

【産業競争力懇談会 2022年度 プロジェクト 最終報告】

## 【半導体製造ガス流量計測法と国際標準の開発】

2023年2月9日

産業競争力懇談会 **COCN**

## 【エグゼクティブサマリー（最終報告）】

### 1. 本プロジェクトの基本的な考え方

半導体は、あらゆる産業において欠かすことができず、経済安全保障の点から半導体製造が喫緊の課題と挙げられ、産業競争力の源泉と目されている。本推進テーマでは、半導体製造の技術トレンドに合わせて、多種多様な半導体製造プロセスガス流量制御に汎用できるガス流量の計測法の開発とその普及のための国際標準化を目標とする。そのために、半導体プロセスガスの多種多様化に迅速に対応できる開発拠点を整備し、民間が主体的にガス流量計測法の研究を行い、それを国立研究開発法人や大学などのアカデミアがサポートする産学官連携体制を作ることで、高精度な流量制御技術とその標準提案へ向けた対応を加速する。ISO/IEC や SEMI (国際半導体製造装置材料協会: Semiconductor Equipment and Materials International) 標準提案に積極的に貢献するため、研究開発拠点は、中立的な立場を持ち、標準の背後にある技術や検証実験の共有、計測環境構築やプロトコル/プロシジャーの具現化なども含め、産学官共同による人材育成の場としても活用していく。

本推進テーマの成果は、製造ガスの使用を介して、半導体製造装置間の製造ばらつきを最小化し、半導体産業の求める生産性の向上やグリーン化を促進する。これは、我が国の産業競争力強化に大きく貢献することを意味する。

### 2. 検討の視点と範囲

#### 2.1 現状の課題抽出

現在、半導体製造プロセスガスの流量計測法及び流量標準が開発されていないことによりどのような課題が生じているか、またどのような解決方法が提案できるかを以下の3つの観点から議論した。

- a) 半導体製造プロセス
- b) 半導体製造用材料（以下、「材料」と略記する）
- c) マスフローコントローラー（以下、「MFC」と略記する）

#### a) 半導体製造プロセス

半導体製造プロセスガスにおける MFC の流量に誤差及び/又は再現性不良があった場合、ウェーハ不良が生じる。これを予防するために、流量の変動に対して影響が大きいプロセスについては、半導体製造装置に据え付けられたプロセスチャンバーを使用して、プロセス条件での再現試験と流量確認を実施している。

#### b) 材料

- 1) 新規材料を開発する時、半導体製造事業者の所有する半導体製造装置及び MFC ごとに最適化することとなり、組み合わせから多種多様な試験を必要とする。その結

果、新規材料を上市するタイミングが遅延する。

## 2) トラブル発生時

半導体製造装置と材料のどちらか、もしくは両方に問題が無いか検証することとなるが、前述の通り組み合わせから、解決に時間を要する。

## c) MFC

- 1) 多種多様な半導体製造プロセスガスに対応するため、窒素 ( $N_2$ ) ガスまたは他の比較的安全なガスにて調整を行い、別の測定法によって実測もしくは物性値から推算されたガス種変換補正係数もしくは関数 (コンバージョンファクター,  $k$  ファクターとも呼ばれる) によって変換している。そのガス種変換補正係数もしくは関数 (以下、「コンバージョンファクター」と呼ぶ) の導出方法が標準化されていないため、半導体製造プロセスガスにおける流量偏差は解決できず、業界発展の妨げの一つになっている。

## 2.2 流量標準化の効果の探索

国立研究開発法人産業技術総合研究所が主催する NMIJ 計測クラブ (<https://unit.aist.go.jp/nmij/nmijclub/>) の一つ、流量計測クラブ内の半導体製造ガス流量ワーキンググループでラウンド・ロビンテストに参加した MFC メーカーのうち 4 社間の窒素  $N_2$  ガスにおける流量偏差は約  $\pm 0.2\%$  程度に収まった。しかし、半導体製造プロセスガスの特性に比較的近い六フッ化硫黄  $SF_6$  ガスにおいては約  $\pm 2.0\%$  となった。追テストにおいて基準の統一化を図ったところ  $\pm 1.0\%$  までメーカー間の流量偏差を縮小できた。従って、より複雑な物理的・化学的性質を有する他の活性ガスの場合でも同様に MFC メーカー間の流量偏差を縮小できる可能性がある。

## 3. 産業競争力強化のための提言および施策

### 3.1 半導体製造プロセスガス流量標準開発のための共同研究体制の整備

上記課題を解決するために、共同研究拠点を整備し、半導体製造プロセスガスの流量計測法の研究開発に産学官で取り組む体制を整備することを提言する。目標は以下の通りとする。

- 1) 現在の課題解決のための半導体製造プロセスガス流量の計測法、流量標準の整備に關しての研究開発を実施する。
- 2) 開発した半導体製造プロセスガス流量計測法を活用し、MFC メーカーや半導体製造装置メーカーに標準提供を行う。
- 3) 半導体産業の求める生産性の向上やグリーン化に貢献し、半導体産業基盤を担う人材を育成する。

すでに米国 NIST の Fluid Metrology Group では「半導体プロセスガスの流量計測と特性 (*Flow Metering and Properties for Semiconductor Process Gases*) というプロジェクトが 2022

年3月から開始されている。このことから本テーマの実行は必要である。

### 3.2 予想効果

標準化により半導体製造プロセスガス流量計測法が統一され、メーカー間の流量偏差が小さくなり互換性が確保できるようになる。これにより、半導体製品や関連デバイスの性能や信頼性の向上、コスト削減、サプライチェーンの強靱化が期待される。また、半導体業界以外でも莫大な数のMFCが使用されており、本推進テーマの達成により、実ガス気体流量に関して計量法校正事業者登録制度に代表される校正事業の著しい普及拡大が期待できる。さらに、今後、我が国の半導体産業を支える人材を育成・輩出し、海外競争力強化とともにグローバルな連携も見据えた技術基盤の確立が期待される。

### 3.3 今後の展開

半導体製造用ガスの流量標準整備に関して、この報告書に記載した課題、解決のためのステップをまとめることができたことは本推進テーマのプロジェクト活動の大きな成果であった。今後は、共同研究拠点の整備に向けて、プロセスガスでのフィージビリティスタディを行うために、国立研究開発法人産業技術総合研究所コンソーシアム等の利用を考慮して進める。

最後にプロジェクトをまとめるにあたり多大な支援をくださった産業競争力懇談会の担当実行委員様、担当企画小委員様、事務局長、副事務局長、及び事務局の各位に心から謝意を申し上げます。

## 【目 次】

【プロジェクトメンバー】 .....	1
【本 文】 .....	3
1. プロジェクトの基本的な考え方.....	3
1.1 本プロジェクトの背景.....	3
1.2 本プロジェクトの目的.....	5
2. 本プロジェクトの進め方.....	7
2.1 現状の課題抽出.....	7
2.2 流量標準化の効果の探索.....	7
3. 現状の課題 .....	7
3.1 半導体製造装置製造事業者からみた課題.....	7
3.2 半導体製造用材料供給者からみた課題.....	9
3.3 マスフローコントローラー製造事業者からみた課題.....	10
4. 産業競争力強化のための提言および施策.....	11
4.1 提言および施策.....	11
4.2 予想効果 .....	12
APPENDIX .....	14
I. 半導体製造ガス流量計測法の現状と課題.....	14
II. 国際標準化 .....	18
III. MFC 製品認証制度の必要性・有効性 .....	21

## 【プロジェクトメンバー】

#	区分	企業・大学・法人名	氏名
1	リーダー	株式会社 堀場エステック	磯部 泰弘
2	メンバー	アズビル株式会社	松田 順一
3		EZ-Japan	黒田 誠
4		コフロック株式会社	古川 俊太
5		国立研究開発法人 産業技術総合研究所	森岡 敏博
6		国立研究開発法人 産業技術総合研究所	内田 紀行
7		国立研究開発法人 産業技術総合研究所	吉田 肇
8		国立研究開発法人 産業技術総合研究所	土井原 良次
9		有識者	清水 哲夫
10		東京エレクトロン FE 株式会社	日野 昭一
11		東京エレクトロン テクノロジー ソリューションズ株式会社	岡部 庸之
12		株式会社 トリケミカル研究所	平木 忠明
13		株式会社 トリケミカル研究所	三橋 智
14		内外テック株式会社	荻原 秀昭
15		株式会社 プロテリアルファインテック (旧 日立金属ファインテック株式会社)	藤井 淳
16		株式会社 フジキン	北野 真史
17		富士電機株式会社	金井 秀夫
18		フローテクノサービス	石原 聖司
19		株式会社 堀場エステック	今村 耕治
20		株式会社 堀場エステック	岩崎 直基
21		株式会社 堀場エステック	奥山 隆弘
22		株式会社 リンテック	西田 八郎
23		株式会社 リンテック	池藤 昭信
24	COCN 担当実行委員	住友化学株式会社	上田 博
25	COCN 担当企画小委員	トヨタ自動車株式会社	佐藤 桂樹

区分内は企業・大学・法人名の五十音順、敬称略

(次ページに続く)

## 【プロジェクトメンバー】(つづき)

#	区分	企業・大学・法人名	氏名
26	COCN 事務局長	一般社団法人産業競争力懇談会	山口 雅彦
27	COCN 副事務局長	一般社団法人産業競争力懇談会	五日市 敦
28	COCN 副事務局長	一般社団法人産業競争力懇談会	武田 安司
29	COCN 副事務局長	一般社団法人産業競争力懇談会	土肥 英幸
30	COCN 企画小委員	ENEOS 株式会社	中山 慶祐
31	COCN 企画小委員	株式会社地球快適化インスティテュート	岩田 一
32	COCN 企画小委員	株式会社日立製作所	菊地 達朗
33	COCN 企画小委員	富士通株式会社	大久保 進之介
34	COCN 企画小委員	三菱電機株式会社	金枝上 敦史

区分内は企業・大学・法人名の五十音順、敬称略

## 【本 文】

### 1. プロジェクトの基本的な考え方

#### 1.1 本プロジェクトの背景

半導体はあらゆる産業で欠かせない部品であり、半導体技術の発展により、人々の暮らしは安心・安全でより快適になっている。大容量データの伝送、センシング、通信、IoT、DX などの技術の進展や AI の発達により、電子通信産業界だけでなくあらゆる分野でイノベーションが続くと考えられ、市場が拡大し続けると予測されていた。しかし、2020 年に始まった新型コロナウイルス感染症の世界的パンデミックの進行が一因となり、半導体デバイスの生産が停滞し、コロナ対策に伴う医療/感染/給付情報や個別配送の急増、或いは、在宅勤務に伴う情報端末や通信機器の需要増大が一層の半導体（デバイス）不足を招いている。SDGs に対応すべく、移動手段の CASE 化も高度の半導体デバイスを大量に必要とし、多少の変動はあるが、長期的な半導体（デバイス）不足に拍車をかけている。

半導体は、高集積化によりその性能の向上とコスト低減を図り産業を発展させてきた。高性能化を支えてきたシリコン（Si）微細化は、数ナノメートル（nm,  $1\text{ nm} = 10^{-9}\text{ m} = 10$  億分の 1 メートル）の領域に到達し、Si 原子構造（2 nm は Si 原子 5,6 個のサイズ）が見え、Si の材料学的な限界を迎えつつある。そのため、三次元集積など新構造や、新材料の導入によりデバイス性能を向上する技術が開発され、新たな競争力の源泉となっている。このようなデバイスの技術革新には、高アスペクト比構造を作り出すエッチング技術や、三次元構造に成膜する原子層堆積技術など、半導体製造技術の進展も必要不可欠である。

高度のデジタル化や深層学習などによる AI 技術が日常生活にも入り込み、IoT/CPS や 6G など大量/高速/高効率の情報処理が必要となるため、その要求に合わせた性能の向上が求められている。一方で、微細化や三次元集積化を追求する設備投資の巨大化など、最先端の半導体は、世界でも限られた製造拠点でのみ生産可能な状況が発生し、我が国は世界のイノベーションから取り残され、経済安全保障の対象となっている。しかしながら、我が国は、現在の半導体産業の中で最先端メモリ素子や車載向け IC などの半導体素子を供給しているが、特に、半導体製造装置、及び、その周辺機器、材料で大きな存在感を持っている（図 1 参照）。

その半導体製造のキーとなる技術の一つとして流量制御技術があるが、他の産業では類を見ない多種多様な特殊なプロセスガスが使用されるため、高精度ガス流量制御の前提となる高精度流量計測及び流量計測制御機器製品の再現性の確保が困難で半導体製造プロセスの高度化へ向けた高い障壁となっている。しかし、高精度化/高再現性の進化が無ければ台中韓、或いは、欧米に追い越され、引き離されても不思議ではない。本推進テ



## 1.2 本プロジェクトの目的

本プロジェクトの推進テーマ「半導体製造ガス流量計測法と国際標準開発」は、半導体製造プロセスにおいて、チャンバー内にガスを供給する重要部品であるマスフローコントローラー（以下、「MFC」と略記）にスコープしている（図2参照）。半導体製造装置市場におけるMFCは、日本がおおよそ80%のシェアを有しているが、中国をはじめとした他国のキャッチアップも始まっている。今後も技術レベルや市場優位性を維持し、更なる競争力強化を推進すべく対策を講じる必要がある。そのために必要なことは、技術トレンドに合わせて半導体製造プロセスガス（以下、「プロセスガス」と略記）をさらに高い精度で供給できるようにすることである。そのためにはMFCメーカー内、MFCメーカー間のプロセスガスでの流量計測法を統一する必要がある。

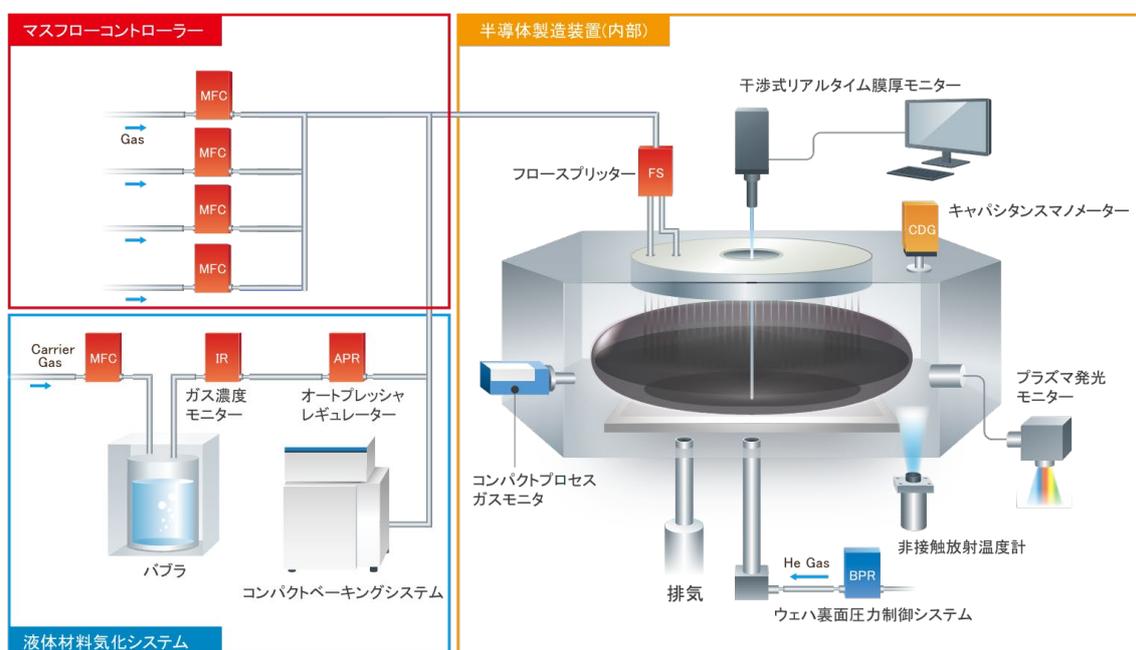


図2: 半導体製造装置におけるMFC、液体材料気化装置等の使用例  
(株式会社堀場エステック 提供)

一方、プロセスガス流量計測法が他国で標準化されてしまうと、その規格に合致させるための努力が必要になり、結果として競争力をそぐ結果となる。そこでプロセスガス流量計測法とその普及のための国際標準化を、日本が主導する形で提案することであると考える。

### 1.2.1 プロセスガス流量計測法の開発

本推進テーマでは、半導体製造の技術トレンドに合わせて、多種多様な半導体製造プロセスガス流量制御に汎用できるガス流量の計測法の開発とその普及のための国際標準化を目標としている。そのために、半導体プロセスガスの多種多様化に迅速に対応できる開

発拠点を整備し、民間が主体的にガス流量計測法の研究を行い、それを国立研究開発法人や大学などのアカデミアがサポートする産学官連携体制を作ること、高精度な流量制御技術とその標準提案へ向けた対応を加速する。SEMIスタンダード化やISO規格化提案に積極的に貢献するため、研究開発拠点は、中立的な立場を持ち、標準の背後にある技術や検証実験の共有、計測環境構築やプロトコル/プロシジャーの具現化なども含め、産学官共同による人材育成の場としても活用していく。

## 1.2.2 国際標準化

かつては標準化が困難だった事物も技術革新に伴い、安定計測の手段が具現化され、製造技術の発展、或いは、市場の求めに応じ、標準化されるようになってきている。そればかりではなく、近年の標準化は意図や目的、手段などが時代背景や求められる技術の変遷に従って異なって来ており、古くから標準化されているものに於いても改定が度重なるに従って趣旨や表現方法などに変遷が見られるものも少なくない。

今世紀に入るとデジタル化などが背景となって、一層拍車がかかり、標準化が結果として市場席卷につながった例も出て来ている。当該分野の専門家でさえも、標準化文書に目を通しただけでは、背後にある技術、考慮すべき阻害事項、配慮が必要な関連標準や該当地域の法令など、調査、確認、検証実験などを行うのに相当な時間と予算が必要となる場合がある。その後、新規の製品化や既存製品の改造の目途が立った頃には、標準化文書の策定に当初から拘わっていた国や企業の製品が市場に行き渡ることになり兼ねない。

本推進テーマに於いても、高度で複雑な奥行きのある標準化を目論むものである。プロセスガスは元来、反応性/腐食性が高いものであり、しかも、一般的な化学プラントなどと比べると極めて少ないガス流量の計測/制御が必要となるものであり、計測に関わる手段、材料、機構、手順、周囲の環境や条件などが複雑な関係となり、高精度が求められれば一層、標準化に深く拘わらないと、標準相当品の製品化は困難となる。

国際標準化は、SEMI（国際半導体製造装置材料協会: Semiconductor Equipment and Materials International）またはISO（国際標準化機構: International Organization for Standardization）への提案を検討している。並行してプロセスガスにおいても計量計測トレーサビリティを保証する（たとえば、計量法校正事業者登録制度に組み込む）仕組みも整備することで、国家標準並びにグローバル標準にかなう形を為して、産業の競争力に資するプロジェクトに挑む。

## 2. 本プロジェクトの進め方

### 2.1 現状の課題抽出

現在、プロセスガスの流量計測法及び流量標準が開発されていないことによりどのような課題が生じているか、またどのような解決方法が提案できるかを以下の3つの観点から議論した。

- 1) 半導体製造プロセス
- 2) 半導体製造用材料（以下、「材料」と略記する）
- 3) マスフローコントローラー（以下、「MFC」と略記する）

### 2.2 流量標準化の効果の探索

国立研究開発法人産業技術総合研究所が主催する NMIJ 計測クラブ (<https://unit.aist.go.jp/nmij/nmijclub/>) の一つ、流量計測クラブ内の半導体製造ガス流量ワーキンググループでラウンド・ロビンテストに参加した MFC メーカーのうち4社間の窒素  $N_2$  ガスにおける流量偏差は約  $\pm 0.2\%$  程度に収まった。しかし、半導体製造プロセスガスの特性に比較的近い六フッ化硫黄  $SF_6$  ガスにおいては約  $\pm 2.0\%$  となった。追テストにおいて基準の統一化を図ったところ  $\pm 1.0\%$  までメーカー間の流量偏差を縮小できた。より複雑な物理的・化学的性質を有する他の活性ガスの場合には、その特性によって  $SF_6$  ガスの場合よりもメーカー間の流量偏差が大きくなる可能性は考えられるが、上記の結果は流量標準を整備すれば MFC メーカー間の流量偏差を縮小できることを示している。

## 3. 現状の課題

MFC のメーカー間、機種間、個体間で流量偏差のバラツキがみられる現状では、材料開発、装置開発において MFC の特性を考慮した上で条件を検討する必要性が有り、ユーザーごとにそのようなバラツキが有ることを前提で影響を回避するための手段を講じている。

### 3.1 半導体製造装置製造事業者からみた課題

図3、図4、図5に示された半導体製造装置の例の通り、製膜処理の際に多種類のプロセスガスが精密制御されて必要な時間だけ正確に供給される機構になっている。今日ではひとつのプロセスチャンバーに10ライン以上の「流量制御デバイス：質量流量制御ユニット（MFCを含む）」が用いられている。ここで、この中に一台でも誤差があったり再現性が失われたりすると、不良のウェ

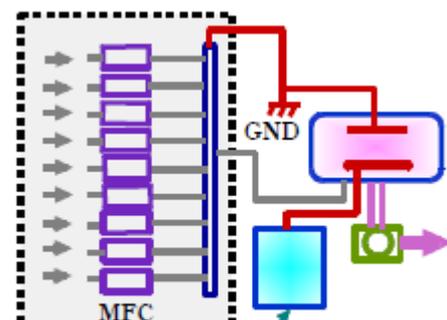


図3: RFプラズマエッチャーにおけるガスフローの例  
(フローテクノサービス提供)

一ハが生じてしまい、大きな損失と月単位の納期遅れに繋がってしまう。

そのような事態を避けるために、半導体製造装置側では一部のプロセスに関して以下の対策を凝らして万全を期している。

- a) 多くのチェックやデータ管理を行い、フィードバックだけではなく、フィードフォワードを実施する。
- b) 流量差によるプロセスへの流量の変動に対して影響が大きいプロセスについては、影響を最小に抑えるためプロセスチャンバーを使用して各MFCに流量計測及び調整を行う。

今日、そして今後の高品位半導体デバイスを生産し市場投入を行うために、更に数段のプロセス管理が必要になっている。その課題解決の一手段として、用いられているMFCのより高度化と高精度化が貢献できる。MFCのより高度化と高精度化のためには、実際に使用されるプロセスガスによる流量計測技術・調整技術が重要である。

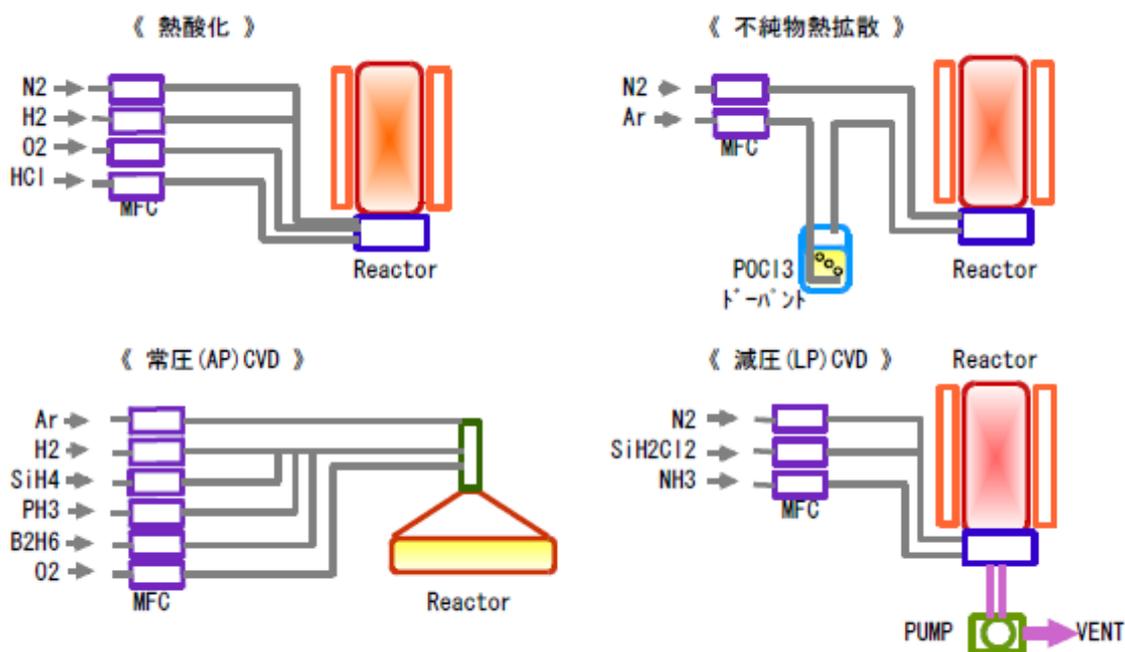


図4: 半導体プロセスにおけるガスフロー例 その1  
(フローテクノサービス提供)

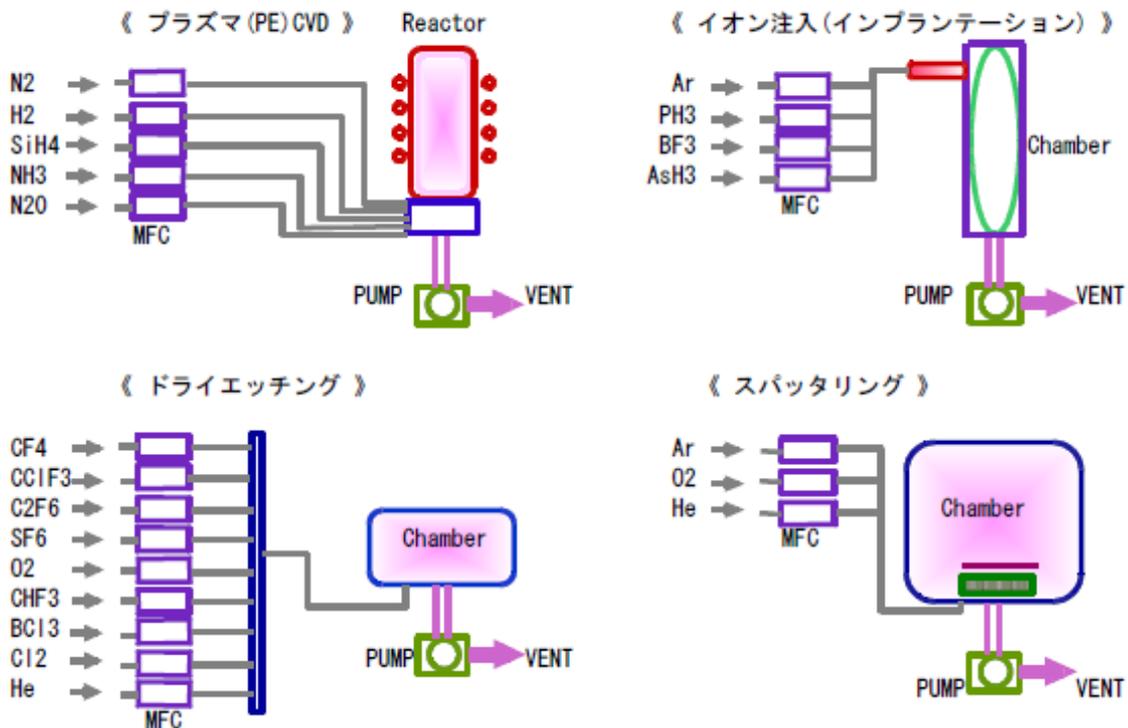


図5: 半導体プロセスにおけるガスフロー例 その2  
(フローテクノサービス提供)

### 3.2 半導体製造用材料供給者からみた課題

#### a) 半導体製造用材料の特性

半導体製造用材料は特殊な物性を持つものが多く（腐食性、禁水性、毒性、低蒸気圧特性、等）、一般的に流通しているガスと比較しても市場に出回っている対応 MFC の機種は限られてしまう。また、MFC メーカーごとに MFC の調整方法が異なる為、同一の材料でも機種が異なると半導体製造分野で求められる流量の精確さ（総合精度）においてバラツキが発生することが有り、半導体が進化し高集積化が進むほど大きな問題となる可能性を含んでいる。

#### b) 新規材料への最適化

新規の半導体製造材料を開発する場面においては、半導体製造事業者の所有する半導体製造装置及び MFC ごとに最適化するため、組み合わせから多種多様な試験を必要とする。その結果新規材料を上市するタイミングが遅延する。

ここで、材料メーカー、装置メーカー、半導体メーカーで異なる機種 of MFC で検討すると結果に差異が生じ、物性評価が適正に行われない可能性が有る。その為、十分に材料の性能が評価されずに材料選定時に不利に働き、製品化に辿り着けない可

能性が考えられる。もしくは同じ機種 of MFC で検討しても使用条件のノウハウが有り、装置の知見に明るくない材料メーカーでは対応し切れず、装置メーカーや半導体メーカーと同じ評価結果を得られない可能性が有り、原因追求において非常に多くのソースを費やす結果となってしまう可能性が有る。

### c) トラブル発生時の原因追求

さらに、半導体製造量産時等でトラブルが発生した場合には、装置と材料のどちらか、もしくは両方に問題が無いか徹底的な検証が必要となるが、材料メーカーと装置メーカー、及び半導体メーカーで標準化されていない異なる機種 of MFC が使用されている場合は、検証で得られる結果が異なり原因追求に時間を浪費する可能性が考えられる。

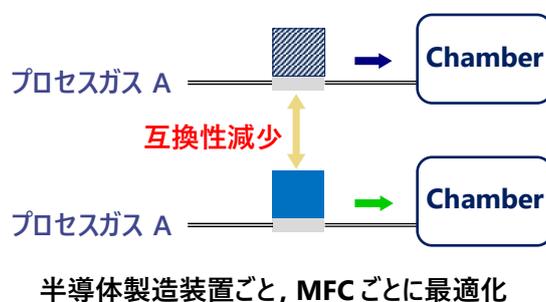


図 6: 半導体製造用材料供給者からみた課題

流量計測技術が標準化されその普及のための国際標準化が達成されれば、同条件 of MFC で評価されていれば将来的に問題となる材料の品質問題が評価の段階で判明して解決に至る可能性も考えられる。

## 3.3 マスフローコントローラー製造事業者からみた課題

### a) 半導体製造プロセスにおいて使用されるガス種と流量

半導体製造プロセスにおいては他の産業では類を見ない多種多様な特殊なプロセスガス（一般高圧ガス保安規則 第 2 条 第 3 号にて定義する特殊高圧ガスを含む可燃性、腐食性、毒性、会合性、低蒸気圧性を持つガス）が使用されており、その上、物理的・化学的性質が明確になっていないガスが多く存在する。ガス流量は 0.1 ml/min ~ 1000 ml/min (0°C, 1 気圧) の微小流量と呼ばれる領域を主に使用している。

### b) プロセスガス流量の半導体製造への影響

半導体デバイスの高集積化に伴い、ガス流量のプロセスに与える影響は大きくなりつつあり、プロセスによってはガス流量に対して影響の出やすい条件で使用されることもあり、半導体デバイスメーカーからは正確さが  $\pm 0.1\%$  の MFC が提供でき

ないかという要求も寄せられている。

たとえば、 $\text{CF}_4+\text{H}_2$  ガスによる Si、 $\text{SiO}_2$  のエッチングの場合、濃度比（流量比）によりエッチング速度が大きく影響を受ける。 $\text{SiO}_2$  を Si に対して選択的にエッチングする場合には、 $\text{H}_2$  濃度を高精度に制御する必要がある。そのほかのプロセスガスでも同様にプロセスへの影響が大きい場合があり、高精度な半導体製造には高精度なプロセスガスの流量制御が必須である。

この目的で多くのメーカーの MFC が使用されているが、計測原理、センサーの構造、センサー駆動方式、調整方法、流量標準、コンバージョンファクターの導出方法などが異なる場合があり、プロセスガスの流量差の原因となっている。

## 4. 産業競争力強化のための提言および施策

### 4.1 提言および施策

3. 現状の課題 であげた課題群を解決するために、ガス流量計測法を統一し、メーカー間・機種間・個体間での流量偏差を減らすための流量標準整備を提言する。これにより、半導体製品や関連デバイスの性能や信頼性の向上、コスト削減が期待される。また、半導体業界以外でも莫大な数の MFC が使用されており、本推進テーマの達成により、実ガス気体流量に関する ISO/IEC 17025 認定校正事業者によって代表される校正事業の著しい普及拡大が期待できる。

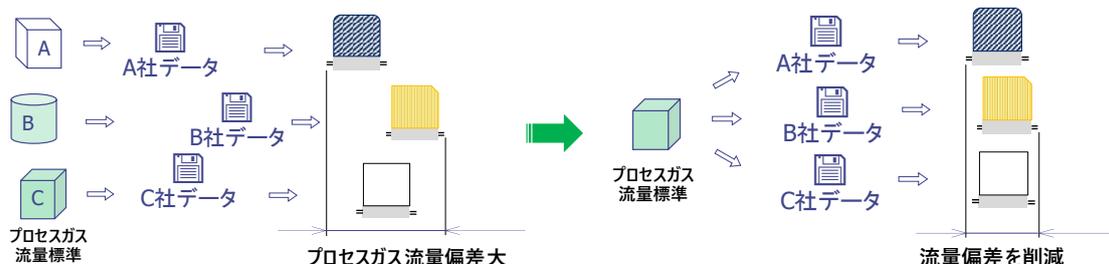


図 7: プロセスガス流量標準整備のねらい

上記を実現するために、共同研究拠点を整備し、プロセスガスの流量計測法の研究開発に産学官で取り組む体制を整備する。その目標は以下の通りとする。

- 1) 現在の課題解決のための半導体製造プロセスガス流量の計測法、流量標準の整備に関する研究開発を実施する。
- 2) 開発した半導体製造プロセスガス流量計測法を活用し、MFC メーカーや半導体製造装置メーカーに標準提供を行う。対象ガスは国際比較が実施されているガス以外で、半導体製造工程で使用されているプロセスガスとする。

- 3) 技術内容の標準化、文書化を行い、ISO/IEC、SEMI Standard などの国際標準化に取り組む。
- 4) 半導体の更なる超高生産性時代に備え、半導体産業基盤を担う人材を育成する。

## 4.2 予想効果

現状で考えられる課題の多くは、MFC 流量計測方法の標準化を推進することにより改善されることが考えられる。特に流量計測方法の標準化を軸に、材料開発から安定した半導体製造までの一貫した最新技術を、海外に先駆け国内で開発を進めることが出来れば、国内の半導体業界にとって大きな貢献となる。すでに米国国立標準技術研究所 National Institute of Standards and Technology, NIST の Fluid Metrology Group では「半導体プロセスガスの流量計測と特性（仮訳、原題: *Flow Metering and Properties for Semiconductor Process Gases*）」というプロジェクトが 2022 年 3 月から開始されていることも考慮する必要がある。

### a) 半導体装置メーカー

半導体製造装置から見た MFC の大きな課題であるメーカー間、機種間、個体間での流量偏差の削減が達成される。半導体製造装置メーカーは、重要プロセスについて、装置側制御系に流量校正システムを搭載して流量偏差を補正するシステムを構築し、MFC ごとに補正している。ここで、流量偏差の補正を必要とする別機種、別メーカーの MFC 間には実質上の互換性は無かったが、プロセスガス流量計測標準により流量偏差を削減できた MFC には互換性ができる。そのため上記の補正システムの構築、補正の必要がなくなり、装置の製造時間、エンドユーザーでの立上げ時間、サービス時間とスキルを擁するエンジニアの工数を削減できる。

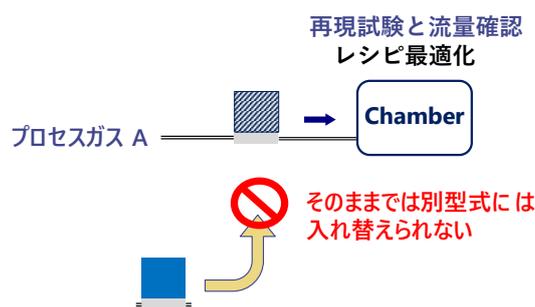


図 8: 流量偏差補正を行った重要プロセスでの別形式 MFC の互換性

ここ数年の新型コロナウイルス感染症（COVID-19）禍の現在のように電子部品等の供給が滞る状況下では、標準採用メーカーの MFC 製品が入手困難となっても、流量互換性のあるサードパーティ製品で代用することができる可能性がある。代用するためには他の検証項目があるが、プロセスガス流量の検証は不要となりエンジニアの工数

を削減できる。

b) MFC メーカー

MFC メーカーはプロセスガスを流す設備を各社で整備する必要がなく、半導体プロセスで求められるガスの流量を確認することが出来る。このことにより、これまで見えにくかったMFCのプロセスガス流量の流量偏差を確認することが出来、また流量制御方法について新たな知見が得られる可能性がある。

c) 材料メーカー

流量計測方法の標準化のプロセスを熟知した上で、この標準化に対応したMFCを採用することにより、どの段階でも同じ評価結果となり、材料開発スピードの向上が見込まれると共に、プロセスの最適化による材料使用量の低減や、トラブル解決までに要する時間の短縮など、コスト削減や環境負荷低減に繋がることが考えられる。

国内の材料メーカーが得意とする材料に関しては、海外に比べて実力で上回る国内のMFCメーカーや装置メーカーとコラボレートすることが容易であり、半導体製造に関する一通りの技術を一連の国内メーカーのみで完成することも可能だと考えられ、海外勢との差別化を図ることが出来る。また、海外勢が得意とする材料に関しても、MFCの標準化が必須となれば、海外勢とコラボレートが容易になり、材料メーカー、MFCメーカーの海外発展に寄与出来る。

#### 4.3 今後の展開

半導体製造用ガスの流量標準整備に関して、この報告書に記載した課題、解決のためのステップをまとめることができたことは本推進テーマのプロジェクト活動の大きな成果であった。今後は共同研究拠点の整備に向けて、プロセスガスでのフィージビリティスタディを行うために、国立研究開発法人産業技術総合研究所コンソーシアム等の利用を考慮して進める。

最後にプロジェクトをまとめるにあたり多大な支援をくださった産業競争力懇談会の担当実行委員様、担当企画小委員様、事務局長、副事務局長、及び事務局の各位に心から謝意を申し上げます。

(本文終わり)

## Appendix

### I. 半導体製造ガス流量計測法の現状と課題

#### 1. 半導体製造ガス流量の現状と課題

##### 1.1 半導体製造工程において使用されるガス種と流量

半導体製造工程においては他の産業では類を見ない多種多様な特殊なプロセスガス（一般高圧ガス保安規則第2条第3号にて定義する特殊高圧ガスを含む可燃性、腐食性、毒性、会合性、低蒸気圧性を持つガス）が使用されており、その上物性値が明確になっていないガスが多く存在する。ガス流量は 0.1 ml/min～1000 ml/min（0℃, 1気圧）の微小流量と呼ばれる領域を主に使用している。

##### 1.2 ガス流量の半導体製造への影響

半導体デバイスの微細化、高集積化に伴い、ガス流量のプロセスに与える影響は大きくなりつつあり、プロセスによってはガス流量に対して影響の出やすい条件で使用されることもあり、半導体デバイスメーカーからは正確さが±0.1%のマスフローコントローラーが提供できないかという要求も寄せられている。

たとえば、CF<sub>4</sub>+H<sub>2</sub>ガスによる Si、SiO<sub>2</sub>のエッチングの場合、濃度比（流量比）によりエッチング速度が大きく影響を受ける。SiO<sub>2</sub>を Si に対して選択的にエッチングする場合には、H<sub>2</sub>濃度を高精度に制御する必要がある。そのほかのプロセスガスでも同様にプロセスへの影響が大きい場合があり、高精度な半導体製造には高精度なプロセスガスの流量制御が必須である

MFC メーカー間の差、および流量偏差の影響

現在、半導体製造プロセスでは多くのメーカーの MFC が使用されているが、測定原理、センサーの構造、センサー駆動方式、調整方法、流量標準、ガス変換係数の導出方法などが異なる場合があり、プロセスガスの流量差の原因となっている。

##### 1.3 半導体製造現場での現地調整

半導体メーカーでは製造装置の立ち上げ時、MFC 交換時、MFC メーカー変更時などには、流量差によるプロセスへの影響を最小に抑えるため、製造装置メーカーにより、プロセスチャンバーを使用した流量調整が行われ、各 MFC に値付けが行われる場合がある。また半導体メーカーではガス流量によりプロセス条件が一致しない場合、MFC に対する流量設定値を変更して、条件のあわせ込みが行われる場合がある。

##### 1.4 MFC メーカーによる流量計測の現状と課題

多くの MFC メーカーでは流量標準が供給されている窒素 N<sub>2</sub>にて製品の流量調整が行われている。MFC メーカーの流量調整では、ワーキングスタンダードとして特別

に調整された自社・他社製 MFC、温度計と圧力計を内蔵した質量流量に変換して出力する差圧式流量計（例：米 Fluke 社製の molbloc<sup>®</sup>-L）、ISO 9300 にて規格化されているもので代表される臨界ノズルなどが使用されている。プロセスガスに関しては、N<sub>2</sub>または他の比較的安全なガスにて調整を行い、別の測定法によって実測もしくは物性値から推算されたコンバージョンファクターによって変換することが一般的である

## 1.5 流量標準について

差圧式流量計、臨界ノズル流量計に対しては、後述の国際度量衡委員会（CIPM）の国際相互承認制度（MRA）の運用により不活性ガスに対しては 0.1 %以内の不確かさで国際的に共通な流量標準が提供されている。日本では国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センターで標準の管理及び校正サービスが行われている。

## 2. プロセスガスのコンバージョンファクターの課題

### 2.1 流量計測法の課題

#### a) 測定方法、条件の多様性

プロセスガスの流量計測には一定容積のタンクを使用して圧力上昇を測定することにより流量を求める定積法が多く使用されている。しかし静的定積法（ $pVTt$ 法）、動的定積法（ $RoR$ 法）などがあり、計測法、条件は定まっておらず多様な条件が採用され誤差の要因となっている。またガス種によっては直接ガスの重量測定を行う秤量法が採用されている場合や、容積が既知のシリンダー内をピストンが移動することで体積流量を測定する容積法（Piston Prover）が採用されている場合がある。ガス種により、これらの計測法に適用できない場合には、物性値からコンバージョンファクターの推算などが行われている。近年、半導体製造プロセスで多く使用される液体材料（低蒸気圧材料）についてはガス状態で測定することが困難で、液相での秤量法や物性値による換算が行われている。

#### 1) 定積法の課題

定積法による流量計測では、圧力、温度、測定時間などの条件により、ガス物性の影響を受ける場合があり、測定結果に対する不確かさも十分に評価できていないのが現状である。

#### 2) 秤量法の課題

発生ガスの捕集による方法、いったんタンクに貯めた後に捕集する方法などがあるが材料の吸着、重量測定の不確かさなどの課題を含んでいる。

#### 3) 容積法の課題

ピストン部の適正なシール構造やシリンダー内の温度、圧力の変化による不確かさなどの課題がある。

#### 4) 物性値からの推算の課題

① 推算による誤差

ガスの熱的、力学的物性により変換補正係数を求める場合、センサーの構造、駆動方法の差により誤差を生じることがある。

② 物性値の誤差

多くのプロセスガスの場合、物性値が未測定な場合が多く、物性値自体を推算する場合があります、その場合には流量誤差はさらに拡大されることになる。

5) 秤量法（液相）の課題

液相では体積が小さく極めて微小な液体流量となり、相対的に蒸発誤差の影響が大きくなる。

### 3. ガス質量流量標準の現状と課題

#### 3.1 CIPM-MRA 参加国におけるガス質量流量標準の開発と国際相互承認の現状

計量計測結果が国・地域ごとに違くと自由貿易に支障を生ずることから、流量においても国際度量衡局（*Bureau international des poids et mesures*; BIPM）において国際的な流量の相互比較が行われている。日本では国立研究開発法人産業技術総合研究所の計量標準総合センター（National Metrology Institute of Japan; NMIJ）において相互比較が行われ、窒素  $N_2$  における特定標準器直接での校正不確かさは 0.05 % となっている。また各国の流量一次標準器は秤量法、定積法（pVTt）、容積法（Piston Prover）など多様な方法が採用されている。

#### 3.2 対応ガスの制約

国際比較で流量比較がなされているガスは窒素  $N_2$ 、（合成）乾燥空気 Dry Air、アルゴンなどの安定なガスが主であり、他には天然ガス、水素  $H_2$ 、ヘリウム、メタン等であるが、半導体製造プロセスガスは対象外となっている。

### 4. プロジェクトの技術目標

#### 4.1 プロジェクトの技術目標

下記の目標を設定する。

##### 4.1.1 プロセスガス流量計測のための共同研究体制の整備

- a) 共同研究拠点を整備し、プロセスガスの流量計測法の研究開発に産学官で取り組む体制を整備する
- b) 現在の課題解決のためのプロセスガス流量計測法、流量標準の整備に関する研究開発を実施する
- c) 新たな共同研究拠点での流量計測技術を運用し、関係機関に標準の提供を行う
- d) 技術内容の標準化、文書化を行い、ISO、SEMI Standard などの国際標準化に取り組む

#### 4.1.2 対象ガス

国際比較が実施されているガス以外で、半導体製造工程で使用されているプロセスガス（SEMI AUX030-0421, 2014, 2021 “Codes For Referencing Gases, Gas Mixtures And Vaporizable Materials Used in Digital Mass Flow Controllers”に記載）を特性別に分類すると、不活性ガス・可燃性ガス・自然反応性ガス・毒性ガス・低蒸気圧ガス（液体）に分類することができる。各ガスに対する本プロジェクトでの対応策を示す。本プロジェクトでは定積法によるガス流量の測定方法の開発を行い、将来的には液体材料（低蒸気圧材料）流量の測定方法の開発を行う。

##### a) 不活性ガスの対応

容積法、定積法（pVTt、RoR）

##### b) 可燃性ガスの対応

防火、安全設備を備えたうえで容積法、定積法（pVTt、RoR）で測定

##### c) 自然反応性ガスの対応

測定システムに損傷を与えるおそれがあり、定積法（pVTt、RoR）で測定

##### d) 毒性ガスの対応

安全設備、除害設備を備えたうえで、定積法（pVTt、RoR）で測定

##### e) 低蒸気圧ガス（液体）の対応

液相において秤量法、容積法で測定（秤量式の一次標準器、液相 Piston Prover 式の二次標準器の研究開発を行う。）

#### 4.2 ガス物性の対応

##### 4.2.1 圧縮係数の補正

容積法、定積法の場合、米 NIST などのデータベースを参照して圧縮係数の補正が行われている場合が多いが、ガスデータがない場合の対応方法を検討する。

##### 4.2.2 会合性ガスの対応

複数分子が気相で会合する材料の場合、通常の容積法、定積法では測定が困難である。条件限定、ほかの方法などを検討する。

#### 5. 共同研究拠点の内容と運用方法

##### 5.1 目標仕様

方式: 定積槽システム

対象ガス: Si デバイス系主要プロセスガス(32 種)とそれらの混合ガス、希釈ガス、及び、半導体製造技術の動向調査に基づく新規プロセスガス。

流量範囲: 0.1 ml/min.から 10 l/min

不確かさ: 0.3 %以下

##### 5.2 設備構成

- ・ガス供給系、定積槽システム、真空排気装置、データ収集・解析システム、ガス除

- 害装置、ガス漏れ検知システム、恒温システム
- 自動運転

### 5.3 運用方法

産学官共同研究開発拠点とし、開発完了後は、各機関への半導体プロセスガスの流量データや関連した標準提供、及び、関連技術人材育成の拠点とする。

### 6. 共同研究拠点における研究開発内容

- 不活性ガスによる流量計測の不確かさの検証
- 活性ガスによる流量計測の不確かさ要因の抽出
- 活性ガスによる流量計測の不確かさの検証
- 研究施設の運用手順の確立と手順書の作成

### 7. 半導体製造ガス流量計測標準化後の運用方法

#### a) 運用手順書の作成、検証

研究開発結果をベースに研究開発拠点設備の運用手順書を作成する。

#### b) 関係機関への周知

国内外に対して情報発信を行う。

### 8. 運用

各機関の対象流量計に対して不活性ガス、プロセスガスの流量データを提供。各機関ではこのデータをもとに変換係数の算出を行い、製品調整に反映する。対象流量計は都度提供、または常時保管など方法は今後検討する。

## II. 国際標準化

現在、半導体製造ガス流量測定に関する主な国際規格は SEMI (Semiconductor Equipment and Materials International)、ISO (International Organization for Standardization) が存在する。しかし内容的には不確定な部分が多く、実質的に標準化のための規格としては不十分である。詳細を以下に述べる

### 1. SEMI Standard

SEMI (Semiconductor Equipment and Materials International) は半導体製造装置に関して、世界約 2 500 社が参加する組織で、多くのスタンダードの制定・改訂・出版を行っている。MFC、ガス供給システムでも多くのスタンダードを制定している。

#### 1.1 プロセスガス流量測定方法

SEMI Standard のプロセスガス流量測定に関する現在の規格は以下の通りである。  
なお、規格のタイトルは SEMI ジャパン発行の日本語版のものによる。

SEMI E77-1104 *Test Method for Calculation of Conversion Factors for a Mass Flow Controller Using Surrogate Gases (Reapproved 0815)*

マスフローコントローラーの換算率の代用ガス使用による計算方法

- 初版 1998 年発行、最新版 2004 年 4 月発行、2015 年 8 月再承認
- MFC の代用ガス使用時のコンバージョンファクターを計算するための試験方法を規定する
- 10%刻みの校正点で使用したいガスと代用ガスを流量測定し、コンバージョンファクターを算出
- 流量標準器に関して具体的記述はなく、試験体の許容差対標準器の精度である TAR (Test Accuracy Ratio) 4 : 1 が望ましいことと記載されている
- 測定不確かさ (Measurement Uncertainty) での規定がない

## 1.2 SEMI MFC 関連規格

現在出版されている SEMI Standard の MFC 関連規格は以下の通り。本プロジェクトで取り組み予定の内容ではない。

SEMI E56-0317 *Test Method for Determining Accuracy, Linearity, Repeatability, Short-Term Reproducibility, Hysteresis, and Deadband of Thermal Mass Flow Controllers*

熱マスフローコントローラーの精度、直線性、リピータビリティ、短期再現性、ヒステリシス（履歴現象）およびデッドバンドを判断するテスト方法

SEMI E29-1110 *Terminology for the Calibration of Mass Flow Controllers and Mass Flow Meters (Reapproved 0417)*

マスフローコントローラー及びマスフローメーターの校正のための標準用語

SEMI E12-0421 *Guide for Standardized Pressure, Temperature, Density, and Flow Units Used in Mass Flow Meters and Mass Flow Controllers*

マスフローメーターおよびマスフローコントローラーに使用される標準の圧力、温度、密度、および流量単位のスタンダード

SEMI E27-1017 *Guide for Mass Flow Controller and Mass Flow Meter Linearity*

マスフローコントローラーおよびマスフローメーターの直線性のガイド

## 1.3 SEMI Standard の規格開発手順

- 1) タスクフォース会議
- 2) 技術委員会
- 3) Ballot 投入
- 4) Ballot 投票・集計
- 5) Ballot 審議

#### 6) スタンダード出版

日本国では SEMI ジャパンの TC (Technical Committee) に提案、その後投票が行われ、出版が行われる。

### 1.4 SEMI Standard による国際規格化に関する見解

- MFC のプロセスガス流量測定に関しては E77-1104 が存在するが、流量標準器の具体的記述がなく、必要性能に対する要求が TAR (Test Accuracy Ratio) のみで TUR (Test Uncertainty Ratio) の記述がない。TAR では悪いが TUR が良い流量標準器を用いて、偏差を補正してより正確な値で測定する方法は考慮されていない。
- 現状の SEMI Standard で MFC の半導体製造ガスに関する規格としては不十分であり、E77 の改正または新規制定が望ましい

## 2. ISO

ISO 規格は半導体業界、特に MFC の業界では開発・利用が遅れており、制定されている規格は限定的である。

### 2.1 マスフローメーターに関する製品規格

ISO 14511:2019 *Measurement of fluid flow in closed conduits — Thermal mass flowmeters*  
管路内の流量測定 — サーマルマスフローメーター (仮訳)

範囲: キャピラリー式、挿入式 MFC に限定、ワイヤー式、フィルム式、風速計は対象外で半導体製造ガスだけでなく、より広い範囲を対象にしている。

内容: 用語の説明、測定原理、選定方法、注意事項などが記載。  
第 8 項 校正 において、臨界ノズル (音速ノズル)、タービンメーター、容積流量計 (Positive Displacement Meter)、レーザドップラー流速計、ピストンルーバー、ベルルーバーを含む標準流量計を使用して、ISO 7066-2:1988 *Assessment of uncertainty in the calibration and use of flow measurement devices — Part 2: Non-linear calibration relationships* (流量測定装置の校正及び使用における不確かさの評価—第 2 部: 非線形校正関係) に基づいてデータ収集と不確かさ計算を行うことが望ましいとの規定はあるが、プロセスガスに対する流量標準器に関して記載されていない。

コンバージョンファクター (規格上では“*k factor*”) は定圧熱容量  $C_p$  の比として定義

開発期間: 初版では 1994 年に委員会原案 (CD) 発行、国際規格案 (DIS) を経て 2001 年に登録・発行されるまで 7 年を要している。最新版である第 2 版は 2018 年 7 月に最終国際規格案 (FDIS) への移行が承認さ

れ、FDIS を経て 2019 年 6 月に登録・発行となっているがそれ以前の状況は不明である。

## 2.2 ISO の規格開発の流れ

- 1) 新作業項目 (NP) の提案
- 2) 作業原案 (WD) の作成
- 3) 委員会原案 (CD) の作成
- 4) 国際規格原案 (DIS) の照会及び策定
- 5) 最終国際規格案 (FDIS) の策定
- 6) 国際規格の発行

## 2.3 ISO による国際規格化に関する見解

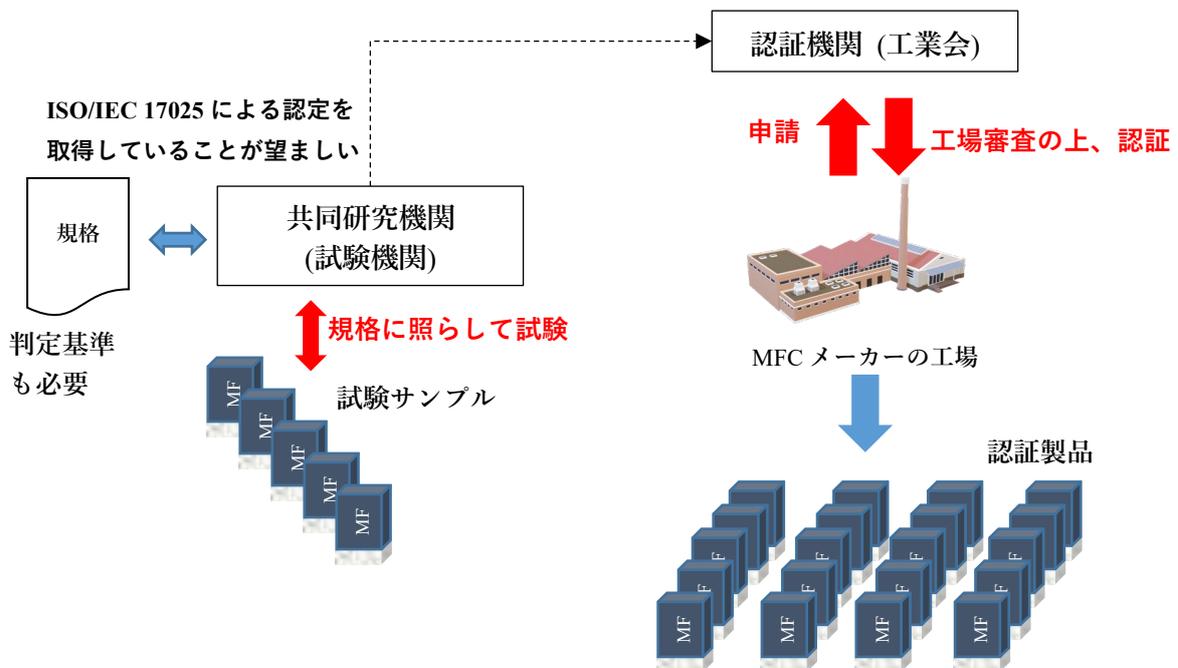
ISO は MFC 業界では、半導体業界向けの規格の開発が遅れており、利用も進んでいない。規格化を行う場合は、SEMI Standard を優先すべきと考える。

## 3. 結論

本プロジェクトの成果である半導体製造ガス流量測定法の国際規格化により得られるメリットは大きい。半導体業界における認知度の高さから、SEMI Standard での国際規格化を優先して取り組む予定である。

## III. MFC 製品認証制度の必要性・有効性

### 1. 認証制度の説明



試験機関	提出された試験サンプルをテストして、規格 (JIS マークなら該当する JIS 規格、CE マーキングなら欧州指令と関連する EN 規格) に適合するかの試験を実施する。ISO/IEC 17025 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項 による認定を受けていることが望ましい。
認証機関	申請に基づき、試験機関からの結果と工場審査の結果にもとづき、その工場で製造される製品に対して認証する。試験機関とは別組織で運営されている制度が多い。

## 2. 製品認証の例

### 国内

JIS マーク

### 海外

CE マーキング (欧州認証機関 NB による認証)

Blu-ray

Apple 認証 等

## 3. マスフローの認証制度案

試験機関	共同研究設備に関連して法人化。ISO/IEC 17025 による試験所認定も必要と思われる。
準拠規格	上記の試験により合否判断できる規格が必要
認証機関	工業会などを組織して法人化。SEMI や大手デバイスメーカー、装置メーカーの理解を取り付けることが望ましい。 最初はコンソーシアム体制で始めることができる。

## 4. 費用面

他の認証制度の例から、認証機関と試験機関に支払う費用は、工場ごとに年平均 500 万円と予想される。ユーザーであるデバイスメーカー・製造装置メーカーが、認証付き MFC は高コストとなることを受け入れてくれることが必要。

## 5. 検討結果

来るべき炭素税の時代においては、プロセスガスをどれくらい時間どれくらいの流量で使ったかを計量する機器としてのマスフローコントローラーが必要になると考えられる。プロセスガス流量だけでなく、グリーンマスフローコントローラーとして認定制度を整備しマーキングできることを考慮して活動する。

以上

一般社団法人 産業競争力懇談会（COCN）

〒100-0011 東京都千代田区内幸町 2-2-1

日本プレスセンタービル 6階

Tel : 03-5510-6931 Fax : 03-5510-6932

E-mail : jimukyoku@cocn.jp

URL : <http://www.cocn.jp/>

事務局長 山口雅彦