



●半導体薬液用容器に適した高密度ポリエチレン

高分子材料研究所 モールドグループ

石原 広崇
西川 弘昌
山野 直樹

1. はじめに

半導体製造プロセスはウェハ洗浄やエッチングなど複数の工程から構成され、各工程において各種の薬液が使用されている。薬液の純度が低い場合、薬液中の不純物によりウェハの回路に欠陥が生じ製品の歩留まりが悪化するため、高純度な薬液が必要とされている。

半導体の集積度は年々向上しており、薬液だけでなく、貯蔵や運搬の役割を担う薬液容器の品質要求も厳しくなっている。

薬液容器は、一般に、高密度ポリエチレン容器やフッ素樹脂容器が使用されている。薬液容器の品質を評価する指標として薬液中の微粒子や金属分の測定が行われている。この微粒子や金属分の発生源として高密度ポリエチレン容器では、ポリマーからの低分子量成分や添加剤および触媒に由来する金属成分が考えられている。当社では、半導体洗浄薬液用容器向けに、微粒子や金属分の低減を図った高密度ポリエチレンを開発した¹⁾。

近年、半導体市場拡大^{2,3)}に伴い、薬液の種類および使用量が増加している。また、半導体洗浄用薬液の純度向上に伴って、薬液用容器に要求される不純物の低減も求められている。半導体洗浄薬液用容器は、薬液使用量の増加や容器の運搬効率の観点から、従来の20L以下の小型容器や200Lドラムに加え、1,000Lコンテナ(IBC; Intermediate Bulk Containers)の需要が顕在化してきた(図1)。また薬液の種類増加に



図1 薬液容器

伴い、200Lドラムでは耐薬品性の要求が高まってきた。

本稿では、200LドラムおよびIBC向けに新規開発した高密度ポリエチレンについて報告する。なお、本技術は、半導体洗浄薬液用容器の品質向上により、産業と技術革新の構築に貢献することを目指す。

2. 半導体薬液用容器用グレード開発

[1] 開発ターゲット

半導体洗浄薬液に使用される容器は単層構造から多層構造を有する容器に移行しており、多層ブロー成形により製造される。多層ブロー容器は、各層に要求される性能を付与できることを特長とする。半導体洗浄薬液用容器については、容器内層は接液することからクリーン性や耐薬品性が求められる。一方、容器外層は耐候性や耐衝撃性が求められる(図2)。

開発ターゲットは、半導体洗浄薬液用多層200Lドラムおよび多層IBCの内層用の高密度ポリエチレンとした。当社は、既存半導体洗浄薬液向け200Lドラム用グレードNH8D01A並みの高クリーン性および、既存一般薬液向けIBC用グレードNH9730並みの耐薬品性を併せ持つ、グレードを開発することを目指し(図3)、樹脂設計および製造プロセスの最適化により、新規半導体洗浄薬液用容器用グレードを開発した。

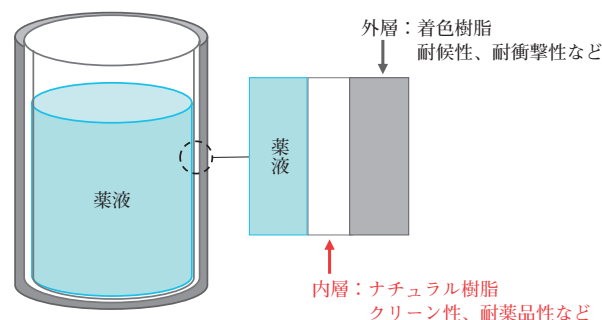


図2 半導体洗浄薬液用多層容器の要求特性

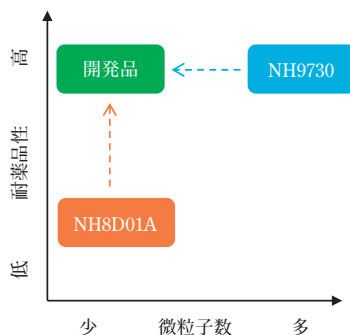


図3 半導体薬液用容器用グレードの開発目標

[2] 微粒子、金属分

当社は2019年8月、フィルターを通した外気を導入したクリーン加工室と洗浄度がClass 6 (ISO 14644-1)で制御された評価機器室を兼ね備えたカスタマーラボを新設した。クリーン加工室に設置したブロー成形機にはClass 7 (ISO 14644-1)で制御されたクリーンブースを付帯、評価機器室には超純水製造装置と0.1 μm 以上の微粒子数が計測可能なパーティクルカウンタを設置しており、半導体洗浄薬液用容器の成形および成形容器のクリーン性評価が可能である。

開発品、既存半導体洗浄薬液向け200Lドラム用グレードNH8D01Aおよび既存一般薬液向けIBC用グレードNH9730容器を同一条件でブロー成形し、約1ヶ月静置保管後の充填水中の微粒子数を測定した結果、開発品の微粒子数はNH8D01Aと同等であった(図4)。また、金属分についてもNH8D01Aと同等であり(図5)、開発品は高いクリーン性を有していた。

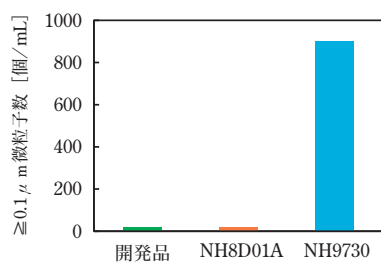


図4 微粒子数

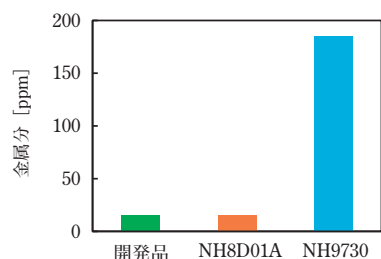


図5 金属分

[3] 耐薬品性

近年の半導体洗浄用薬液の多様化により、200LドラムおよびIBCは耐薬品性の向上が求められており、耐ストレスクラッキング性(ESCR)が高いことが必要である。開発品のESCRは、樹脂設計を最適化することにより、既存一般IBC用グレードNH9730と同等の2,000時間を超えており、耐薬品性に優れる。

表1 ESCR

評価樹脂	ESCR [h]
開発品	>2,000
NH8D01A	160
NH9730	>2,000

[4] 成形性

成形性の指標として、開発品の溶融張力を図6に示す。多層200Lドラムおよび多層IBCの成形では、ブロー成形時のバリソン重量が重いため、高い溶融張力が必要とされる。開発品の溶融張力はNH8D01Aと同等であり、NH9730よりもわずかに劣るものの、外層に溶融張力の高い高密度ポリエチレンを使用することで多層200Lドラムおよび多層IBCの成形が可能である。

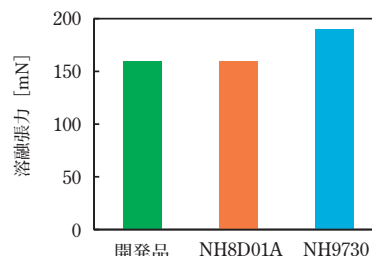


図6 溶融張力(190°C)

[5] 開発品の物性

開発品の物性値を表2に示す。樹脂設計技術および製造プロセス技術により、IBC容器と200Lドラム容器の成形が可能な高クリーン性と高耐薬品性を併せ持つ半導体洗浄薬液用容器用グレードを開発した。

3. まとめ

半導体洗浄薬液用の200LドラムおよびIBCの内層に適した高密度ポリエチレンの開発検討により、既存の半導体洗浄用グレードでは達成されなかった、高クリーン性と高耐薬品性を併せ持つ半導体洗浄薬液容器

表2 開発品の物性値

項目	試験法	単位	開発品	NH8D01A	NH9730
HLMFR	JIS K 6922-1	g/10min	8.0	8.0	5.5
密度	JIS K 6922-1	kg/m ³	947	957	947
引張降伏応力	JIS K 6922-1	MPa	26	29	24
引張破壊応力	JIS K 6922-2	MPa	<32	>26	—
	東ソー法	MPa	41	44	45
引張破壊呼びひずみ	JIS K 6922-2	%	>690	>700	—
	東ソー法	%	780	1,000	850
引張弾性率	JIS K 6922-2	MPa	1,170	1,300	960
曲げ弾性率	JIS K 6922-2	MPa	1,060	1,260	950
シャンピー衝撃強さ	JIS K 6922-2	kJ/m ²	20	26	26
デュロメータD硬度	JIS K 7215	—	68	70	67
荷重たわみ温度	JIS K 6922-2	℃	80	84	77
溶融温度 (DSC)	JIS K 6922-2	℃	130	133	127
ESCR	JIS K 6922-2	h	>2,000	160	>2,000
用途			半導体洗浄薬液用 多層200Lドラム内層 多層IBC内層	半導体洗浄薬液用 200Lドラム	一般薬液用 IBC

用グレードを開発した。

今後は、現行品および開発品の迅速な拡販のため、容器成形メーカーおよび薬液メーカーに対し、カスタマーラボを活用した技術サービスや新しい容器開発の支援をおこなっていく。また、当社の樹脂設計技術と製造プロセス技術を駆使し、より高性能な高密度ポリエチレンを開発し、一層の差別化を図っていく予定である。

参考文献

- 1) 山本昭彦、中村賢一、東ソー研究・技術報告、45、49-53 (2001)
- 2) 富士経済、2018年半導体材料市場の現状と将来展望
- 3) 電子情報技術産業協会、2021年春季半導体市場予測について

