

GOLDEP WHITE 製超純水加熱装置

Deionized Water Heating Equipment with a Passivated Stainless Steel Heater



(環)製品開発室 梶山 吉則
Yoshinori Kajiyama
(環)設計部 佐藤 栄祐
Eisuke Sato

Hot deionized (DI) water is widely used as rinsing water in the semiconductor manufacturing process to remove various contaminants such as chemicals, organic carbons, and particles remaining on silicon wafers by its higher solubility, lower surface tension, and capability for drying products by heat. The DI water heater is made of quartz, instead of metal, to avoid metal contamination, since hot DI water dissolves the materials with which it is in contact. But quartz glass is fragile to mechanical or thermal shock. The quartz, therefore, was replaced with GOLDEP WHITE, austenite stainless steel treated for passivation and specific pickling to expose a chromium oxide-dominant surface film.

It is stable against metal leaching, resistant to heat, and high in mechanical strength. The DI water heating equipment with a GOLDEP WHITE heater delivered to a commercial plant made downsizing possible by its high thermal conductivity and increased safety by its high mechanical strength. Its operating data demonstrated minimized metal release and particle generation. In addition, it will meet future requirements of generating a large quantity of hot DI water in one unit for application to the manufacturing process for large silicon wafers or flat panel displays using liquid crystals.

まえがき

半導体製造においては、汚染が大敵であり洗浄工程は非常に重要となっている。超純水はこれら洗浄工程で使用される薬液の洗い流しに使用されるが、超純水洗浄が不完全であると硫酸基、硝酸基が表面に残り不良発生の原因となる。これら薬液や、洗浄しても表面に残留する微量不純物を溶解除去するのに、超純水は優れた能力をもち、従来より広く使用されている。また超純水の温度を上げて

洗浄に使用すると溶解能力が向上し、表面張力の低下もあって超純水洗浄効果がより効果的になることが知られており、半導体製造では従来より、加熱超純水が洗浄に使用されている。このように加熱超純水は、種々の物質を溶解するので超純水加熱装置の構成には、加熱超純水に対し難溶解性で、しかも耐熱性に優れた材料が必要とされる。

今回、材料からの溶出性が少ない、また機械的強度、耐熱性、伝熱特性等に優れた、オーステナイト系ステンレス鋼を酸化不動態化処理 (GOLDEP) し、この表面を酸でピッキング処理することにより酸化クロム主体の膜を露出させた GOLDEP WHITE 材を加熱部に使用した、超純水加熱装置を商品化したので紹介する。

1. 超純水加熱装置の特長

従来の超純水加熱装置は、重金属汚染が心配される金属

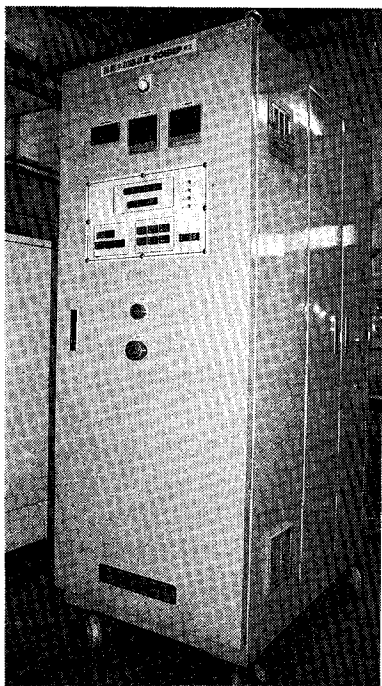
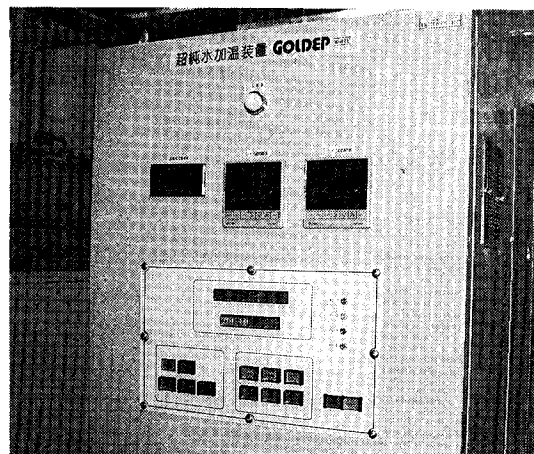


写真 1 超純水加熱装置 (HDIC-7.5 GEPW)

Photo. 1 Deionized water heating equipment with GOLDEP WHITE



第 1 表 標準型式表
Table 1 Specifications

Item	HDIC-7.5GEPW	HDIC-15GEPW	HDIC-22.5GEPW
Heater electric energy [kW]	36	72	108
Standard flow [ℓ/min]	7.5	15	22.5
Heating capacity [°C]	60	60	60
Power supply [V]	AC200, 3φ	AC200, 3φ	AC200, 3φ
[A]	125	225	350
Dimensions [mm]			
(Width×Depth×Height)	600×850×1 650	600×1 000×1 850	600×1 300×1 850

材料が避けられ、石英ガラスを加熱部に使用した装置が広く使用されてきたが、ガラスよりの不純物の溶出等の純度的な、また破損等の機械的な特性に問題があった。また、温純水配管で実績のある PFA、PEEK 等樹脂製パイプを外部から加熱し、内部の超純水を加熱する装置も使用されているが、伝熱特性が悪いこと、耐熱性が悪いこと等実用性、信頼性に問題がある。この超純水加熱ヒータ部に、GOLDEP WHITE 材を用いたことで、次のような特長を有している。

- (1) 熱伝導性が高いため、コンパクトな装置である。
- (2) 機械的強度が高いため、安全性に優れている。
- (3) 大型化が容易なため、大口径ウエハの洗浄に必要な大流量の供給が可能である。

2. 超純水加熱装置の仕様

2.1 型式

超純水加熱装置の標準型式を第 1 表に、各型式の加熱能力を第 1 図に示す。標準型式は、加熱能力により 3 機種とする。加熱部の構造が簡単であり、コンパクトな装置となっている。また HDIC-7.5GEPW の外観を写真 1 に示す。

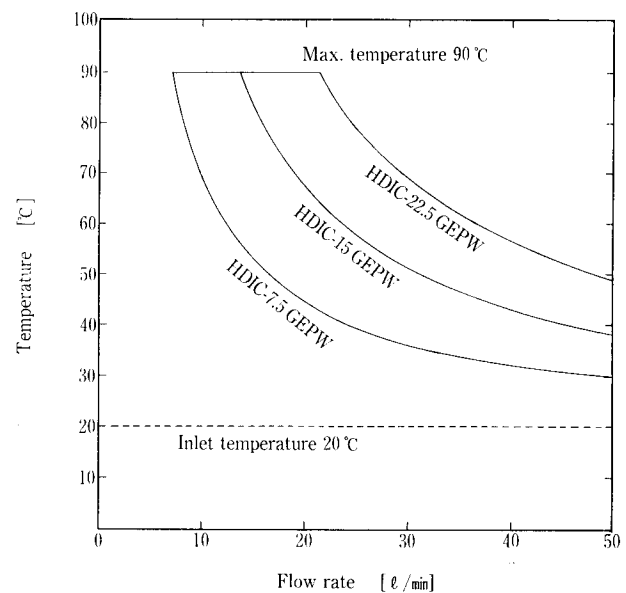
2.2 共通仕様

超純水加熱装置の共通仕様は次の通りである。

- (1) 加熱部 GOLDEP WHITE 製管状ヒータ
- (2) 最高出口温度 90 °C
- (3) 温度調節精度 流量一定の時、設定温度 ± 1 °C
- (4) 最高使用圧力 4.0 kg/cm²
- (5) 電源電圧 AC200V 3相
- (6) 配管材料
内部配管 PFA
超純水弁 本体 PFA
ダイヤフラム PTFE
- (7) 流量計 カルマン渦式 本体 PFA
- (8) 温度調節 PID 時間比例制御 (オートチューニング)
- (9) 温度センサー 熱電対
接液部 GOLDEP WHITE
- (10) 架台 鉄板表面焼付け塗装

2.3 安全機構

超純水加熱装置の安全対策として次のような機構を備えている。



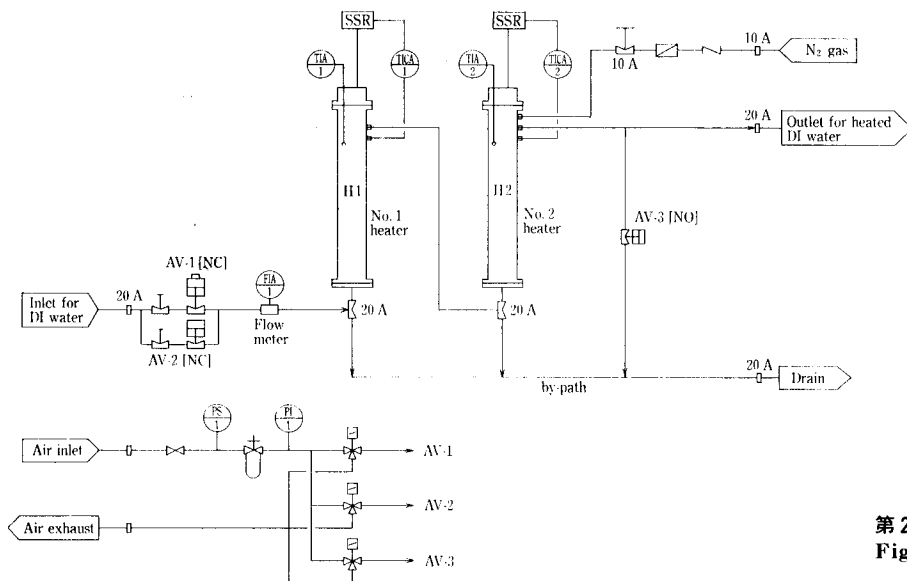
第 1 図 各型式の加熱能力
Fig. 1 Heating capabilities

- (1) 流量異常
運転中、供給超純水流量が設定値以下となった場合は、ヒータ通電を解除する。
- (2) ヒータ異常過熱
運転中、ヒータ部温度が設定値以上となった場合は、ヒータ通電を解除する。
- (3) コントロール圧異常
駆動用ガス圧力が 3 kg/cm² 以下になると、ヒータ通電を解除する。
- (4) 流水温度異常
加熱超純水出口温度が設定値以上となった場合は、ヒータ通電を解除する。
- (5) 洩水検知
装置内の漏水を検知すると、装置を停止する。

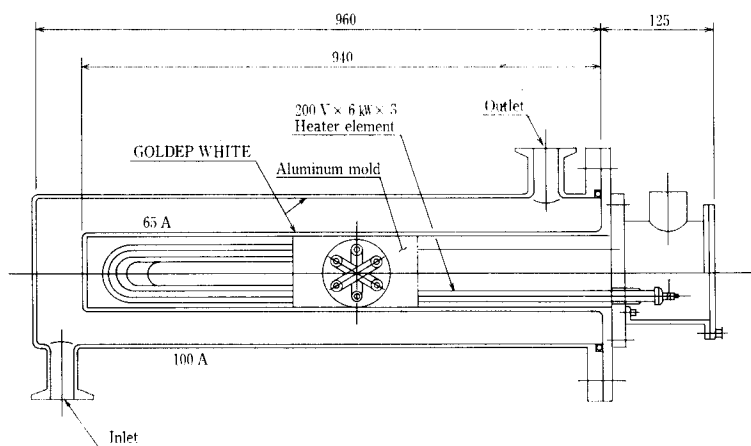
3. 超純水加熱装置の構造

3.1 システムフロー

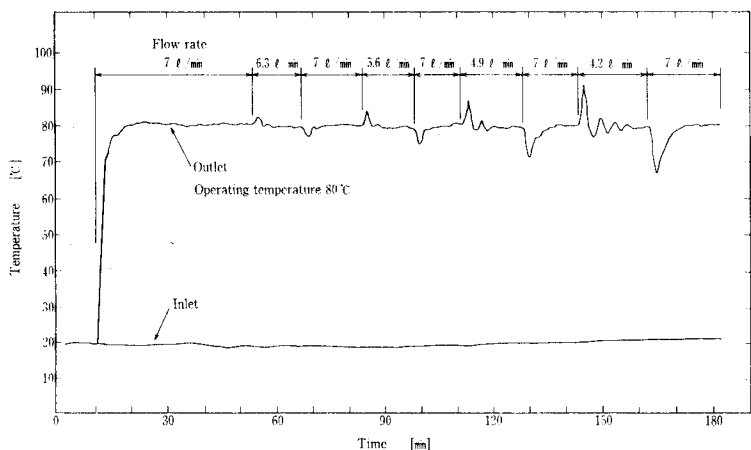
超純水加熱装置の標準システムフローを第 2 図に示す。加熱部は、直列で 2 段に配し、それぞれの出口の超純水温



第2図 超純水加熱装置標準システムフロー
Fig. 2 Flow diagram of DI water heating equipment



第3図 ヒータ単体構造図
Fig. 3 Structure of heater unit



第4図 温度制御例
Fig. 4 Thermo diagram of reply to the change of flow rate

度をPID時間比例制御により設定温度にコントロールしている。加熱超純水の要求が連続的でなく、頻繁にON-OFFされる場合に必要温度を保った超純水を安定供給するためバイパスラインを設け、ここから一部水量を排出して運転することがある。また装置の長時間停止に対し、装置内部の超純水を窒素ガスに置換する配管ラインを設けて

いる。

また、加熱ライン配管は、GOLDEP WHITE 材を使用し、継手部には新しい方式のフェルル継手¹⁾を使用し機械的強度、液溜まりの無い配管方式を採用している。

3. 2 加熱部構造

GOLDEP WHITE 製加熱部の単体構造を第3図に示す。

加熱部は従来型のシーズヒータの表面にアルミを鋳込み、表面を GOLDEP WHITE 処理した容器（内筒）に挿入している。このアルミ鋳物と容器の間に温度センサーを挿入し、伝熱部の温度を検知し異常な温度上昇に対する保護機構を設けている。加熱装置の各型式によりこのヒータを GOLDEP WHITE 処理した容器（外筒）に必要な本数をセットし使用する。

4. 超純水加熱装置の性能

型式 HDIC-7.5GEPW による運転結果例について紹介する。

4.1 温度制御例

装置の運転を開始してからの、温度制御の例を第4図に示す。本装置の加熱部には、アルミ鋳物を使用しており蓄熱エネルギーが大きいので、瞬間的な流量の低下時に出口温度が急上昇することが懸念される。そこで、運転中にヒータへの供給流量を変化させてその追従性をみた。このときの運転条件は、供給流量 7 l/min, 出口温度 80 °C に設定し、入口超純水温度は約 20 °C であった。

運転開始約 5 分で設定温度 80 °C に達し、± 1 °C 以内で制御されている。その後供給流量を 10 % 低下 (6.3 l/min) させると約 2 °C の出口温度の上昇があり、すぐ設定値 80 °C に制御されている。次に所定供給量の 7 l/min に戻すと今度は、約 2 °C の出口温度の低下がみられた。このように以後 20 % 低下させ、再度所定供給量に戻した時の出口温度の上昇、低下はそれぞれ約 4 °C であり、30 % 及び 40 % のとき出口温度の上昇、低下の変化はそれぞれ約 8 °C、約 12 °C であった。

4.2 水質分析例

第2表に連続運転中の入口と加熱超純水の水質分析の例を示す。分析項目は、Na, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu の金属

第2表 加熱超純水の水質分析例

Table 2 Quality of hot DI water

Unit: ng/l

Item	Na	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
Detection limit	1	1	1	4	4	1
Inlet DI water	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Hot DI water (80 °C)	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND: Non detection

類とし、測定方法はクリーンルーム内のクリーンベンチで濃縮操作を行った後、ICP-MS（セイコー電子工業（株）製 SPQ-8000）により分析した。

各金属とも装置入口の水質値に対して、装置出口の加熱超純水の水質値の増加は認められなかった。

むすび

当社では、半導体分野において GOLDEP WHITE 材を応用したコンタミネーションの極めて少ない超純水供給システムを提供してきた。近年、地球温暖化の原因となるフロン撤廃の動きに対応し、フロン系洗浄剤の代替として高温超純水が注目されている中、GOLDEP WHITE 製超純水加熱装置を商品化し今回紹介することが出来た。今後、多くのユーザーの方々に評価いただきより良い製品に改良・改善して行きたい。

〔参考文献〕

- 1) 梶山吉則, 佐藤栄祐: 神鋼パンテック技報 Vol. 37, No. 2 (1993/7) p. 25-29