

大型超高純度窒素ガス精製装置

Large Scale Super Pure Nitrogen Purifier

足立 貴義* 藤江 和彦** 米田 隆*** 杉原 健一****
 ADACHI Takayoshi FUJIE Kazuhiko YONEDA Takashi SUGIHARA Kenich

1. はじめに

半導体製造工程では大量の窒素ガス、アルゴンガスなどの不活性ガスが使用されている。これらのガスは深冷式空気分離装置で製造されているが、ppm～ppbレベルの水素、一酸化炭素、二酸化炭素、酸素、水分、炭化水素などが不純物として含まれている。

しかし、半導体製造工程で使用されるガス中の各不純物濃度は0.1ppb以下が望まれ、ガスをさらに精製する必要がある。また、半導体工場の大規模化に伴い、ガスの使用量も大幅に増えており、大型の精製設備の導入が増加している。一方、半導体の価格競争は熾烈な為、精製設備のコストダウンも強く望まれている。

2. 窒素ガス精製装置

当社の窒素ガス精製装置は、触媒による化学吸着と吸着剤による物理吸着を利用してガスを精製するシステムであり、触媒によりO₂、CO、H₂を除去し、吸着剤によりCO₂、H₂Oを除去している。近年、海外向けに5000～10000m³(normal)/hの需要が増えており、コストダウンとともに最適化されたコンパクトな精製装置の開発が急務である。

一般的にガス精製装置では、CO₂除去にゼオライト系の吸着剤が多く使用されている。しかし、ゼオライトはガス精製の領域である数Pa以下の低濃度域において、CO₂吸着能力が相対的に低い。このため、CO₂は他の不純物成分に比べて除去が困難な成分であった。従い、CO₂除去のために吸着剤の充填量が多くなり、吸着塔の大型化に繋がり、コストアップの一因となっていた。

3. 特殊吸着剤

CO₂除去の課題に対し、我々は低濃度域でCO₂を特異的に吸着する能力のある特殊吸着剤を見出した。この特殊吸着剤は、カチオンを含んでおり、その量の増加に伴いCO₂の吸着能力が高くなる特性があった。CO₂圧力1Pa時のCO₂吸着量とカチオン量の関係を図1に示す。

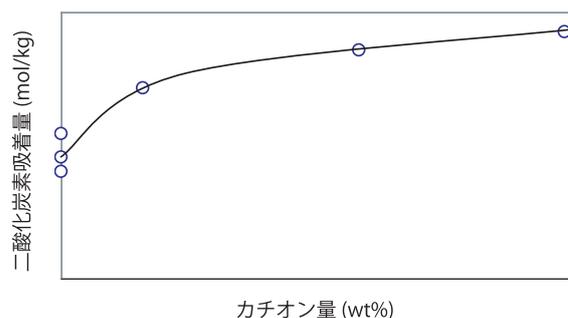


図1 特殊吸着剤のカチオン量とCO₂吸着量の関係

さらに、この特殊吸着剤の低圧力域（低濃度）でのCO₂吸着量を、二種類のゼオライト比較したグラフを図2に示す。

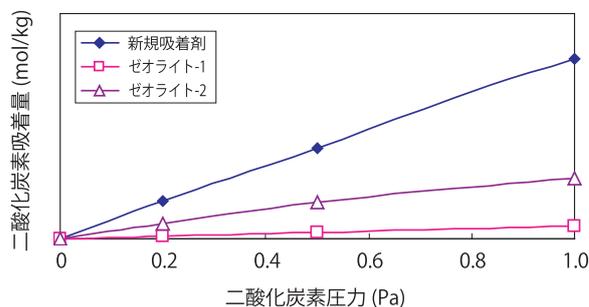


図2 特殊吸着剤のCO₂吸着等温線比較（低圧）

特殊吸着剤は、ゼオライトに比べて低圧力下でのCO₂吸着能力が非常に高く、1Pa付近の圧力域においてゼオライトの3倍程度の吸着能力を有していることが判る。

また、ゼオライトは窒素ガスに対する親和性（吸着量）が高いため、窒素ガス中のCO₂吸着量はCO₂単成

* 開発・エンジニアリング本部 山梨研究所 吸着技術研究室
 ** 開発・エンジニアリング本部 ガスエンジニアリング統括部 供給技術部
 *** 電子機材事業本部 エンジニアリング統括部 機器技術部
 **** 電子機材事業本部 事業戦略推進部 マーケティング部

分時の吸着量に比べて20%程度減少することが知られている。すなわち、特殊吸着剤のCO₂吸着能力の優位性は、図2のグラフ以上に差があることが推測できる。

次に、比較的高圧力域（高濃度）での特殊吸着剤と二種類のゼオライトのCO₂吸着能力比較グラフを図3に示す。CO₂圧力が70～100Pa以上では、特殊吸着剤のCO₂吸着能力はゼオライトを下回っており、低圧力域でのみCO₂吸着能力が高い特異的な吸着剤であることが確認できる。特殊吸着剤は、数ppm以下のCO₂除去に特化した超高純度ガス精製装置に適した吸着剤であった。

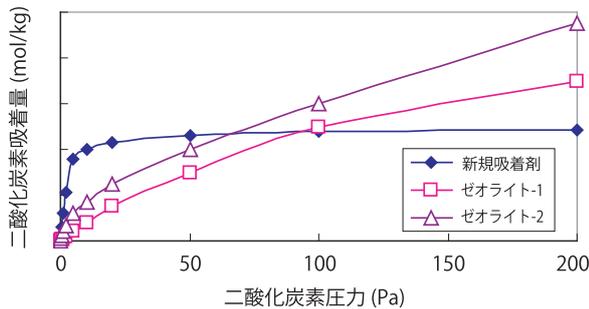


図3 特殊吸着剤のCO₂吸着等温線比較（高圧）

4. 充填塔ガス流れの検討

大型精製装置の場合、ガスの処理量に合わせて触媒や吸着剤の使用量が増加する為、吸着塔が大きくなり塔径も大口径化する。塔径の大きな充填塔にガスを導入する場合、吸着塔入口側の空間ではガスの流れが大きく乱れ、充填層内部の流れにも影響を与える。そして、充填層内部の流れが不均一になると、触媒や吸着剤の吸着能力が低下する可能性がある。

本開発では、大型吸着塔の内部のガス流れを予想するためにシミュレーターを開発した。これにより大流量に於いても、最適な吸着塔の形状や塔径を選択することが可能になった。一例として、吸着塔の上部側面からガスを導入した時のガス流れをシミュレーションした結果を載せた。充填塔上部でガスの流れが大きく乱れていることが確認できる。

ガス流れをシミュレーションして、最適な吸着塔を設計することで、触媒や吸着剤の能力を最大限発揮させることができ、充填量の削減を可能とした。

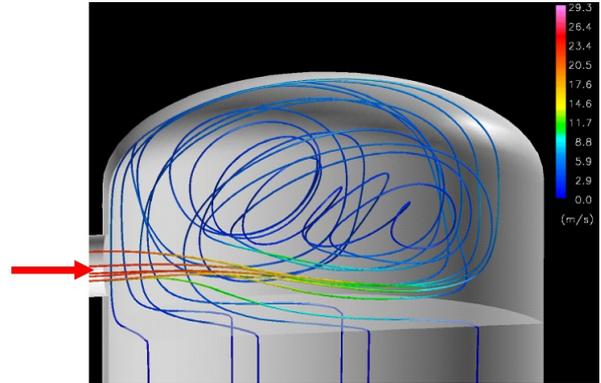


図4 充填塔内のガス流れシミュレーション（左から導入されたガスは右の壁面に当り、その後渦を巻きながら下部の吸着剤層へ流れている。）

5. おわりに

大型超高純度窒素ガス精製装置のフローシートの一例を、図5に示した。

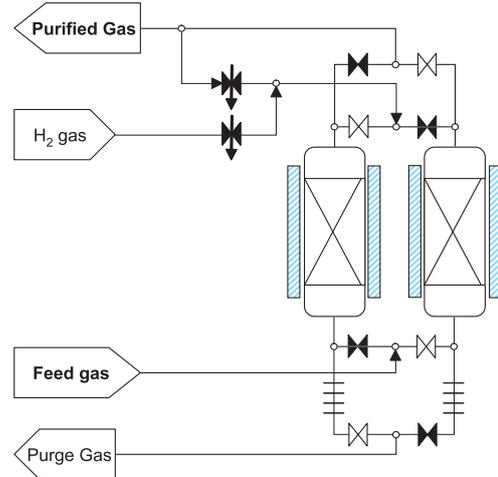


図5 窒素ガス精製装置

低濃度領域で高いCO₂吸着能力を有する特殊吸着剤の採用と、シミュレーターを利用した吸着塔の最適化により、装置コストの大幅な低減とコンパクト化を実現した。