

3. 超純水供給システム

3.1 はじめに

超純水とは、多くの不純物を含む水から、その不純物の一つ一つ取り除く操作を施した結果得られる極めて人工的な水です。その限りなく純粋な水を超純水と称しています。

水が多くの物質を分散、浮遊させ、また溶解させる力は驚異的なものであり、超純水を製造し安定供給するには、クリーンな単位操作技術、材料技術、システム化技術、メンテナンス技術およびそれを支える高度分析技術といった総合力が必要になります。近年、半導体デバイスのデザインルールの急速な微細化に伴い、その洗浄工程に用いられる超純水の製造技術および水質も、歩調を合わせるように高度化してきました。表3.1に、半導体分野で使われている超純水の水質の一例を示します。現在では金属イオンが1ppt (parts per trillion:1兆分の1)以下という、レベルまで高純度化した水を作ることができるようになってきました。

表3.1 半導体 (DRAM) 集積度と超純水水質の高純度化

	1985	1988	1991	1994	1997	2000
集積度	256k	1M	4M	16M	64M	256M
デザインルール	1.2 μm	1.0 μm	0.8 μm	0.5 μm	0.35 μm	0.25 μm
比抵抗値 (M Ω ·cm)	> 17.5	> 17.6 ~18.0	> 18.0	> 18.1	> 18.2	> 18.2
パーティクル (P/m)						
> 0.2 μm	< 50					
> 0.1 μm		< 10~20	< 5			
> 0.05 μm				< 5	< 1	< 1
> 0.03 μm					< 10	< 10
バクテリア (CFU/ml)	< 0.1	< 0.01	< 0.005	< 0.001	< 0.001	< 0.001
TOC ($\mu\text{gC/l}$)	< 50~100	< 30~50	< 10~20	< 2	< 1	< 1
シリカ ($\mu\text{gSiO}_2/\text{l}$)	< 10	< 3~5	< 1~3	< 1	< 0.1	< 0.1
Na ($\mu\text{g Na/l}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Fe ($\mu\text{g Fe/l}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Zn ($\mu\text{g Zn/l}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Cu ($\mu\text{g Cu/l}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
Cl ⁻ ($\mu\text{g Cl/l}$)			< 0.1	< 0.01	< 0.001	< 0.001
溶存酸素 ($\mu\text{gO/l}$)	< 100	< 50~100	< 20~50	< 2	< 1	< 1

ここでは、ウルトラクリーンルームに設置された超純水供給システムについて、求められる要件とシステムの特徴および要素技術について説明します。

3.2 超純水供給システムに求められる要件

超純水供給システムには下記のような要件が求められています。

- ① 不純物を極限まで低減した水質が得られること。
- ② 装置・供給系構成材料からの不純物溶出、バクテリアの発生がないこと。
- ③ 連続かつ安定した超純水供給が可能なこと。
- ④ 装置メンテナンスが簡便なこと。
- ⑤ 装置およびユースポイントからの廃薬品、廃水等の廃棄量を極少化し、超純水の有効再利用が可能なこと。

本ウルトラクリーンルームでは、最先端の要素技術を導入し、現状で可能な最高レベルの超純水を供給することのできるシステムの構築が要求されています。また、システムの維持・管理のための研究者の負担を減らすとともに研究スペースを確保するためのメンテナンス性および省スペース化にも積極的に取り組むことが求められます。さらに、超純水を可能な限り有効に再利用すること、超純水供給システムそのものから出る廃薬品等を低減することと言った環境への配慮も必要です。

3.3 超純水供給システムの構成と特徴

本ウルトラクリーンルームに設置された超純水供給システム[1]は上述の要件を満たすために、以下のブロックから構成されています。

- ① 一次純水製造システム
- ② 二次純水製造システム
- ③ 純水回収システム

図3.1は、システム全体の構成図を示しています。また、図3.2は本ウルトラクリーンルーム内における超純水設備の配置図です。このシステムで得られる超純水の水質を表3.2に示します。

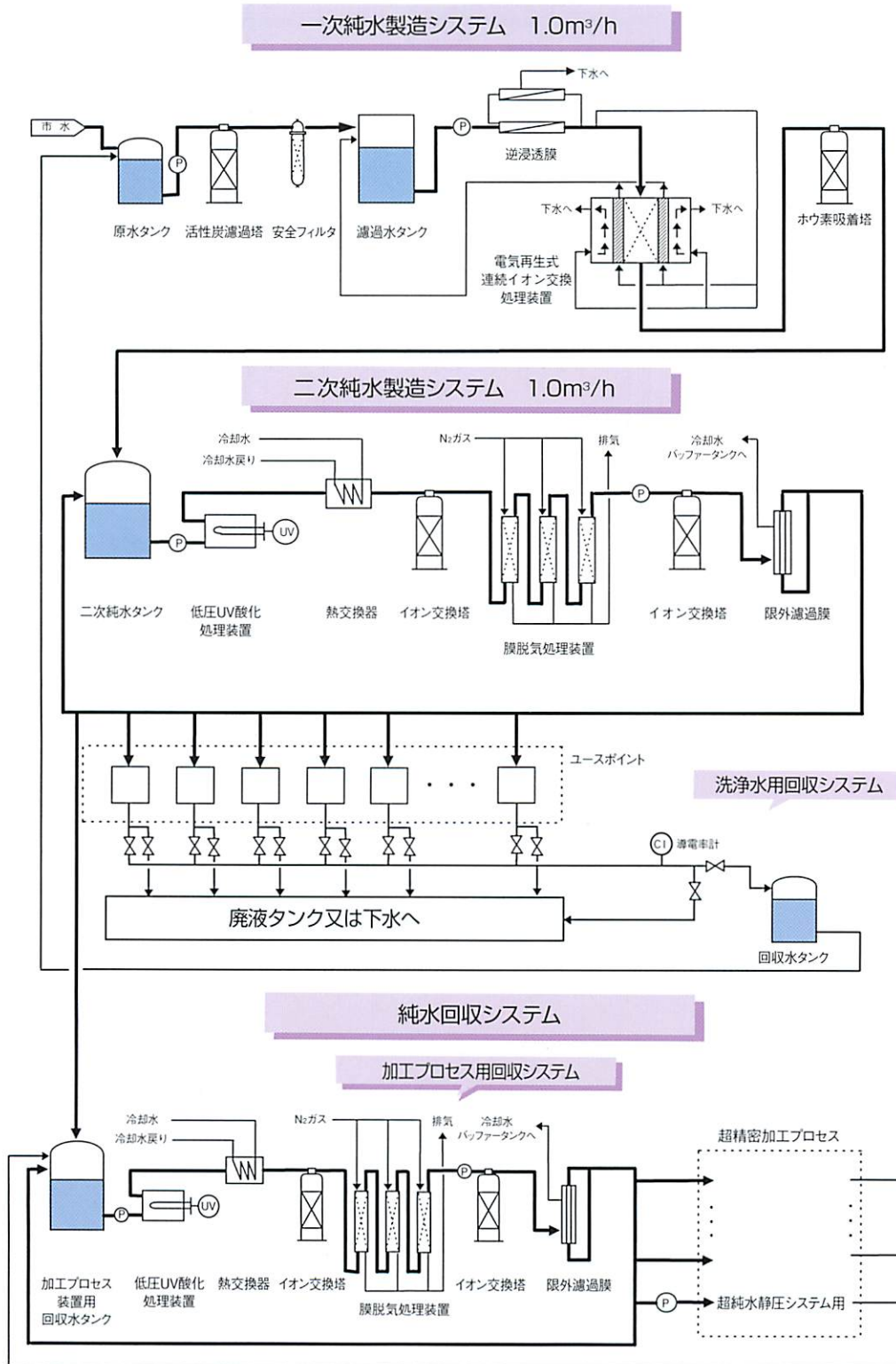


図3.1 ウルトラクリーンルームにおける超純水供給システムの全体構成図

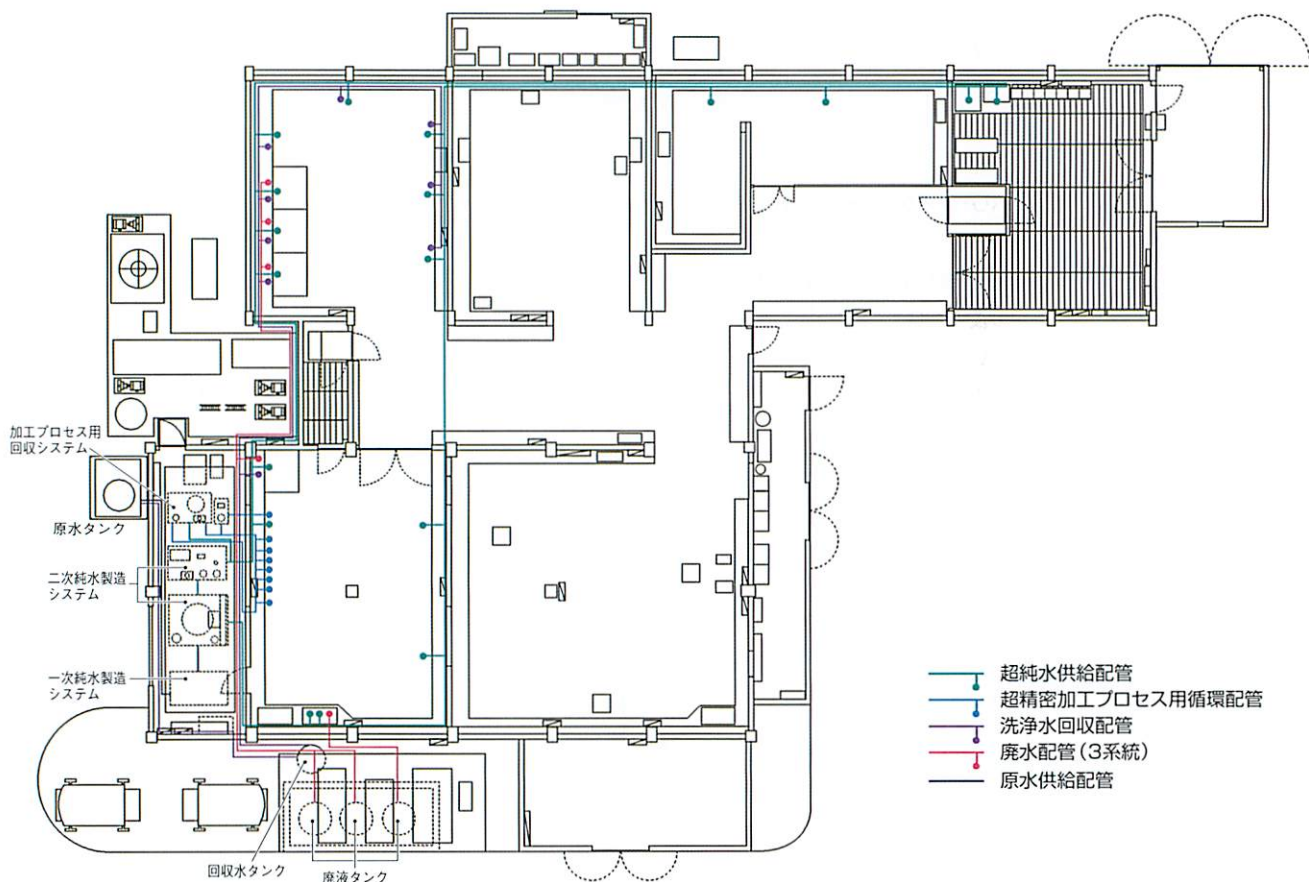


図3.2 ウルトラクリーンルームにおける超純水供給システムの配置図

表3.2 大阪大学ウルトラクリーンルームにおける超純水水質

項目	大阪大学（超精密加工研究拠点）
処理水量	1.0m ³ /h
水温	23℃
比抵抗	18.2MΩ・cm以上
TOC	1ppb以下
微粒子	0~1個/ml以下（φ0.07μm以上）
シリカ	1ppb以下
生菌	0.001個/ml以下
溶存酸素	1ppb以下

3.3.1 一次純水製造システムの機能と特徴

本システムは、原水(市水)からイオンや微粒子、有機物(Total Organic Carbon:TOC)等の不純物の大部分を取り除いた一次純水を製造するシステムです。本システムは、活性炭濾過処理装置、低圧高脱塩率の逆浸透処理装置(Reverse Osmosis:RO)[2][3]、電気再生式連続イオン交換処理装置(Electric Deionization:EDI)[4]およびホウ素ポリリッシャー[5]から構成されています。活性炭濾過処理装置により原水中の濁質除去および有機物の吸着除去を行った後、溶解しているイオン性不純物のほとんどを逆浸透処理装置、電気再生式連続イオン交換処理装置およびホウ素ポリリッシャーで除去することができます。また、一次純水系配管材料には、内面の平滑化により、自身からの溶出を低減したクリーンPVC(Polyvinyl Chloride)配管材料[6]を用いるとともに、施工においても接着剤を使わない熱溶着工法を採用することで、管部からのTOCの溶出を押さえる配慮がなされています。一次純水製造システムの純水製造能力は $1\text{m}^3/\text{h}$ です。一次純水システムの特徴は、以下のようにまとめることができます。

① 省スペース化：

逆浸透処理装置と電気再生式連続イオン交換処理装置を一体にユニット化することで省スペース化が図られています。

② 無薬品・省メンテナンス：

逆浸透処理装置と電気再生式連続イオン交換処理装置を採用したイオン除去システムのため、再生廃液が一切発生せず、再生や樹脂交換と言ったメンテナンス作業も必要としません。

③ 安定水質：

逆浸透処理装置と電気再生式連続イオン交換処理装置の採用により、高水質を安定して得ることができます。

④ ホウ素除去：

逆浸透処理装置やイオン交換処理装置による排除が難しく、ユースポイントにリークする危険性が高かったホウ素成分をホウ素ポリリッシャーによって確実に除去できます。

3.3.2 二次純水製造システムの機能と特徴

二次純水製造システムは、一次純水をさらにポリッシングして不純物を極限まで低減した超純水を製造し、クリーンルーム内の各ユースポイントに供給するシステムです。ユースポイントは大別して3種類あり、研究に使用する様々な基板や材料を洗浄するクリーンドラフトチャンバーへの供給とEEM加工装置を始めとする超精密加工システムへの供給、さらに、クリーンウェアの洗濯用水およびクリーンルームの清掃や持ち込み機材の清拭用水の供給です。

本システムは、一次純水タンク(内面はPVDF(Polyvinylidene Fluoride)ライニング)[7]、熱交換器、高効率紫外線酸化処理装置[8]、外部貫流式の膜脱気処理装置[9]、非再生クリーンイオン交換樹脂を用いたイオン交換処理装置(カートリッジポリリッシャー)[10]および外圧型の限外濾過処理装置(Ultrafilter:UF)[11]によって構成されています。各部の役割を以下に示します。まず、高効率紫外線酸化処理装置では、水への短波長紫外線(185nm)照射によって、薬品注入することなくOHラジカルを生成させ、一次純水中に微量残留するTOC成分を酸化分解し、イオン交換処理で容易に吸着除去が可能な炭酸イオンあるいは有機酸イオンに変化させます。そして、溶出物を低減したクリーンイオン交換樹脂で、残存する微量のイオン成分を吸着除去します。次に、ガス透過膜を用いた膜脱気処理装置では、超純水中の溶存ガスの除去を行い、また、最終処理として、外圧型の限外濾過処理装置では、 $0.1\mu\text{m}$ 以下レベルの微粒子とともにコロイド成分が除去されます。この際の濃縮水は、装置冷却水として再利用するため、冷却水製造システムのバッファータンクへ圧送されます。さらに、配管部は、PVDF配管[12]の採用と突き合わせ溶着施工の実施により、構成材料からのTOCの溶出が最小に抑えられています。図3.2にPVDF配管部および突き合わせ溶着部を示します。以上のように構成された二次純水製造システムの純水循環量は $1\text{m}^3/\text{h}$ です。

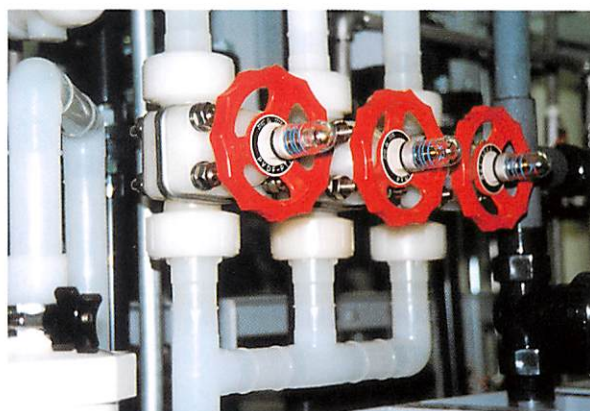


図3.3 PVDF配管および溶着部

また、運転開始後の供給超純水の水質管理用に、レーザー光散乱型パーティクルカウンター[16]、紫外線酸化型TOCメーター[17]、ポーラログラフ方式溶存酸素モニター[18]、高感度シリカメーター[19]が設置されており、常時、水質のモニタリングを行うことができます。

二次純水製造システムの特徴は、以下のようにまとめることができます。

① 高水質：

高効率紫外線酸化処理装置、低溶出イオン交換樹脂を用いたイオン交換処理装置、外圧型の限外濾過処理装置および低溶出のPVDF配管の採用により、構成材料からの溶出を抑えるとともに、一次純水中に微量残留する不純物を極限まで除去した超純水をユースポイントに供給できるシステムです。

② 溶存ガスフリー：

膜脱気処理を二次純水系に採用したことで、溶存酸素だけでなく溶存窒素も除去した超純水を供給できます。

③ バクテリアフリー：

二次純水がクリーンルーム内を常に循環するようにループ配管を構築するとともに、配管施工もPVDFの突き合わせ溶着工法を採用することで、超純水の停止・滞留によるバクテリアの発生を抑制するよう配慮されています。また、超純水電解法[13]で生成したオゾンによる殺菌システムが導入できるようにユースポイントからのリターン配管にオゾンガス注入口を設けています。

3.3.3 純水回収システムの機能と特徴

クリーンルーム内の各ユースポイントで、洗浄等に用いられた超純水を回収して一次純水製造システムの原水として再利用するためのシステム、および、EEM (Elastic Emission Machining)プロセスを始めとする超精密加工プロセスで使用された超純水から、プロセス内で溶出した不純物成分を取り除き、再度プロセスに供給するシステムの2つから成ります。

まず、洗浄後の純水回収システムについて述べます。ウルトラクリーンルームの各クリーンドラフトチャンバーでは、洗浄に用いた薬品および超純水を分別して排出できるように配慮されています。排水系統には、濃厚系として、酸・アルカリ排水系、フッ酸排水系、有機配水系の3系統があり、それぞれクリーンルーム外の耐薬品・耐候性ポリエチレンタンク[14]に貯蔵されます。一方、リンスに用いた超純水は、一次純水の原水である市水よりもはるかに不純物量が少ないことが予想されるため、回収水タンクを経由して原水タンクへ回収するための系統が追加され、超純水の再利用を可能にしています。本系統には、フェールセーフのために、回収水タンク入口部で電気伝導率のチェック機構を設けており、万一、規定値よりも濃度の高い不純物を含む排水が回収系に混入した場合でも、バルブの自動切り替えにより、原水タンクへの流入を防ぐことができます。

次に、超精密加工プロセスからの使用後純水の回収システムについて述べます。本システムは、EEMを始めとする超精密加工プロセスにおいて大量に使用される超純水を回収し、極微量溶出した不純物を除去した後、再度

加工プロセスに供給することで水の有効利用を図るためのシステムです。回収水を貯蔵するタンクと、熱交換器、高効率紫外線酸化処理装置、膜脱気処理装置、非再生クリーンイオン交換樹脂を用いたイオン交換処理装置および外圧型の限外濾過処理装置によって構成される循環系からなります。この構成は、二次純水製造システムと同じであり、超精密加工プロセスに最高水準の超純水を供給できます。また、ここでも限外濾過処理装置の濃縮水は、原水タンクまたは装置冷却水として再利用します。加工プロセス装置と一体で稼動する本システムでは、限外濾過処理装置から出る濃縮水が系外へ放出されますが、前述の二次純水製造システムから自動的に補給され、加工プロセスが停止することなく回収処理された超純水が安定して再供給できるよう配慮されています。また、本システムの循環量は $3\text{m}^3/\text{h}$ であり、十分な処理能力をもつと同時に、EEMプロセスへの供給部には、高圧力送水を行うためのブースターポンプを備えています。本ブースターポンプは低発塵型クリーンポンプ[15]を採用しており、EEMプロセスへの微粒子の混入を防止しています。

純水回収システムの特徴は、以下のようにまとめることができます。

① 水利用率の向上：

排水系を濃厚系(3系統)と純水回収系に分別配管し、原水よりも純度の高い使用後純水はすべて回収再利用することができます。

② フェールセーフ機構：

回収系では、常時電気伝導率のチェックを行い、濃厚廃水が原水タンクに混入することを未然に防止しています。

③ 加工プロセスで使用した超純水の再利用：

大量に使用される加工プロセス用の超純水を回収し、再度加工プロセスに供給します。二次純水製造システムと同等の水質性能をもち、処理能力は3倍の $3\text{m}^3/\text{h}$ です。また、加工プロセスに柔軟に対応できるように独立したシステムを構成しています。

3.4 要素技術

3.4.1 低圧・高脱塩率の逆浸透処理装置および電気再生式連続イオン交換処理装置

本超純水供給システムでは、原水中の不純物のほぼ全量を除去し、一次純水を供給するための装置に、低圧・高脱塩率の逆浸透処理装置および電気再生式連続イオン交換処理装置が導入されています。これらを用いてイオン除去を行うことにより、装置の無停止化・無薬品化および水質安定化を同時に達成することができます。

逆浸透処理装置が超純水製造に用いられはじめた20年近く経ちますが、当初は、膜材質が酢酸セルロース系でバクテリアの繁殖に弱く、また十分な脱塩率と流量を得るためには30kgf/cm²以上の高圧をかける必要がありました。さらに、有機物の排除性能が低い等の課題もありました。約10年前、ポリアミド系等の合成高分子系材料による逆浸透膜が開発され、その後、膜表面の分子設計技術も格段の進歩を遂げたことから、現在では、10kgf/cm²前後の低圧でも、高い脱塩率と優れた有機物除去性能が十分な流量とともに得られるようになっています。膜のモジュール化技術、クリーン化技術においても、膜メーカー自身が、生産工場のクリーンルーム化や水処理エンジニアリングメーカーとの協力によって、ユーティリティーとしての超純水設備を持つ等の様々な努力を重ねてきた結果、構成材料からのTOCや微粒子、金属イオンの溶出がほとんどない逆浸透膜モジュールが採用可能になっています。本システムでは、こうした最先端の技術を導入した極めてクリーンかつ高性能な逆浸透膜モジュールが採用されています。図3.4、表3.3にその構造と基本性能を示します。

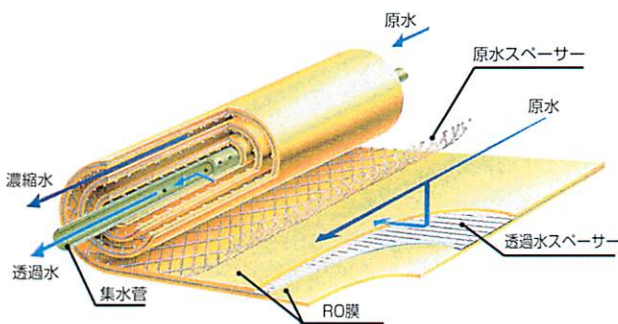


図3.4 逆浸透膜(RO)モジュールの構造

表3.3 逆浸透膜 (RO) モジュールの基本性能

項目	分類		
	型番	単位	
	NTR-759HR		
	S4		
性能	阻止率	%	99.5
	透過水量(平均値)	m ³ /day	7.0
m ³ /h		0.29	
評価条件	評価液	—	0.15%NaCl
	圧力	kgf/cm ²	15
	温度	°C	25
	ph	—	6.5
	回収率	%	10~20
	分画分子量(公称)	—	—
使用範囲	最高圧力	kgf/cm ²	30
	最高温度	°C	40
	最大供給水量	ℓ/min	42
	供給水濁度	FI	4以下
	供給水塩素	ppm	1以下
	供給水ph	—	2~10
	最大圧力損失	1エレメント	kgf/cm ²
6エレメント		4.2	
材料	膜素材		合成高分子膜
	特徴		低圧高阻止率タイプ

一方、イオン成分の除去のためには、イオン交換樹脂が最も基幹となる機能材として用いられています。しかし、イオン交換樹脂は、イオンを吸着して取り込むことによって処理水中のイオン濃度を低減するものですから、吸着飽和に伴って、酸・アルカリ薬品で定期的に再生処理、あるいは、頻繁に樹脂そのものを交換する必要が生じ、薬品廃液の処理やメンテナンスの煩わしさを伴いました。また、従来のイオン交換処理では、運転条件によっては、取量限界前にシリカ等の吸着能の低い成分の微量リークが始まることもあり、長期的にみて水質の不安定化を引き起こすことも課題となっていました。今回採用した電気再生式連続イオン交換処理装置は、イオン交換樹脂を電氣的に連続再生することが可能なため、従来のイオン交換処理装置のように、薬品による再生工程が不要であり、かつ装置を停止することなく連続して運転することのできる技術です。図3.5、表3.4に電気再生式連続イオン交換処理装置の原理図および基本性能を示します。

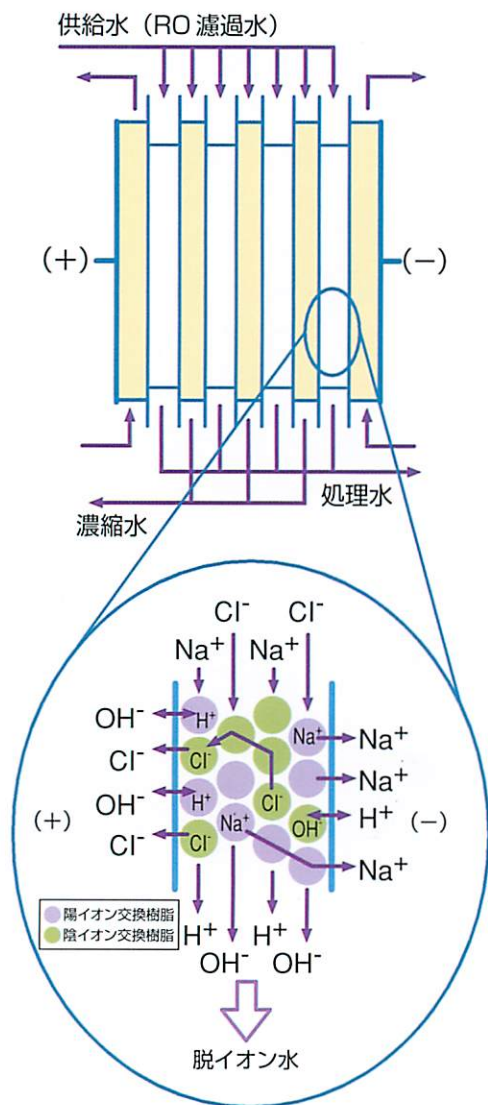


図3.5 電気再生式連続イオン交換処理装置(EDI)の原理図

表3.4 電気再生式連続イオン交換処理装置(EDI)の水質性能例

	供給水	処理水
導電率 (μS/cm)	3.8	
比抵抗 (MΩ・cm)		17.0
Na (μg/l)	420	0.5
K (μg/l)	70	0.05
Ca (μg/l)	10	0.3
Mg (μg/l)	1.1	< 0.05
HCO ₃ (mgCaCO ₃ /l)	1.1	--
Cl (μg/l)	60	< 0.5
NO ₃ (μg/l)	100	< 0.1
SO ₄ (μg/l)	10	< 0.1
SiO ₂ (μg/l)	370	3
シリカ除去率 (%)		99.2
TOC (μgC/l)	80	20

3.4.2 選択的ホウ素除去技術

ホウ素は、通常、ホウ酸イオン(BO₃⁻)の形態で、原水中に10~100ppb(parts per billion:10億分の1)程度含まれています。ホウ酸イオンは解離度が小さく、イオン交換樹脂への親和度も低いため、その他のイオンに比べて、現在の高性能逆浸透膜やアニオン交換樹脂、電気再生式連続イオン交換処理装置でも除去が難しく、水質管理上、変動しやすい不純物です。そのため、超純水供給システムを運転している際に、最も初期にリークする危険性があります。本超純水供給システムにおいては、一次純水システムにおいて、選択的にホウ素を吸着する吸着剤を用いたホウ素ポリリッシャーを設置し、二次純水製造システムへのホウ素リークのないシステムを構築しています。図3.6に、選択的ホウ素吸着剤の原理を、図3.7に、ホウ素ポリリッシャーの性能を示します。

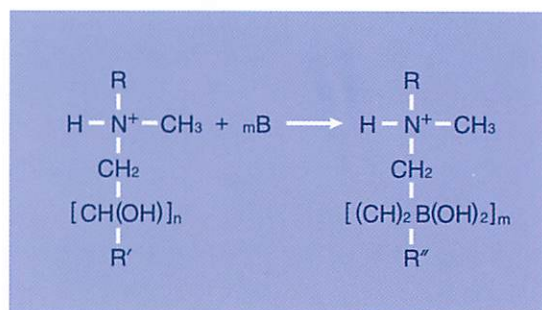


図3.6 選択的ホウ素吸着樹脂によるホウ素の吸着原理

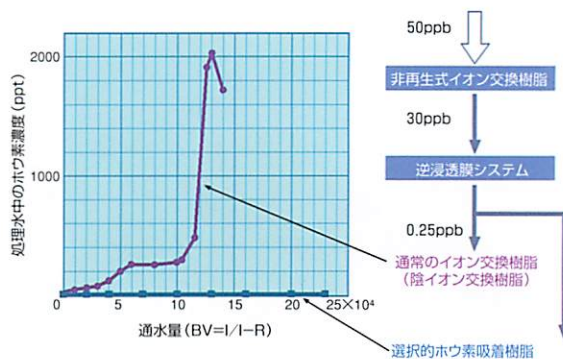


図3.7 選択的ホウ素吸着樹脂によるホウ素除去性能

3.4.3 高性能ガス透過膜による溶存ガスフリー超純水技術

超純水に溶存酸素が残留した場合、被加工物の表面を酸化することがあり、完全表面の創成を目指す本研究拠点では、徹底的な除去が必要とされています。溶存酸素除去法には、従来より真空脱気塔方式が多く用いられていますが、これに対して、膜脱気法では省スペース化が図れる点が大きな特徴です。本超純水供給システムでは、二次純水製造システム内において外部貫流方式のガス透過膜を用い、溶存酸素除去を行っています。外部貫流方式の脱気膜モジュールの概観図を図3.8に示します。外部貫流方式は中空糸の内部を層流状態で超純水が流れる内部貫流方式に比べ、ガス透過膜表面近傍の超純水が乱流状態となり、ガス交換効率の向上が期待できるとともに、圧力損失の低減も同時に図ることができます。さらに、今回用いたモジュールは、モジュール内部にバフフル板を組み込み、供給される超純水の流線が、中空糸ガス透過膜表面に対して直角に流れるようにしたことで、低濃度域におけるガス交換効率を向上させています。また、二次純水製造システムで膜脱気を行うことによって、溶存酸素だけでなく、溶存窒素も除去することができ、ユー

スポイントでの気泡発生による洗浄不良やエッチング不良の防止にも効果が期待されます。図3.9に今回使用した脱気膜モジュールを示します。

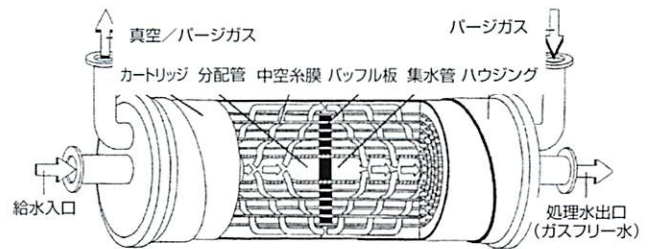


図3.8 脱気膜モジュールの概観図



図3.9 脱気膜モジュール

3.4.4 二次純水製造用クリーンイオン交換樹脂技術

二次純水製造システムにおいて用いられるイオン交換樹脂の役割は、一次純水中に残留する極微量のイオン成分および紫外線酸化によって分解された有機物由来の微量の炭酸・有機酸イオンの除去です。いずれも、一次純水の段階で、少なくともppbレベルまで低減された不純物です。その際に用いられるイオン交換処理装置には、不純物除去性能とともに、自身の低溶出性能が要求されます。イオン交換樹脂はそれ自身が有機物であるため、製造時の重合過程で未重合成分が残り、これが常に溶出すると、供給される超純水中のTOCを低減することができません。また、イオン交換樹脂の精製過程で使用された酸・アルカリ成分が残留していても、比抵抗の立ち上がり性能が悪いといった不具合を生じます。本超純水供給システムでは、もっとも厳重な管理の下で製造、精製された低溶出のクリーンイオン交換樹脂を採用しています。採用した低溶出イオン交換樹脂通過後のTOC、および比抵抗の立ち上がり性能を図3.10、図3.11に示します。

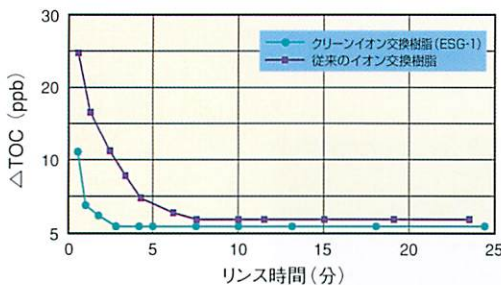


図3.10 クリーンイオン交換樹脂(ESG)のTOC立ち上がり性能

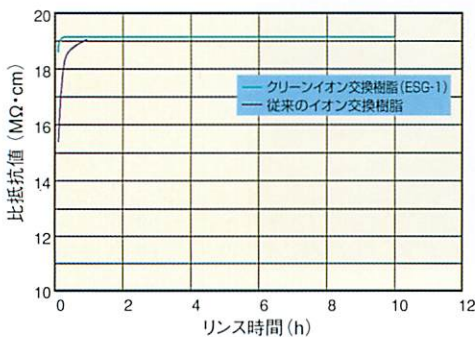


図3.11 クリーンイオン交換樹脂(ESG)の比抵抗立ち上がり性能

3.4.5 外圧型の中空糸限外濾過処理装置

中空糸限外濾過膜モジュールは、その微粒子除去性能、コロイド成分除去性能から、超純水製造の最終フィルターとして用いられています。かつては、微粒子目詰まりに対する耐性が高い等の理由から、中空糸の内側に供給水を通水する内圧型が用いられました。しかし、限外濾過処理装置までのシステムのクリーン化により限外濾過処理装置への微粒子負荷が減少していること、圧力損失が小さいこと、モジュールそのものからの発塵が低減できること等から、最近では中空糸外側に供給水を送り、中空糸内側に透過水を得る外圧型が用いられています。採用した外圧型の中空糸限外濾過処理装置の概観図を図3.12、基本性能を表3.5に示します。

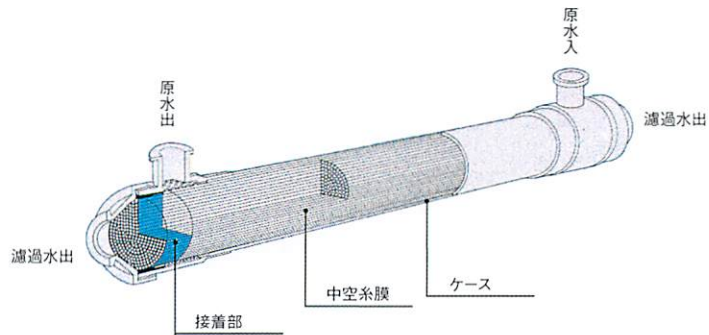


図3.12 外圧型の中空糸限外濾過膜(UF)モジュールの概観図

表3.5 外圧型の中空糸限外濾過膜(UF)モジュールの基本性能

型式	OLT-3026	
仕様	中空糸膜サイズ	外径1.1mm ϕ
	有効膜面積	10.7m ²
	モジュール径	89mm
	モジュール長	1,129mm
能力	公称分画分子量 (CMW)	10,000
	濾過水量	3.5m ³ /hr · kgf/cm ² (25℃)
使用条件	膜内外最高差圧	3.0kgf/cm ²
	原水供給最高圧力	6.0kgf/cm ²
	上限温度	90℃
	pH範囲	1~14
主要材質	中空糸膜	ポリスルホン系
	モジュールケース	ポリスルホン系
	接着剤	エポキシ樹脂
	ガスケット	フッ素ゴム

3.4.6 低発塵クリーンポンプ

ポンプは、接液部の構造が複雑なうえに、機械的な回転部や摺動部をもつことから、摩耗・はく離による微粒子発生危険性の極めて高い機器です。特に、ポンプのケーシングやインペラーが鋳鉄製の場合、接液部表面にピンホールが多数あるために、微粒子の放出を避けることができません。本超純水供給システムでは、ユースポイントへの圧送ポンプに、ポンプからの発塵を従来よりも大幅に低減した低発塵クリーンポンプを用いています。接液部は、SUS316Lを切削加工した後、複合電解研磨処理が施されており、内面平滑度を高めることによって付

着微粒子が大幅に低減されています。また、摺動部であるメカニカルシールは回転部を接液部の外型に配置し、さらにメカニカルシール部手前から内部液を極微量排出する機構を設けることによって、発生する微粒子を速やかに外部に出すことができるようになっていました。さらに、ケーシングとカバーの接合部からも内部液を一部外部へ排出できるようになっており、滞留部を可能な限り無くすよう配慮された設計となっています。図3.13に採用した低発塵クリーンポンプの構造図を示します。また、低発塵クリーンポンプの吐出水中の微粒子数、及び吐出水の比抵抗立ち上がり性能を表3.6、図3.14に示します。

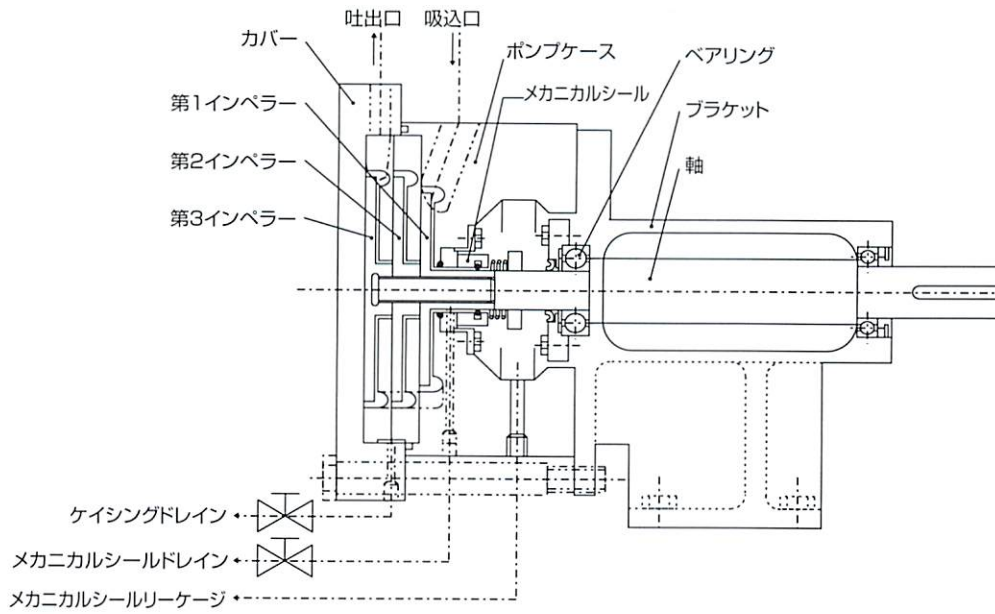


図3.13 低発塵クリーンポンプの構造図⁽¹⁾

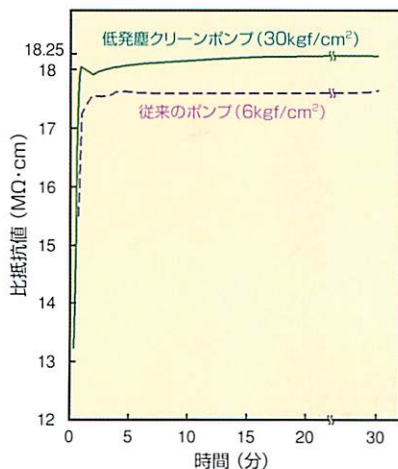


図3.14 低発塵クリーンポンプの比抵抗立ち上がり性能⁽¹⁾

表3.6 低発塵クリーンポンプ吐出水中の微粒子数の評価結果⁽¹⁾

装置	低発塵クリーンポンプ 30kgf/cm ²	従来型ポンプ 6kgf/cm ²
サイズ範囲		
> 0.1 μm	147	1620
> 0.2 μm	51	868
> 0.5 μm	2	15

3.4.7 システムエンジニアリング

超純水に含まれる不純物量が極限まで低減されることが要求される今日、不純物除去のための水処理プロセスの高性能化と同時に、構成材やプロセス装置自体から発生する不純物の低減にも配慮したシステムエンジニアリングが強く求められています。本ウルトラクリーンルームの超純水供給システムでは、可能な限りの高水質が要求されることから、これらが十分に配慮された設計・施工が行われています。

我々にとって、もっとも身近な液体である水は、“固体(氷)が液体(水)に浮く”であるとか、“融点(0℃)と沸点(100℃)が、分子量(18)の割に異常に高い”と言ったユニークな性質を備えた“変わり種の物質”です。図3.15は、同類の分子との比較を示したものです。これらの性質は、単独の H_2O 分子が単に寄り集まっただけのものではなく、 H_2O 分子同士が水素結合によって結ばれ、 $(\text{H}_2\text{O})_n$ の集団を形成しているためと説明されています。この水素結合の生成と消滅は 10^{12} 秒と言った驚くべき速さで絶えず繰り返され、時々刻々と $(\text{H}_2\text{O})_n$ の集団は形を変えているのです。この“変わり種の物質”の本質については、未だ未解明の部分が数多く残されており、現在の技術をもってしても、その能力のすべてを引き出して利用できているとは言えません。超純水製造技術は、水の中の不純物を取り除く“水を整理する技術”です。非常に重要かつ有用な技術であり、これからもより高純度の水の製造を目指して研究を進める必要があります。しかし、不純物がゼロに近い超純水が手に入った今、いよいよ水の性質が本質的に解明されるとともに、必要な物質を必要な量だけ溶かし込んだり、必要なエネルギーを与える等して、水の秘められた機能を引き出すと言った“水に機能をもたせる技術”の基盤も整いつつあると言えます。洗浄力の高い水、何でも完全に酸化して有害な副生成物を作らない水、健康や動植物の発育に効果のある水、食品を腐らさない水等、現在は化学薬品に頼っている機能を水の持つ能力を使いこなすことで実現しようとする研究開発が行われ始めています。本ウルトラクリーンルームで実施される研究、すなわち完全表面の創成においても、超純水の本質が示され、そして、様々な加工プロセスの中で超純水がどのような役割を演じているのか解き明かされることが期待されます。

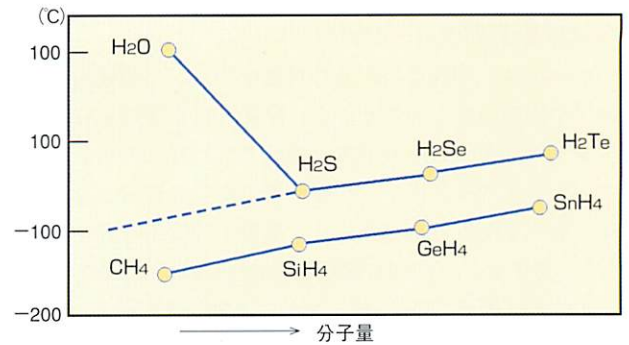


図 3.15 水素化合物の沸点

- (1) UCS半導体基盤技術研究会編：超純水の科学, Surface Science Technology Series No.1, リアライズ社 (1990).
- (2) T.Ohmi (ed.): Ultraclean Technology Handbook, Vol.1, Ultrapure Water, Marcel Dekker, Inc. (1993).
- (3) 大見忠弘：ウルトラクリーンULSI技術, アドバンスドエレクトロニクスシリーズ I-15, 培風館 (1995).

〈オルガノ株式会社 今岡孝之〉

[1] オルガノ株式会社	システム設計・施工
[2] 日東電工株式会社	ROモジュール：NTR-759HR
[3] 株式会社荏原製作所	RO膜送水用ポンプ：32AAVF406.3
[4] オルガノ株式会社	RO/EDIユニット：スーパーデザリナー
[5] オルガノ株式会社	選択的ホウ素吸着樹脂：IRA-743T
[6] 積水化学工業株式会社	C-PVC配管材・バルブ
[7] ニチアス株式会社	PVDFライニング
[8] 千代田工販株式会社	低圧UV酸化処理装置：TDFL-4
[9] ヘキストジャパン株式会社	脱気膜：Liqui-Cel 5PCG-326
[10] オルガノ株式会社	低溶出イオン交換樹脂：ESGシリーズ
[11] 旭化成工業株式会社	外圧限外濾過膜：OLT-3026
[12] 旭有機材工業株式会社	PVDF配管材・バルブ
[13] ベルメレック電極株式会社	オゾンナイザー：ピュアゾンS-200-W-SC
[14] ダイライト株式会社	ポリエチレンタンク：SPシリーズ、Aシリーズ
[15] 二国機械工業株式会社	クリーンポンプ：40PWK32
[16] リオン株式会社	パーティクルカウンター：KL-26
[17] 伯東株式会社	ANATEL TOCモニター：ANATEL A1000 S20P
[18] オービスフェア ラボラトリーズ ジャパン インコーポレイテッド	溶存酸素メーター：model 3600
[19] 電気化学計器株式会社	シリカメーター：SLC-1605

4.高性能薬液洗浄システム

4.1 はじめに

原子レベルの超精密加工を実現するためには、加工前の試料表面から、微粒子、有機物、各種金属原子などの汚染物質を取り除く必要があります。さらには、加工前の試料表面から酸化膜を取り除くことが必要な場合もあります。また、加工後の試料表面の洗浄も重要になる場合があります。本ウルトラクリーンルームにおいても、薬液洗浄を行うクリーンドラフトチャンパーと、使用後の薬液や超純水を処理する廃液処理システムとからなる、高性能薬液洗浄システムを設置し、最先端の洗浄プロセスが行えるようになっています。

クリーンドラフトチャンパーは、無機薬液を使用する場合は塩化ビニル (PVC: Polyvinyl Chloride) 板、有機薬液を使用する場合はステンレス板で製作された筐体を有しています。この筐体の中にクリーンな空気を供給しながら、超純水や薬品により、LSIの基板となる大口径ウエハ、大型ミラーおよび大口径レンズなどの各種試料を洗浄し、洗浄により発生したガスを屋外に排気する装置で、他に「ウエット洗浄装置」、「ウエットベンチ」、あるいは「ウエットステーション」等と呼ばれる場合もあります。

LSIの製造において、ウエハの洗浄工程はLSIの超微細化、多機能化を始め、ウエハの大口径化等に伴い今後ますますその機能が重要になってきます。クリーンドラフトチャンパーは、ウエハなどの試料を洗浄するための各種洗浄治具を収納した筐体であり、その主機能は、供給される超純水や、使用される高純度薬液と洗浄治具等により決定されますが、付帯機能として重要なものに、洗浄工程で発生する各種の排気ガスを、いかに少ない排気量で外部に排出するかということがあります。クリーンルームは、昼夜にわたり高度の環境条件を維持するため、膨大なエネルギーを消費しています。高額な運転経費を低減するための省エネルギー対策は、重要課題となっています。運転費で大きな比率を占めているのが、外気をクリーンルームに取り込む際に温湿度調整を行うため必要となる空調動力費です。そして、得られたクリーンエアの大半が、クリーンドラフトチャンパー内における洗浄工程で発生するガスとともに屋外に排気されます。本ウルトラクリーンルームに設置された各種のクリーンドラフトチャンパーは、主要機能を始め少排気量機能を兼ね備えた付帯機能を満たしたものになっています。

以下では、本ウルトラクリーンルームに設置されているクリーンドラフトチャンパーの省エネルギー性能を中心に、機器構成等について説明します。

4.2 薬液洗浄システムに求められる要件

薬液洗浄システムに求められる要件は、以下のようになります。

- ① 供給されたクリーンエア、超純水、超高純度ガス、高純度薬液の品質を低下させることなく洗浄槽に供給することができ、かつ薬液洗浄プロセスにより発生した排気ガスの漏洩によるクリーンルーム内部の汚染がないクリーンドラフトチャンパーであること。
- ② クリーンエアの排気量が極力抑えられた、少排気量型クリーンドラフトチャンパーであること。
- ③ 次世代の大口径シリコンウエハ、高性能X線ミラー、ステッパ用大口径非球面レンズ等の大型試料の洗浄プロセスが可能であること。
- ④ 使用後の超純水を再利用するための回収水システムを備えていること。
- ⑤ 回収水、無機廃液、有機廃液、一般廃液等の各種廃液を分別し、処理することが可能な廃液処理系を備えていること。
- ⑥ 廃液量が少ない、省エネルギー、環境保護優先型の洗浄プロセスが可能であること。

4.3 高性能薬液洗浄システムの構成と特徴

図4.1に本ウルトラクリーンルームに設置された、高性能薬液洗浄システムの構成を示しました。クリーンドラフトチャンパーは、

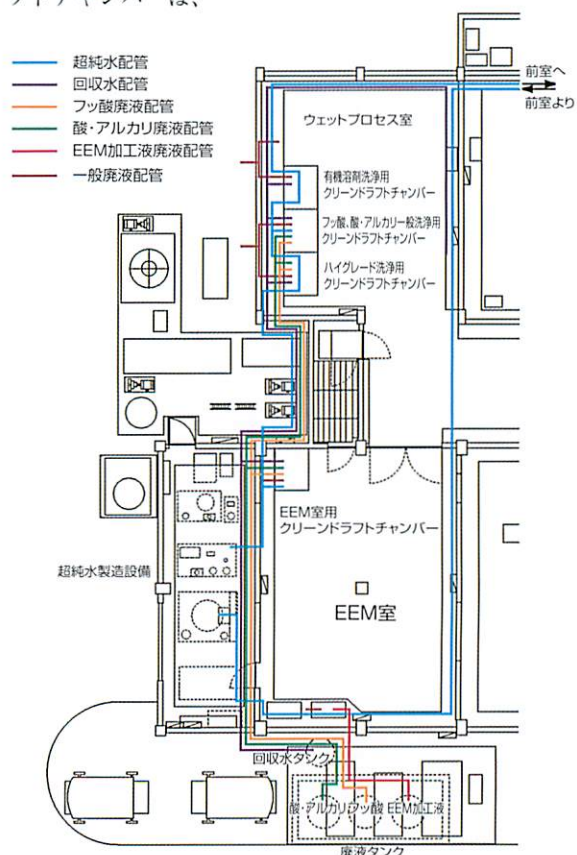


図4.1 高性能薬液洗浄システムの構成

- ① ハイグレード洗浄用(ウエットプロセス室) [1]
- ② フッ酸、酸・アルカリ一般薬液洗浄用(ウエットプロセス室) [2]
- ③ 有機溶剤洗浄用(ウエットプロセス室) [3]
- ④ EEM室用(EEM室) [4]

の計4台が設置されています。各クリーンドラフトチャンパーは、それぞれが屋外に設置された排気処理装置に接続され、チャンパー内を常時排気しています。また、超音波洗浄装置[5]やオゾン水製造装置[6]などの設備が備えられ、最新の洗浄プロセス⁽¹⁾が可能となっています。

廃液処理システムは、回収水配管、回収水タンク、各種廃液配管と廃液タンク等により構成され、廃液タンクは屋外に設置されています。

4.4 クリーンドラフトチャンパー (Clean Draft Chamber)

4.4.1 構成と特徴

装置正面からの写真を図4.2に、装置の構造および各部の名称を図4.3に示します。図中の赤い矢印は、クリーンドラフトチャンパー内のクリーンエアの流れを示しており、シンク上方からのダウンフローと、シンク上部を水平方向に流れるエアシールの二系統があります。



図4.2 クリーンドラフトチャンパー

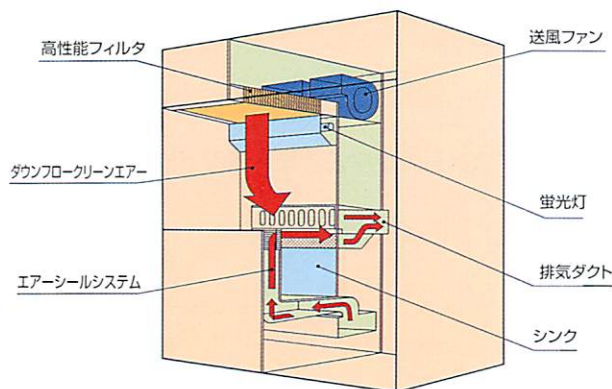


図4.3 装置の構造と各部の名称

また、表4.1には、各部の寸法を示します。

表4.1 装置各部の寸法 (mm)

外形	幅	1500
	奥行き	1200
	高さ	2200
シンク	幅	1200
	奥行き	600
	高さ	450

本ウルトラクリーンルームに設置されているクリーンドラフトチャンパーの大きな特徴としては、以下の項目が挙げられます。

- ① 水平エアカーテン機能：クリーンルームの膨大な運転経費の削減は大きなニーズであり、種々の省エネルギー対策が必要です。そのためには、外気空調負荷を低減する、少排気量型のクリーンドラフトチャンパーが必須の設備です。本ウルトラクリーンルームにおいても、省エネルギー化は重要課題であり、プッシュプルエアカーテンによる薬液槽シール方式、いわゆる水平エアカーテン機能を装備した、ベンチ幅1m当たりの排気量が6 m³/min以下の少排気量型クリーンドラフトチャンパーを設置しました。
- ② 大容量シンク：次世代のφ300mmシリコンウエハ、全長1mの高性能X線ミラー、ステッパ用大口径非球面レンズなどの大型試料の洗浄が可能です。
- ③ 超純水供給部：ハイグレード洗浄用クリーンドラフトチャンパーでは、液溜りの無い三方弁を使用し、供給される超純水の品質を低下させないように配慮されています。
- ④ 回収水配管：再使用可能な超純水は、回収水配管から回収水タンクに還すことにより、超純水の使用量を節約します。その他の廃液は、フッ酸、一般酸・アルカリ、有機溶剤別に廃液タンクに排出された後、処理されます。
- ⑤ フィルター：クリーンエアを作るためのフィルターとして、ポロンの発生の無い高性能ULPA(Ultra Low Penetration Airfilter) [7]を使用しています。
- ⑥ 本体パネル材料：本体を構成する材料として、帯電防止処理を施した塩化ビニル(PVC: Polyvinyl Chloride)を使用し、塵埃の付着を最小限に止めています。なお、有機溶剤洗浄用クリーンドラフトチャンパーはステンレス製となっています。
- ⑦ EEM室用クリーンドラフトチャンパー：EEM室は、湿度100%の特殊環境のクリーンルームです。EEM室に設置されたクリーンドラフトチャンパーは、電装部をすべてエアタイトにするなど、湿度100%の特殊環境下においても稼働可能となっています。
- ⑧ 超高純度窒素ガス：本ウルトラクリーンルームでは、超高純度ガスが供給されていますが、クリーンドラフトチャンパー内の窒素ガス配管においても高性能小型メタルガasket継手[8]を使用し、窒素ガスの品質をできる限り低下させずに窒素ガンに供給しています。

4.4.2 水平エアカーテン

プッシュプルエアカーテン方式⁽²⁾クリーンドラフトチャンバーの基本構成を、通常型と比較して図4.4に示しました。小型送風機、高性能フィルターとダクトでつないだ吹出フード、及び排気ダクトとつながる吸込フードによって流しを覆うエアカーテンを形成しています。

薬液を加熱して使用すると、槽から有害蒸気を含む流速0.3m/s程度の上昇気流を生じます。これをできるだけ拡散させないで排気するため、クリーンドラフトチャンバーでは風速0.5m/s程度のダウンフロー気流を吹き出させます。すなわち、20~30m³/minの吹出風量が排気されます。エアカーテン(水平層流)で薬液槽からの上昇気流を拡散しないうちにすぐ吹き払うと、その上部空間は清浄度を維持するだけでよく、0.1m/s程度のダウンフロー気流で十分となります。エアカーテンの風量は毎分数立方メートルにすぎず、したがって総排気量は1/3~1/4となります。

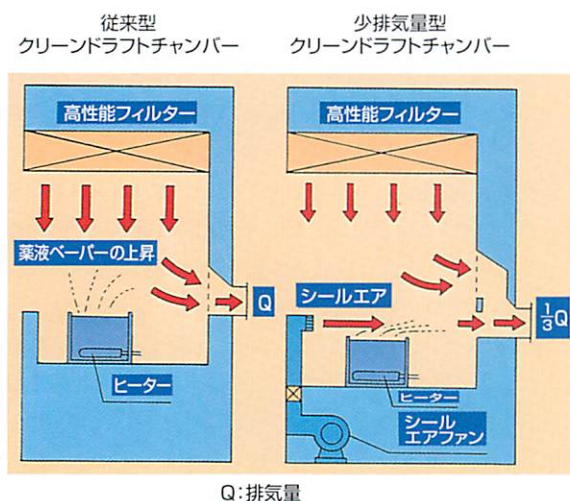


図4.4 フッシュプルエアカーテン方式クリーンドラフトチャンバーの基本構成と機能説明

図4.5にエアカーテン構造の概要を示しました。たとえば、煮沸水の水蒸気をシールするには厚さ50mm程度で1m/s以上の風速を持つ水平層流が必要です。本ウルトラクリーンルームのクリーンドラフトチャンバーでは、

- ① 吹出口には整流用のハニカム格子板と通気抵抗を増す汙布を設ける。
- ② 吹出風速の均等化を図るため、フード内にガイド板を設ける。
- ③ 吸込風速の均等化を図るため、吸込ダクトに整流板を設ける。
- ④ 流し中央での風速低下をなくすため、吹出口高さは45mm以上にする。

等の対策により、シンク上部において均一な水平層流を形成しています。

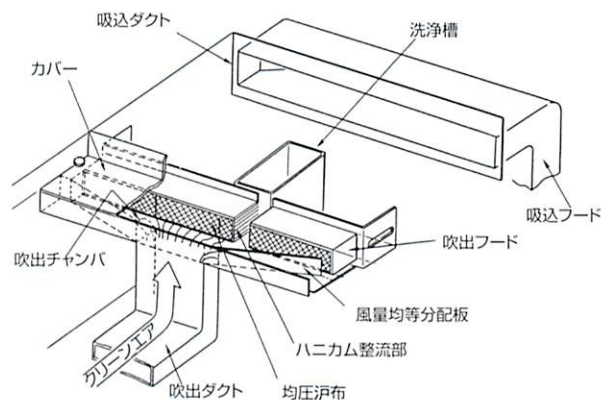


図4.5 フッシュプルエアカーテン装置の構造

4.5 廃液処理システム

本ウルトラクリーンルームの廃液処理システム[9]は、

- ① 超純水を再利用するための回収水配管[10]と回収水タンク(200L)[11]
- ② フッ酸廃液用の廃液配管と廃液タンク(1t)
- ③ 酸・アルカリ廃液用の廃液配管と廃液タンク(1t)
- ④ EEM加工液用洗浄槽、廃液配管、および廃液タンク(1t)
- ⑤ 一般廃液配管(下水)

から構成されています。廃液配管(PVC:PolyvinylChlorid)[10]は1/200の勾配がつけられ、リターンスペースや屋外を通して廃液タンク[11]に接続されています。廃液タンク内は、上部に設置された排気処理装置によって常時排気されています。また、有機廃液はアルコール系とハロゲン系に分別され、有機溶剤洗浄用ベンチに附属するタンクに排出されます。

- (1) UCS半導体基盤技術研究会編：シリコンの科学, Surface Science Technology Series No.3, リアライズ社(1996)pp.349-384.
- (2) 藤崎芳男、平塚豊、大見忠弘：LSI製造におけるプロセス高性能化技術Ⅲー ULSIプロセス技術ー, リアライズ社(1989)、第4章、第2節、省電力型クリーンドラフト, pp.163-181.

〈日立プラント建設株式会社 福田宗治〉

- | | |
|--|--------------------------------|
| [1] 日立プラント建設株式会社
株式会社日立プラント建設機電エンジニアリング | ハイグレード洗浄用クリーンドラフトチャンバー |
| [2] 三協エンジニアリング株式会社
三協テクニカ株式会社 | フッ酸、酸・アルカリ一般洗浄用クリーンドラフトチャンバー |
| [3] 株式会社ダン科学 | 有機溶剤洗浄用クリーンドラフトチャンバー |
| [4] 株式会社スガイ | EEM室用クリーンドラフトチャンバー |
| [5] 株式会社カイジョー | 超音波洗浄機CA-78S-62 |
| [6] ペルメレック電極株式会社 | 超純水電解オゾン水製造装置 ピュアゾン S-600-W-SC |
| [7] ダイキン工業株式会社 | ニューロファインフィルター KMH7201470 |
| [8] 株式会社フジキン | 高性能小型メタルガスケット継手UPGシリーズ |
| [9] オルガノ株式会社 | 廃液処理システム |
| [10] 積水化学工業株式会社 | C-PVC配管材・バルブ |
| [11] ダイライト株式会社 | ポリエチレンタンク：SPシリーズ、Aシリーズ |