



超高純度酸素およびアルゴンを併産する窒素製造プロセス

Nitrogen Generation Process for Co-production of Small Amounts of Ultra High Purity Oxygen and Argon

荒川 萌美*

橘 博志*

ARAKAWA Moemi

TACHIBANA Hiroshi

1. はじめに

1.1 背景

半導体製造工程では、大量の窒素がキャリアガス、保安用など様々な用途で消費されるのに加え、最先端のプロセスでは不純物を10~100 ppb未満という厳しい水準に抑えた超高純度酸素やアルゴンが求められる。表1に近年の半導体工場向け製品仕様の例を示す。これまでの半導体工場向けのガス供給は窒素ガスをオンサイトの窒素製造装置(NGU)で生産し、酸素やアルゴンを生産工場からローリー車で液を供給する組合せで対応してきた。しかし、近年は半導体工場の大規模化に伴い、各ガスの供給量が増え、酸素・アルゴンについてもオンサイト生産が求められるようになった。これらの要求に対し、当社では、既存プロセスの組み合わせで提案しており、複雑な構成で消費動力も大きかったため、近年の製品仕様に適した装置の開発が求められていた。また、装置の大型化に伴い、装置停止時のバックアップについても従来とは異なる対応が必要であった。

このような背景のもと、当社では、超高純度酸素、および超高純度酸素とアルゴンを効率的に安定して併産可能なNGUを開発した。本報では、開発したプロセスの概要と、大型化したNGUに求められる装置停止時のバックアップ手法について紹介する。

表1 近年の半導体工場向け製品仕様の例

製品	流量[Nm ³ /h]	純度
窒素	25000	O ₂ ≤ 10~1000 ppb
酸素	1000	O ₂ ≥ 99.6~99.8%
超高純度酸素	200	N ₂ , Ar ≤ 10 ppb
アルゴン	100	N ₂ , O ₂ ≤ 1000 ppb

*各製品純度は上記に加え炭化水素類(THC) ≤ 10~1000 ppb

2. 開発した NGU プロセスの概要

2.1 超高純度酸素を併産する NGU

一般的な空気分離装置(ASU)で生産される酸素純度は、酸素99.6~99.8%で残り0.2~0.4%の大半をアルゴンが占め、さらに炭化水素類(THC)などの不純物が数十~数百ppm含まれる。一方、超高純度酸素は各不純物を10~100ppbまで除去することが求められる。酸素中のアルゴンおよび窒素は精製器では除去できないため、蒸留精製で除去する必要がある。THCについては精製器で除去可能であるが、精製器入口で数十ppmまで低減する必要がある。

図1に(a)従来プロセスと(b)新プロセスとのプロセスフローの比較を示す。窒素ガスに加えて超高純度酸素を生産する場合、従来技術では二塔式NGU¹⁾の後段に酸素塔、低圧塔と高圧塔からなる高純度酸素塔、種々の熱交換器、循環窒素圧縮機(RNC)などの回転機を組み合わせることにより超高純度酸素を併産している。

生産された酸素中のTHCの除去が高純度酸素塔の高圧塔、アルゴンの除去が酸素塔と高純度酸素塔の低圧塔で行われており、機器構成が煩雑で消費動力が大きいことが課題であった。

新プロセスは、従来プロセスと同様、二塔式NGUをベースに後段に酸素塔を組み合わせているが、高純度酸素塔を削除することでシンプルな構成とした。THCは第二精留塔下部の段数を増やすことで除去し、THCが除去された液化空気を第二精留塔の中間から抜き出し、酸素塔でアルゴンと窒素を除去する。第二精留塔下部と酸素塔に不純物除去の機能を集約することで、従来より簡潔なプロセス、機器構成で超高純度酸素が得られるようになった。なお、窒素収率や消費動力は、窒素のみを生産する二塔式NGUとほぼ同等であり、酸素生産による窒素収率の低下や追加動力は数%程度である。

* プラントエンジニアリングセンター
プロジェクトソリューション統括部 エンジニアリング部 開発課

2.2 超高純度酸素およびアルゴンを併産する NGU

図 2 に(a)従来プロセスと(b)新プロセスとのプロセスフローの比較を示す。窒素ガスに加えて超高純度酸素とアルゴンを併産する場合、従来技術では低压塔と高压塔、粗アルゴン塔、アルゴン精製ユニットからなる複式精留 ASU をベースに、後段に高純度酸素塔、種々の熱交換器や RNC を組み合わせることにより超高純度酸素とアルゴンの併産を可能としている。しかし、複式精留 ASU がベースのため、窒素の副産物として過剰に生産された酸素やアルゴン

を多量に廃棄することになり非効率で消費動力が高く、機器構成が煩雑である。また、原料空気が通常の NGU に比べて低压のため MS 吸着器等の前処理設備の大型化、複雑化が必要となる。

新プロセスは、前述の超高純度酸素を併産する NGU のプロセスをベースとし、その後段に粗アルゴン塔とアルゴン精製ユニットを付属させることで、超高純度酸素およびアルゴンを併産している。新プロセスは機器構成がシンプルとなり、効率的な製品の生産により 20%以上の動力削減を実現している。

- | | | | |
|------------|--------------|------------------|----------------|
| 1. 原料空気圧縮機 | 6. 高純度酸素塔高压塔 | 11. 液化酸素ポンプ | 16. 低压塔 |
| 2. MS吸着器 | 7. 高純度酸素塔低压塔 | 12. 循環窒素圧縮機(RNC) | 17. 窒素圧縮機 |
| 3. 第一精留塔 | 8. 膨張タービン | 13. 触媒筒 | 18. 粗アルゴン塔 |
| 4. 第二精留塔 | 9. 主熱交換器 | 14. 冷凍機 | 19. アルゴン精製ユニット |
| 5. 酸素塔 | 10. 液化窒素ポンプ | 15. 高压塔 | |

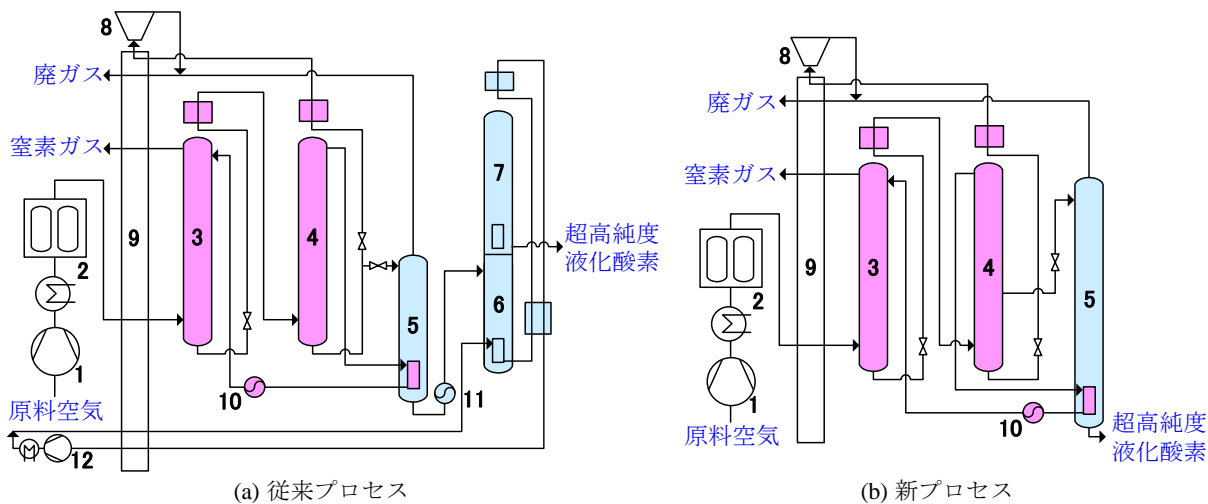


図1 超高純度酸素を併産するNGUのプロセスフロー

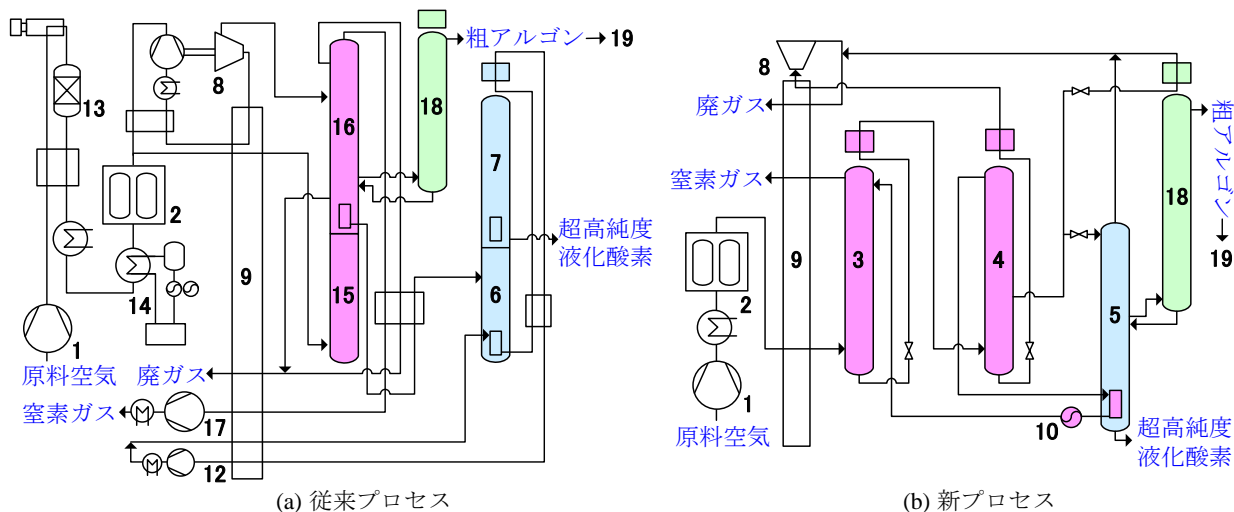


図2 超高純度酸素とアルゴンを併産するNGUのプロセスフロー

また、原料空気の圧力は一般的な NGU と同等であるため、前処理設備に触媒筒や冷凍機が不要となり、コンパクトになっている。

3. 装置停止時のバックアップ

3.1 従来のバックアップシステム

図 3 に従来と近年の大型装置のプラント構成の比較を示す。図 3(a)に示す従来の構成は、NGU1 系列+大型の液貯槽というシンプルなものである。通常時は NGU100%運転でガス全量を供給し、メンテナンスや緊急停止などで NGU が停止している間は全量を液貯槽から液化ガスを気化させて供給・バックアップしている。小型の NGU の場合はこの構成で問題ないが、窒素数万 Nm³/h の大型 NGU では、大型の貯槽設備が必要となる。また、バックアップが長期間となる場合は大型貯槽でも連続的な供給が困難な場合がある。

3.2 近年の大型装置のバックアップシステム

大型 NGU でも安定してガスを供給できるよう考えられた近年の構成を図 3(b)に示す。NGU2 系列+小型の液貯槽の構成で、通常時は 50%減量運転の NGU2 基から 100%のガスを供給し、1 基が停止した際はもう一方を 100%に増量して製品を供給する。この場合、貯槽からのガス供給が必要とされるのは増量中の数十分のみであり、バックアップ液量を最小化することができる。

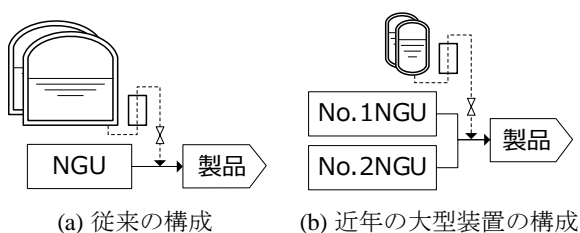


図3 従来と近年の大型装置のプラント構成の比較

3.3 ダイナミックシミュレーションによるバックアップ運転開始時の動的挙動の確認

近年の大型装置のバックアップシステムを採用し、ガスを安定供給するためには、装置が緊急停止した場合に、高速で安定した増量操作が必要となる。そのため、超高純度酸素併産プロセスにおいてダイナミックモデルを用いて 50%から 100%へ増量した場合のシミュレーションを行い、その際の動的挙動を

調査した。その結果、図 4 に示す通り一時的に製品純度に変動はあるものの、5%/min の増量速度で安定して 50%→100%の窒素の増量が可能であることを確認した。

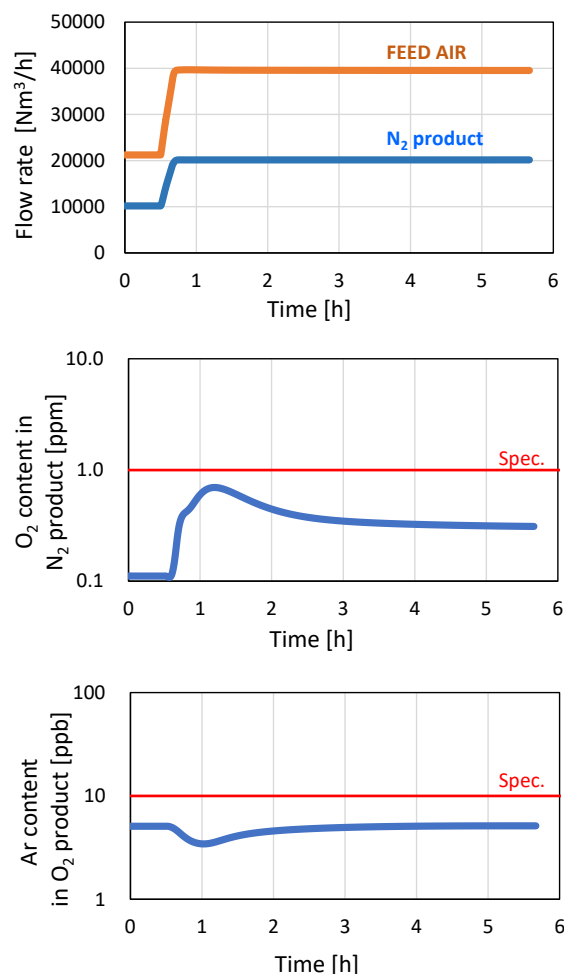


図4 超高純度酸素を併産するNGUの増量運転時のダイナミックシミュレーション結果 (50%→100%, 5%/min)

4. おわりに

二塔式 NGU のプロセスを改良することにより、二塔式 NGU と同等の消費動力で、窒素収率を維持したまま超高純度酸素を併産可能な NGU、および超高純度酸素とアルゴン併産可能な NGU を開発した。いずれも従来システムと比べると構成機器点数は減少し、初期コストやメンテナンスコスト、消費動力は低減した。さらに、ダイナミックシミュレーションにより 5%/min の速度での 50%→100%の増量操作が安定して実施可能であることを確認している。

現在、超高純度酸素を併産する NGU は本プロセスの適用を開始している。今後さらに、本プロセス

の採用を推進し、ガス単価の低減、安定供給、環境
負荷低減に貢献していきたい。

参考文献

- 1) 入澤真, MG10600 型窒素製造装置, 日本酸素技報
No.22, 2003