



300 MM ウェーハの高流量・高粘度循環アプリケーションにおけるフィルトレーションソリューション

著者：Ariel Frometa、甘利 睦浩、舟橋 勇、永淵 琢也、千葉 幸司

はじめに

液体のフィルトレーションは、何年もの間、半導体デバイスの製造に適用されてきました。多くのプロセスで使用されるウェットステーションには、汚染制御のための薬液用フィルターと送液制御のための薬液用ポンプが組み込まれています。これらのウェットステーションは、一般的に、フィルター、ポンプ、配管機器などによって構成される循環槽システムを採用しています。

汚染制御の要求事項が厳しくなるにつれて、フィルターをアップグレードし、除粒子性能をより高くすることが非常に重要となっています。メンブレンの孔径を微細化（緻密化）したフィルトレーションがすでに確立されていますが、これは圧力損失とフィルター抵抗の増加を招きます。その結果として、メンブレン孔径の微細化は循環槽システムの流量に影響を与えることになります。本書は、使用条件によって流量が異なるアプリケーションにおいて、メンブレンの孔径が微細化する際に、それがシステム流量に及ぼす影響を把握することを目的としています。

除粒子性能と流量の重要性

従来は、フィルターの流量性能が優先され、除粒子性能はその引き換えになっていました。しかし、今後の半導体製造プロセスでは、高い除粒子性能と高流量の両立が強く求められます。

槽内粒子レベルのシミュレーション

循環槽の槽内粒子濃度は、循環流量とフィルターの粒子除去率との関係式として表すことができます。この槽は、連続攪拌タンク型反応装置（CSTR）として作用する完全混合系モデルと見做すことができます。クリーンな薬液が槽の底から供給されると、槽

内の汚染された薬液と混合します。フィルターが連続的に粒子を除去することにより、槽内の粒子レベルが指数関数的に減少します。槽内の粒子濃度は、式 1 を用いて求めることができます。図 1 に、典型的な循環槽のモデルを示します¹。

$$C = C_0 e^{-QRt/V} \quad (1)$$

ここで、

C = t 時間後の槽内粒子濃度 (粒子数/mL)

C_0 = 槽内の初期粒子濃度 (粒子数/mL)

Q = 循環流量 (L/min.)

R = フィルターの除去率

V = 循環槽システムの容量 (L)

この式から、より高い流量と除去率が、より速い槽内粒子低減につながる事が分かります。

一般的に、除粒子性能が高いフィルターは流量が低く、高流量が得られる低圧損のフィルターは除粒子性能に優れていません。理論的には、流量と除去率の両方が高ければ、槽内清浄性能が向上します。表 1 に、流量と除粒子の特性が異なるフィルターについて、この式によって得られた槽内粒子低減時間の予測を示します。

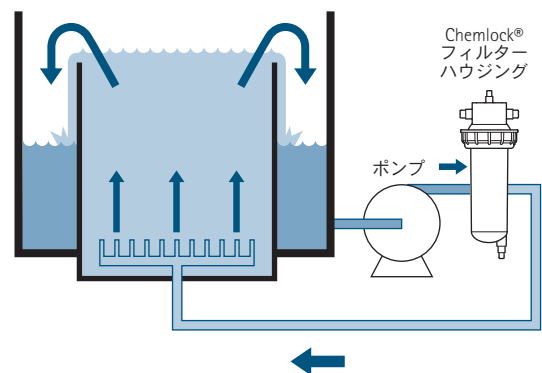


図 1：循環槽システムの簡易模式図

フィルター別の槽内粒子低減予測

QuickChange® フィルター	膜面積 (m ²)	流量* (L/min.)	0.03 μm 粒子の PSL 除去率 (LRV)	槽内粒子を 99% 除去する 時間 (min.)**
ATX 0.1 μm	1.3	17	0.7	11.8
ATM 0.03 μm	1.8	10	3.5	9.9
ATE 0.03 μm	2.2	17	3.5	9.4

* 25°C 純水のろ過差圧 20 kPa における流量

** EJ-90 ベローズポンプ、駆動圧力 0.3 MPa (43 PSIG)、
ポンプ単体流量 20 L/min.、1.7 cP、1 g/cm³ 液

表 1：フィルター別の槽内粒子低減予測

このことから、フィルターの除粒子性能とともに循環槽の粒子低減性能を決定するシステム流量に対して、どのようなファクターが影響するかを把握することが重要と言えます。

循環槽システムにおける 圧力損失

では、典型的な循環槽システムにおける圧力損失の要因を把握することから始めます。循環槽システムの全抵抗が循環流量に影響します。この全抵抗は、フィルター、配管システム、水圧ヘッドの 3 つのファクターに分けることができます²。

フィルター抵抗

フィルターによる圧力損失は、層流損失と捉えられます。層流損失は、Hagen-Poiseuille の式を用いて理論値に換算できます。この式において、圧力損失は粘度と流量の一乗に比例します³。

フィルター抵抗は、フィルター製造時に純水流量試験を実施することにより、容易に測定できます。フィルターの孔径が小さくなると、高抵抗または低流量につながります。表 2 に、微細化するフィルターの孔径と、それぞれの抵抗および流量を示します。

インテグリスの各種薬液用フィルターの抵抗値

表示孔径 (μm)	抵抗 (kPa/LPM-cP)	流量* (l/min.)
0.1	0.82	27
0.05	1.18	19
0.03	2.19	10

* 圧力 20 kPa、25°C での流量

表 2：インテグリスの各種薬液用フィルターの抵抗値

配管系抵抗

配管系（配管、継手、ヒーター）による圧力損失は、一般的には乱流損失です。乱流損失は、Bernoulli の式を用いて理論値に換算できます⁴。この式において、圧力損失は密度の一乗と流量の二乗に比例します⁵。なお、乱流損失は、流体粘度 (μ) の影響を受けません。

水圧ヘッド抵抗

3 つ目のファクターは、薬液がオーバーフロー槽に流れ込む堰の高さに関連する水圧ヘッドです。このファクターは、流量と無関係で、一般的な循環槽に関してもそれほど重要ではありません。そのため、このファクターは、以下の計算では無視されます。

全抵抗

したがって、循環槽システムの全抵抗は、フィルター抵抗と配管系抵抗の合計として計算できます。

必要流量を満たすための ポンプ曲線の把握

薬液用ポンプは、フィルターと配管系に薬液を流すための、圧力と流量を発生させる必要があります。フィルターの圧力損失が上昇すると、ポンプへの負荷が高くなり、ポンプ圧力の上昇と流量の低下につながります。なお、メンブレンの閉塞、乾き、エアロック、そしてこれらの複合的ファクターなどが、フィルターの圧力損失の上昇につながることを覚えておいてください。

往復動ポンプは、マイクロエレクトロニクス産業で一般的に使用されるポンプです。この種のポンプには、空圧駆動のペローズ型またはダイヤフラム型のポンプなどがあります。空圧駆動ポンプは、駆動圧によって、ポンプ特性が異なります。図 2 に、インテグリスの EJ-90 モデル空圧駆動式ペローズ ポンプのポンプ曲線を示します。

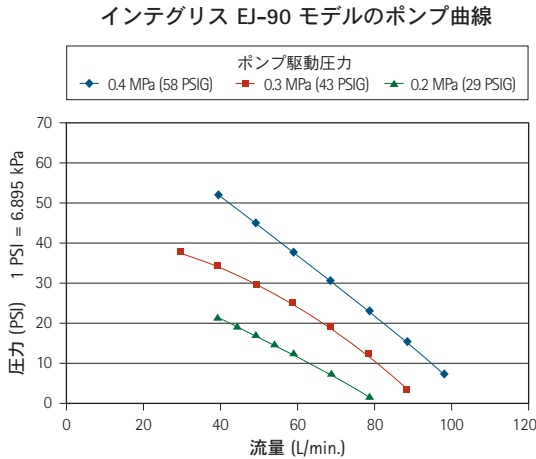


図 2：空圧駆動式ペローズ ポンプ、インテグリス EJ-90 モデル

このようなポンプ曲線は、未知の係数を伴う二次多項式で近似されます。

そこで、フィルターと配管の抵抗、既知の密度と粘度といった特定の条件から求められる計算式との組み合わせで、槽流量が計算できます。要約すると、特定のポンプ曲線とフィルターの組み合わせに対して、一定の循環槽流量が決まります。

計算例：

孔径 50 nm の QuickChange® ATM フィルターについて、以下の条件の組み合わせを検討してみます。

- ペローズ ポンプ EJ-90、駆動圧 0.3 MPa (43 PSIG)
- フィルター抵抗=1.18 kPa/LPM-cP (0.65 PSID/GPM-cP)
- 粘度=1 cP
- 密度=1 g/cm³
- フィルターを除いた配管流量=34 L/min. (9 GPM)

この条件下でのシステム流量は、32 L/min. となります算出されます。

インテグリス EJ-90 モデルのポンプ曲線
フィルターを除いた流量 9 GPM、1 cP、1 g/cm³

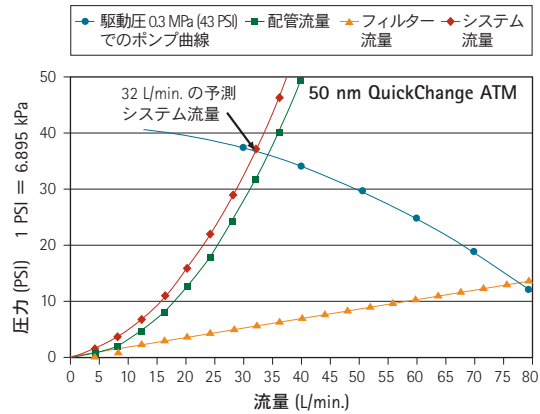


図 3：QuickChange ATM 50 nm フィルターを使用した場合のシステム流量予測 (1 cP)

次に、孔径 30 nm の QuickChange ATM フィルターを使用した場合について検討してみます。この場合、フィルター孔径が微細になり、圧力損失が上昇します。

- ペローズ ポンプ EJ-90、駆動圧 0.3 MPa (43 PSIG)
- フィルター抵抗=2.19 kPa/LPM-cP (1.2 PSID/GPM-cP)
- 粘度=1 cP
- 密度=1 g/cm³
- フィルターを除いた配管流量=34 L/min. (9 GPM)

この条件下でのシステム流量は、30 L/min. と算出されます。

このケースでは、システム内のフィルター孔径を単純に 50 nm から 30 nm にアップグレードした場合の流量低下は、2 L/min. (約6%) でした。これは、粘度 1 cP の液体に対する結果となります。図 3 および図 4 に、これらの結果をグラフで示します。

インテグリス EJ-90 モデルのポンプ曲線
フィルターを除いた流量 9 GPM、1 cP、1 g/cm³

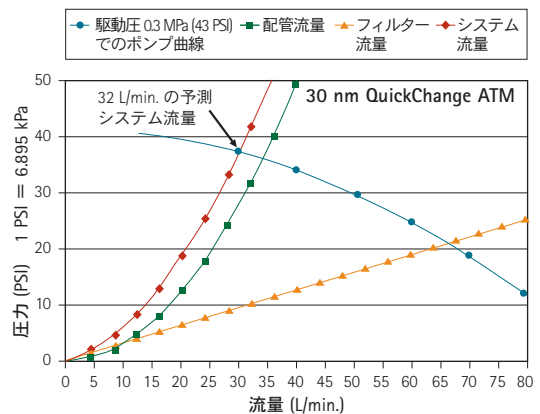


図 4：QuickChange 30 nm ATM フィルターを使用した場合のシステム流量予測 (1 cP)

システム流量における流体粘度の影響

ここでは粘度が異なる場合のシミュレーションを、密度を一定にして見てみます。また、同じペローズポンプで2種類のフィルターについて計算しました。これらの2種類のフィルターは、ろ過面積が異なり、それぞれのフィルター抵抗値は0.72および1.2 PSID/GPM-cP です。

この結果は、QuickChange ATM 30 nm フィルターから同一孔径で抵抗がより少ないフィルターに交換した場合の影響を示しています。QuickChange ATE は、流量を向上させるために設計されたフィルターです。ATM フィルターからより高流量タイプのATE に移行した結果、1 cP 条件下でのシステム流量の増加は約5% でした。しかし、流体粘度を 1.5、1.7、1.9、3.5 cP に増やした場合、ATE フィルターを使用したシステム流量はそれぞれ 7.5、8.5、9.5、18% 増加しました。したがって、高粘度の流体については、フィルター抵抗の影響が大きくなります。図5 に、この結果を示します。

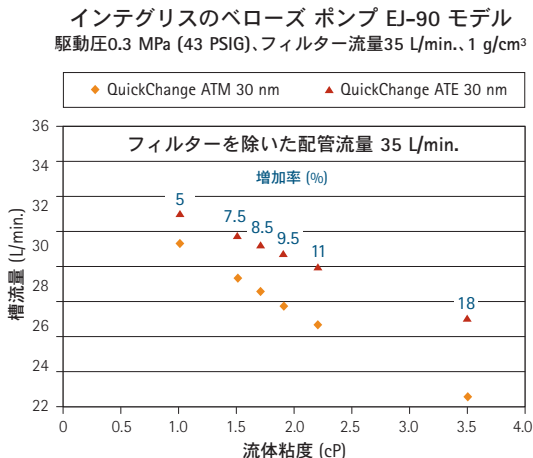


図5：システム流量における流体粘度の影響とフィルタータイプの比較、配管流量 35 L/min.

配管抵抗の影響

先程までの計算は、フィルターを除いた配管流量を 35 L/min. として実行しました。この領域での流量は、従来の 200 mm ウェーハ プロセスでは必要以上と考えられますが、いくつかの 300 mm プロセスでは実用領域となっています。

それでは、フィルターを除いた配管流量が 20 L/min. という条件で検討してみます。QuickChange ATM 30 nm と QuickChange ATE 30 nm フィルターのシステム流量を比較すると、異なる結果が得られました。この

場合、配管抵抗がシステム流量に与える影響が比較的大きくなり、フィルター抵抗の違いによる影響は小さくなります。図6 に、その結果を示します。

インテグリスのペローズ ポンプ EJ-90 モデル
駆動圧0.3 MPa (43 PSIG)、フィルターを除いた
配管流量20 L/min.、1 g/cm³

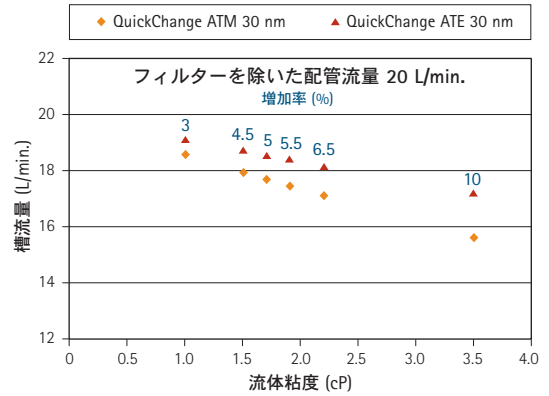


図6：システム流量における流体粘度の影響とフィルタータイプの比較、配管流量 20 L/min.

したがって、20 L/min. のアプリケーションのように、配管抵抗の影響が大きくなる場合は、フィルター流量の向上によるメリットは大きくありません。しかし、高流量で実行される 300 mm ウェーハ プロセスのアプリケーションでは、高流量タイプのフィルターを使用することによって、システム流量の著しい向上が見られます。図7 に、QuickChange ATM 30 nm から QuickChange ATE 30 nm フィルターに変更した場合の、流体粘度によって異なる流量への影響を示します。

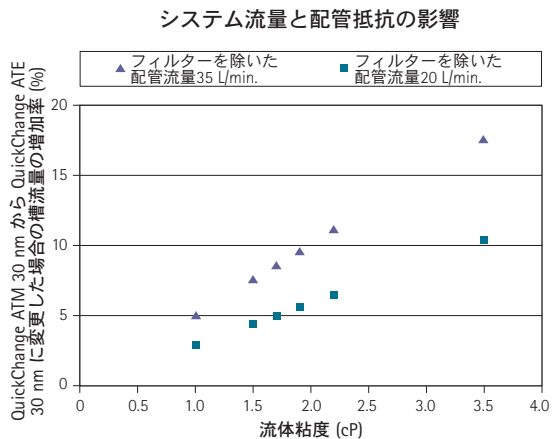


図7：高流量タイプのフィルターに移行した場合のシステム流量における配管抵抗の影響

実機による評価結果とシミュレーションの精度

これまで示したデータは、前述の計算式に基づいた循環流量の予測値です。この予測値が実際のアプリケーションに対して正確であるかどうかを確認するために、実機を使用してフィルターの違いによる循環流量への様々な影響を検証しました。

評価装置の構成

実機による評価は、300 mm ウェーハ プロセス用に設計された循環槽システムを用いて実施されました。使用された薬液は硫酸で、ポンプはインテグリスのペローズポンプ EJ-90が使用されました。槽容量は約13ガロン(50L)で、薬液はインライン型ヒーターを通して加熱されます。なお、フィルターの流量と差圧の測定には、流量計と圧力センサーを使用しました。図8に、評価装置の模式図を示します。

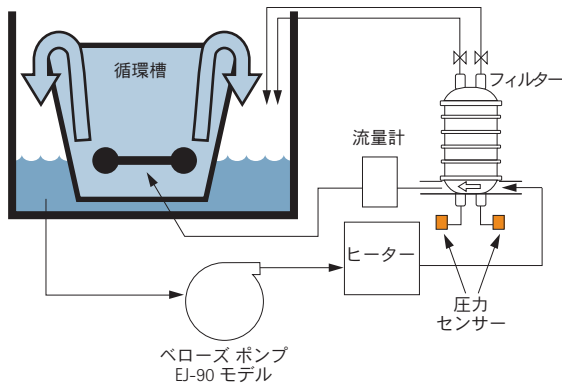


図8：評価装置の模式図

評価条件

流体粘度と温度

薬液槽システムの温度は、80~140°Cの範囲で変更されました。温度条件が変わると、硫酸の粘度が変わります。表3に、濃硫酸の温度と粘度の関係を示します。

硫酸の温度と粘度の関係

温度 (°C)	98% 硫酸	
	粘度 (cP)	
25	17.0	
80	3.5	
110	2.2	
120	1.9	
130	1.7	
140	1.5	

表3：硫酸の温度と粘度の関係

フィルター抵抗

評価には、フィルター抵抗が異なる2種類の製品を使用しました。それは、インテグリスのQuickChange ATM 30 nm と QuickChange ATE 30 nm です。QuickChange ATE フィルターは、30 nm の粒子除去性能を維持したまま、フィルター抵抗を低減したデザインです。表4に、それぞれのフィルターの抵抗値を示します。

30 NM 製品のフィルター抵抗

フィルター	1 LPM* 時の ΔP (kPa)	20 kPa 時の流量 ** (L/min.)
QuickChange ATM 30 nm	2.19	10
QuickChange ATE 30 nm	1.31	17

* 1cPの純水 ** 25°Cの純水

表4：30 nm 製品のフィルター抵抗

配管抵抗

システム全体のおおよその配管抵抗は、フィルターがない状態のシステム流量を測定することによって算出できます。この値は、ポンプの駆動圧力によって異なります。また、槽内の薬液温度によってもこの値は変化します。

ペローズポンプ EJ-90 を用いた槽流量の予測には、以下の前提条件を適用しました。

槽流量の計算に関する前提条件

フィルター	硫酸	
	温度 (°C)	粘度 (cP)
ATM 対 ATE	140	1.5
ATM 対 ATE	130	1.7
ATM 対 ATE	120	1.9
ATM 対 ATE	110	2.2
ATM 対 ATE	80	3.5

表5：槽流量の計算に関する前提条件

そして、槽流量の計算結果を、上記と同じ条件下において実機で測定された実際の槽流量と比較しました。

ATM と ATE フィルターの両方とも、槽流量の予測値とほぼ合致する結果が得られました。図 9 と 10 に、予測値と実際の槽流量の比較結果を示します。

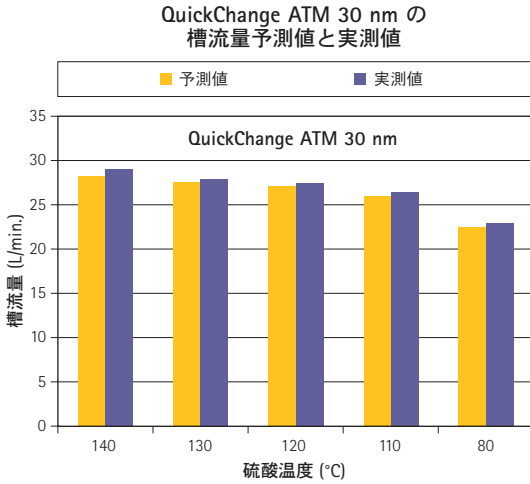


図 9 : QuickChange ATM 30 nm の硫酸槽流量予測値と実測値

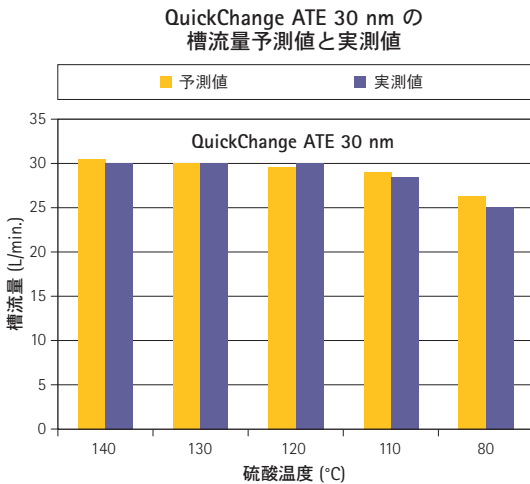


図 10 : QuickChange ATE 30 nm の硫酸槽流量予測値と実測値

槽流量を正確に予測できることが実証されたので、さらに圧力損失が低いフィルターに移行すれば、槽流量の向上が得られると判断されます。図 11 に、QuickChange ATM 30 nm から QuickChange ATE 30 nm に移行した場合の、槽流量の予測上昇量を示します。なお、硫酸の温度が低くなると、粘度が高くなりますので、QuickChange ATE に移行することによる流量の効果がより大きくなることに注目してください。

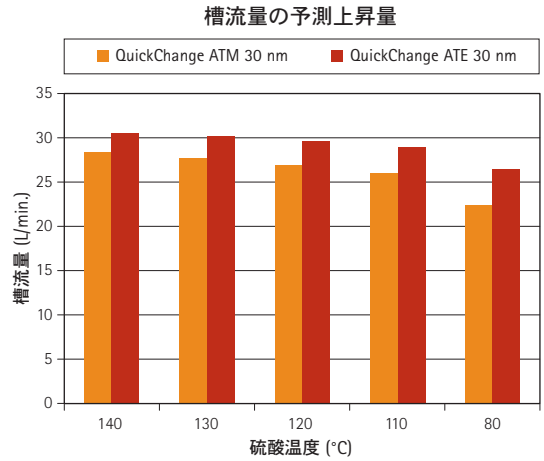


図 11 : 槽流量の予測上昇量

槽内粒子レベルのシミュレーションと実測値

前述の槽内粒子濃度の計算式を槽流量の計算式と組み合わせると適用すれば、様々な条件下の槽内粒子レベルをシミュレーションできます。では、以下の適用条件の組み合わせで検討してみます。

フィルター評価に関する設定条件

ポンプのモデル	フィルター	薬液	温度 (°C)	粘度 (cP)	駆動圧力 (kPa)	槽流量 (L/min.)
EJ-90	QuickChange ATE 30 nm	SPM	130	1.7	200	24
EJ-90	QuickChange ATM 30 nm	SPM	130	1.7	200	21
EJ-90	QuickChange ATE 30 nm	H ₃ PO ₄	160	3	200	18

表 6 : フィルター評価に関する設定条件

槽流量のシミュレーションでは、フィルター抵抗が低い QuickChange ATE が同一孔径の QuickChange ATM に比べて高い槽流量が得られることを予測しています。また、高粘度のリン酸の評価では、同じフィルターでも槽流量が低下することも予測しています。最終的に、槽内粒子レベルのシミュレーションでは、システム流量が高くなれば、より短時間で槽内粒子を低減できるようになります。

要約すると、システム流量が高くなれば、より短時間で槽内粒子を低減することができますが、システム流量はフィルターの圧力損失と薬液の粘度に大きな影響を受けます。図 12 に、槽内粒子低減特性の予測値を示します。

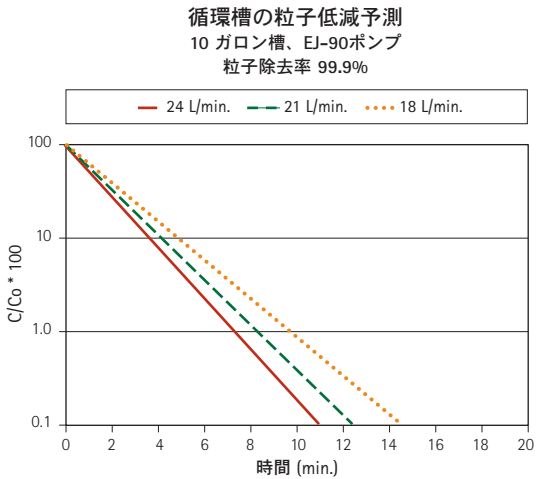


図 12 : QuickChange 30 nm において流量が異なる場合の槽内粒子低減特性の予測値

実機によるフィルターの評価は、0.06 μm までの粒子検出が可能な リオン社の KS-17AF パーティクルセンサーを使用して粒子数を計測しました。評価したフィルターは、QuickChange ATE 30 nm でしたので、0.06 μm サイズの粒子であれば 99.9% 以上は除去されると想定できます。

このデータは、ポンプの駆動圧力または槽流量が高くなることによって、槽内粒子の低減特性が向上することを示しています。図 13 に、EJ-90ペローズポンプの駆動圧力を変えて QuickChange ATE 30 nm に室温の純水を流したときの結果を示します。この結果から 80°C の H₂SO₄ アプリケーションに QuickChange ATE 30 nm を使用した場合の粒子低減特性が予測できます。

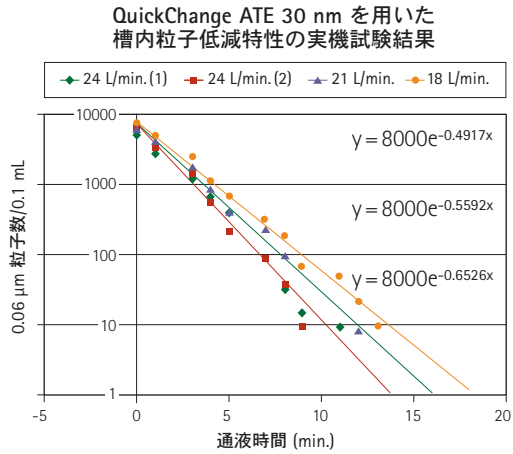


図 13 : QuickChange ATE 30 nm を用いた槽内粒子低減特性の実機試験結果

駆動圧力を高くする場合の注意点として、ポンプへの負荷が増し、ポンプの寿命が早くなる恐れがあります。インテグリスの薬液用ポンプである EJ シリーズは、応力負荷を均一化した独自のペローズデザインを採用しており、耐久性に優れています。また、EJ シリーズのチェックバルブは独特のデザインで、粒子発生を最小限に抑えるだけでなく、機構部へのストレスを低減することによりポンプの脈動を抑制します。なお、製品の性能を最大限に発揮するためには、接続される配管と継手の最高使用温度と耐圧に注意する必要があります。

典型的な循環槽 アプリケーションに使用 される薬液の物理的特性

ウェット プロセスの循環槽に使用される薬液は、ある程度集約されています。表 7 に、循環プロセスに使用される典型的な薬液をリストアップしました。ご覧の通り、フッ化アンモニウム、硫酸、有機系のフォトレジスト剥離液の一種は、高粘度の特性を備えています。これらの薬液は、フィルター孔径の微細化が流量の低下につながるほんの一例です⁶。

なお、幾つかの値は、混合液の薬液濃度から算出したものです。

循環槽に使用される一般的な薬液の粘度と密度

薬液	温度 (°C)	粘度 (μ)	密度 (g/cm ³)
HF (希フッ酸)	25	1	1
40% NH ₄ F (フッ化アンモニウム)	25	4	1.3
80% 硫酸	120	2	1.6
	140	1.5	1.6
SC1	25	1	1.1
	80	0.5	1
SC2	60	0.5	1
有機系のフォトレジスト剥離液A	25	7	1
	45	5.5	1
85% リン酸	160	3	1.6

表 7：循環槽に使用される一般的な薬液の粘度と密度

フィルターハウジングの効果的なベント

親水性のフィルターは、メンブレンから気泡が通過しません。したがって、ベントが不完全な場合、「エアロック」状態になる可能性があります。エアロックとは、フィルターハウジングの一次側にガスが溜まり、薬液の流れが阻害される現象です。これは、フィルターの圧力損失が増加するとともにシステム流量の低下を招きます。したがって、フィルターの立ち上げ時に、ベントからのガス抜きが適切に行なわれていることが重要です。また、発泡性の薬液の場合は、使用中にも周期的にガス抜きすることが重要です。特に発泡性が高い薬液が使用されるアプリケーションでは、ベントを常に開放し、通過液を槽へ戻すシステムになっています。

推奨事項

1. 発泡性の薬液を使用する場合は、ベントからのガス抜きが重要です。これにより、エアロックに伴う圧力損失を解消し、本来のフィルター流量を得ることができます。
2. 流体解析ソフトを利用することにより、システム内のどの要素が流量を制限しているかを把握することができます。
3. 高粘度の薬液で高流量が必要なアプリケーションの場合、膜面積の大きいフィルターが効果的です。通常、フィルターのアップグレードは、システムの改造を必要としません。
4. システムの改造が可能であれば、2本のフィルターを並列で使用することにより、フィルター抵抗を半減することができます。
5. システム構成の変更ができない場合、ポンプの駆動圧力を上げることにより槽流量が増加します。ただし、この場合、ポンプの寿命が縮まる可能性があります。

参考文献

1. Zahka, J.G.; Shyu, Jieh Hwa. "Predicting Particle Performance in a Recirculated Chemical Bath," *Entegris Application Note MA059*.
2. Zahka, J.G.; Shyu, Jieh Hwa. "Predicting Particle Performance in a Recirculated Chemical Bath," *Entegris Application Note MA059*.
3. McCabe, Warren L.; Smith, Julian C.; Harriott, Peter. "Unit Operations of Chemical Engineering," *Fifth Edition*.
4. McCabe, Warren L.; Smith, Julian C.; Harriott, Peter. "Unit Operations of Chemical Engineering," *Fifth Edition*.
5. McCabe, Warren L.; Smith, Julian C.; Harriott, Peter. "Unit Operations of Chemical Engineering," *Fifth Edition*.
6. For a more complete list of photoresist stripper viscosities, please refer to *Entegris Application Note MAL 102*.

Entegris® および QuickChange® は Entegris, Inc. の登録商標です。

日本インテグリス株式会社

東京 / TEL (03)5442-9718 FAX (03)5442-9738 〒108-0073 東京都港区三田 1-4-28 三田国際ビルディング
 大阪 / TEL (06)6390-0594 FAX (06)6390-3110 〒532-0011 大阪市淀川区西中島 6-1-1 新大阪プライムタワー
 九州 / TEL (092)471-8133 FAX (092)471-8134 〒812-0013 福岡市博多区博多駅東 1-13-9 博多駅東113ビル
 米沢工場 / 〒992-1128 山形県米沢市八幡原 2-4736-3 (第1工場)、山形県米沢市八幡原 3-3145-5 (第2工場)
<http://www.entegris.com/nihon> JP-INFO@entegris.com