

超高純度ガス供給用ステンレス鋼管の開発

Development of Stainless Steel Tubing for Ultra Pure Gas Supply System in Semiconductor Manufacturing

工博 寺西 洋志 住友金属工業(株)技術部クリーンステンレス特別チーム長
工博 古堅 宗勝 同社特殊管事業所製造部専任部長
東 茂樹 同社総合技術研究所化学研究部主任研究員
安藤 善信 住金ステンレス鋼管(株)営業本部副本部長
工博 大見 忠弘 東北大学未来科学技術共同研究センター教授

1. 研究開発の背景と目標

半導体工場では、製造工程が約300もあり、工程毎に腐食性ガスを含む、多種多様のガスを使用する。従って、工場の舞台裏は図1に示すように、総延長30kmにも達するステンレス鋼管が配管されている。これらの配管に起因する汚染物質がガス中に混入すると、回路の短絡や特性が劣化し、歩留の低下につながる。

半導体素子の高集積化にともなう巨大な設備投資を短期間で回収するため、チップサイズの縮小(チップシュリンク)の傾向が急速に進んでいる。

高集積化とチップシュリンクの両方とも超高純度のガスを求めており、クリーンガスの供給を受け持つステンレス鋼配管材料からのガス汚染を極低化する必要がある。

以上の背景を踏まえ、超高純度ガス供給用ステンレス鋼管の材料開発と製造プロセス開発を行った。

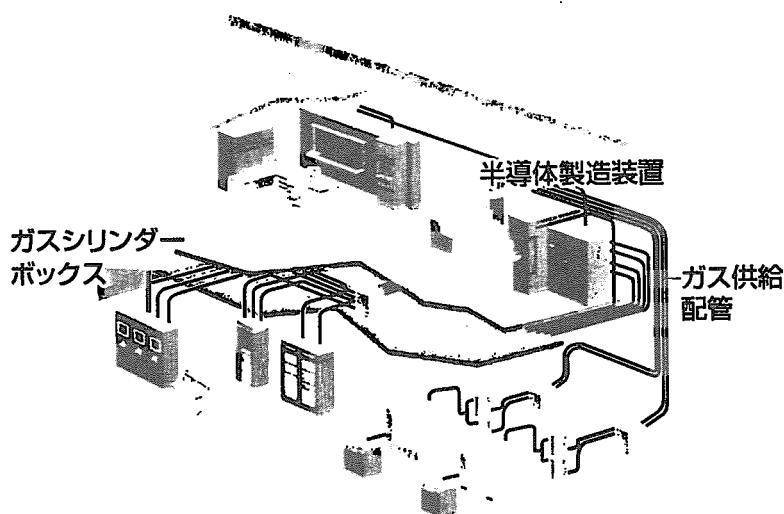


図1 半導体製造プラントのガス供給システム

2. 研究開発の経過

ステンレス鋼配管に起因するガス汚染には図2に示すように、発塵すなわちパーティクルと金属腐食生成物、水分、それに触媒反応によるガス変質がある。集積化が進展すると厳しい清浄度が要求される。このような清浄度のニーズに対して、従来は316L鋼管を使用し、内面粗さを、電解研磨により平滑化して、4Mbitまでの量産に対応していた。しかし、この方法は汚染原因そのものの除去ではなく、対症療法に過ぎないため汚染の低減には限界があった。

一方、コスト面で見ると、電解研磨は総コストの40%を占める高コストのプロセスである。従って、電解研磨に代わる低コスト平滑化技術が強く求められていた。

以上の背景を踏まえ、超高純度ガス供給用ステンレス鋼管の開発にあたり、次の技術目標を設定した。目標を図3に示す。すなわち、配管材料としては、16～64Mbitに対応できる極低発塵ステンレス鋼管と、256Mbit以上にも対応できる発塵・水分・ガス変質に完全に不活性なステンレス鋼管の開発であり、製造プロセスとしては、電解研磨に代わる低コスト平滑化技術の開発である。

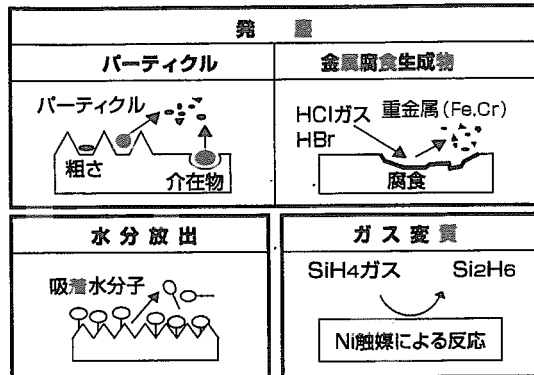


図2 配管に起因するガスの汚染要因

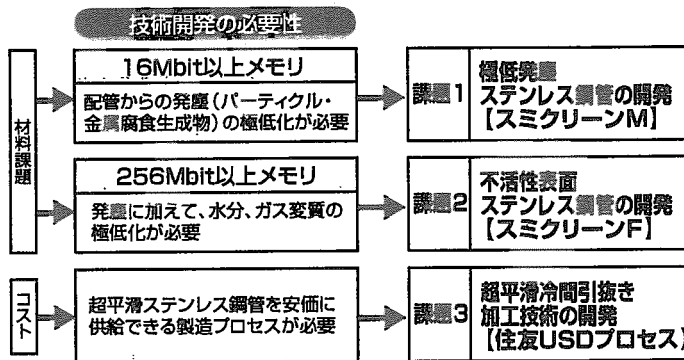


図3 開発課題

3. 研究開発の内容と特徴

(1) 極低発塵ステンレス鋼管「スミクリーンM」の開発

従来、発塵の主原因が母材の表面付着物、介在物、表面粗さとする考えに対して、TIG溶接部が1工場あたり配管だけで7000箇所、継ぎ手を含めると2万箇所もあることに着目し、母材部と溶接部の発塵性を比較した。溶接部は母材部に比べて、パーティクルで20000倍、腐食生成物で10倍、表面粗さで4倍というように、最大の発塵源であることを明らかにした。

そこで溶接部の発塵メカニズムを解明した。

図4に示すように、溶接時にはヒュームと溶接スラグが発生し、いずれもパーティクルとなる。ヒュームは蒸気圧の高いMn、スラグは酸素との結合力の強いAlが主成分であることが分かった。

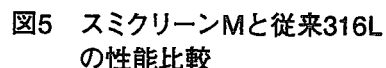


この指針に従って、溶接ヒューム、溶接スラグ、金属腐食生成物を極低化し、溶接ビード粗さの劣化を防止できる成分範囲を確立した。開発鋼の化学組成の特徴を表1に示す。従来の316Lに対して、Mnを2桁、S、Oを1桁減らし、Alを半減と、極低化したのが特徴である。この開発鋼をスミクリーンMと称している。

表1 スミクリーンMの化学組成 (mass %)

():実績値

以上、基本成分設計指針に立脚して、極低発塵ステンレス鋼管スミクリーンMを世界に先駆けて完成した。また本材料は、鋼管はもとより配管部品用の棒鋼、鋼板にも展開している。



(2) 不活性表面ステンレス鋼管「スミクリーンF」の開発

実生産を目前に控え、試験的な量産も始まっている256Mbit以上になると、発塵に加え、水分、ガス変質の徹底的除去が不可欠となる。その対策としては100%クロム酸化皮膜(CRP皮膜)が有効であることを発見致した。そのメカニズムを電解研磨材と比較して説明する(図6)。

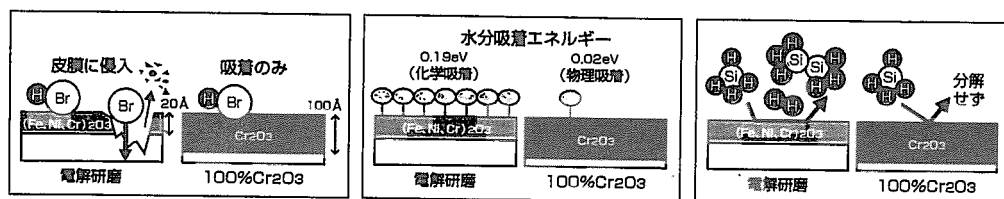


図6 CRP皮膜と電解研磨の比較模式図

電解研磨材の皮膜はFe、Ni、Crの複合酸化物であるが、Fe、Niは腐食性ガスに弱く、容易に腐食される。それに対してクロム酸化皮膜は熱力学的にも、より安定で極めて高い耐食性を示す。臭化水素ガス中でも、クロム酸化皮膜では腐食が起らず、表面からの臭素の侵入は認められない。

水分についても、クロム酸化皮膜は水分の吸着エネルギーが電解研磨材より1桁低く、物理的に吸着しているため、容易に水分を除去できる。

また、電解研磨材のように表面にNiを含むと、これが触媒となりシランガスが変質するが、クロム酸化皮膜では変質しない。

CRP皮膜を実現する材料の開発が、次の課題である。表面へのCr拡散が316Lなどオーステナイト系ステンレス鋼の1000倍も早いフェライト系に着目した。

図7に示すように、Cr濃度26%以上のフェライト系では適切な酸化処理によってCRP皮膜が形成されることを発見した。以上の結果と、溶接部からの発塵の極低化でのべた基本成分設計指針、即ちMn、Al、S、Oの極低化とを組み合わせ、表2に示すようなフェライト系ステンレス鋼の成分設計を完成した。これをスミクリーンFと称している。

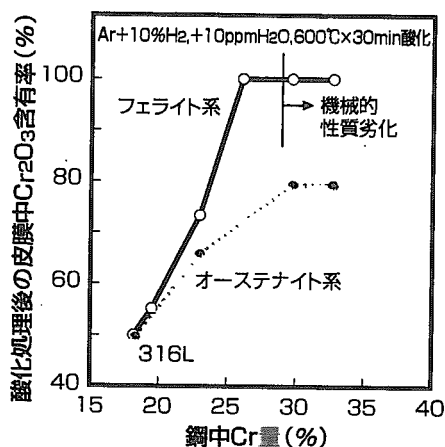


図7 酸化処理後皮膜中Cr₂O₃量に及ぼすCr量の影響

表2 スミクリーンFの化学組成 (mass%)

C+N	Mn	S	Ni	Cr	Mo	sol-Al	O
≤0.01	≤0.05	≤0.002	≤0.05	26/27	0.8/1.2	≤0.01	≤0.005

次に、CRP皮膜処理技術について述べる。

鋼管のCRP処理では、連続水素焼鈍炉にて長尺の鋼管を量産する技術確立した(図8)。鋼管内面に、微量の水分を含む水素を流しながら加熱炉に挿入して酸化処理し、水素ガス中の水分を、同図に示すようにCrが選択酸化するように制御している。配管部品も、パッチ炉で、同じ原理で行っている。

問題点は溶接部であり、配管施工でのTIG溶接のため、溶接するとビード上でCRP皮膜が破壊される。そこで、10ppmの微量酸素を含むシールドガス中で溶接を行うとともに、引き続いて、溶接機の電流制御で再加熱する。すると母材と同様にCrの選択酸化が行われ、ビード上に再びCRP皮膜が形成され、現場での修復が可能になった。

これにより鋼管・部品・溶接部を含めすべての表面にCRP処理したスミクリーンFの配管系を完成した。実機においても優れた耐食性、水枯れ性を示すことが確認された。

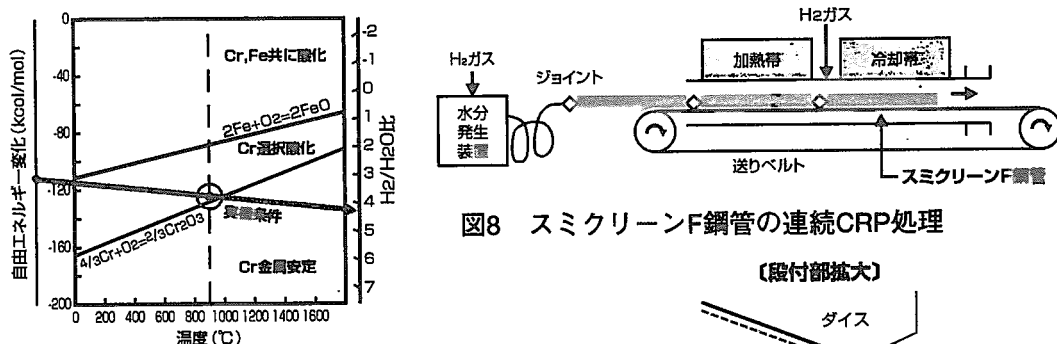


図8 スミクリーンF鋼管の連続CRP処理

(3) 電解研磨に代わる低コストの 超平滑加工技術の開発

塑性加工における平滑化の基本原理は、しごき加工であり、高面圧をかけ相対すべり量すなわち剪断ひずみを大きくすれば表面粗さが低下する。この原理を鋼管の引抜加工に如何に適用するかが開発のポイントである。

引抜加工ではダイスとプラグの間で鋼管を加工する。図9の拡大図に示すようにプラグの仕上げD部にわずかの段差を設けるという着想が、本開発のミソである。この段差により、管内面が強くしごかれるため、面圧が800Mpaと極めて大きくなる。歪についても、1回の引抜で、加工度80%と、通常引き抜きの4～5回に相当する大きなひずみを得られる。つまり、平滑化に絶対必要な高面圧と高ひずみを共に内表面で実現することができる。その結果、段差部で内面粗さを大きく低下させることが可能となった。

実用的な段差の大きさは、図10に示すように、焼付き限界以下で、かつ電解研磨管と同等の表面粗さが得られる範囲、即ち0.03ミリから0.05ミリとした。

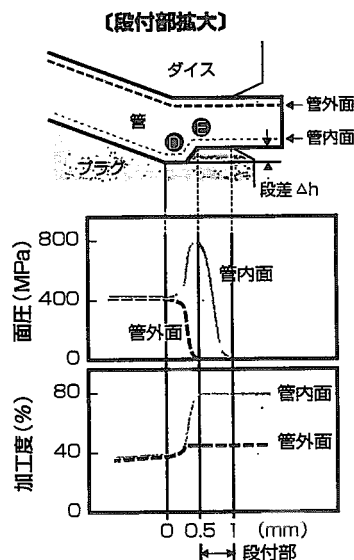


図9 段付部における面圧と
加工度の変化 (FEM解析)
SUS316L、 $\phi 8.5 \times t1.2 \rightarrow \phi 6.35 \times t1$ 、
 $\Delta h = 0.04 \text{ mm}$

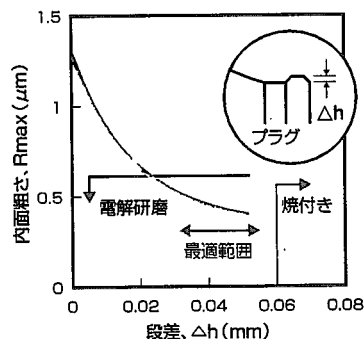


図10 段差 Δh の内表面粗さに及ぼす影響

本開発プロセスを住友USDプロセスと称している。

内表面粗さを比較すると、住友USD管は従来引抜管に対し、圧倒的に改善されており、電解研磨管とくらべても全く同等で、表面粗さ $R_{max} 0.5 \mu m$ を実現している。さらにパーティクル放出の性能も電解研磨管と全く同等である(図11)。

わずか1回の冷間引抜きで超平滑化を可能とする「住友USDプロセス」の実用化に世界で始めて成功し、電解研磨の省略により40%のコスト低減を達成した。

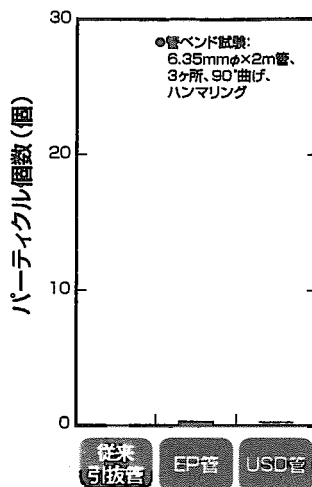


図11 住友USD管のパーティクル特性

4. 研究開発の成果

まず、現在主流の16、64Mbit製造に対しては、溶接部からの発塵を極低化したステンレス鋼管スミクリーンMを世界で初めて完成した。これにより16～64Mbitの半導体素子の歩留40%以上を向上させた。

次世代256Mbitおよび1Gbit製造に対しては、溶接部からの発塵の極低化に加え、金属腐食、水分放出、ガス変質などすべての汚染に対して万能の不活性表面フェライト系ステンレス鋼管スミクリーンFを世界で初めて完成し、256Mbit以上の超高集積半導体素子の製造に必須の配管系を確立した。

以上の開発を通じて、超高純度ガス供給用ステンレス鋼管及び配管部材を世界に先駆けて完成し、半導体の高集積化とチップシュリンクに大きく貢献した。

開発鋼の製造実績は、累積で630トン、総延長5100kmに達し、売上も35億円となっている。

納入先は、国内ではすべての主要半導体メーカーに採用され、海外では、韓国、台湾の主要メーカーを網羅し、欧米でも採用されはじめている。

シェアは、本開発以前の93年には弊社の世界市場におけるシェアは9%であったが、本開発の結果、97年は35%を占めるに至っている。

本技術の半導体製造業への波及効果は極めて大きい。16Mbitおよび64メガ対応のスミクリーンMや256Mbit対応のスミクリーンFにより、歩留りが40%向上した効果を、本技術の貢献度が10%として試算した結果、16Mbitでは年間300億円、64Mbitでは年間3500億円と試算され、2～3年先の256Mbitの全盛期には5000億円の便益に寄与することになる。

また、本開発製品は東北大学スーパークリーンルーム、大阪大学超精密加工研究拠点等、超クリーン環境を必要とする研究機関に採用され、最先端研究開発にも大きく貢献している。また、99年完成予定の東北大学未来科学技術共同研究センターの4Gbit～16GbitラインにはスミクリーンF配管系が決定している。

5. 学術発表、特許等

学術発表および特許は以下に示すとおりである。

(1) 学術発表	学術論文	37 件(うち海外	21 件)
	学術講演	43 件(うち海外	14 件)
(2) 特許	登録特許	9 件(うち海外	4 件)
	出願中	57 件(うち海外	21 件)

6 今後の展望

16Mbit→64Mbit→256Mbit→1Gbitと急速に進む半導体素子の高集積化とチップシュリンクに対応可能な超高純度ガスの供給配管として、スミクリーンM、F鋼管を完成でき、半導体産業のますますの発展に寄与した。

一方、ウエハー洗浄システムは、高濃度オゾンガスやこれを含む超純水洗浄方式に変わろうとしている。高濃度オゾンを含む超純水は極めて腐食性が強く、ステンレス鋼も腐食される。このオゾン超純水用途には、スミクリーンFの開発思想を踏襲したアルミ酸化処理したスミクリーンAを開発している。ガス技術と洗浄技術のいずれに対しても材料面から貢献し、半導体産業の発展を鉄鋼材料から支えていく所存である。

また、本技術がウルトラクリーンを必要とする他の分野(医療、医薬、食品、精密工業など)にも波及することを願ってやまない。