原子層成長装置用ダイヤフラム・バルブ*

日本スウェーシロック FST 株式会社*1

Diaphragm Valve for Atomic Layer Deposition Process Tools

Nippon Swagelok FST, Inc.

1-1-1 Naruohama, Nishinomiya, Hyogo 663-8142, Japan

(Received August 30, 2010, Accepted November 22, 2010)

1. はじめに

半導体素子構造の微細化が進み、従来の化学気相成長 (CVD) やスパッタリングと言った薄膜成長技術に加えて関心を寄せられているのが、Atomic Layer Deposition (ALD) と呼ばれるオングストローム・レベルでの成膜を行うための半導体製造プロセス技術である。本稿は、この ALD プロセスに対応できるバルブの開発・製造に対して行ったバルブ・メーカーとしての取り組みを紹介する。

2. ALD プロセスに於けるバルブに対するニーズと開発課題

ALD プロセスは、反応チャンバー内で複数の成膜材料化合物 (前駆体) を交互に供給し、繰り返し反応させる。そのため ALD 装置に用いられるバルブには、従来の CVD 装置のようなガス流量コントローラーやガス圧力調整器などのコンポーネンツで構成されたシステムとは異なり、ALD プロセスならではの以下のニーズが提示されてきた。

- ① 低い蒸気圧の前駆体を安定供給するための耐熱性
- ② 前駆体とパージ・ガスそれぞれの適正量を短時間で確実にコントロールするための流量安定性
- ③ 前駆体の混合を確実に避けつつ極短時間でプロセスを繰り返すための高速応答性と高い締切り性能
- ④ 一層当たり数十から数百回のバルブ開閉サイクルを行いウェハー上に希望通りの薄膜を成長させながら製造プロセスを継続して行うための耐久性

これらのニーズを受け、我々は以下の ALD プロセス用バルブの開発課題を設定した。

- ・高温仕様 (～200℃)
- ・安定して再現性のある流量
- ・高速のバルブ開閉動作 (≒数ミリ秒)
- ・長寿命 (>1,000万回)

しかし、これらを元に ALD プロセス用バルブを開発することは、「バルブ屋」として問題の連続であった。以下にそれぞれの課題に対する取り組みとその成果の概要を示す。

3. 半導体製造プロセス用バルブの基本構造

バルブでは、一次側 (入口) から導入されたシステム流体が二次側 (出口) から出てくるが、その間のバルブ・シートで流体の ON-OFF を行なっている (図 1 参照)。

図 1 はダイヤフラム・バルブの中で最も一般的なスプリングレス・ダイヤフラム・バルブ¹⁾ (以下、単に「ダイヤフラム・バルブ」と呼ぶ) である。従来、バルブでは対外部シーリングをパッキン等で行なっているためパッキンの磨耗によるリークのリスクが伴っていたが、金属ダイヤフラムを用いることで、この磨耗によるリスクを大いに低減している。

ダイヤフラム・バルブでは、ドーム型をしているダイヤフラムの中央部がピストンのストロークによって押され 0.5 mm 前後のたわみを起こしてダイヤフラムがバルブ・シートに密着することでシーリングを形成している (図 1(c) 参照)。このドーム型ダイヤフラムとバルブ・シート間の僅かな隙間によって半導体製造に必要なガス量を供給しているのである。

バルブを作動させるには手動、自動の 2 つの方法があるが、半導体製造装置に於いては自動式、特に図 1 に示したような空気作動式が一般的である。図 1 中の 2 種類のダイヤフラム・バルブは、空気導入口から空気等のガスを導入することでピストンを押し上げてバルブ・シートを開状態にする「通常閉型」あるいは「ノーマル (ノーマリー)・クローズ型」と呼ばれ、停電時等の異常時に作動用ガス供給源が止まれば自動的にバルブが閉まることから広く用いられている。

4. 課題への取り組み

4.1 高温仕様

ALD プロセスではバルブに高速作動が求められるが、我々は電磁作動式より作動信頼性が高く、数十年に渡り採用してきた空気作動式を ALD プロセス用バルブにも採用した。しかし、このことにより、高温の ALD 前駆体ガスの導入によるバルブ・アクチュエーターの作動不良 (不十分なステムの上下動やステムの水平方向に対するブレ)、バルブ内温度

¹⁾ 初期に半導体用として開発されたダイヤフラム・バルブは、平坦なダイヤフラムを用いていたため、ダイヤフラムを待ち上げる、即ちバルブを開けるためのスプリングを流体と接触するバルブ・ボディ内部に設けていた。「スプリングレス」とは、これとは異なりバルブ・ボディ内部にスプリングを持たない構造であることを示している。

* 平成22年6月2日 日本真空協会2010年6月研究例会で講演

*1 〒663-8142 兵庫県西宮市鳴尾浜1丁目1の1

図1 バルブ構造の比較

の均一性，シート膨張による流量低下等の問題が浮かび上がってきた。

高温下でのアクチュエーターの作動不良の原因は，流体の熱やバルブ保温のための熱が，バルブ・ボディを介してアクチュエーターに伝わり，その中のピストン・シリンダーとピストン間の摩擦を低減するために使用している潤滑剤の油分を蒸発させてしまうことにある。我々はアクチュエーターの直下に断熱カップリングを加えることで，この熱の伝播を抑え，アクチュエーターの作動不良を解消した（図2参照）。左側の断熱カップリング付きのアクチュエーター部は50℃前後の低温であるが，右側の断熱カップリング無しのアクチュエーター部は100℃超の温度になっている。

次のシート膨張による流量の低下であるが，これは「安定して再現性のある流量」とも関連しているので，次章で併せて触れることとしたい。

4.2 安定して再現性のある流量

前述したように，0.5 mm 前後のダイヤフラムのたわみによりバルブの開閉を行っており，Cv 値¹²は $0.3 \pm 10\%$ である。この「たわみ」はピストンのストロークによって生じるので，ピストン，アクチュエーター・ボタン，ピストン・シリンダー等のバルブ構成部品の製造公差をこれまで以上に厳密に管理すると同時に，敢えて強制的にピストンを押し下げることで生じるスプリングの反力を利用して，全開時の流量を実用的な範囲内で僅かに抑えることと引き換えに，安定したストローク，つまり流量が得られるようにした。このスプリングによる「ピストンの押し下げ」は，図2に示した「フ

図2 バルブの温度分布比較

左端の図は高温対応のALDプロセス用ダイヤフラム・バルブのカット図

ロー・セッター」を用いて出荷前にCv値が $0.27 \pm 3\%$ になるように全数に対して行っており，バルブ開時の流量の安定だけでなく，バルブ間の流量のバラつき制御の面からも性能向上に大いに寄与した。

高温に於いては，材料の熱膨張による影響も考慮する必要がある。シート素材として，耐熱性だけでなく半導体グレードの純度を持ち，耐ストレスクラックに優れたDuPont™社製PFA-450HP®を採用し，これをベースにして有限要素法解析を利用したシール形成時（バルブ閉時）の荷重によるシート部の変形や温度変化に伴う変形（膨張）のコンピューター・シミュレーションを繰り返し行い，負荷時，加熱時のバルブ・シートの挙動を把握した上でバルブ・シート形状の設計を行なった。その結果，200℃に於けるCv値は20℃におけるそれに対し約20％程度の低下に抑制できていること

¹² 流量係数の略称。流量係数とはバルブ前後の差圧を1 psi (6.9 kpa) に保った状態で，華氏60度（摂氏15度）の水が1分間当りに流れる量を米ガロン（米1ガロン≒3,800 cm³）で表した数値（無次元）例えば，上記差圧および温度条件で水が1米ガロン流れた場合の流量係数（Cv 値）は1である。

図3 20℃時と各温度におけるCv値比の個体差

図4 高速作動の応答性およびその再現性

が明らかになった (図3 参照)。

4.3 高速のバルブ開閉動作

空気作動式 ALD プロセス用バルブに対して、以下の高速パルス信号に対する応答性およびその高速作動の再現性の検証テストを行った。

バルブの開閉を指示する 5 V のコマンド信号を受け (このコマンド信号の ON から OFF までが 1 回のコマンドパルス)、パイロット・バルブ (電磁弁) がバルブを開き始めて作動させるための空気を ALD プロセス用バルブに供給を開始する。この空気を受けた ALD プロセス用バルブが全閉状態から全開の 80% 状態まで (或いは全開状態から全開の 80% 状態まで) ストロークするために必要な時間を「開閉所要時間」と定義し、ストロークは線形可変差動変換器を用いて直接ダイヤフラムの動作を測定した。またコマンド信号、パイロット・バルブ信号およびストロークはオシロスコープで連続測定した。図4 はランダムに選び出した 1 台のバルブに対して 2 時間にわたり 1 秒当たり 5 サイクルでバルブ開閉を行ったデータから 20 個のパルスを個別且つ無作為に抽出し、それらを重ね合わせて表示した結果を示す。開閉所

要時間はおよそ 5 ms であり、この「開閉所要時間」に「コマンド信号が発せられてからバルブが開き始めるまでに掛かった時間」を加えた「総応答時間」 (つまりコマンド信号が発せられてからバルブが全開状態になるまでの所要時間) がおよそ 15 ms であることが確認できた。

勿論、この総応答時間にはパイロット・バルブと ALD プロセス用バルブの接続に用いるプラスチック・チューブの長さ、肉厚、種類そして供給ガスの圧力が影響を与える。これらに対しても評価を行っている¹⁾が、本稿では誌面に限りがあるため割愛する。

4.4 長寿命

バルブの開閉寿命とは、バルブ・シート材の特性や金属にストレスを与えるバルブのストローク、使用条件等が複合した結果であり、バルブの閉状態が確保できなくなるまでの開閉回数である。

従来のプロセスに於けるガスの供給サイクルは、せいぜい数十秒に 1 回であった。つまり一般的なダイヤフラム・バルブで「保証値」もしくは「平均故障寿命 (MTTF)」として示されている 100~200 万回の開閉寿命であれば、バルブ

図5 スウェージロック社製「ALD シリーズ」バルブ（特別仕様品）

自体は装置の想定寿命よりも遥かに長寿命ということになり、大きな問題となることはなかった。

一方、ALD プロセスでは、膜形成プロセスがガス導入とパージの「高速スイッチング」によって行われ、その1プロセスにかかるサイクル時間は0.5秒にも満たない。つまり、従来のバルブであれば、二ヵ月半～五ヶ月程度で「寿命」が尽きてしまう。

数百パターンにも及ぶコンピューターを用いたバーチャルな応力解析/デザイン変更を繰り返して我々が見出した結論は、『ダイヤフラムをバルブ・シートに押し付けシールを形成する際のごく僅かなブレが、理想的なストレスを妨げている』ということであった。更にこの「ブレ」とは、ダイヤフラムのドーム形状のバラつきやピストンの寸法/アライメントのバラつき、ダイヤフラムとピストン間のボタンの強度/寸法のバラつきだけでなく、ピストンのOリングとピストン・シリンダーの内面で生じる僅かな摩擦差によっても生じることが確認できた。これらの結果を踏まえ、各部品の公差管理をより厳密にすると同時にピストン・シリンダーの内面

を弊社で施せる最高の機械加工時技術にて均一に切削、研磨することで、バルブの開閉寿命を4,000万回超まで向上させることに成功した。

5. ALD プロセス用「ALD シリーズ」バルブ

以上のような経過を経てスウェージロック社では、上記で述べてきた性能も含め、SEMI 規格に示されたクリーン度、リークタイト性能等を完全にクリアした性能を持った「ALD シリーズ」バルブを販売するに至っている。ラインアップも継手エンドからサーフェスマウントと様々な接続形態に対応しており、現在ではより個別のお客様のシステムに特化し、例えばチャンバーへ直に取り付けられるよう複数のバルブをブロック化してご提供することも行っている（図5参照）。

6. おわりに

我々は「高温仕様」、「安定して再現性のある流量」、「高速のバルブ動作」、「長寿命」という4つの開発課題を設け、それらをかなりのレベルで解決してこられたものと考えている。我々はそれらを一つ一つ解決して次に進むと言う形式をとったわけではなく、「一つを解決すると一つが影響を受ける」或いは「一つを解決すると二つ同時に解決できる」といったステップを忍耐強く継続し、バランスを常に意識しながらバルブが最高の性能を発揮できるよう個々の課題を解決してきたことがお分かり頂ければ、筆者としてはまことに幸甚である。

我々スウェージロック・グループとして「更なる課題」を読者諸氏と共に見出し、次世代ALDプロセスの構築に寄与できる機会のあることを切に願いつつ、本稿を終えることとしたい。

〔文 献〕

- 1) <http://www.swagelok.co.jp/downloads/webcatalogs/jp/ms-06-106.PDF>