



# ポールニュース

Vol.121

## ろ過・分離・精製の問題解決

[製薬業界に滅菌バッグの新しい波]

- ポールが滅菌バッグをはじめました !!  
超清浄で滅菌可能な通気性包装材 Cleansteam/バッグ … 1
- 輸液フィルターによる  
輸液療法の安全性向上への貢献 …… 3

[新製品]

- 油圧潤滑機器の保護とコスト削減  
コラロン …… 5
- 高性能製品群で幅広い用途に対応し、コスト削減に貢献  
ポール・バグフィルター …… 6

[電着塗装欠陥の低減]

- レアアース配合の強力磁石で洗浄液からの鉄粉除去!  
マグネットセパレーター …… 8
- 最先端半導体リソグラフィプロセス  
レジスト用ナイロンフィルターの進化 …… 9

[新製品]

- 窒素ガス中水分測定用高感度微量水分計  
ガスクリーンピコ 1000 …… 11

[技術論文]

- 多孔質メンブレンフィルターによる  
GMPスラリーの粗大粒子低減 …… 14



## ポールが滅菌バッグをはじめました!!

### 超清浄で滅菌可能な通気性包装材 Cleansteam バッグ

#### 1 微粒子管理の重要性

製薬業界において、微生物管理と同様に微粒子管理は常に取り組んでいくべき重要な課題です。各国の薬局方には、医薬品に関する品質規格書、医薬品や生薬が収載されているほか、試験法や純度の基準・剤型などが記されています。米国薬局方ひとつを例にとってみても、さまざまに記述されています。

#### 2 米国薬局方における無菌操作基準の例

CHAPTER<1116> MICROBIOLOGICAL CONTROL AND MONITORING OF ASEPTIC PROCESSING ENVIRONMENTS (無菌操作環境の微生物管理とモニタリング)には、ヘルスケア業界において微生物が管理される環境は色々な用途があること、そして、そのような環境で製造される製品は、無菌医薬品、無菌原薬、無菌中間体、賦形剤、医療機器が含まれていることが言及されています。無菌操作環境は、他の製造操作に使用されている管理環境よりも、患者のリスクに関して極めて重要となります。

#### 3 米国薬局方における注射剤の微粒子管理基準の例

また、CHAPTER<1> INJECTIONS (注射剤)において、「注射剤には、基本的にFOREIGN AND PARTICULATE MATTER (不溶性異物)はなきこと」との記載があるのみでした。新たなCHAPTER<790> VISIBLE PARTICLES IN INJECTIONS (注射剤中の可視性微粒子)では、さらに具体的な定義が示されることとなり、微粒子に対してより厳しい管理が求められることが明白です。

#### 4 微粒子管理規制への対応 → 無菌包装材

薬局方以外にも、法規制や関連するさまざまなガイドラインで、微生物管理や微粒子管理が厳しく求められています。日本は昨年7月に医薬品査定協定・医薬品査察協同スキーム(PIC/S)に加盟したことから、よりリアルタイムな情報共有、グローバルな監視体制の実現に向かうことになりました。

こうした背景から、微生物管理と微粒子管理の両方に適した包装材は最新の業界動向に合致しているといえます。

#### 5 滅菌プロセス用通気性包装バッグ

このような業界動向に対応して、当社では滅菌バッグの取り扱いを開始しました。医療用グレードのHDPE製で、通気性に優れた医療用グレードのタイベック(Tyvek\*)を使用した製品として、CleansteamバッグとEasy-Tear Cleansteamバッグがあります。

ポールの滅菌バッグは、重要な材料の滅菌プロセスにおいて、最も厳しい要件を満たすように設計されています。清浄度、素材強度、シール強度、微生物の侵入防止において優れた性能を発揮します。本製品は蒸気滅菌やEOG滅菌など幅広い滅菌方法に対応しています。

Easy-Tear Cleansteamバッグはナイフやハサミを必要とせず、簡単に開封することができます。この革新的な方法は、粒子の発生や刃物の使用によるグローブの損傷事故のリスクを実質的に解消し、アイソレーターや無菌環境下でのより安全で効果的な使用を可能にします。

\*Tyvekはデュポン社の登録商標です。

NEW

ポールが滅菌バッグをはじめました!!

超清浄で滅菌可能な通気性包装材 Cleansteamバッグ

# Cleansteam

## 用途

下記製品の蒸気滅菌とEOG滅菌

- 栓、キャップ、蓋
- バイアル、容器
- シリンジ部品
- ラボ用またはプロセス用のステンレススチール備品
- 医療機器
- 無塵衣

※過酸化水素ガス(VHP)滅菌、ガンマ線滅菌、電子線滅菌など他の滅菌方法にも対応しています。

## 特長

- 品質が保証されたバージンレジンを使用し、添加剤を加えずに清浄度の非常に高い環境下で製造したHDPEフィルム
- コーティングを施していないタイベック1073B(Tyvek\* 1073B)を自社で清浄化
- ISO クラス5のクリーンルーム内で製造
- 染色浸透試験(メチレンブルーを使用)でパッケージングのシール性を確認
- 開封と密封が簡単なEasy-Tearオプション
- ご要望に応じてカスタマイズ品のご注文も可能

## 利点

- 粒子数、バイオバーデンとエンドトキシンを低レベルに抑えた非常に優れた高純度の清浄なバッグ(清浄度レベルを保証)
- 微生物の通過に対する優れた防御性
- 開封まで高い無菌性を維持
- バッグ開封時の発塵を低減(Easy-Tear製品)
- 破れや破裂に対する優れた耐久性
- 蒸気暴露時に色が変わる滅菌インジケーター
- プロセスの効率化



## 品質基準

構成部品は以下の基準に適合

- FDA 21 CFR 177.1520「オレフィンポリマー類」
- 食品接触プラスチック材料に関するEU指令 10/2011
- USP 最新版の生物学的安全性試験(*in vitro*)<87>
- USP 最新版の生物学的プラスチック安全性試験(*in vivo*、クラスVI)<88>
- EP モノグラフ 3.1.3「ポリオレフィン類」
- EU 2002/95/EC (RoHS：特定有害物質使用制限)
- EMA/410/01(動物海綿状脳症病原体の伝播リスクの最小化)

## 証明書サービス (有償)

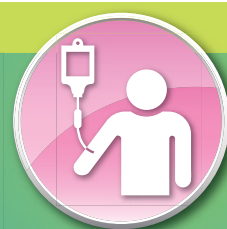
- 赤外線検査レポート
- 清浄度、シール強度、寸法、表面抵抗(適用可能な場合)に対する検査証明書
- エンドトキシンに対する検査証明書：1 x LAL試験
- バイオバーデンの総生菌数(TVC)に対する検査証明書

## お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【バイオフィーマ事業部】 TEL.03-6386-0995

# 輸液フィルターによる 輸液療法の安全性向上への貢献



医療機関での治療で一般的な方法の一つとして用いられる“点滴”は、水分や栄養あるいは医薬品を時間をかけてゆっくりと静脈から体内に投与する療法です。ガートル台に掛かった輸液剤から自然落差でポタポタと血管内に投与する様子などから点滴という呼称が一般的に定着していますが、専門的には“輸液”と呼びます。

医療機関では細心の注意を払っていますが、輸液は直接患者の静脈に投与されるという特性から、細菌汚染による感染症・敗血症や異物・空気混入による塞栓症を引き起こすリスクがあります。パールの輸液フィルターは、こうした輸液の潜在的なリスクを防ぎ、安全な輸液療法を実現しています。

## 1. 輸液療法の目的

輸液療法の目的は下記の3つに分けられます。

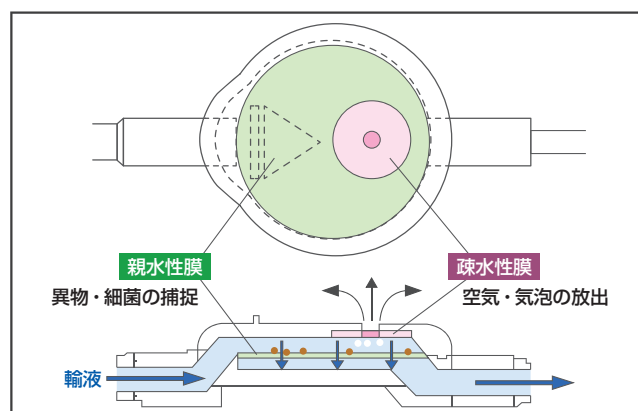
- 1 体液管理 …… 脱水症状の改善、血液量・電解質量の維持等
- 2 栄養管理 …… 食事や水分補給が経口摂取できない場合に、必要な水分量や栄養素を補う
- 3 血管確保 …… 希釈を必要とする医薬品を体内に投与するための経路を確保する

## 2. 輸液療法のリスクと輸液フィルター

輸液療法では複数の医薬品を混合して投与することが多く、ガラス容器の医薬品やゴム栓を用いた容器の医薬品を混ぜて患者に投与します。この時、ガラス容器を開封する際に見えないほどの小さな破片や、ゴム栓に注射針を刺した時のゴム片が医薬品に混入することが知られています。また複数の医薬品を混ぜた輸液剤の中で化学変化が起こり、医薬品ではない全く別の化合物として異物になることもあります。

また日常的に細心の注意が払われていますが、医療従事者の薬剤混合・投薬行為において、真菌(カビ)や細菌、空気が予期せず輸液剤に混入してしまう事もあります。

パール輸液フィルターELDやIV-5は孔径 $0.2\mu\text{m}$ という膜で異物や細菌を捕捉し、さらに疎水性の膜で輸液剤に混入した空気を大気中に放出して、患者の静脈に直接入る恐れのあるリスクを除外します。





### 3. 小さな命を守る輸液フィルター

輸液療法をうけるのは成人だけとは限りません。新生児は成人に比べて身体構成成分における水分の割合が高く、短時間で脱水症状に陥りやすく、体液管理が大切となっています。

また、早産などで出生時の体重が2,500g未満の低出生体重児、いわゆる未熟児は腸管が未成熟となっているため、輸液による栄養補充が不可欠となっています。保育器の中で輸液を受ける小さな体には大人のような異物や感染症に対する抵抗力はありません。






1円硬貨ほどの大きさのNEO96やMicro-IVといった輸液フィルターで、小さな命を守っています。



### 4. ポール輸液フィルター

日本ポールでは、自社のブランド製品に加えて、医療機器メーカー向けOEM製品もラインナップしています。成人向けおよび新生児向けに下記のような製品をご用意しています。

日本国内だけではなく、世界中の医療機関でポール輸液フィルターは用いられており、長年の輸液療法の安全性を支えてきました。私たちはこれからも輸液フィルターを通じて医療の安全性の向上に貢献していきます。

製品写真					
販売形態	日本ポールによる製造販売製品			OEM供給製品（他社ブランドでの販売製品）	
販売名	ポール輸液フィルター-ELD		ポール輸液フィルター リピポア	Micro-IV	IV-5
製品番号	ELD96LLC ELD96LYL ELD96NT	NEO96J NEO96LJ (新生児向け)	NLFLJ	69324421 69384421 (新生児向け)	7024400
親水性膜	ナイロン66		ポリエーテルスルホン		
疎水性膜	PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）				

#### お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【メディカル事業部】 TEL.03-6386-0991

油圧潤滑機器の保護とコスト低減

# コラロン

NEW

作動油・潤滑油の寿命を延長し清浄度を改善

## フィルター性能をアップグレード

- 流量/圧力変動などのストレスに強いメディアの採用
- 流量-圧力損失特性に優れ、フィルターの小型化・長寿命化が可能
- フィルター寿命が尽きるまで安定したろ過性能を発揮しシステム流体を安定して清浄に維持

## 既存フィルターと置き換えが容易

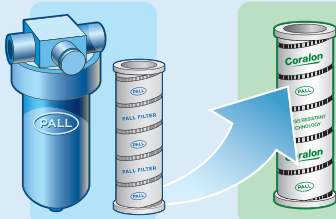
- ウルチポアⅢフィルターと同寸法
  - ウルチポアⅢフィルターのハウジングに装着可能
  - 従来製品との互換性保持
  - 外→内流れ
- コラロンの製品型式は、既存フィルターエレメントのメディアグレードを示す“U”、“D”、“K”、“M”、“X”を“C”に置き換えるだけです。(右表参照)



### コラロンの製品型式例

既存フィルター	コラロン
HC9600F <b>K</b> P8Z	HC9600F <b>C</b> P8Z
HC9601F <b>D</b> P13Z	HC9601F <b>C</b> P13Z

### ウルチポアⅢフィルターアセンブリーをご使用の場合



フィルター性能のアップグレードで、より一層の機器の保護とコスト低減をコラロンへの置き換えで

- 流体清浄度が改善
- 安定した流体清浄度を維持
- 圧力損失を低減
- ハウジングはそのまま使用可

✓ **エレメント価格は同じです**

- ✓ 清浄度改善効果 (2倍)
  - ✓ 流体清浄度の安定化 (2倍)
  - ✓ 最大で5%のろ過コストの低減
- 油圧・潤滑装置の運転コスト削減に貢献します。

### ウルチポアⅢハウジングで他社製フィルターエレメントをご使用の場合



フィルター性能のアップグレードで、機器保護の改善とコスト低減をコラロンへの置き換えで

- 流体清浄度が改善
- 安定した流体清浄度を維持
- 圧力損失を低減
- ハウジングはそのまま使用可

✓ **悩む必要はありません**

- ✓ 清浄度改善 (~15倍)
  - ✓ 流体清浄度の安定化 (~16倍)
  - ✓ 最大で20%のろ過コストの低減
- 油圧・潤滑装置の運転コスト削減に貢献します。

### お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【メカトロニクス事業部】 TEL.03-6901-5790



高性能製品群で幅広い用途に対応し、コスト削減に貢献します

# ポール・バグフィルター



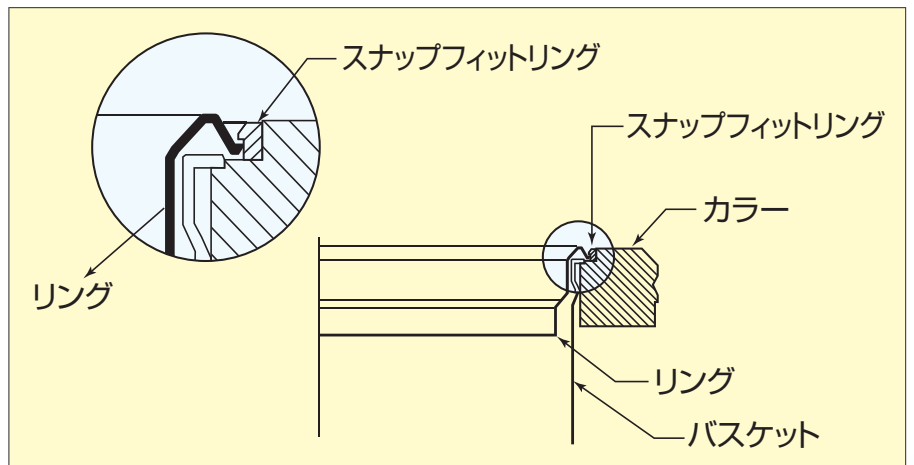
- |                |          |               |
|----------------|----------|---------------|
| ■ 各種水処理        | ■ 排水、冷却水 | ■ 洗浄液、加工クーラント |
| ■ 不凍液          | ■ 化学製品全般 | ■ 塗料          |
| ■ メッキ液、コーティング液 | ■ 潤滑油    | ■ 燃料、バイオ燃料    |

## 特長

- 多様な素材、形状のバグフィルター製品群
- 様々なニーズに対応できるバグフィルター用ハウジング
- 粗ろ過から除去効率98%までの各種グレード
- バグフィルターの高性能化による製品ロス、ダウンタイム低減
- 特許取得のポリロック構造による高いシール性



■ ポリロック構造



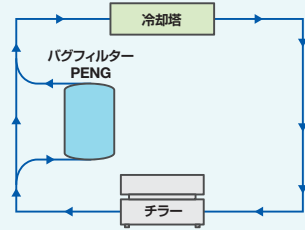
## 冷却水

**適用例** : 冷却塔 (冷却水)  
**使用目的** : 冷却水の清浄度保持

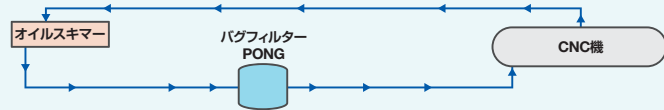
300機の冷却塔を有するある学校では、水中の異物によるスプレーノズル閉塞対策のメンテナンス費に問題を抱えていました。

スプレーノズルの閉塞は冷却塔のオーバーヒートの原因となり、さらに、パイプ等を閉塞させて冷却塔を交換することになります。

この事例では、バイパスラインに25 $\mu$ mのバグフィルターを設置し、流量の10-20%のろ過を行いました。その結果、冷却塔の大幅な寿命延長とメンテナンス費を削減することができました。



## 工作機械加工クーラント



**適用例** : 加工クーラント

**目的** : クーラントからの微細ガラス片、オイル、その他異物除去

レーザー用ガラスは、滑らかな加工面と清浄度が求められます。この工場では、CNC旋盤でこのレーザー用ガラスを加工しています。

**改善前** : この加工クーラントは油分を除去するために、まずオイルスキーマータンクに送られます。その後、50 $\mu$ m、10 $\mu$ m、0.3 $\mu$ mの3段階のカートリッジフィルターでろ過されていました。フィルターを毎日交換したにもかかわらず、不良率が10%以上ありました。

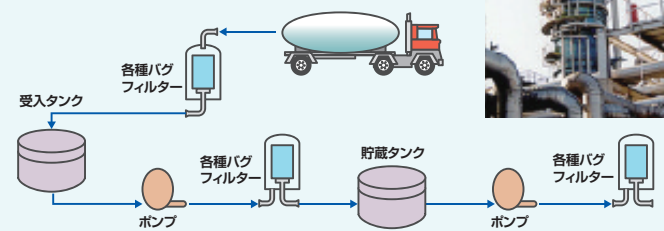


**改善後** : この3段のろ過を、バグフィルター“PONG”の単段ろ過に置き換えました。その結果、フィルター寿命は5日に伸び、かつ不良率は5%以下に低下しました。

## 化学製品送液ライン

**適用例** : 化学製品・送液ライン  
**使用目的** : 製品からの異物除去

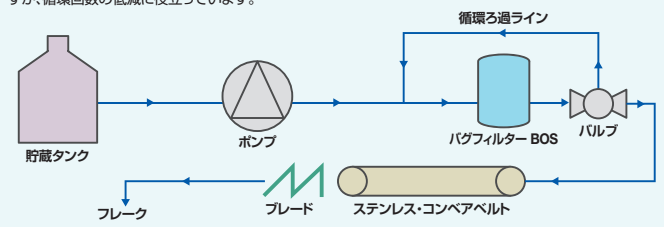
各工程で送液される化学製品への異物混入は製品品質に影響します。ポリロック構造のハウジングと溶着タイプのバグフィルターの組み合わせで、さまざまな化学製品品質の安定化に寄与しています。



## 化粧品原料

**適用例** : 酸アミド  
**目的** : 製品の清浄度、透明度確保

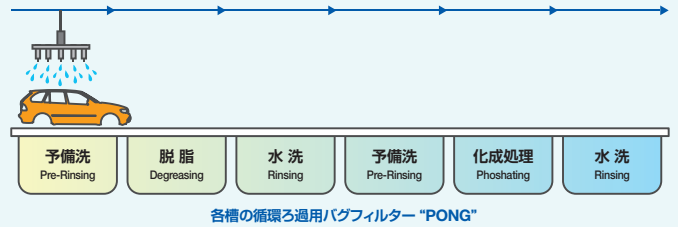
酸アミドは、クリーム、ローション、整髪料などに使用されます。この事例では、酸アミドをフィルターハウジング (FSPN40) に入れたバグフィルター (BOS10PM1P) でろ過しています。この酸アミドは冷却されたステンレス・コンベアベルトに送られ、薄い板状に固化されます。その後フレーク状に砕かれて製品となります。これらの化粧品用途に適合する製品とするため、酸アミドは、所定のレベルの透明度に達するまで循環ろ過されますが、循環回数の低減に役立っています。



## ペイントライン

**適用例** : 自動車のペイントライン  
**使用目的** : 塗装品質の向上

自動車の電着塗装工程には、表面処理工程や多段の洗浄工程があります。それぞれの洗浄、処理槽の清浄度は、塗装品質に大きく影響します。ポリロック構造のハウジングと溶着タイプのバグフィルター“PONG”の組み合わせで各工程で使用され、洗浄液、処理液の清浄度向上に大きく寄与しています。



各槽の循環ろ過用バグフィルター “PONG”

## メッキライン

**適用例** : 各種メッキ液  
**使用目的** : メッキ品質の向上

良質なメッキを行うにはメッキ面の清浄度に加えてメッキ液の清浄度が重要となります。

ボールのポリロック構造バグフィルターは、異物ばかりでなく油分除去も可能です。その結果、メッキ液槽の循環ろ過において、メッキ液の清浄度向上に寄与します。

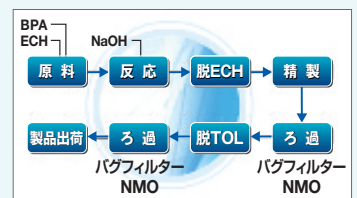


## エポキシ製造工程

**適用例** : エポキシレジン  
**使用目的** : エポキシ品質の向上

エポキシは高粘度の流体であり、リングシール部やバグフィルターの破損部などからリークすることがあります。

ボールのポリロック構造のハウジングに加えて、目開き径が一定で高粘度流体のろ過に適した単繊維メッシュタイプのバグフィルターをお使いいただくことで、高精度なろ過を実現できます。



## 洗浄機

**適用例** : 洗浄液のろ過  
**使用目的** : 洗浄水の清浄度向上、ポンプ寿命の延長

機械部品の製造ラインには、加工後の製品を洗浄する洗浄機が設置されています。

洗浄液の清浄度向上は部品清浄度に影響を与えますが、最近の高圧洗浄機などでは高圧ポンプのメンテナンスコストにも大きく影響します。ボールでは、ろ過性能とろ過寿命の両方のニーズをバランス良く満足できるバグフィルターを推奨しています。

お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【メカトロニクス事業部】 TEL.03-6901-5790



# レアアース配合の強力磁石で 洗浄液からの鉄粉除去

- 鉄粉の90%以上を捕捉
- ステンレススチール製
- コンパクトなカートタイプ
- 入口バルブは故障時閉となるフェイルクローズ
- 完全自動運転で自動洗浄
- PLCコントロール

## マグネットセパレーター FerrX5000R



FerrX5000Rは、自動車など、塗装前に洗浄を行う溶接製品の洗浄液から鉄粉を除去するマグネットセパレーターです。

特許取得済みの技術により、レアアースを配合した強力磁石で鉄粉を捕捉します。捕捉された鉄粉は自動洗浄により磁石から掻き落とされ、排出ラインから排出されます。すべて全自動運転ですので、日々のメンテナンスは不要です。

化成前処理槽での運転実績では、1週間で30～60kgの鉄粉除去効果が確認されています。化成前処理槽での設置では、電着塗装欠陥を50%以上低減できた事例もあります。

磁石	10,000 ガウス 以上
最高使用圧力	0.69 MPa
最高使用温度	80 ℃
材質	ハウジング : ステンレススチール 本体 : カーボンスチール
接続	3" フランジ ANSI 150#
設計流量	1,130 L / min
電源	3相 380 - 480 V , 50 / 60 Hz
サイズ	1,524 cm (L) × 610 cm (W) × 1,981 cm (H)

### お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【メカトロニクス事業部】 TEL.03-6901-5790

# レジスト用ナイロンフィルターの進化

## 更なる欠陥低減と歩留まり向上

### 1 微小欠陥検出技術の向上

スマートフォンを始めとする電子機器の進化とともに、最先端半導体デバイス製造に対する要求は益々厳しくなっています。半導体デバイス製造各社は、性能面だけではなくコストについても優位性を確保する必要があります。ウェハー製造工程における欠陥を低減させ、製品歩留まりを向上させることがその要求に応ずるための重要な手段と言えます。

先端半導体製造において、リソグラフィ工程はパターン形成の核となる工程です。近年の各種ウェハー欠陥検査装置の技術進歩も著しく、これまで検出することのできなかった微小な欠陥が検出されるようになりました。このため、ディフェクト(欠陥)低減に対するフィルターの役割がさらに重要になっています。

### 2 レジスト中の難溶性成分の除去

#### 1 親水性基を持つナイロン6,6の表面物性効果

リソグラフィ工程で使用されるフォトレジストろ過用フィルターとして、当社では、ナイロン6,6膜を使用したフィルター(製品名:ウルチプリーツ-P-ナイロン)を推奨しています。ナイロン6,6は、ユニークな表面物性を持ち、フォトレジストを始めとするリソグラフィ樹脂溶液中の難溶性成分を効果的に吸着除去します。その結果、パターニング後の「ブリッジ」と呼ばれるディフェクト低減に効果を発揮します。特にArF以降のDUV<sup>1</sup>フォトレジストにおいてその効果が顕著であり、多くのお客様に採用されました。 <sup>1</sup> DUV : Deep UV (遠紫外線)

図1は、リソグラフィ用途で主に使用される3種類のフィルターメディア材質の分子構造式です。ナイロン6,6は、ポリエチレンやPTFEと異なり、「親水性基」を持っていることが特徴です。

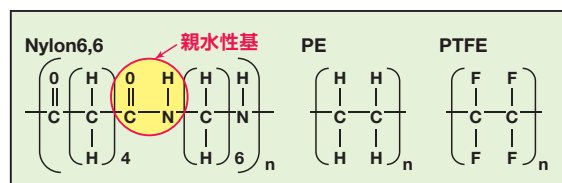


図1：メディア材質の分子構造式

#### 2 レジスト中の難溶性成分形成の原理と除去のメカニズム

製造工程における欠陥原因となっているのは、ArFレジスト中の難溶性成分といわれています。この難溶性成分は、レジスト中のポリマーの、疎水性基あるいは親水性基の微妙な偏りによって形成されるものと考えられています。

溶媒が疎水性の場合、親水性基が偏って集まった部分は不安定な状態にあり、これらの部分がディフェクト予備軍になると考えられています。この部分が不安定な状態にあると、表面積を減少させようとして凝集する傾向があります。【図2参照】

レジスト中の不安定な難溶性成分は、親水性基を持つNylon6,6膜フィルターでろ過した際に、溶媒中に存在するよりも安定した状態となります。ナイロン6,6の親水性基と親水性ゲルが会合して安定化し、フィルターメディアの親水性基に吸着除去されるものと考えられます。【図3参照】

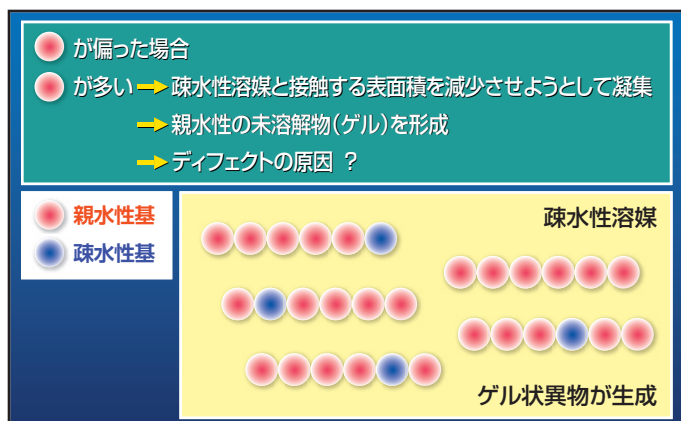


図2：樹脂溶液中の難溶性成分形成の原理

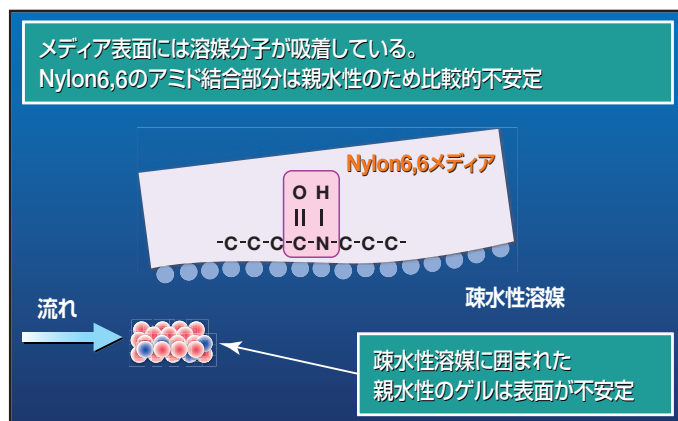


図3：ナイロン6,6による難溶性成分除去のメカニズム

### 3 ナイロン効果の検証

実際にArレジストを用いて、各種フィルターによるウェハー上のブリッジディフェクトを検証しました。【図4参照】

材質、ろ過精度が異なる4種類のフィルターにおいて、フィルター装着前と装着後のマイクロブリッジディフェクトの欠陥密度を測定し、その差(除去能力)を計算によって算出しました。

HDPE(高密度ポリエチレン)、ナイロン6,6ともに、細かいろ過精度の方が高い除去能力を示すことが確認できます。着目したいのは、HDPE/10nmとナイロン6,6/20nmとの比較です。

ろ過精度としてはナイロン6,6の方が粗い表記となっていますが、実際のマイクロブリッジディフェクト密度ではその結果が逆転しています。この結果、ナイロン6,6による難溶性成分の効果的な除去性能(ナイロン効果)が検証され、その優位性を確認することができました。

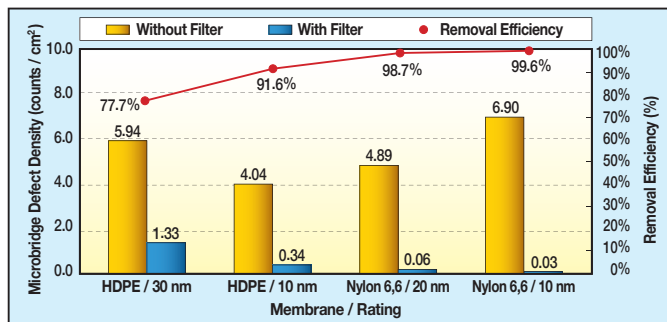


図4：Arレジストでのマイクロブリッジディフェクト

出典：T.Umeda, S.Tsuzuki, T.Numaguchi, "Defect Reduction by using Point-of-use Filtration in a New Coater/Developer", Fig.2, SPIE 2009

### 4 ナイロン効果最適化の条件

次に、このナイロン効果を最適化させるための条件を検証しました。【図5参照】

重要となるパラメータは、①**コンタクトタイム(接液時間)**と②**ろ過圧力**です。樹脂溶液にメタルを添加させた試験溶液において、添加したメタルの除去能力をこの2つのパラメータによって検証したところ、以下の傾向が確認されました。

- ①**コンタクトタイム** → 長いほど効果的 → **フィルターメディア体積の増大**
- ②**ろ過圧力** → 低いほど効果的 → **フィルター圧力損失の低減**

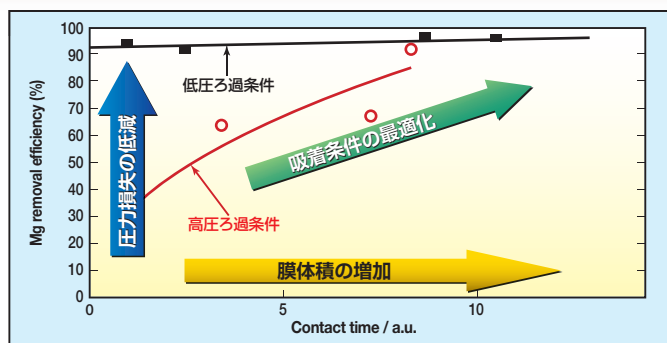


図5：ナイロン6,6の難溶性成分の吸着

### 5 大流量低圧損 5 nm ナイロンフィルターで歩留まり向上 **NEW**

フィルターメディアの一般特性として、ろ過精度が細かくなると、圧力損失が上がります。次世代半導体デバイス製造向けフォトレジストのろ過では、細かいろ過精度でも圧力損失が低く、さらに効果的に除去を行うことが要求されています。これに対応して、新製品「ハイフロー・P-ナイロン」を開発しました。従来のナイロンフィルターよりも、さらに緻密かつ体積の大きな膜構造を持ちながら、従来製品比で半分以下の圧力損失値を達成しています。\*【図6、7参照】\*当社10nm/P-ナイロンとの比較

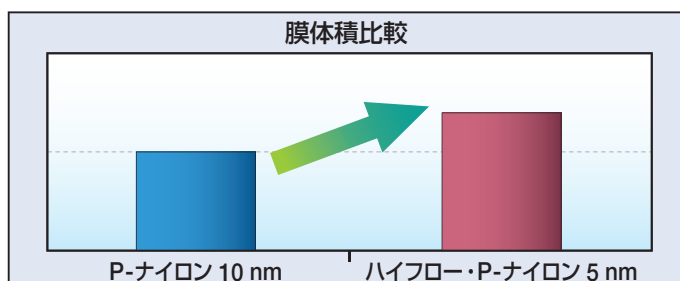


図6：10nm/ウルチプリーツ・P-ナイロンと5nm/ハイフロー・P-ナイロンの膜体積比較

ナイロン効果を最大限に発揮させるために開発された5nm“ハイフロー・P-ナイロン”は、すでに一部のお客様での先行評価でその優位性が確認されており、自信を持ってお奨めできる製品に仕上がっています。当社では、高まるご要望にお応えして、今後も、お客様とともに更なる製品開発を続けてまいります。

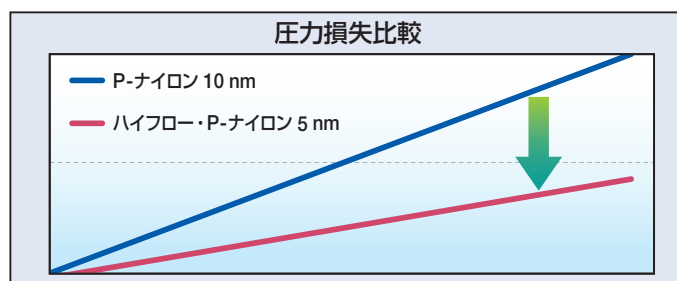


図7：10nm/ウルチプリーツ・P-ナイロンと5nm/ハイフロー・P-ナイロンの圧力損失比較

お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【マイクロエレクトロニクス事業部】TEL.03-6901-5700

お客様のコスト低減に貢献

# 窒素ガス中水分測定用 高感度微量水分計

NEW

## ガスクリーン・ピコ1000 微量水分計

ガスクリーン・ピコ1000は、窒素プロセスガスに含まれる微量の水分(検出限界1ppbv)を測定する微量水分計です。このシステムは、超高純度のプロセスガスラインの適性確認と認証取得に最適です。またガス精製器の下流に設置すると、ガス精製器の寿命を検知します。持ち運びしやすい堅牢でコンパクトな設計により、施設内でプロセスガスの迅速な品質検査が必要な多くの場所へ簡単に移動(持ち運び)することができます。またガスクリーン・ピコ1000は、他社の分析計に比べ、分析に使用するプロセスガス(サンプリングガス)の消費量を最高70%削減します。



ガスクリーン・ピコ1000 窒素ガス中微量水分計

## 1 特長

- プロセスガスに含まれる水分の濃度に合わせてサンプリング時間を自動制御
- 水分(窒素ガス中)の検出限界はわずか1ppbv (サンプリング時間10分の場合)
- 診断パラメーター監視機能、およびわかりやすいシステムチェック機能を内蔵
- 設置後すぐに使用できる簡単な「プラグ&プレイ」機能を搭載

## 2 利点

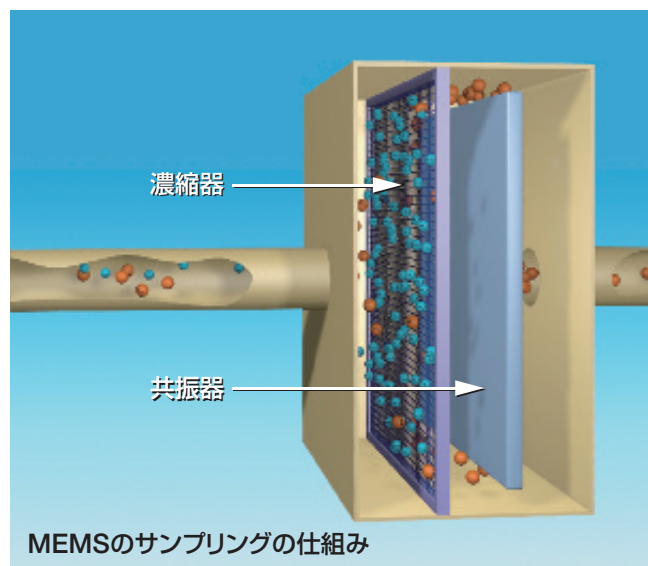
- 分析現場への移動に便利な軽量デザイン
- プロセスガスラインのリークを検出
- 競合製品に比べ所有コストを20%低減
- ガス精製器の寿命を検知
- 速い応答時間
- CRDSシステムに比べプロセスガスの消費量を70%削減

### 3 測定原理

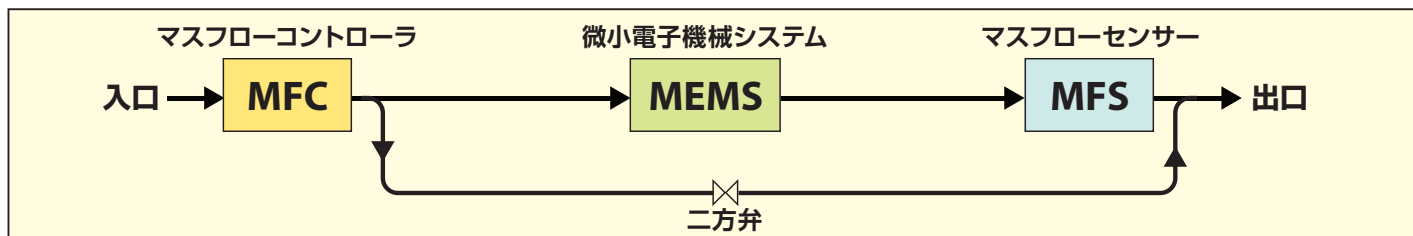
ガスクリーン・ピコ1000は、MEMS(マイクロマシン：微小電子機械システム)を用いて水分濃度を重量測定します。サンプルのプロセスガスは、マスフローコントローラを通過して独自のコーティングを施した濃縮用MEMS(1段目)に達し、ここでサンプリングガス全体の水分が捕集されます。サンプリングが終了すると、濃縮器は1,000分の数秒で瞬時に加熱され、捕集した水分を「フラッシュオフ：脱離」します。

濃縮器MEMS(1段目)のすぐ隣には、MHzの周波数帯で振動する共振用MEMS(2段目)が搭載されています。この共振用MEMSには濃縮器MEMSとは別の独自技術で化学選択的コーティングを施し、濃縮器からフラッシュオフした水分の吸着・脱着性能を高めました。この独自設計により、共振器に吸着された水分の質量が迅速に検出・測定できます。

共振器が特定のMHz帯に振動すると、測定サイクルが開始されます。濃縮器が水分をフラッシュオフし、共振器の周波数帯の変化( $\Delta$ Hz)が発生すると、これを検知して水分の質量に正比例する電気信号が発せられ水分濃度を算出します。サンプリングは連続的实施されます。濃縮器が水分をフラッシュオフし、共振器がこれを測定する間のみ途切れますが、この間はわずか数秒です。ガスクリーン・ピコ1000は、連続サンプリングとバッチ測定により、ほぼリアルタイムで水分濃度を分析します。



### 4 フロー図



### 5 持ち運び用ケース付(製品出荷時に同梱されます)



水分計本体の寸法：幅44.6 cm x 奥行28.8 cm x 高さ17.6 cm、11.4 kg

## 6 仕様

### 性能

測定範囲（濃度）	1 ppb <sub>v</sub> - 3 ppm <sub>v</sub>
検出下限（LDL）	1 ppb <sub>v</sub> (8 ppb <sub>v</sub> にて3σ範囲によるLDL値を確認)
正確度：1-200 ppb <sub>v</sub> 201-3,000 ppb <sub>v</sub>	± 1 ppb <sub>v</sub> あるいは ± 10%のどちらかより大きい方 ± 20%
精度（再現性）	± 5%（全測定レンジ）
サンプリング時間	10分(0 - 50 ppb <sub>v</sub> ) 2.5分(50 - 200 ppb <sub>v</sub> ) 30秒(200 ppb <sub>v</sub> - 3 ppm <sub>v</sub> )

### 設計パラメーター

測定法	MEMS（マイクロマシン）共振器を用いた重量分析法
分析対象物	H <sub>2</sub> O（微量水分）
寸法、重量	幅 44.6 cm x 奥行 28.8 cm x 高さ 17.6 cm、11.4 kg
ガス導入口継手	1/4"ガスケットシール、オス継手（VCR <sup>1</sup> 対応）
ガス排気側継手	1/4"コンプレッションシール、オス継手（スウェジロック <sup>2</sup> 対応）
接ガス部品の内表面粗度	< 0.25 μm / 10 μinch Raの内面仕上げ（MFCは、< 0.41 μm / 16 μinch Ra）
ヘリウムリーク率	< 2 X 10 <sup>-8</sup> mbar・L / sec
保管温度	-30°C (-22°F) ~ 80°C (176°F)
設置条件	幅 483 mm (19 inch) の棚収納 もしくは、机上設置
装置の定格	Installation Category II, Pollution Degree 2 に準拠
認証所得済規格	CSA規格、UL規格、CE規格、WEEE規格、ISTA 1 A規格
米国特許番号	US 6,511,915; US 6,627,965; US 6,953,977

### 使用条件

適合ガス種	窒素ガス
サンプルガス温度	5°C (41°F) ~ 30°C (86°F)
サンプルガス流量	280 sccm ± 1%
測定環境条件	0°C (32°F) ~ 30°C (86°F)
サンプルガス入口圧力	69 kPa (10 psig) ~ 310 kPa (45 psig)
サンプルガス出口圧力	101 ± 7 kPa 絶対圧 (14.7 ± 1 psia) 500 m 以上の排気ラインへの接続が必要な場合は当社にお問い合わせください

### 電気条件

電源条件	100-240 VAC 50 / 60 Hz (± 10%内の電圧供給とし、使用は室内限定)
消費電力	60 W平均（スタートアップ時の90 Wをピーク）
入力/出力（アナログ/デジタル）	4 - 20 mA 0 - 5 VDC 2つのUSB 1.1ポート 7"サイズのLCDタッチパネル入力操作 USBダウンロード可能なcsvデータ・ファイルによる出力またはアナログ信号 RS232C通信シリアルポート（工場サービス診断コミュニケーションのみ）
警報	4つのユーザープログラム化が可能なフォームCリレー

<sup>1</sup> VCRはスウェージロック社の商標

<sup>2</sup> スウェージロックはスウェージロック社の商標

お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【マイクロエレクトロニクス事業部】 TEL.03-6901-5700



# 多孔質メンブレンフィルターによる CMPスラリーの粗大粒子低減

日本ポール株式会社 応用技術研究所  
角屋 正人

(本稿は、ICPT2014において、原題：“Large Particle Reduction by Porous Membrane Filter”で発表した内容を編集したものです。)

## 1. はじめに

ろ過は、CMP (Chemical Mechanical Polishing) 工程においてマイクロスクラッチ (微小研磨傷) 欠陥の発生を低く維持することに貢献してきた。これまでCMPスラリーのろ過には、開孔径が大きく長寿命のデプスフィルター (メルトブローファイバー製) が多く使用されてきた。最近、CMPスラリーの砥粒濃度、砥粒径が低く小さくなる傾向にあり、さらなるマイクロスクラッチ低減のために小孔径で密な構造の多孔質メンブレンフィルターを使用しても、ある程度のろ過寿命が見込めるようになった。

フィルターを新たに評価する際には、CMP工程での評価に先立つスクリーニングとして、ろ液の粗大粒子数 (LPC) を確認することが一般的に行われる。しかし使用されるフィルターのろ過精度が $0.5\mu\text{m}$ より細かくなっている現在では、粒径 $0.5\sim 1\mu\text{m}$ 以上のLPCを測定する従来の方法では、フィルター間に違いが見られないことも多い。

そこで、多孔質メンブレンフィルターと従来型のデプスフィルター間のろ液中LPCの違いを示すため、新型のパーティクルカウンターによる $0.2\mu\text{m}$ 以上のLPC測定および、ろ液を通液した評価用フィルターの差圧上昇からのLPC相対比較を試みることにした。本研究では、代表的なろ過精度の細かいデプスフィルターと多孔質メンブレンフィルターを使い、コロイダルシリカスラリーおよびセリアスラリーに対するLPC低減効果を比較した。

## 2. コロイダルシリカスラリーのろ過

### 1. 試料

#### 1) 試験液

平均粒径20nm、砥粒濃度20mass%のコロイダルシリカスラリー

### 2) 試験フィルター

デプスフィルターA：メルトブローファイバー製デプスフィルター  
メンブレンフィルターB：ナイロン66製多孔質メンブレンフィルター  
ろ過精度 $0.2\mu\text{m}$

### 2. 試験装置

パーティクルカウンター アキュサイザー<sup>\*1</sup> FXナノ (※1 PSS社の商標)  
粒度分布計 ゼータサイザー<sup>\*2</sup> ナノZS (※2 マルバーン社の商標)  
コントロールメンブレン試験装置  
(図1 参照)

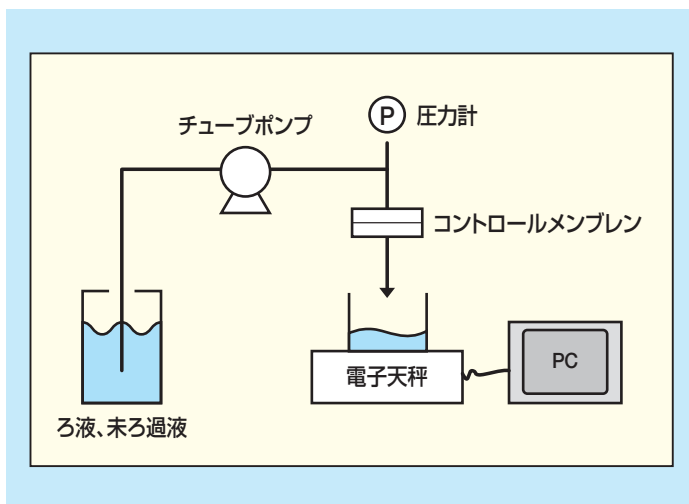


図1：コントロールメンブレン試験装置

### 3. 試験方法

#### 1) ろ過

コロイダルシリカスラリーを、試験フィルターにより $100\text{g}/\text{min}$ の流量でろ過し、 $1\text{kg}$ のろ液を採取した。



## 2) LPC測定

ろ液および未ろ過試験液中の $0.2\mu\text{m}$ 以上のLPCをパーティクルカウンターにより測定した。

## 3) コントロールメンブレン試験

孔径 $0.6\mu\text{m}$ トラックエッチメンブレンをコントロールメンブレン（液清浄度の評価用フィルター）として、これに未ろ過試験液、ろ液を $3\text{g}/\text{min}$ の定流量で通液し、通液量に対する差圧を測定した。コントロールメンブレンの差圧上昇は、試料中のLPCが少ないほど低く、LPCの指標と考えられている。

## 4) 粒度分布測定

ろ過により必要な砥粒までが捕捉されていないことを確認するため、各ろ液と未ろ過試験液の粒度分布を粒度分布計により測定した。

## 4. 結果および考察

図2は、粒径 $0.2\mu\text{m}$ 以上のLPC測定結果である。ろ液のLPCは、未ろ過試験液に比べ著しく減少した。ろ液間で比較すると、メンブレンフィルターBの方が、デプスフィルターAよりLPCが約10%低かった。しかし差が小さいため、この結果のみで、メンブレンフィルターBの方がデプスフィルターAよりLPC低減に優れていると結論づけるのは困難である。

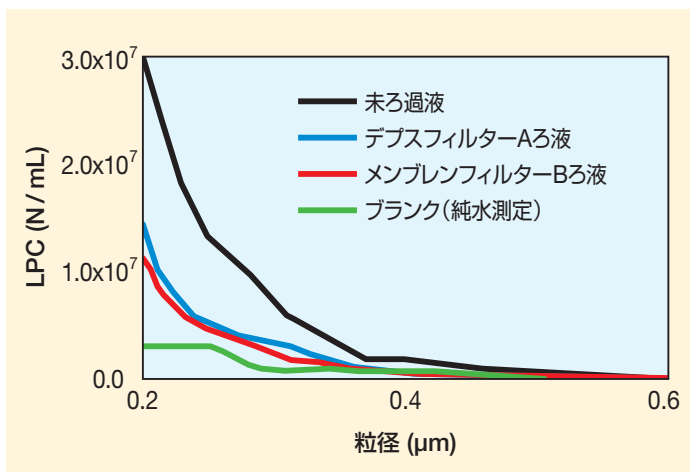


図2：パーティクルカウンターにより測定されたLPCの比較

図3は各ろ液、未ろ過試験液をコントロールメンブレンに通液したときの差圧上昇である。LPCと同様に、ろ液と未ろ過試験液間に顕著な差圧上昇の違いが見られた。ろ液間で比較しても、メンブレンフィルターBとデプスフィルターAの間に明確な差が見られた。

LPC測定結果、コントロールメンブレン試験結果を総合すると、メンブレンフィルターBはデプスフィルターAよりもLPC低減に優れた性能と言える。粒度分布測定によると、各ろ液と未ろ過試験液の粒度分布に差は無かった。研磨に必要な砥粒が除去されずにフィルターを通過していることを確認した。

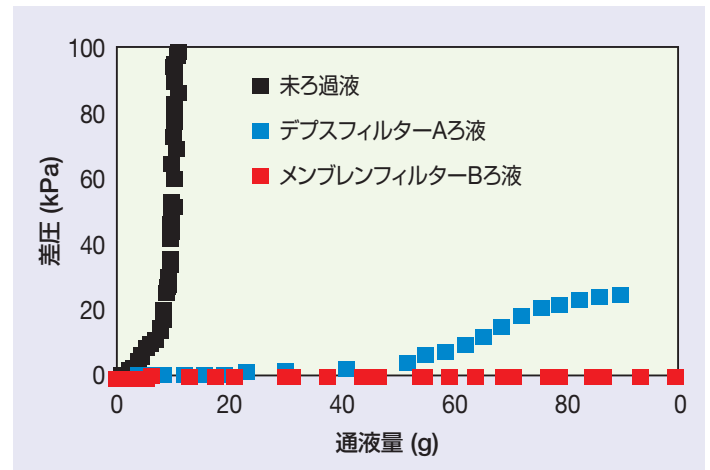


図3：コントロールメンブレンの差圧上昇比較  
流量 $3\text{g}/\text{min}$ 、温度 $18.3\sim 19.4^\circ\text{C}$  孔径 $0.6\mu\text{m}$ トラックエッチメンブレンをコントロールメンブレンとして使用

## 3. セリアスラリーのろ過

### 1. 試料

#### 1) 試験液

平均粒径 $120\text{nm}$ 、砥粒濃度 $2\text{mass}\%$ のセリアスラリー

#### 2) 試験フィルター

デプスフィルターA：メルトブローファイバー製デプスフィルター  
メンブレンフィルターB：ナイロン66製多孔質メンブレンフィルター  
ろ過精度 $0.2\mu\text{m}$   
メンブレンフィルターC：ナイロン66製多孔質メンブレンフィルター  
ろ過精度 $0.45\mu\text{m}$

### 2. 試験装置

パーティクルカウンター、粒度分布計、コントロールメンブレン装置は、2.2記載の装置と同じ。

### 3. 試験方法

#### 1) ろ過、LPC測定、粒度分布測定

前記試験と同じ方法。

#### 2) コントロールメンブレン試験

未ろ過試験液、ろ液を純水により2倍希釈した後に通液したこと以外は、前記試験と同じ方法。

### 4. 結果および考察

メンブレンフィルターBについては、試験液ろ過時に急激な差圧上昇を示したため以降の検討は行わなかった。

図4は、粒径 $0.2\mu\text{m}$ 以上のLPC測定結果である。メンブレンフィルターCろ液のLPCは未ろ過試験液に比べ6%減少したが、差が小さいため、この結果のみでメンブレンフィルターCが本スラリーのLPC低減に寄与すると結論づけるのは困難である。



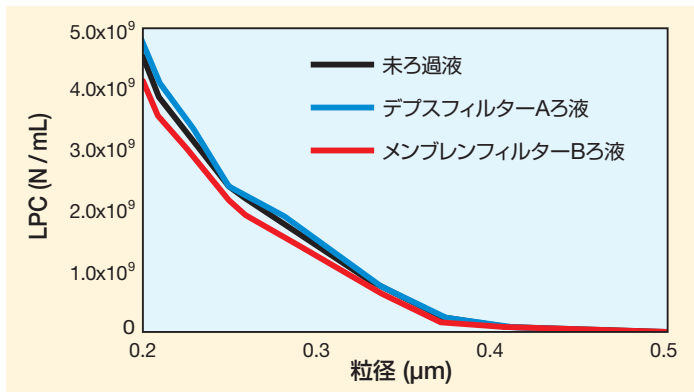


図4：パーティクルカウンターにより測定されたLPCの比較

図5は、各ろ液、未ろ過試験液をコントロールメンブレンに通液したときの差圧上昇である。メンブレンフィルターCろ液と未ろ過試験液間で顕著な差が見られた。LPC測定結果、コントロールメンブレン試験結果を総合すると、メンブレンフィルターCは本スラリーのLPC低減に寄与する性能と言える。粒度分布測定によると、各ろ液と未ろ過試験液の粒度分布に差は無かった。研磨に必要な砥粒が除去されずにフィルターを通過していることを確認した。

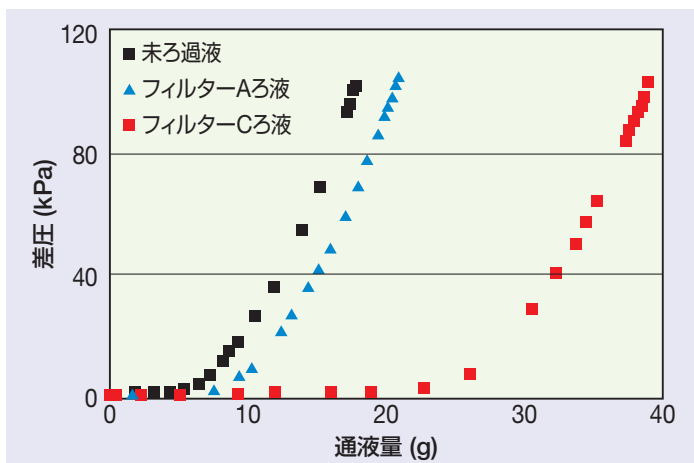


図5：コントロールメンブレンの差圧上昇比較  
2倍希釈後通液、流量3g/min、温度20.7~22.1°C 孔径0.6μmトラックエッチメンブレンをコントロールメンブレンとして使用

### 3) ビーズミル

ビーズミルDMS-65 (アシザワファインテック製)

### 3. 試験方法

- 1) コロイダルシリカスラリーを100°Cで加熱、乾燥させシリカ粒子塊を得た。
- 2) 粒子塊を純水とともにビーズミルに入れ粉碎し、凝集シリカ粒子の懸濁液を作成した。
- 3) 水分散液の粒度分布、粒子濃度を測定した。
- 4) 粗大粒子の少ないコロイダルシリカスラリー (メンブレンフィルターBろ液) に、凝集シリカ粒子が10ppmの濃度になるように懸濁液を加えた。
- 5) スラリーをコントロールメンブレン (孔径0.6μmトラックエッチメンブレン) に通液し、差圧の上昇を測定した。
- 6) 通液後のコントロールメンブレンを通水洗浄、乾燥させ、表面を走査型電子顕微鏡により観察した。

### 4. 結果、および考察

図6は、コントロールメンブレンの差圧上昇である。比較対照のために、図3に示した未ろ過スラリー、メンブレンフィルターBろ液を通液したときの差圧を併せて記載した。メンブレンフィルターBろ液を通液したとき、コントロールメンブレンにほとんど差圧上昇は無いが、10ppmの凝集粒子を添加したスラリーを通液すると急激に差圧上昇し、未ろ過スラリーを通液した場合に近くなった。他方、凝集粒子の10ppm懸濁液を通液しても差圧上昇は無かった。この結果は、高濃度で微小なシリカ分散粒子中に、粗大な凝集シリカ粒子が低濃度であっても混在することによりコントロールメンブレンの差圧が上昇することを示唆している。

フィルターに捕捉された粗大粒子が、フィルターを通過する微小粒子の凝集を誘発することが報告<sup>[1]</sup>されており、コントロールメンブレン上でも同じ現象が起こり、閉塞の進行が加速されると想定される。

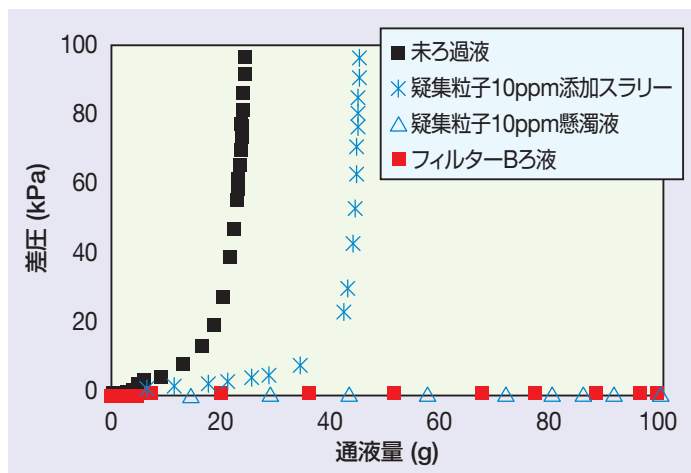


図6：コントロールメンブレンの差圧上昇比較  
流量3g/min、温度22.6~23.5°C 孔径0.6μmトラックエッチメンブレンをコントロールメンブレンとして使用

## 4. コントロールメンブレン試験の粗大粒子検出感度

### 1. 目的

前記試験のろ液清浄度評価で用いた「コントロールメンブレン試験」が、スラリー中に混在する粗大粒子を高感度で検出する方法であることを示す。

### 2. 試料、装置

#### 1) 試験液

前記試験と同じコロイダルシリカスラリー。

#### 2) 粒度分布計、ろ過装置

前記試験と同じ装置。



図7は、凝集粒子添加スラリーを通液した後のコントロールメンブレンの状態である。多数の粒子が見られるが、角のある粒子は添加した凝集粒子、その他は分散シリカ粒子がコントロールメンブレン上で凝集したものと考えられる。

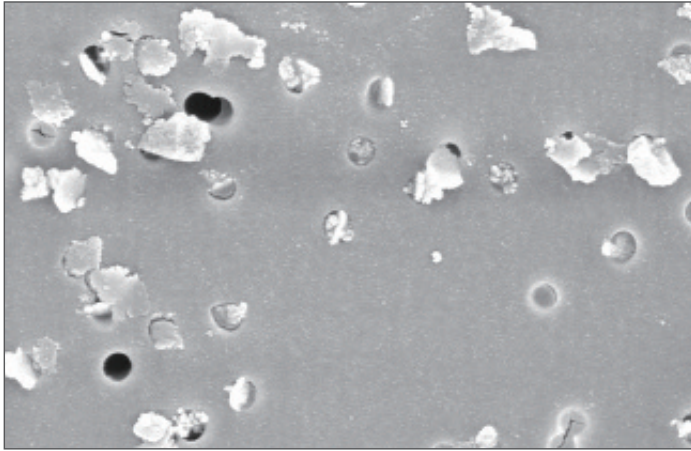


図7：通液後コントロールメンブレンの捕捉粒子

## 5. おわりに

多孔質メンブレンフィルター、デプスフィルターによりCMPスラリーをろ過し、LPC低減効果をパーティクルカウンターとコントロールメンブレン試験により評価した。その結果、両者の併用が多孔質メンブレンフィルターによるLPC低減を示すために有効であるとわかった。

## 参考文献

- [1] 渡辺史武、廣瀬聡、塚崎和生、角屋正人、沼口徹、「CMP用研磨スラリー (SiO<sub>2</sub>)のフィルター寿命に対する粗大粒子の影響」、化学工学会第39回秋季大会要旨集、A209、2007年

## お問い合わせ

詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【マイクロエレクトロニクス事業部】TEL.03-6901-5700



**Better Lives.  
Better Planet.<sup>SM</sup>**



**日本ポール株式会社**

- マイクロエレクトロニクス事業部 ☎03(6901)5700
- エナジー事業部 ☎03(6901)5780
- メカトロニクス事業部 ☎03(6901)5780
- エアロスペース事業部 ☎03(6901)5860
- バイオフィーマ事業部 ☎03(6386)0995
- ラボラトリー事業部 ☎03(6386)0993
- 食品事業部 ☎03(6901)5760
- メディカル事業部 ☎03(6386)0991

## ポールニュース

April 2015

Vol.121

[編集発行]

日本ポール株式会社

マーケティング・コミュニケーショングループ

〒163-1325 東京都新宿区西新宿6-5-1

☎03(6367)1691

Editor-in-Chief : A.Miki

Graphic Designer : H.Shimogawa

Contributing Authors : K.Takagi

T.Fukuda

K.Nyudo

A.Miki

T.Namba

Y.Honma

S.Babasaki

M.Sumiya