

# 超清浄実験施設『空気質ラボ』の開発 —空気質性能とウェーハへの化学物質吸着挙動—

## Development of an Ultra Clean Room for Air-Quality Testing —Air Quality Efficiency and Characteristics of Adsorption Behavior on Silicon Wafers for Chemical Substances—

涌井 健 荒井 良延 寒河江 昭夫 武 廣 絵里子  
市野 雅之<sup>1)</sup> 高橋 幸成<sup>2)</sup> 三好 功<sup>—3)</sup>

### 要 約

昨今、建物における空気質環境、とりわけ空気中の分子状汚染（化学汚染）の問題が顕在化している。今回、建築的・設備的対策を行うことにより、室内の化学汚染物質を極限まで抑制した空気質評価室『空気質ラボ』を構築し、化学物質について空気質性能及びウェーハ暴露による表面吸着についての評価を行った。その結果、室内気中濃度は有機物総量で $0.09 \mu\text{g}/\text{m}^3$ まで低減させることができた。また、ウェーハに付着する物質もほとんど検出されず、空気質試験室として良好な成績を示した。

### 目 次

- I. はじめに
- II. 施設概要
- III. 材料からのアウトガス評価
- IV. 室内濃度による空気質評価
- V. ウェーハ吸着による空気質評価
- VI. まとめ

#### I. はじめに

現在、住宅分野では室内のVOC（揮発性有機化合物）についてホルムアルデヒド、トルエン、キシレン以外にも指定物質に対する指針値が厚生労働省より次々と公表されている。また、半導体やハードディスクをはじめとする電子デバイス製造環境においては、化学物質による製品歩留りの低下が問題となっている。美術館・博物館でも酸・アルカリ性物質が絵画や銅像などの美術品を劣化させることが指摘されているため、建築空間に対して汚染空気対策をとることが求められている。

このように室内空気汚染は建築業界で新たな課題となっているが、汚染源が建材や設備機器・外気・人体など多岐にわたること、問題となっている濃度レベルが $\mu\text{g} \sim \text{ng}/\text{m}^3$ と非常に低濃度であるため、化学物質の正確な定性・定量のために汚染空気によるコンタミネーションが少ない環境での実験・評価が必要とされていた。

今回、これらの問題をクリアできる試験室を作り込むにあたり、我々はアウトガスの少ない建材や設備の選定、外気導入や室内空調における化学物質除去システムの採用など、建築的・設備的対策を行った。本報告では、空気質評価室（以下、『空気質ラボ』）の施設概要と、各種対策による室内化学物質の低減効果を把握した結果について述べる。

#### II. 施設概要

空気質ラボの内観図をFig. 1、空調システム図をFig. 2に示す。

空気質ラボは第1測定室（13 m<sup>3</sup>）、第2測定室（6 m<sup>3</sup>）、更衣室、エアシャワーの四つの部屋から構成される。第1測定室における塵埃の清浄度は、クリーンルームクラス1（at 0.1  $\mu\text{m}$ ）を満足している。また第1測定室の温度・湿度については、温度10℃～35℃、相対湿度20%～80%の範囲内で任意に設定可能である。空調システムは、空調機3000m<sup>3</sup>/hが1台（直膨コイル+電気ヒーター）、FFU900m<sup>3</sup>/hを14台（DCモーター、ULPA）及び加湿器、除湿器を設置している。

室内はFFUを用いたクリーンルーム環境となっており、電子デ

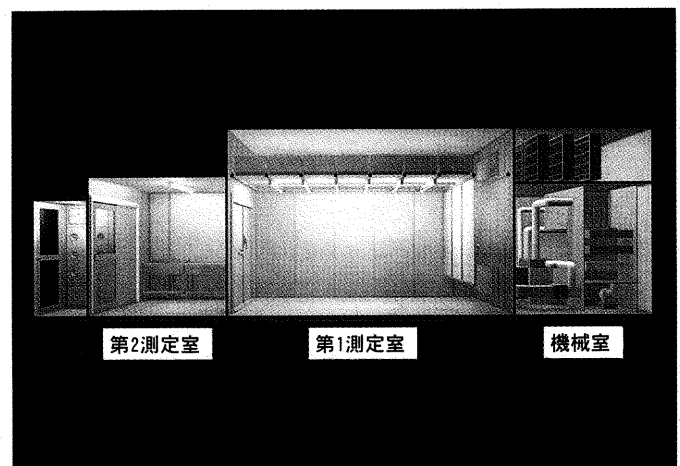


Fig. 1 空気質ラボ内観図  
(Sectional View of "Air Quality Testing Lab")

- 1) 建築設計エンジニアリング本部 設備設計部
- 2) 建築設計エンジニアリング本部 建築設計部
- 3) 関東支店 建築部

キーワード：電子デバイス、クリーンルーム、  
空気質、気中濃度、ウェーハ吸着

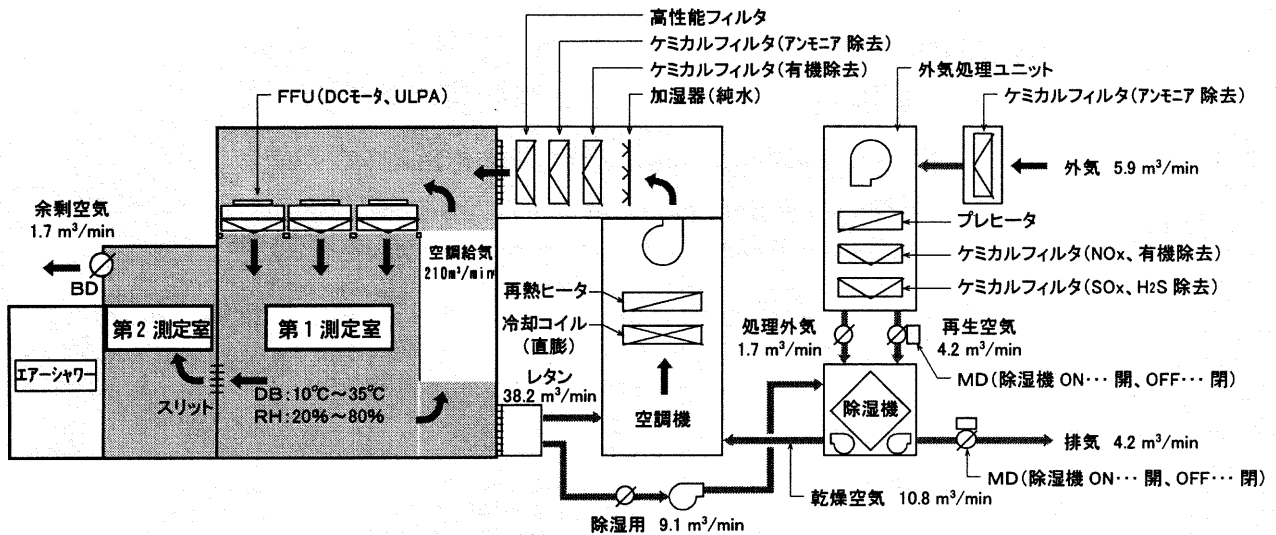


Fig. 2 空調システム図  
(HVAC System Plan)

バイス製造施設に対応した測定評価が行える。一方、温湿度条件を任意に設定することができるため、住宅等を想定した温湿度環境の変動を想定した化学物質の評価や、美術館における酸・塩基性物質の評価への対応も可能である。

### 1. アウトガス対策

Table 1に、今回使用した建材の主な材料リストを示す。測定室に露出する床、壁の内装材には、ステンレス製（SUS 304）のサンドイッチパネルを使用した。室内空気が循環する天井チャンパー内も、同様にステンレスを使用した。天井はシステム天井を採用したが、アルミニウムの表面処理剤からのアウトガスを防止するため、表面にNiCrメッキを施した。また、扉や空調用制気口など室内露出部にもステンレスを使用した。

室内の気密性を得るため、パネル接合部はガスケットを挿入し、シール処理を施した。シール材は、汚染物質の一つである低分子シロキサン抑制剤を使用するとともに、目地部をステンレスプレートによりカバーすることで、化学物質の影響を防止した。（Fig. 3）。

空調機（ケーシング、送風機、コイル、再熱電気ヒータ）及びダクト（給気、循環）にもステンレスを使用し、アウトガスを抑制した。FFUはケーシングをステンレスとし、フィルタはホウ素（以下B）発生を抑制した濾材と、シール、接着剤は有機物対策品を使用した。天井チャンパー内の電源（FFU、照明用）もステンレス配管内に収納し、ケーブル類からのアウトガスを抑制した。

### 2. 除去対策

外気による汚染を排除するため、外気導入部にケミカルフィルタを設置した。フィルタの構成を、Fig. 2に示す。フィルタ選定に際しては、事前に外気の化学物質を計測・分析したところNOx、SOx以外にも有機物の存在が多く認められたため、NOx、SOxフィルタと有機物除去フィルタを選定した。

内装完了時に室内空気質の測定を実施し、循環ケミカルフィ

Table 1 建材・設備リスト  
(Building Materials and Facilities List)

| 種別 | 部 位         | 仕 様                             |
|----|-------------|---------------------------------|
| 建材 | 床           | 断熱サンドイッチパネル<br>表面材：SUS304 No.2B |
|    | 壁           | 断熱サンドイッチパネル<br>表面材：SUS304 No.2B |
|    | システム天井フレーム  | アルミ材（NiCrメッキ）                   |
|    | 天井チャンパー     | 断熱サンドイッチパネル<br>表面材：SUS304 No.2B |
|    | 目地・シール部     | 低分子シロキサン抑制剤の上<br>SUS304プレート（ハ型） |
|    | 扉           | SUS製防熱扉                         |
| 設備 | 空調機ケーシング    | SUS304                          |
|    | 冷却コイル・再熱ヒータ | SUS304                          |
|    | 送風機         | SUS304                          |
|    | ダクト（給気・循環）  | SUS304                          |
|    | 制気口         | SUS304                          |

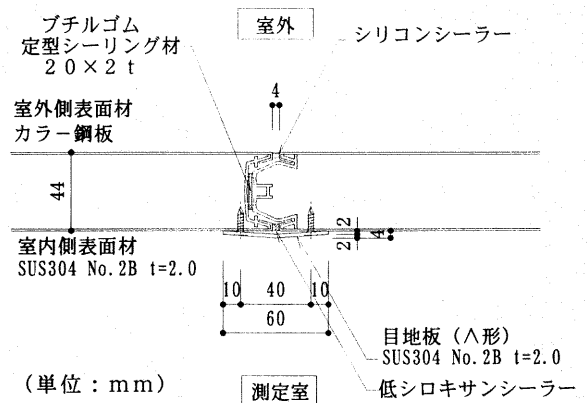


Fig. 3 パネル接合部ディテール  
(Detail of Panel Joining Point)

ルタの仕様を決定した。測定値は微量であったが、今後の使用状況により、人、材料、設備からのアウトガスが考えられるため、アンモニア除去、有機除去のフィルタを設置した。

また、除湿機（吸着式）の再生用にもケミカル除去した外気を使用すると共に、停止時に排気ダクトからの逆流を防止するために、モータダンパを設けた。さらに、加湿用補給水にはイオン交換水を使用した。

### Ⅲ．材料からのアウトガス評価

#### 1. 目的

今回建築材料で最もアウトガスが懸念されたのがパネル目地に用いられるシーラントやガスケットであった。電子デバイス施設で問題となっている有機物は、主に環状シロキサン、可塑剤であるフタル酸ジオクチル（DOP）、フタル酸ジブチル（DBP）あるいはジブチルヒドロキシトルエン（BHT）、アジピン酸ジオクチル（DOA）など高沸点側の物質であり、シーラントやガスケットはこれらの物質の量が多いのが懸念された。そのため、それらの物質をターゲットとして空気質ラボ工事前に材料から発生するアウトガス試験を実施し、有機物発生量を確認・選定を行った。

#### 2. 実験・分析方法及び結果

材料は、通常クリーンルーム施工で用いられているシーラント・ガスケットを選択・実施した。Fig. 4 にシーラント・ガスケットからの有機アウトガス試験方法を示す。試験体は、実際の施工状況を想定し、ステンレス製の細長い枠に材料を充填したものを用いて行った。有機物のサンプリングは、石英セル内に23℃、45%に調整した空素ガスをパージし、Tenax捕集管で捕集した。有機物分析はガスクロマトグラフ-質量分析計（以下GC-MS）を用いて定性・定量を行った。

Fig. 5に材料の分析結果を示す。ガスケットAはガスケットBに比べてシロキサンの発生量が少ない。また、シーラントAはシーラントBに比べ、大幅にシロキサン発生量が少なかった。しかし、シーラントに比べてガスケット材は有機物総量として約1/100程度と少なく、ガスケットからのアウトガスの影響は少ないと考えられた。そのため本ラボを構築するにあたり、極力シーラントを用いない工法とし、やむを得ず使用する場所にはシーラントAを用いることとした。また、この結果を受け、今回のFFUのガスケット材にはガスケットAを採用した。

### Ⅳ．室内濃度による空気質評価

今回空気質ラボ建設に当たっては、第Ⅰ期と第Ⅱ期の2回に分けて工事が行われた。Ⅰ期では壁・床・天井パネル工事など建築工事主体、Ⅱ期ではFFU・ケミカルフィルタ設置工事など、空調設備主体の工事を行った。それぞれの期終了後に空気質の評価を行い、建築的対策及び建築+設備的対策による効果を把握した。

#### 1. 計測・分析方法

サンプリングは、無機イオン、B、Pについては石英インピンジャーによる捕集、有機物についてはTenax捕集管に採取した。分析は、B、Pは誘導結合プラズマ質量分析（ICP-

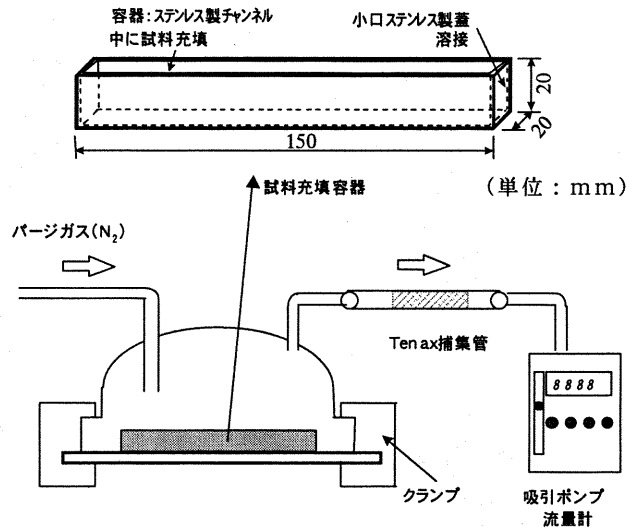


Fig. 4 シール・ガスケット材有機物サンプリング方法  
(Sealants and Gaskets Organic Compounds Sampling Method)

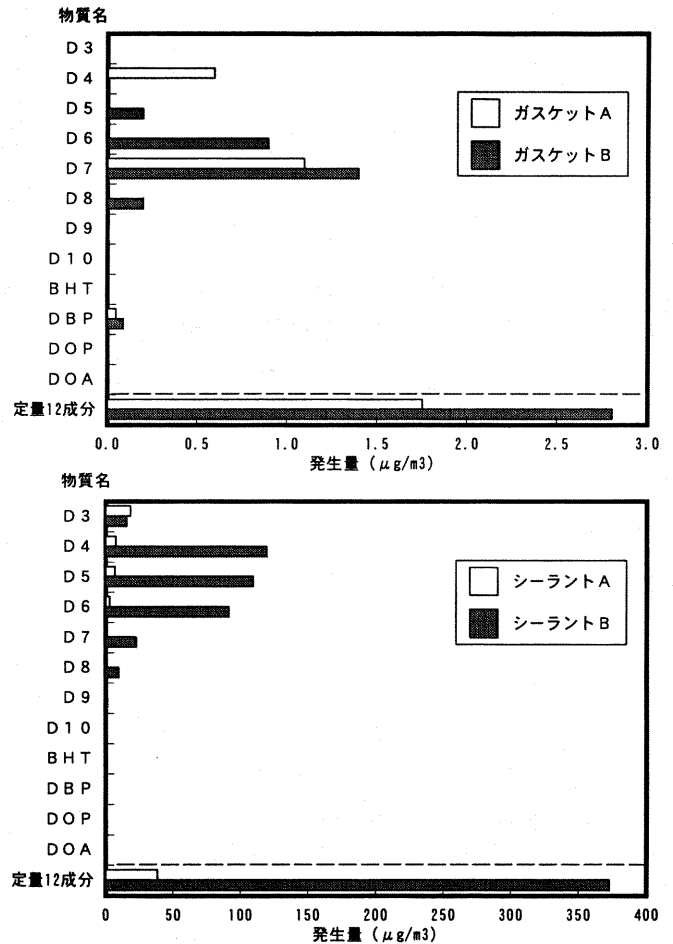


Fig. 5 シール・ガスケット材からのアウトガス  
上段：ガスケット，下段：シーラント  
(Outgas from Sealants and Gaskets  
Upper:Gaskette, Lower:Sealant)

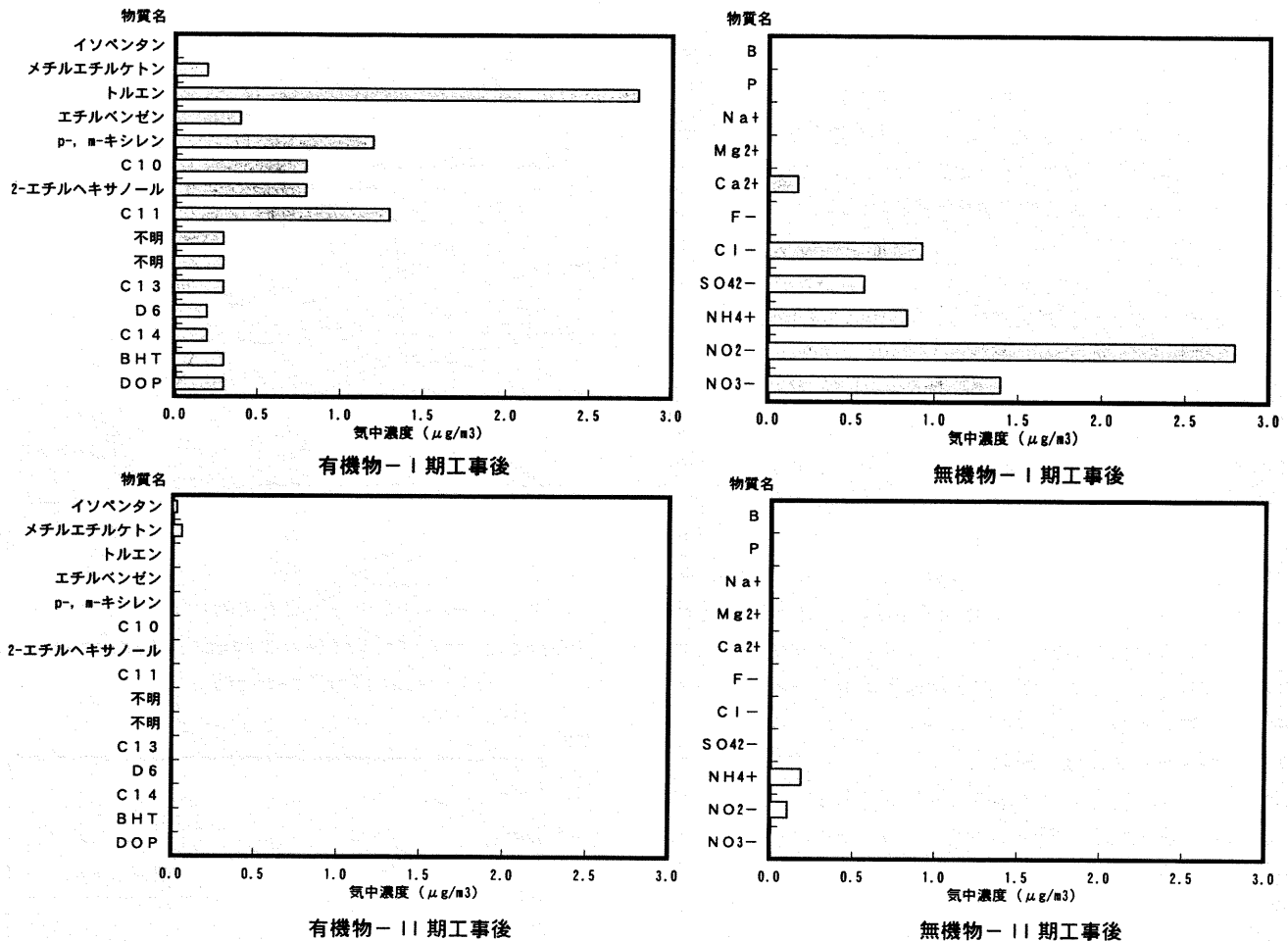


Fig. 6 空気質ラボ気中濃度結果 左：有機物，右：無機物  
(Result of Air Concentration in "Air Quality Testing Lab".  
Left:Organic Compounds,Right:Inorganic Compounds)

MS) 法にて、無機イオンはイオンクロマトグラフ (IC) 法、有機物はGC-MSで定性された成分についてトルエン換算にて半定量を行った。

さらに、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  についてはトラックや工場からの排ガスなど周辺環境の影響により外気の濃度変動が大きいことが予想されたので、外気と第1測定室において、連続測定が可能な化学発光式濃度計を用いて5日間のモニタリングを行った。

## 2. 計測結果及び考察

有機物、B、P、無機イオンの定性・定量結果をFig.6に示す。ICP-MSによるB、P分析結果では、F/U設置後も両物質共に検出限界以下であった。これは対策品フィルタの効果によるものと考えられる。

ICによる分析結果では $\text{NO}_3^-$ も一般クリーンルームと比較し大幅に少なく、外気処理のケミカルフィルタが有効であったことが分かる。 $\text{NH}_4^+$ についても、一般クリーンルームレベルより大幅に少ない値となった。

さらに、有機物もI期工事後では溶剤成分や脂肪族炭化水素類、あるいはフタル酸エステル類とその分解物などが検出されていたが、II期工事後にはその成分がほぼ検出されず、良好な成績を示した。総有機物量でも、Fig.7に示すとおり第1測定室ではI期工事後で $9.4 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、II期工事後には $0.09$

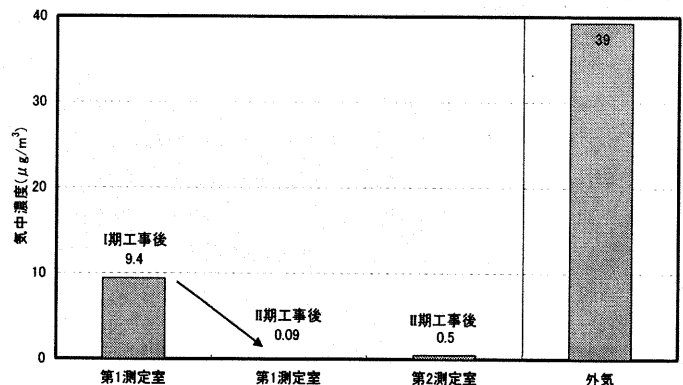


Fig.7 総有機物量の比較  
(Comparison of Total Organic Compounds)

$\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、第2測定室においてもII期工事後には $0.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ という、一般クリーンルームに比べて $1/10^3 \sim 1/10^4$ 程度の超清浄環境を実現させることができた。

$\text{NO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  連続測定の結果をFig.7に示す。 $\text{NO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  両物質とも外気の濃度変動は大きいにもかかわらず、測定室内の濃度は $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下と常時低濃度で推移していることが確認された。

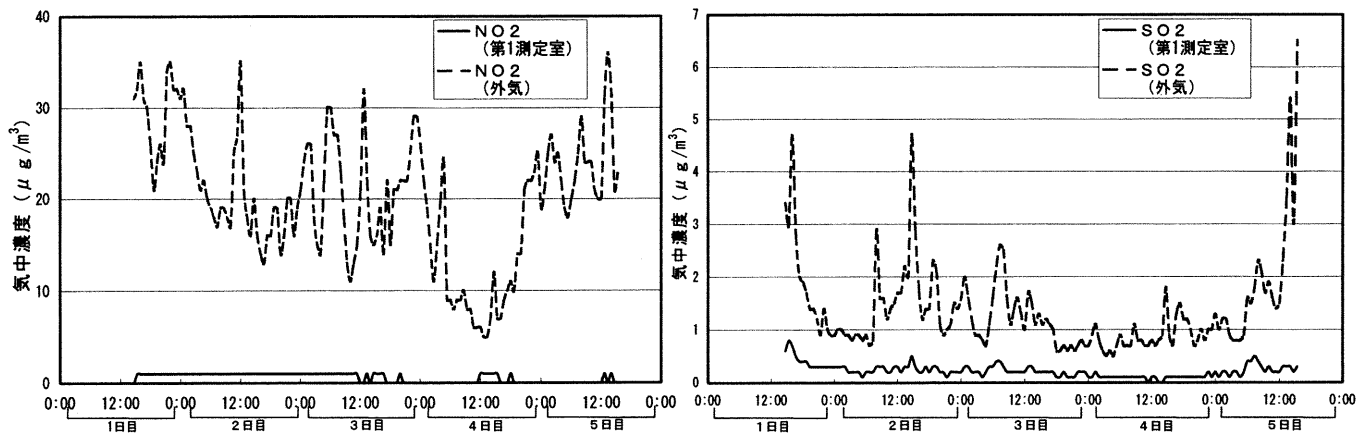


Fig. 8  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  の濃度変動 左:  $\text{NO}_2$  右:  $\text{SO}_2$   
(The Concentration Fluctuations of  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ , Left:  $\text{NO}_2$ , Right:  $\text{SO}_2$ )

## V. ウェーハ吸着による空気質評価

### 1. 目的

クリーンルームにおける分子状汚染物質は、直接室内気中濃度を計測し評価する方法と、ウェーハをクリーンルーム中に暴露させ、その表面に吸着した物質を加熱脱着させ評価する方法の2通りあり、後者の方法による報告が最近多くなっている。これは、ウェーハに化学物質がどれだけ多く存在していても、実際にウェーハに吸着しない限り歩留りに影響しないという考え方に基づくものである。ウェーハに吸着する化学物質は、気中成分と比較してDOP, DBP等の高沸点側の成分が一般的に吸着しやすいといわれている。現在、ウェーハ吸着量に関しては有機物に関する報告事例は多いが、それ以外の汚染物質であるB, P,  $\text{NH}_4^+$ 等のウェーハ吸着の報告例はまだ少なく、その吸着特性や挙動は未だ明確になっていない。そのため有機物以外にも、無機イオン、アミン類、B, Pについてもウェーハ吸着成分の定性・定量を試みた。また一般クリーンルームと比較するため、空気質ラボとケミカル対策を行っていない実稼働中の一般クリーンルームにおいてウェーハ暴露による吸着試験を行った結果と比較を行った。

### 2. 試験・分析方法

試験に用いたウェーハは有機物用、無機イオン・アミン類用、B・P用の3種である。8インチ自然酸化膜付きウェーハを調査前に予め洗浄し、試験に供した。ただし、一般クリーンルームではB, Pの測定はドーピングされたウェーハをそのまま用いたため、ブランク値から差し引いて比較した。

サンプリングは、ウェーハを室内気流方向に対してに平行に設置し24時間暴露・吸着させた。

分析方法については有機物はウェーハ加熱脱着(WTD)-GC-MSで定性・定量した。また、ウェーハを超純水にて洗い出し後無機イオン、アミンはICに、B, PはICP-MSにかけてそれぞれ定性・定量を行った。

### 3. 試験結果及び考察

気中濃度とウェーハ吸着量の関係を有機物、無機イオン・アミン類、B, P別に示したものをFig. 9に示す。

#### (1) 有機物の挙動

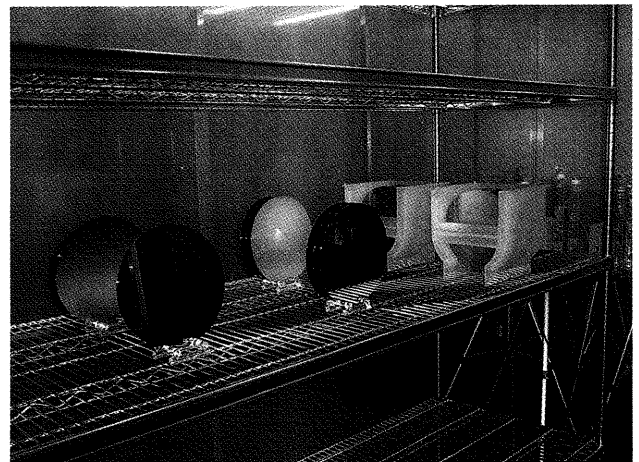


Photo 1 ウェーハ暴露状況  
(Wafer Exposure in "Air-Quality Testing Lab")

空気質ラボにおけるウェーハへのシロキサン, DOP, DBP, DOAの吸着は気中濃度同様ほぼ検出限界以下であった。しかし、一般クリーンルームにおいては、DOP, DBPなどの高沸点物質のウェーハ吸着量が他の物質に比べて多く確認された。また、D3~D7程度の低分子環状シロキサンは気中濃度、ウェーハとも検出されなかった。さらに、一般クリーンルームにおいてはD10, D11及びDOAは気中濃度では検出限界以下に関わらず、ウェーハからは検出された。シロキサンはSiの数が多くなるに従い、ウェーハ吸着量が増加する傾向にあると考えられる。

#### (2) 無機イオン・アミン類

空気質ラボでは $\text{NH}_4^+$ が気中で微量検出されたが、ウェーハには吸着成分としては検出されなかった。この傾向は一般クリーンルームでも同様であり、 $\text{NH}_4^+$ は室内濃度に存在していても、ウェーハには検出されにくいという結果となった。

一般クリーンルームで見られた2-アミノ-2-メチルプロパノール(AMP)やシクロヘキシルアミン(CHA)は、気中濃度に対しウェーハに吸着しやすい傾向があるが、いずれも

空気質ラボでは気中、ウェーハの両方とも検出されなかった。

### (3) B, P

空気質ラボではBはごく微量のウェーハ吸着が見られたが、その量は一般クリーンルームの1/100以下のレベルであった。Pは両環境ともウェーハからは検出されなかった。

### VI. まとめ

- ①建材や設備機器、工法の適切な選定と、外気及び室内の除去システムの採用により、ケミカルバックグラウンドが極めて少ない空気質評価室『空気質ラボ』を開発した。
- ②空気質ラボ室内の空気質測定を行い、従来のクリーンルーム環境と比較し、室内の化学成分濃度が大幅に抑制されていることを確認した。建築的対策で総有機物量 $9.4 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、建築+設備的対策で $0.09 \mu\text{g}/\text{m}^3$ まで低減させた。B, Pも検出限界以下、無機イオンは $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{NO}_3^-$ がごく微量検出されたが、その他の物質は検出限界以下であった。
- ③空気質ラボ内にウェーハを暴露させ、吸着する物質を把握し、一般クリーンルームとの比較を行った。その結果、空気質ラボ内ではシロキサンやフタル酸エステル類等の高沸点化合物は吸着が認められなかった。無機イオンも検出限界以下であり、ごく微量のBの吸着が認められたがPは検出されなかった。

現在、クリーンルームや集合住宅における材料評価・選定などに本施設は利用されている。今後はさらに除去システムのモックアップレベルでの評価も行う予定である。

### 参考文献

- 1) 市野, 荒井, 武廣, 高橋, 涌井, 三好, 寒河江; 建物における化学汚染抑制技術の開発(その1), 空気調和・衛生工学会学術講演会論文集, 2000.
- 2) 武廣, 市野, 荒井, 高橋, 涌井; クリーンルームにおける分子状汚染物質のウェーハ吸着特性, 日本建築学会大会学術講演梗概集, 2001.
- 3) 涌井, 荒井, 武廣; 建材の含有成分とVOC放散量に関する研究-その1 木質系化粧板の含有成分調査とVOC放散量試験-, 日本建築学会大会学術講演梗概集, 2001.
- 4) 斉木他; 半導体プロセス環境における化学汚染とその対策, リアライズ社, 1997.
- 5) 日本空気清浄協会; 空気清浄No. 34, 1999.

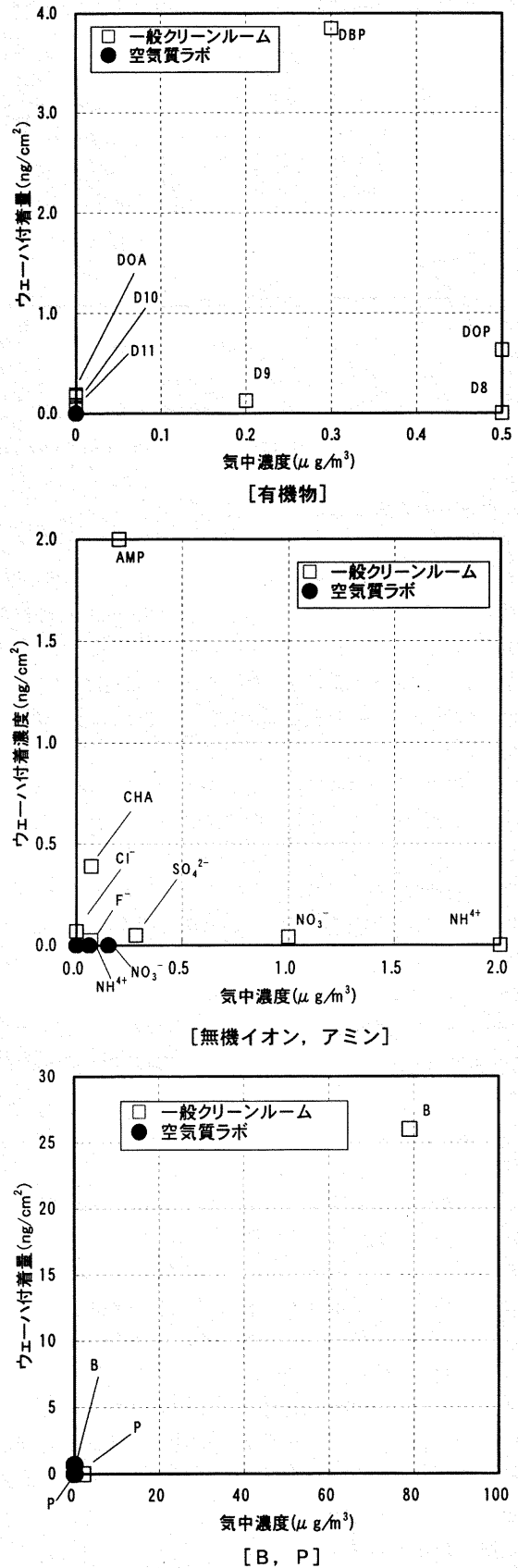


Fig. 9 気中濃度とウェーハ吸着量の関係  
(Relationship between Air Concentration and Adsorption Amount on Wafer)