

	い　け　だ　のぶ　かず
氏　　名	池　田　信　一
授　与　学　位	博士(工学)
学位授与年月日	平成10年3月25日
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第1項
研究科、専攻の名称	東北大学大学院工学研究科(博士課程)電子工学専攻
学　位　論　文　題　目	半導体製造用高性能ガスパネルに関する研究
指　導　教　官	東北大学教授 大見 忠弘
論　文　審　査　委　員	主査 東北大学教授 大見 忠弘 東北大学教授 坪内 和夫 東北大学教授 高橋 研

### 論 文 内 容 要 旨

半導体製造において信頼性、再現性を高め、極低不良率を達成するため、感や経験に頼るのではなく学間に裏付けられたゆらぎのない半導体製造技術を確立すること、即ち *Scientific Semiconductor Manufacturing* の実現は半導体産業の発展に不可欠である。半導体素子の高集積化とともに微細化、薄膜化がはかられ、コストダウンに対応すべく生産性向上のため処理ウェハは大口径化した。この両立にウルトラクリーン化は必須である。本研究ではバルブの開閉操作だけで自由自在に（必要なときに必要なガス流量を正確且つ精密に）特殊材料ガスを供給できる水道方式による高性能ガスパネルの構築を目的とした。

ガス供給系構築に溶接施工は不可欠であることから、第2章では信頼性の高い清浄溶接施工技術の開発について述べる。ガス供給系用材料としてオーステナイト系ステンレス鋼SUS316Lが主に用いられているが、鋼材の製造方法の違いにより不純物量が異なる。そのため凝固モードや対流方向に違いが生じ結果として溶接の内面ビード表面に大きな差が生じる。シングルメルト材の場合、内面ビード表面はミクロンオーダーのデンドライト結晶の突起が全面にわたり多数存在し、また溶接部と母材部の境界付近にはクレーター状の欠陥も存在する。こうした表面ではパーティクルの付着残留の可能性が高く超高純度ガス供給系としては相応しくない。一方、不純物の少ないダブルメルト材のビード表面は高倍率の観察においても滑らかな表面が得られる。溶接施工に起因するパーティクルは、アーク力等により自動溶接ヘッド内の雰囲気が突き合わせ面を通して押し込まれてくるものと母材成分とりわけマンガンの蒸発によるものの2つであることを明らかにし、対策として前者は溶接時バックシールドガスの流量調整によって内圧を加えることにより、後者はマンガン含有量0.05%以下のダブルメルト低マンガン材を用いることで防止できることを示した。溶接を伴う超高純度ガス供給系にはダブルメルト低マンガン材の採用が表面性状とパーティクル汚染の観点から不可欠である。また、溶接ビードのバラツキがチューブ端面の微小なバリの残留や溶接機へのセッティングに関係していることから内圧管理溶接施工を推奨した。突き合わせ面にバリ等があればリークしてセッティング圧力まで上昇しないので被溶接品をセットしたあと内圧をチェックすることで簡単に見つけられる。また、同様にして自動溶接機のクランプが確実に行なわれたかどうかの確認もできる。1/4インチの場合、内圧を80~120mmH<sub>2</sub>Oでコントロールすると、内面ビード部は表面張力と内圧のバランスによりチューブとほぼ同径となり、自動溶接ヘッド内の雰囲気から侵入するパーティクルも防止できる。内圧管理溶接技術は溶接施工の信頼性を格段に高め、高清浄溶接が極めて安定して施工できる。

超高純度ガス供給系構築後の外部リーク検査において、溶接部や接合部を1ヶ所づつヘリウムリーク試験により確認するのではなく、逆拡散により漏れ箇所から侵入してくる大気成分を大気圧ガス質量分析計

(APIMS)で確認することにより配管全体を一挙にヘリウムリークディテクターと同等感度でリークの有無が確認できる技術が完成している。配管施工費にしめる検査費用は大きなウエイトをしめているため、施工が完璧であればこの方法で大幅な低価格化が期待できる。第3章では上述のインスペクションフリーを目指した小型継手の開発について述べる。現在半導体製造用ガス供給系に最も多く用いられているメタルガスケット継手はR形状の突起でガスケットを挟み込み外部リークをシールしている。このシール面で配管に加わる各種応力もサポートしている。そこで、外部リークをシールする部分と配管からの応力をサポートする部分を分けるというコンセプトで新型継手を考案した。差し込み溶接を対象とした従来品に比べ突き合わせ溶接を対象に開発したためネジのサイズを30%小型化でき、同時に締め付けトルクも低減できた。継手本体とガスケットの接触面積が締め付けとともに段階的に増加し最後的に全面接觸となる構造にしたこと、締め付け完了時点でトルクが急増するため締め付け感が得られるようになった。締め付け過ぎや締め付け不足といったヒューマンエラー防止に有効である。施工を考慮し継手の信頼性を確認するため継手端面から100ミリ離れた部分を捩じりながらリークを調べるという非常に苛酷な捩じりリーク試験を実施した。従来の継手では5度の捩じりでリークしたが、新型継手では捩じり操作中も70度まで一切リークが認められず、85度捩じった後も静止中にはリークは認められなかった。さらに超高感度ヘリウムリーク試験として捩じりリーク試験を極高真空装置を用いて実施した結果、通常のヘリウムリークディテクターの最小検出感度に比べ4桁低い $2.24 \times 10^{-15}$ TorrL/sec以下のリーク量で検証することで、新型小型継手の外部リークに対する完全な信頼性を実証した。

信頼性の高い溶接施工技術や継手はできても、施工にはヒューマンエラーの危険性が残っている。そこで、第4章では締め付け判定機能付きの自動締め付け工具の開発について述べる。継手のナットのネジ部にはカジリ防止表面処理として従来から銀メッキが施されているが、規定角度の締め付けを繰り返すとトルクが徐々に上昇していくため締め付けの判定に支障をきたすことが解かった。繰り返し締め付けを行なってもトルク上昇を起こさない表面処理として、銀メッキに熱処理を施した。締め付け初期のトルクは未処理に比べ高くなつたが、繰り返し締め付けにおいて安定したトルクが得られた。熱処理により銀メッキの結晶が特定の方向に配向することにより滑り面が決まるのでトルクが均一となって安定したのではないかと考えている。ヒューマンエラーを想定して必要部品を抜いた締め付けトルク曲線は適正なものと大きく異なることに着目し締め付け角度と締め付けトルクをモニターし締め付けが適正に行なわれたかどうかを自動で判定する自動締め付け工具を開発した。また、SS無線による通信機能を附加して自動締め付け施工管理システムを構築した。信頼性の高い溶接技術と継手、及びヒューマンエラー対策としての自動締め付け施工管理システムにより、膨大な時間を要した超高純度ガス供給系施工終了後の検査を必要としないインスペクションフリー施工技術が確立され、超高純度ガス供給系の大幅な低価格化の可能性を示した。

これらの技術をベースに半導体製造装置の高性能ガスパネルについて第5章では述べる。ガスを汚染することなく供給するというだけでなく必要なガス流量をいかに正確且つ精密にプロセスチャンバーに送り込むかがここでの課題である。

クロム不働態処理を施したオールメタルタイプのマスフローコントローラー（以下MFC）6台、バルブ27台で構築したW-CVD用のガスパネル全体のドライダウン特性（水分濃度の枯れ特性）はアルゴンガス5L/minの室温ページ2時間で1ppbを下回った。ガスを1週間封じ切って放置した後のドライダウン特性はピーク濃度が2.3ppbで約20分のページで1ppbを切った。従来ガス系を封じ切ると徐々に配管内の水分濃度が上昇し腐食や特殊材料ガスの分解等が起こるため不活性ガスに置換されていたが、その必要性が無くなった。

ガスパネルにおけるガスの切り換え操作は空気圧作動弁で行なわれているが供給エアーチューブの長さや同時に作動するバルブの台数により作動速度にバラツキが生じ正確な切り換えとなっていた。そこで、飽和磁束密度の大きいパーメンジュールを用いて作動速度5msec以下の高速応答電動弁を開発し

正確なガスの切り換えを可能にした。ガスの流量制御はMFCにより行なわれているが、制御方式に起因して上流の圧力変動に対して流量変動するとか応答速度に問題があった。そこで圧力制御による流量コントロール弁（以下FCS）を開発した。オリフィス上流の圧力が下流の2倍以上あればオリフィスを通過するガス流量はオリフィス上流の圧力に比例するという原理に基づきオリフィス上流の圧力をコントロール弁で制御圧力にフィードバック制御する。圧力センサーは応答性が良いので応答速度が改善できた。構造上、コントロール弁上流の圧力変動の影響を受けないので上流に設置されている圧力調整器は不要となった。また、圧力制御であるためガス種に関係なく流量制御可能である。MFCの場合ガス種によってセンサー特性が異なるため、ガス種、ガス流量ごとにメンテナンス部品を持たないといけなかつたが、FCSの場合流量だけを考慮すれば良くなつた。バルブの開閉だけによるシンプルなガスの制御を検討した。MFCの場合、下流側のバルブを閉じるとガスが流れなくなるためコントロールバルブは全開となりバルブから上流には配管圧力が封入される。バルブを開くとMFCの応答特性も影響してオーバーシュートに引き続き流量が減少するという流量異常が約1秒発生する。一方、FCSの下流側のバルブを閉じるとオリフィス上流の圧力が上昇してくるためコントロール弁が閉じ制御圧力が封入される。次にバルブを開いたときにはオリフィスの下流とバルブの間に封入されたガスがオーバーシュートとして流れ出るが、このオーバーシュート量はバルブオリフィス間の内容積と制御圧力に関係するためオーバーシュート量を減らすことが可能となつた。これによりFCSと電動弁を一体化することで電動弁の開閉のみで正確且つ精密なガスの流量制御が可能になつた。従来の複雑なシーケンスは不要となりシンプルな制御のガスパネルができあがつた。

300ミリウェハ時代に向けガスパネルの小型化に取り組んだ。第3章で説明した継手のシール部のデザインをブロックの接合部に応用することでシール性に優れたフランジ接合方式を確立した。特殊3方弁の採用により2種類のバルブだけでガスシステムが構築できることを示した。メンテナンス性を考慮し一方向から全パーツの着脱が可能な集積化方式を提案した。この集積化によりガスパネルの面積は25から50%に縮小できるので、クリーンルーム内の専有面積を節約できると共に筐体、ダクト系、排風量等も小型化でき省エネルギーを可能にした。

半導体製造用ガス供給系の構築に必要な溶接施工並びに継手と自動締め付け工具を開発し、ガス供給系施工の信頼性を圧倒的に向上させることにより超高純度ガス供給系の低価格化を可能にすると共に圧力制御による流量コントロールシステムと高速応答電動弁の一体化により高速応答弁の開閉制御のみで正確且つ精密なガスの制御が可能であることを明かにした。水道方式による高性能ガスパネルが完成した。

## 審査結果の要旨

LSI 素子の微細化及びウェーハの大口径化に伴い、半導体製造プロセスにおける正確且つ精密なガス供給の制御が非常に重要となっている。著者はガス供給系構築のために必要な高清浄溶接施工技術と外部リークに対する信頼性の高い小型継手を開発した。さらに、バルブの開閉のみでガス流量を精密に制御するため、高速応答電動弁を一体化した圧力制御による流量コントロールシステムを開発した。本論文はこれらの研究成果をとりまとめたもので、全文 6 章よりなる。

第 1 章は序論である。

第 2 章では、溶接ビードの内表面形状や溶接に起因するパーティクルについて述べ半導体製造用超高純度ガス供給系に相応しい材料を提案している。また、内圧管理溶接施工を提案し溶接施工の信頼性を格段に向上させた結果について述べている。

第 3 章では、開発した新型小型継手の性能について述べている。捻じりリーク試験という過酷な外部リーク試験法を提案し、極高真空装置を用いて、実用化されているリークディテクタより 4 枠低いリーク量 ( $10^{-15}$ TorrL/sec) で検証することで、新型小型継手の外部リークに対する完全な信頼性を実証している。

第 4 章では、施工にからむヒューマンエラー対策として開発した判定機能付き自動締付け工具とその無線通信による継手施工管理システムについて述べている。また、これらの技術を組み合わせることにより、これまで膨大な時間を要したガス供給系施工終了後の検査を必要としないインスペクションフリー施工技術が確立された結果、超高純度ガス供給系の大幅な低価格化が可能となった。これは極めて重要な成果である。

第 5 章では、半導体製造装置に取り付けられる高性能ガスパネルについて述べている。ガス置換特性や真空排気特性、ドライダウン特性等基本的な特性結果から設計指針を導き出し、開発した圧力制御による流量コントロールシステムと高速応答電動弁を一体化することで電動弁の開閉のみで正確且つ精密なガス流量の制御が可能となることを示している。これは実用上極めて重要な成果である。

第 6 章は結論である。

以上要するに本論文は、半導体製造用ガス供給系の構築に必要な、溶接施工並びに新型継手と集中管理可能な自動締付け工具を開発し、ガス供給系施工の信頼性を圧倒的に向上させることにより、超高純度ガス供給系の低価格化を可能にするとともに、圧力制御による流量コントロールシステムと高速応答電動弁の一体化により高速電動弁の開閉制御のみで正確且つ精密なガスの制御が可能であることを明らかにしたもので、半導体電子工学の発展に寄与するところが少くない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。