なくとも1つの種類と量を廃ガス精製システム(1)の出口の直後で第二の検出器によって連続的に測定し、これら測定値を、廃ガス精製システム(1)の動作パラメータである燃焼ガス量、酸素割合及び洗浄剤のpH値の調整に使用することを特徴とする方法。

【請求項 2】

第一の検出器(2)により有害物質の少なくとも一つを検出する場合、燃焼ガス量、酸素割合、洗浄剤の循環部の洗浄剤の量および洗浄剤のpH値に関する経験値に基づき、廃ガス精製システム(1)の動作パラメータの予備調整が行われることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

廃ガス精製システム(1)の動作パラメータは第二の検出器(3)の測定値に応じて廃ガス精製システム(1)の出口の有害物質の濃度を最小にするように制御されることを特

徴とする請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

測定信号は無接触に得られることを特徴とする請求項 1 ～ 3 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

測定信号は光学的な分析法により求まることを特徴とする請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

有害物質の種類と量は設備内部のコンピュータ ( 4 ) により第一および第二の検出器の測定結果に基づき同時に算出され、廃ガス精製システム ( 1 ) の動作パラメータは入口側および出口側で求めた有害物質の量に応じて連続的に調整されることを特徴とする請求項 1 ～ 5 の何れか 1 項に記載の方法。

10

【請求項 7】

動作パラメータは導入されたプロセス廃ガスの量を考慮して調整されることを特徴とする請求項 1 ～ 6 の何れか 1 項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

この発明は、反応室を有する廃ガス精製システムにプロセス廃ガスを導入し、付属する洗浄剤の循環部を備えた精製室または収着室内でこの反応室から出る反応生成物を再処理してプロセス廃ガスを精製する方法に関する。

【0002】

プロセス廃ガスに対する精製方法としては種々の方法が知られていて、今まで主に熱作用による廃ガス処理方法が使用されている。

20

【0003】

例えば、プロセス廃ガスを反応室内で燃やしたり酸化させるか、あるいは熱分解させる方法が知られている。これはそこでは燃焼ガスと酸素が供給される火炎により行われ、その後反応室を出る廃ガスが洗浄室もしくは収着室に導入される。その室内で固体及び溶解性の成分、又は、これらのうちどちらか一方が収着剤で廃ガスから除去される。燃焼ガスとしては例えば水素または天然ガスも考えられる。次に、有害なもしくは毒性のある成分を除去した廃ガスを換気設備を介して周囲に排出する。

【0004】

この種の周知の方法により、プロセス廃ガスは、特に有害物質を含む C V D 及びエッチング処理、又は、これらのうちどちらか一方や部屋の清浄化処理からの廃ガスは、有害なまたは場合によっては有毒な物質で環境を汚染することが防止されるように精製される。特に C V D 低圧プロセス ( L P - C V D ) で超小型電子回路の部品を作製するため半導体基板を化学的に処理する設備からのプロセス廃ガスはこの種の方法で精製されるか、あるいは無害な物質に変換される。

30

【0005】

そのような廃ガス精製方法は、例えば欧州特許第 0 347 753 号明細書により開示されていて、この方法によりプロセス廃ガスは反応室内で酸素過剰度の下で燃やされ、洗浄または収着室を経由して換気設備に供給される。プロセス廃ガスを冒頭に述べた方法で精製できる廃ガス精製装置の構成はドイツ特許第 195 01 914 号明細書に開示されている。この装置は、バーナーの火炎が下流に向いているバーナーを配置した外側管の内部の燃焼室とこの燃焼室の上にある収着室とで構成されている。燃焼室を出た廃ガスは外側管の内部で上向きに収着室の中に導入され、フィルターと換気設備を経由して外気に排出される。収着室を流れる廃ガスを集中的に加湿してこの廃ガスから固体の反応生成物を確実に洗い落とすため、ここでは収着剤、例えば水を廃ガスの流れ方向とは逆向きに吹き付ける。この収着剤を、例えば円錐状にしても廃ガスの流れ方向とは逆向きに吹き付ける。その場合、固体の反応生成物は外側管の内壁に沿って下向きに洗い落とされ、収着剤用の処理設備に導入される。

40

【0006】

50

低圧CVD装置から出るプロセス廃ガスは例えば種々の酸化工程と濃度の $\text{SiH}_4$ 、 $\text{PH}_3$ 、 $\text{N}_2\text{O}$ と油の蒸気や塵( $\text{SiO}_2$ )を含む。これ等のプロセスガスは前記酸素過剰度で動作する酸水素バーナーの火炎の中で燃える。水素と酸素の混合物で主に内部混合バーナーとして動作する酸水素バーナーの代わりに、天然ガスあるいは液化ガスで動作するバーナーも当然使用できる。

【0007】

環境保護やコストの点から燃焼ガスと補助酸素をできる限り少なく使用する必要があることが容易に分かる。その場合、当然なことであるが、反応室に導入されるプロセスガスの毒性成分の全てを完全に無害な物質に変換することを確実にしなければならない。

【0008】

これを確実にするため、プロセス廃ガスの正確な組成を知り、その結果、必要な燃焼ガスと補助酸素を確定できることが必要である。更に、最適な燃焼を確実にするため火炎を常時監視する必要がある。

更に、ドイツ特許第 196 00 873 号明細書により、燃焼室内の火炎による燃焼と化学変換により有害成分を含む廃ガスを精製する方法と装置が周知になっている。その場合、プロセス設備からの廃ガスの容積流の測定値が廃ガス精製装置を制御するために一緒に使用される。その場合、これ等の測定値は前置されているプロセス設備から直接、あるいは廃ガス精製装置への廃ガスの導入部のセンサを用いて容積流を直接測定して得られる。ここでは、精製処理用の入力量、即ち容積流がその制御に使用される。

【0009】

この発明による方法は、特にプロセス廃ガスを何らかの方法で熱処理するような廃ガス精製方法に対して使用される。この方法は、当然廃ガスを精製する他の方法と関連しても使用できる。

【0010】

通常、プロセス廃ガスがただ一つの処理に由来する場合のように、プロセス廃ガスの組成は既知であるから、通常のように経験値に基づきまたは化学量論的な計算に基づき処理パラメータを求める。プロセス廃ガスから有害物質を全て除去することを無条件に確実にしなければならないので、採用する精製方法には無関係に、処理パラメータ、例えば酸素過剰度や導入する燃焼ガスの量または他の処理パラメータを非常に十分に設定する必要がある。

【0011】

異なったプロセスからのプロセス廃ガスを順次にあるいは同時に精製するのであれば、これは必要な処理パラメータを決める時に非常な困難を与える。従って、著しい多重な経費が生じ、これ等の経費が廃ガス精製方法を著しく高価にする。

【0012】

それ故、この発明の課題は従来の技術の種々の難点が効果的に排除されるプロセス廃ガスを精製する方法を提供することにある。

【0013】

この発明が基礎を置く上記の設定課題は、冒頭に述べた種類の方法にあって、プロセス廃ガスを廃ガス精製システムに入れる直前に、プロセス廃ガス中の選択された有害物質の種類と量を連続的に測定し、同時に廃ガス精製システムから出る反応生成物の選択された有害物質の種類と量を廃ガス精製システムの出口の直後で連続的に測定し、その場合、選択された有害物質として過弗化炭素を監視し、廃ガス精製システムの出口で付加的な弗化水素酸を監視し、廃ガス精製システムの動作パラメータを調整するためそれ等の測定値を直接使用することにより解決されている。

【0014】

この発明による方法は、プロセス廃ガスを何らかの方法で熱処理して廃ガスを精製するそのような方法に対して有利に使用される。この方法は当然廃ガスを精製する他の方法と関連しても使用できる。

【0015】

10

20

30

40

50

その場合、動作パラメータをプロセス廃ガス中の有害物質の量に応じて調整するなら有利である。

【 0 0 1 6 】

この発明を更に発展させたものは、第一検出器で有害物質の少なくとも一つを検出する場合、廃ガス精製システムの動作パラメータの予備調整が燃焼ガスの量、酸素割合（例えば酸素過剰度）、洗浄循環部の洗浄剤の量、洗浄剤のpH値に関する経験値に基づき行われる点に特徴がある。特に、動作パラメータの予備調整は比較して求めた廃ガスの種類や有害物質の濃度を基に自己学習性のあるシステムにより行われる。これには、廃ガス精製システムの効率と基本調整が常時最適にされ、これにより廃ガス精製システムの導入期間が短縮されるという特別な利点もある。

10

【 0 0 1 7 】

この発明による他の構成では、有害物質の濃度を廃ガス精製システムの出口で最小に維持するように、廃ガス精製システムの動作パラメータを第二検出器の測定値に基づき調整している。

【 0 0 1 8 】

特に、有害物質の濃度が測定閾値の近くの有害物質の濃度が低下するように動作パラメータが調整される。

【 0 0 1 9 】

この発明の他の構成は測定信号が非侵入的に無接触で得られる点に特徴がある。この特別な利点は、精製すべきプロセス廃ガスの一部特に刺激性のある成分が測定結果あるいは測定装置にも影響を与えない点にある。

20

【 0 0 2 0 】

測定信号を光学的な分光方法により得ると有利である。

【 0 0 2 1 】

この発明を更に発展させると、第二検出器でHFの高まった濃度を検出すれば洗浄剤のpH値及び量、又は、これらのうちどちらか一方が高まる。

【 0 0 2 2 】

これに反して、可燃性で酸化可能なあるいは熱分解性の有害物質の高まった濃度を第二検出器で検出すれば、燃焼ガスの量及び導入すべき酸素の量、又は、これらのうちどちらか一方を高める。

30

【 0 0 2 3 】

この発明の有利な他の構成では、有害物質の種類と量を設備内のコンピュータにより第一および第二の検出器の測定結果に基づき同時に算出し、廃ガス精製システムの動作パラメータを入口側と出口側の有害物質の量に応じて連続的に調整する。その場合、導入すべきプロセス廃ガスの量を考慮して動作パラメータが調整される。

【 0 0 2 4 】

この発明による方法の特別な利点は、燃焼ガスの消費を最小にし、残留放出の長時間安定性を保証できるので、通常の管理測定を省くことができる点にある。監視期間を長くすることもできる。何故なら、例えばバーナー内の避け難い付着物により発生する動作パラメータの変化を自動的に排除できるからである。更に、この方法は測定可能な濃度の広い動的範囲を保証するので、全範囲に対してただ一つの測定装置で充分である。

40

【 0 0 2 5 】

この測定方法は装置のバッテリーにも適している。更に、廃ガス精製装置への有害物質を導入することが常時プロトコル化されているので、更に使用される半導体プロセスの管理が可能である。

【 0 0 2 6 】

この発明による方法の他の特別な利点は、この方法が廃ガス精製設備に使用されている精製方法に無関係に採用できる点にある。この発明による方法は廃ガス精製の方式に関連するものでなく、非熱処理にも適する。相違は廃ガス精製設備の他の動作パラメータをそれぞれ調整する必要がある点にある。

50

## 【 0 0 2 7 】

実施例と付属する図面に基づきこの発明をより詳しく説明する。

## 【 0 0 2 8 】

火炎内で熱分解または酸化させ次いで反応生成物を精製する原理に従い動作する廃ガス精製システム 1 では、プロセス廃ガスが半導体 C V D 設備のチェンバークリーニング・プロセスから排出される。このチェンバークリーニング・プロセスには  $C_2 \cdot F_6$  と  $O_2$  を使用する。このチェンバークリーニング・プロセスからのプロセス廃ガスは、初期物質や真空ポンプのパーシメント素の他に、例えば  $CF_4$  や  $C_4F_8$  のような反応生成物を含む。

## 【 0 0 2 9 】

このプロセス廃ガスは廃ガス精製システム 1 に導入され、このシステムの入口 5 には第一の検出器 2 があり、プロセス廃ガスを種類と量について分析する。測定方法としては気相 F T 赤外分光法を採用する。その場合、窒素洗浄部を組み込んだ赤外測定区間に対する材料の選択に関しては特別な注意を払う必要がある。何故なら、廃ガス成分が一部非常に反応性が強いからである。

## 【 0 0 3 0 】

廃ガス精製システム 1 の純ガスの出口 6 には第二の検出器 3 が配置されている。この検出器の機能は第一検出器 2 の機能と同じである。

## 【 0 0 3 1 】

第一の検出器 2 が廃ガス精製システム 1 の入口 5 で上に述べた一つまたはそれ以上のガスを検出すれば、接続しているコンピュータ 4 によりガスの種類とその濃度に基づき廃ガス精製システム 1 を燃焼ガス量、酸素割合（特に酸素過剰度）、洗浄剤の循環部の洗浄剤の量と洗浄剤の pH 値に関して予備調整が行われる。純ガスの出口 6 では、過弗化炭素  $C_2F_6$ 、 $CF_4$  と  $C_4F_8$  の他に HF も検出される。

## 【 0 0 3 2 】

火炎の中で過弗化炭素を変換する場合、取り分け HF が生じる。第二の検出器 3 により純ガス出口 6 で例えば 1 ppm 以上の HF 濃度が検出されるなら、洗浄剤の pH 値及び洗浄剤の循環量、又は、これらのうちどちらか一方を高め、そうでない場合、低い値で動作する。同様にこの過弗化炭素で処理されると、即ち濃度が純ガス出口 6 で高すぎれば、燃焼ガス及び酸素量、又は、これらのうちどちらか一方を（種類に応じて）高めたり、あるいはそうでない場合、低める。この方法により廃ガス精製システム 1 の媒質消費が常時最適にされ、運転コストを低く維持し、廃ガスの最適な精製が実現する。

## 【 0 0 3 3 】

使用するソフトウェアは自己学習性があるので、得られた最適な動作条件は廃ガス精製システム 1 の予備調整に対する基礎として同じ廃ガスの種類と濃度で使われる。これにより、基礎調整も常時最適にされ、廃ガス精製システム 1 の始動期間が短縮される。

## 【 0 0 3 4 】

$C_2 \cdot F_6$  を変換する場合、上に述べたガスの他に、評価と一緒に入れる他の反応生成物も当然生じる。もっとも、成分が多すぎる場合には、評価および目的に向けて廃ガス精製システム 1 に影響を及ぼすことが困難になる。何故なら、組成が非常に複雑になるからである。それ故、上に述べた成分を意識して選択する。何故なら、

$C_2F_6$  は使用する反応ガスとして最高濃度で期待でき、

$CF_4$  は化学的に最も安定な過弗化炭素であり、

$C_4F_8$  は毒性が高く、

HF は火炎中で過弗化炭素を変換する場合大量に生じるからである。

## 【 0 0 3 5 】

過弗化炭素の変換は主に燃焼ガスパラメータにより影響されるが、酸性のガス成分（HF）の除去のために洗浄剤のパラメータを決定する。

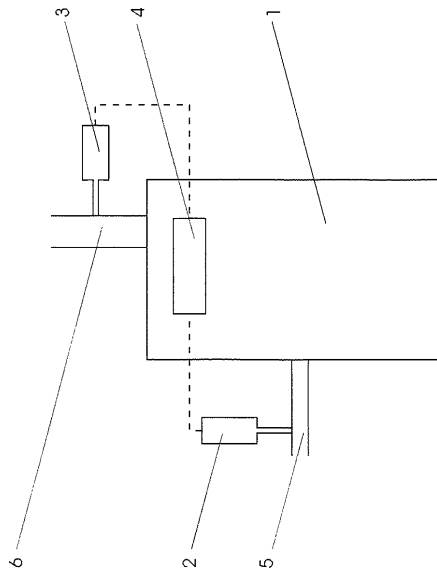
## 【図面の簡単な説明】

【図 1】 プロセス廃ガス精製システムの模式ブロック図を示す。

## 【符号の説明】

- 1 廃ガス精製システム
- 2 第一の検出器
- 3 第二の検出器
- 4 コンピュータ
- 5 入口
- 6 純ガス出口

【図 1】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 クレーデル・グンター  
ドイツ連邦共和国、0 1 1 0 9 ドレスデン、カール・マルクス・ストラーセ、4 0
- (72)発明者 ファービアン・ルッツ  
ドイツ連邦共和国、0 1 2 1 7 ドレスデン、チャートニッツァー・ヴェーク、8
- (72)発明者 ホプフェ・フォルクマル  
ドイツ連邦共和国、0 1 8 1 4 クラインギースヒューベル、ドルフストラーセ、3 0

審査官 三崎 仁

- (56)参考文献 国際公開第9 6 / 0 2 3 1 7 3 ( W O , A 1 )  
特開平0 5 - 1 3 7 9 5 6 ( J P , A )  
特開平0 6 - 1 8 2 1 4 8 ( J P , A )  
特開平0 4 - 2 4 3 5 2 2 ( J P , A )  
特開平0 1 - 0 8 0 4 2 5 ( J P , A )  
特開平0 5 - 3 4 7 4 4 3 ( J P , A )  
特開平1 0 - 1 3 7 5 4 4 ( J P , A )  
特開平1 0 - 0 8 5 5 4 9 ( J P , A )  
特開平0 6 - 0 5 0 8 5 5 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B01D53/34-53/90

F23G7/06

F23J15/00