

超低温冷却システムの開発

● Development of Very Low Temperature Cooling System



松田紀元*



梶川 悟**



池田昌彦**



望月武利***



大西泰寛***

要 旨

蒸着装置やスパッタリング装置などのコールドトラップ用として用いられる -150°C レベルの超低温冷却装置を開発した。この冷却装置には6成分の冷媒を封入した4段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルを採用し、1台の圧縮機で -150°C の到達温度を実現するとともに、冷却温度 $-150\sim 0^{\circ}\text{C}$ の範囲で運転可能な温度制御機能拡大技術を確認した。

ABSTRACT

A very low temperature (-150°C) cooling system has been developed for cold trap of vapor deposition or sputtering equipment. This system employs the four step phase separation and mixed refrigerant cycle enclosing six types of refrigerants. The new system can generate -150°C temperature with one compressor. And besides, the expanded capability technique for controlling temperatures, with which the system can be operated, within the wide range of cooling temperatures from -150°C to 0°C has been established.

1. まえがき

近年、真空成膜の分野でのコールドトラップや、バイオの分野における血液、細胞の長期保存用のフリーザなど、幅広い分野で超低温冷却技術が求められている。低温を発生する装置としては、一般に -60°C 以上では単一冷媒を使ったフロン冷凍機が、 -200°C 以下ではヘリウム冷凍機が使用されている。 -150°C 付近の領域では従来から液体窒素を寒剤とした冷却装置が多く使用されてきたが、ランニングコストが高価であること、液体窒素の補充作業が煩雑であること、などの難点があった。筆者らは前述の難点を解消するものとして、数年前から混合冷媒を封入して1台の圧縮機で -150°C が得られる超低温冷却装置の開発を進めてきたが¹⁾、この度、図1に示すような超低温冷却装置(RCT-30)を開発するとともに、運転温度範囲の拡大についても検討し、 $-150\sim 0^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で運転できる技術を確認したので報告する。

2. 各種超低温冷却システム

一般に、 -150°C レベルの超低温を発生するための方法としてはつぎの方法がある。

- (1) 低沸点の単一冷媒を高圧力で凝縮（または冷却）し、断熱膨張および蒸発させる。

- (2) 沸点の異なる複数の冷媒を、別々に独立した冷凍サイクルに封入して組み合わせた多元冷凍サイクルを採用する。

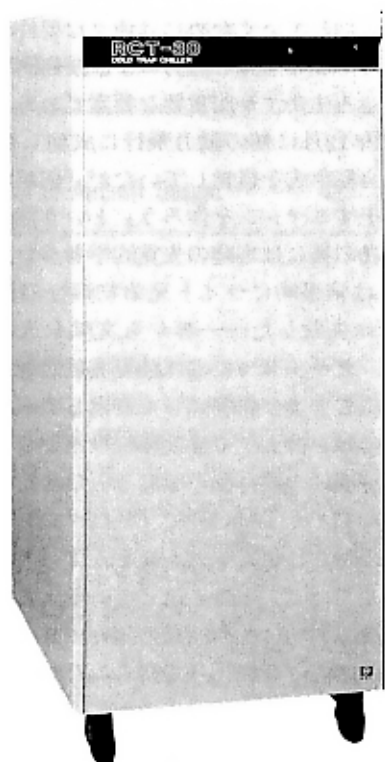


図1 超低温冷却装置外観

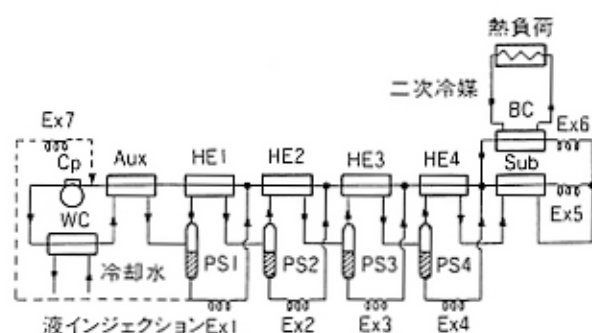
(3) 沸点の異なる複数の冷媒を一つの冷凍サイクルに封入した混合冷媒冷凍サイクルを採用する。

上記のうち、(1)の方法は圧縮比が大きくなるため、圧縮機の体積効率が大幅に低下し、所要の冷却能力を得るには大容量の圧縮機を必要とするばかりでなく、機器の耐圧限界を引き上げなければならないという欠点がある。

また、(2)の方法は冷凍サイクルの段数だけ圧縮機を必要とする（例えば3元冷凍サイクルならば3台の圧縮機が必要になる）ため、装置全体が複雑で大きくなるとともに、可動部である圧縮機の数が増えることにより装置の信頼性低下を招くという欠点がある。そこで、筆者らは1台の圧縮機を搭載して、コンパクトで信頼性が高く、しかも圧縮機が大きくなりえない混合冷媒冷凍サイクルを採用した超低温冷却装置の開発に着手した。

3. 混合冷媒冷凍サイクル

開発した超低温冷却装置に採用している混合冷媒冷凍サイクルの基本構成を図2に示す。圧縮機から吐出された高温、高圧のガス冷媒は水冷コンデンサおよび補助コンデンサで冷却され、沸点の高い一部の冷媒は液化して気液混合状態となり第1気液分離器に入る。そこで分離された液冷媒はキャピラリチューブで減圧されて気化しながら低压ガス冷媒ラインに合流する。



Cp : 圧縮機
HE : 熱交換器
PS : 気液分離器
WC : 水冷コンデンサ
Ex : キャピラリチューブ
Sub : サブクーラ
Aux : 補助コンデンサ
BC : ブラインクーラ

図2 4段気液分離形 混合冷媒冷凍サイクル

一方、ガス冷媒は対向流形の熱交換器で冷却され、一部液化して第2気液分離に入る。以下、同様の過程を繰り返して最終段のサブクーラ出口では約 -145°C まで温度が降下する。 -145°C の液冷媒をキャピラリチューブで断熱膨張させることによって2次冷媒を -150°C まで冷却することができる。

このように、4段の気液分離器と6段の対向流形熱交換器並びにキャピラリチューブを組み合わせることによって圧縮比をあまり大きくすることなく -150°C を達成できるのが混合冷媒冷凍サイクルの特徴である。この混

合冷媒冷凍サイクルの基本原理はかなり前から知られており、天然ガス液化用に適用されている²⁾。

一方、混合冷媒冷凍サイクルを実用化しようとするとき、重要になるのは各段のキャピラリチューブの寸法および6成分の冷媒封入割合の適正化である。設計段階では冷凍サイクルの凝縮圧力、蒸発圧力および各段熱交換器の温度を仮定することによって上記の各段のキャピラリチューブの寸法や6成分冷媒封入割合の適正値を予測することができるものの、最終的には実験によって試行錯誤することによって決定される。その際に、それらがほぼ適正値になっているか否かを判別するには各段熱交換器の温度を計測すればよく、これがほぼ等間隔で降下していれば適正値になっていると考えてよい。各段キャピラリチューブの寸法や6成分冷媒封入量割合が適正化されたときの各段熱交換器の温度降下の一例を図3に示す。

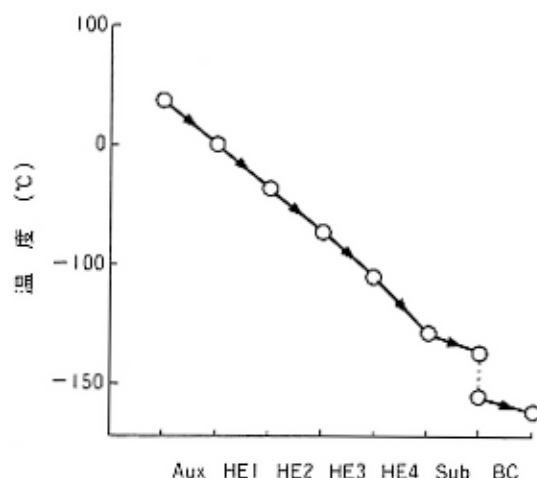


図3 運転中の熱交換器温度分布

4. 超低温冷却装置の特徴および性能

4-1 仕様および構造

超低温冷却装置の主な仕様を表1に、構造を図4に示す。到達温度 -150°C は多元冷凍サイクルや混合冷媒冷凍サイクルを採用したコールドトラップ用の超低温冷却装置としては現段階で最も低い温度であり、 -130°C における冷却能力と運轉動力の比で表わした成績係数(COP=0.09)も類似製品に比べて国内外で最高レベルである。

構造としては、装置の軽量、小形化のため、熱交換器のコンパクト化に重点をおき、2重管式の内管に高性能伝熱管（コルゲート付内面溝付管）を採用するとともに、6段の熱交換器を同一平面寸法のトラック形にコイル巻きしたものを積重ねて一体化した。熱交換器の上部には2次冷媒を冷却するブラインクーラを配置し、2次冷媒の循環には自然循環方式を採用した。

表1 超低温冷却装置の仕様

項 目	仕 様
外形寸法	670×630×1,480mm
電 源	3φ、200V、50/60Hz
サイクル	四段気液分離形 混合冷媒冷凍サイクル
冷 媒	R11、R12、R13、R14、R50、R740
到達温度	-150°C
冷却能力	200W(-130°C)
装置質量	200kg
運転動力	2.2kW

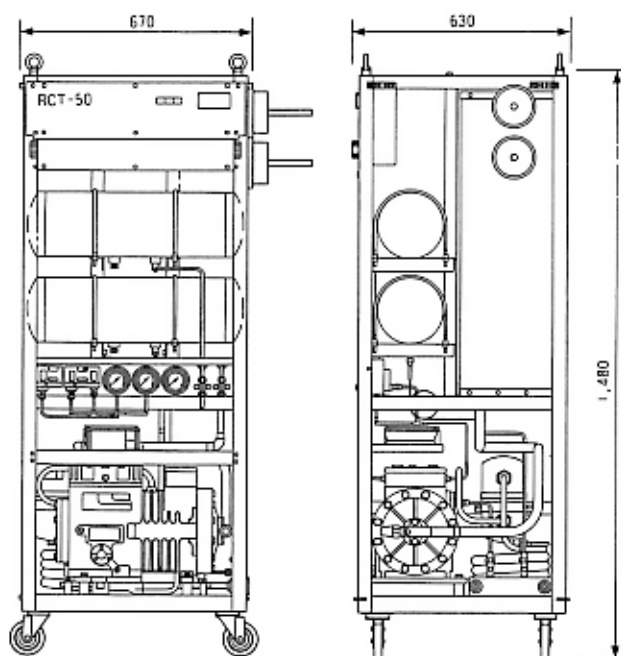


図4 超低温冷却装置の構造

4-2 冷却性能

開発した超低温冷却装置(RCT-30)の冷却性能を2次冷媒ラインに負荷した熱量(=冷却能力)と2次冷媒の温度(=冷却温度)の関係で表わしたものを図5に示す。図から明らかなように、無負荷時の到達温度は

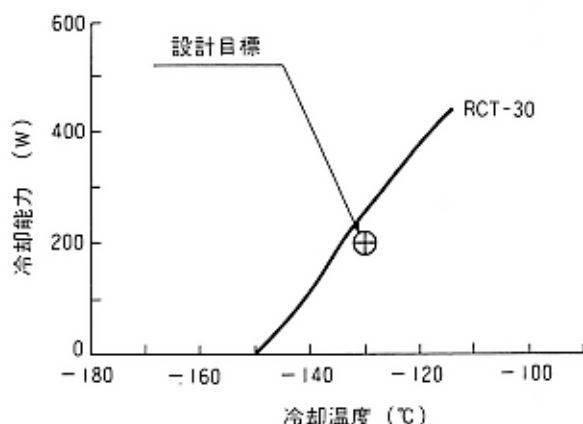


図5 冷凍機の冷却性能

-150°Cで、熱負荷を増大させるにつれて冷却温度はほぼ直線的に上昇する。そして-130°Cにおける冷却能力は250Wとなっており、到達温度、冷却能力ともに同程度の容量をもつ製品では世界のトップレベルの性能が得られた。冷却能力400Wまでしか実験データがないのはそれ以上熱負荷のもとでは冷凍サイクルの運転特性が許容限界を超えるからである。これは開発機の運転可能温度範囲を示すもので、2次冷媒ラインに熱負荷をかけたときの冷却温度と圧縮機吐出ガス圧力および吐出ガス温度の関係を求めると図6のようになる。すなわち、冷却温度の上昇に伴い吐出ガス圧力、吐出ガス温度ともにほぼ直線的に上昇し、冷却温度が-110°C以上になると両者とも許容限界を超える。このことから開発機において連続運転可能な温度領域は-150~-110°Cであるといえる。

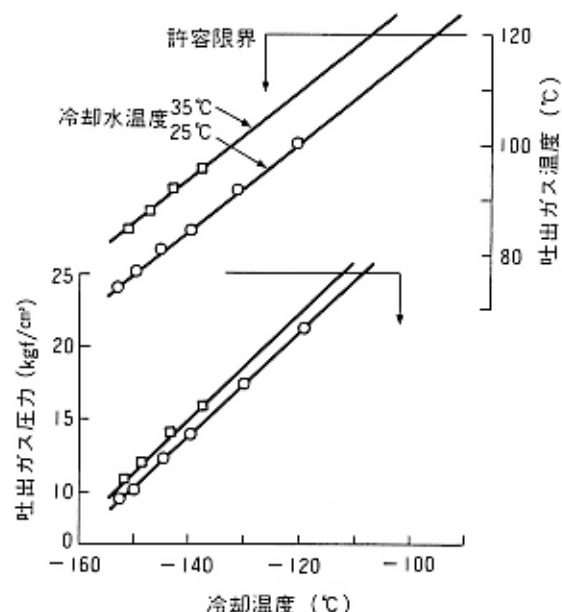


図6 運転温度と許容限界

5. 超低温冷却装置の応用

5-1 低温エッチング装置への適用

半導体素子の高密度化に伴いエッチング時の溝幅の縮小に対する要求が高まっている。これを実現する手段の一つとして低温エッチングに関する検討が盛んになっている^{3,4)}。低温エッチングの際のウェハ冷却温度の適正值はエッチングされる材料によって異なり-130~0°Cと幅広い。現状では実験時のウェハ冷却手段として液体窒素を使用しているケースがほとんどであり、問題点としては(1)ランニングコストが高い、(2)補充作業が煩雑である、等々があげられる。

そこで、今回開発した超低温冷却装置を低温エッチング装置のウェハ冷却に適用することを提案し、適用時の要求機能、すなわち-150~0°Cで運転可能な温度制御技術について検討した。

5-2 温度制御技術の検討

図7は低温エッチング装置の電極冷却を想定した模擬実験装置を示す。実験装置の特徴は2次冷媒ラインにバイパス弁を設けたことで、電極部の温度を -110°C よりも低くするときにはこれを閉じ、 -110°C よりも高くするときにはバイパス弁を開き、2次冷媒の一部をバイパスさせる。

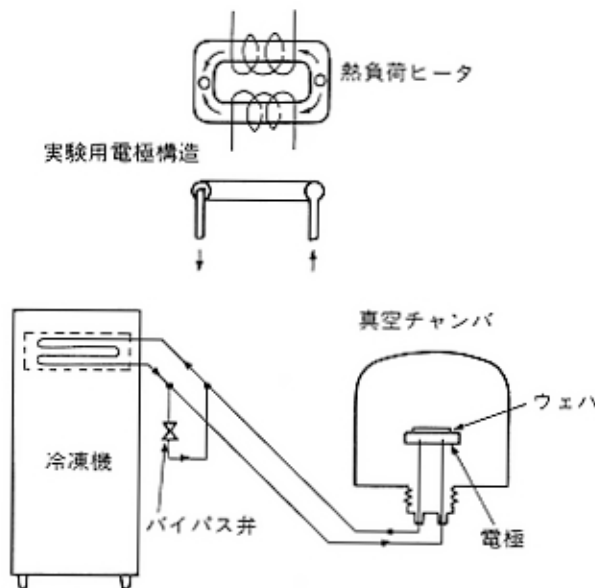


図7 低温エッチング装置の模擬実験装置

電極部にはヒータを装着しており、熱負荷を段階的にかけながら、バイパス弁の開度を変えて電極部の温度と熱負荷(=冷却能力)の関係を調べた。

実験の結果は図8に示すとおりで、バイパス弁の開度と熱負荷を調節することによって電極部の温度を -150°C ～ 0°C の間で任意の温度に制御できることがわかった。

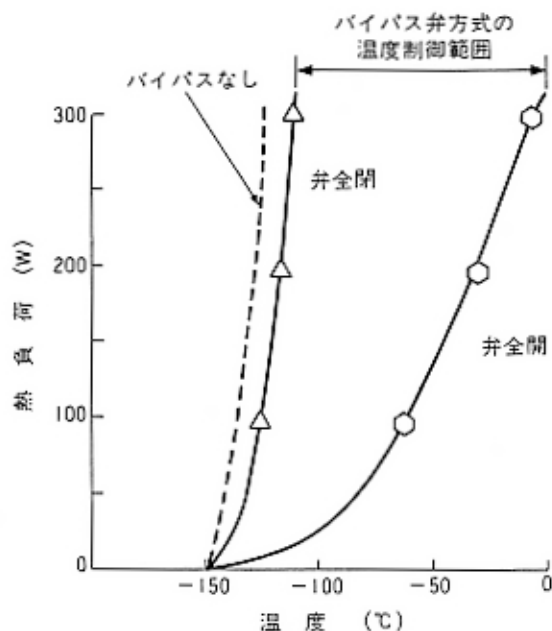


図8 温度制御機能の拡大

6. 今後の課題

- (1) シリーズとして冷却能力400Wおよび600Wの機種を追加する。400W機は平成2年下期中に完成する。600W機は平成3年度中に試作機を完成する予定である。
- (2) 使用している冷媒の中に特定フロンが含まれているので代替冷媒への置き換えを検討する。平成3年度中に見通しをつける。

7. まとめ

今回6成分の混合冷媒を封入した4段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルを採用し、1台の圧縮機で -150°C の到達温度と -130°C における冷却能力200W以上を実現する超低温冷却装置を開発した。

この冷却装置を低温エッチング装置のウェハ冷却に適用する際の温度制御技術について検討し、 -150°C ～ 0°C の間で制御する技術を確立した。

今後、冷却装置のシリーズ化を目指して冷却能力の大容量化ならびに低温化を進め、幅広い用途に対応していく予定である。

参考文献

- (1) 望月 他3名, 新明和技報, Vol.2, p.15-20(1989)
- (2) 日本冷凍協会, 冷凍空調便覧 基礎編
- (3) 田地, Semicon News, p.148-154(1989)
- (4) 田地, 応用物理, 第59巻 第11号 (1990)