



# ポールニュース

Vol.125

ろ過・分離・精製の問題解決

[新製品]

- ワイン、果汁、ビール、清涼飲料水の微生物管理用  
大口径大型メンブレンフィルター「インペリアム」 …… 1

[製品紹介]

- ラボ用超純水製造装置  
カスカーダが新しくなりました …… 3

[抗体医薬品用タンパク質濃縮システム]

- フィードした2分後から濃縮液が得られる  
循環のいないシングルパスTFF …… 6

[石油系流体、一般工業用リン酸エステル、作動油、潤滑油等]

- ポータブル流体清浄度測定器  
システム異常の早期発見、設備の信頼性維持 …… 8

[樹脂、フィルム、繊維製造工程ポリマー用]

- ろ過面積拡大と高い耐久性:ウルチブリーツキャンドルフィルター  
ろ過分布と滞留時間の均一化、ゲル発生の防止 …… 10

[技術論文]

- IPA中における  
フィルターの除粒子性能評価 …… 12

[技術論文]

- 14nmノード以降の半導体プロセスにおける  
先端リソグラフィ材料のろ過とコンタミネーション・コントロール …… 15



ワイン、果汁、ビール、清涼飲料水の微生物管理用

# 大口径大型メンブレンフィルター インペリアム



1本で、従来カートリッジ6本分の処理量を実現

「インペリアム」微生物管理用フィルターは、特許出願中の構造により、カートリッジ1本あたり10m<sup>2</sup>の有効ろ過面積を実現し、標準的な30インチカートリッジの最大6本分に相当します。その結果、運転コストを最大30%削減し、利益改善に貢献します。

また、処理能力にも優れ、信頼性の高い微生物ろ過を提供します。さらに、温水、酵素、化学薬品による再生使用が可能のため、使用期間やコストのさらなる改善が期待できます。



運転コストを  
最大30%削減

- 新スーポアPESメディアを採用
- 10m<sup>2</sup>のろ過面積により処理量増大



製品汚染  
リスクを低減

- 完全性試験の実施が可能
- 従来品に比べ接合部分を88%削減



プロセスへの  
優れた対応性

- 標準ハウジングの組み合わせで簡単に増設が可能

## 信頼できる除菌データ

### ● 実際の菌を用いて行われた除菌性能確認

ポールは食品・飲料業界からの要望に応え、業界で問題となる様々な危害菌や指標微生物を用いてチャレンジ試験を行いました。詳しい試験データをご希望のお客様は、当社までお問い合わせください。



*Lactobacillus lindneri*  
LRV > 8



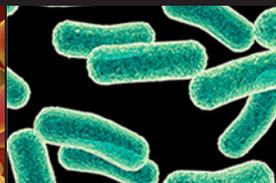
*Enterococcus faecalis*  
Fully Retentive



*Saccharomyces cerevisiae*  
Fully Retentive



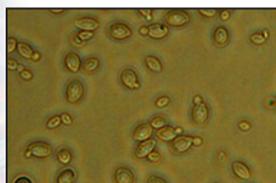
*Serratia marcescens*  
LRV > 10



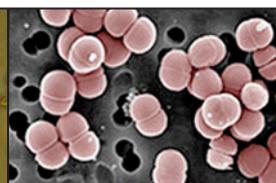
*Brevundimonas diminuta*  
LRV ≥ 7



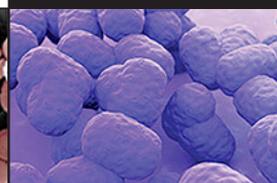
*Escherichia coli*  
Fully Retentive



*Dekkera bruxellensis*  
Fully retentive



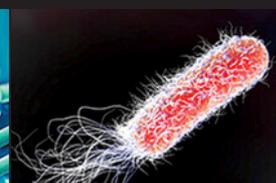
*Pediococcus damnosus*  
LRV > 8



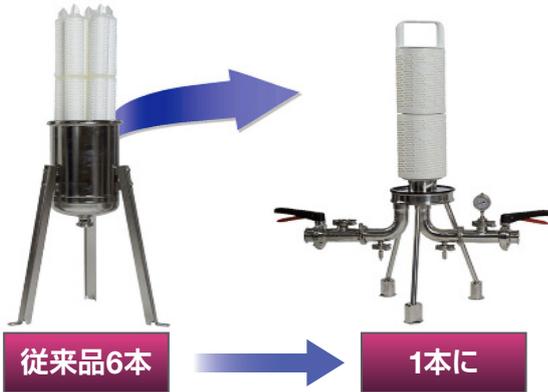
*Oenococcus oeni*  
LRV > 8



*Lactobacillus brevis*  
LRV > 8



*Pseudomonas aeruginosa*  
LRV > 9



従来品6本

1本に



- 並列・直列運転が可能
- バイパスにより継続運転が可能
- 完全性試験が可能

フィルター交換の迅速化  
約3分で交換可能



## コスト削減と品質保証の両立

「インペリアム」ハウジングは並列、または直列での運転が可能です。複数のハウジングを並列接続することにより、CIP、SIP、完全性試験、メンテナンス、ろ過の停止を個別に行うこともできます。これにより、生産を止めることなく運転することができるため、コスト削減はもちろん、生産停止時間も大幅に短縮することが可能です。

完全性試験については、複数のフィルターを同時に実施することも、個別に実施することもできます。

このため、万が一フィルターが完全性試験不合格となってしまった場合でも、生産の停止時間を最小限に抑えられるほか、継続した製造を可能にします。

## 簡単かつ正確なフィルター設置

新開発のトリ-カム方式により、従来のダブルO-リングによるツイストロック方式のフィルターと比べて、約3分の1の時間でフィルターを設置できます。さらに、この方式により、設置不良による下流汚染リスクを減らすことに成功しました。



新開発のトリ-カム方式

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。

【食品事業部】 TEL.03-6901-5760

ラボ用超純水製造装置



# カスカーダが新しくなりました!

一般用途から厳格な水質要求まで対応  
精製効率と精製度が大幅に向上  
完全一体型で操作が簡単

カスカーダは、一般的な用途から厳格な水質を要求される研究にまで対応する完全一体型の超純水製造システムです。この度、ポール社内に新しい製造ラインを立ち上げ、より信頼性の高いシステムが製造可能になりました。それに伴い製品番号も今までのLW〜〜〜からLWFS〜〜〜に変更になります。カスカーダ製造工場が変更になっても、カスカーダの最先端の技術と製品ラインアップは維持されています。



## 独自の2段階ROシステムで精製効率を最大化



特許取得済みの2段階逆浸透技術により、次のことが可能です。

- 高品質で安定した水質  
(1500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ の水道水から、標準値で5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ のRO水が得られます)
- 最大99%のイオンを除去し、イオン交換カートリッジと最終フィルターの寿命を大幅に延長
- 軟水化が不要



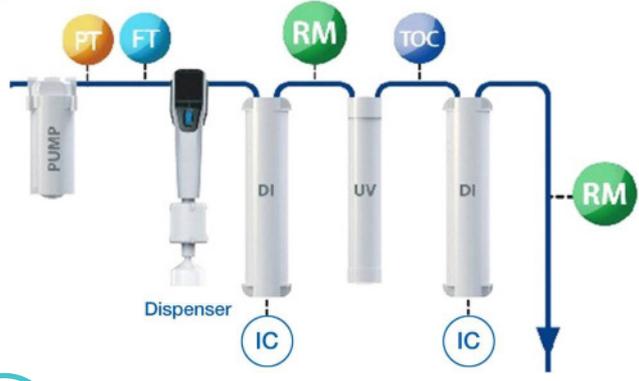


ラボ用超純水製造装置

カスカーダが新しくなりました!



## ダブルイオン交換カートリッジで精製度を最大化



- 供給水質に応じて3種類のイオン交換カートリッジを選択
  - 高効率の精製水製造に最適な高容量イオン交換標準カートリッジ
  - 高感度の微量有機物分析に最適な低TOCイオン交換カートリッジ
  - ICP分析に最適な低ホウ素イオン交換カートリッジ
- 経済的で信頼性の高いリアルタイムのTOCモニタリング
- UV技術が有機物を効率的に酸化し、システム再起動時に水質を速やかに改善

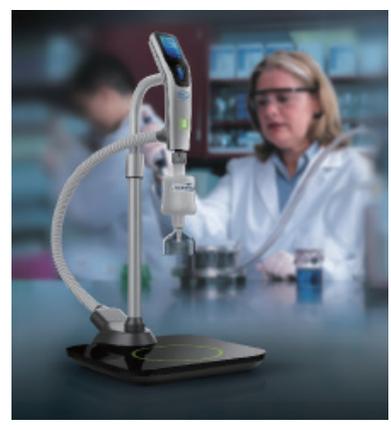


## 採水が容易なディスペンサー

- 柔軟な採水機能により、水質の異なるディスペンサーを3台まで設置可能
- 最大5.8mまで延長可能
- リアルタイムの比抵抗値とTOC値を手元で表示



ディスペンサーモニタースクリーンのインターフェース



ディスペンサーの設置例



ディスペンサーのスクリーンショット

採水ステーションのカラーコード

<b>I</b>	<b>II</b>	<b>III</b>
Type 1 (青)	Type 2 (緑)	Type 3 (赤)



ラボ用超純水製造装置

カスカーダが新しくなりました!



## カスカーダの水質規格と設置要件

**cascada I**

製造水質	
水質規格	Type I
比抵抗 (MΩ/cm @25℃)	18.2
TOC (ppb)	≤ 5*
製造水量	最大2 L/min
細菌数 (cfu/mL)	< 0.1**
粒子数 (> 0.2 μm)	< 1/mL**
エンドトキシン (Eu/mL)	< 0.001***

\* 供給水のTOCが < 2 ppmの場合  
 \*\* バクテリア用POU設置時  
 \*\*\* エンドトキシン用POU設置時

供給水の要件	
導電率	< 100 μS/cm @25℃
水圧	< 6 bar
水温	5~40℃
寸法 (mm)	
メインユニット	H 575 x W 366 x D 492
リザーバー	H 1200/900/600 x W 390 x D 384
採水ステーション	H 845 x W 280 x D 300
乾燥重量 (kg)	
メインユニット	23
リザーバー	5(35 L); 7(70 L); 9(105 L)
採水ステーション	6
電源	
主電源	100~240 V 50-60 Hz
消費電力	200 VA (メインユニット) 75 VA (前処理モジュール)

**cascada II I**

製造水質		
水質規格	Type II	Type I
比抵抗 (MΩ/cm @25℃)	> 5	18.2
TOC (ppb)	< 30*	≤ 5*
細菌数 (cfu/mL)	< 0.1**	< 0.1**
粒子数 (> 0.2 μm)	< 1/mL**	< 1/mL**
エンドトキシン (Eu/mL)	< 0.001***	< 0.001***

\* 供給水のTOCが < 2 ppmの場合  
 \*\* バクテリア用POU設置時  
 \*\*\* エンドトキシン用POU設置時

製造水質			
システム	RO	Type II	Type I
Cascada II-I 5	5 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min
Cascada II-I 10	10 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min
Cascada II-I 20	20 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min
Cascada II-I 30	30 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min

供給水の要件	
導電率	< 1,500 μS/cm @25℃
水圧	0.5~6 bar
水温	5~40℃
遊離塩素	< 3 ppm
シルト密度指数	< 12
pH	4~10
寸法 (mm)	
メインユニット	H 575 x W 366 x D 492
リザーバー	H 1200/900/600 x W 390 x D 384
採水ステーション	H 845 x W 280 x D 300
乾燥重量 (kg)	
メインユニット	23
リザーバー	5(35 L); 7(70 L); 9(105 L)
採水ステーション	6
電源	
主電源	100~240 V 50-60 Hz
消費電力	200 VA

**cascada III I**

製造水質		
水質規格	Type III	Type I
比抵抗 (MΩ/cm @25℃)	イオン除去率 > 99%	18.2
TOC (ppb)	有機物除去率 > 99%	≤ 5*
細菌数 (cfu/mL)	< 0.1**	< 0.1**
粒子数 (> 0.2 μm)	< 1/mL**	< 1/mL**
エンドトキシン (Eu/mL)	NA	< 0.001***

\* 供給水のTOCが < 2 ppmの場合  
 \*\* バクテリア用POU設置時  
 \*\*\* エンドトキシン用POU設置時

製造水質			
システム	RO	Type III	Type I
Cascada III-I 5	5 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min
Cascada III-I 10	10 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min
Cascada III-I 20	20 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min
Cascada III-I 30	30 L/h	最大2 L/min	最大2 L/min

供給水の要件	
導電率	< 1,500 μS/cm @25℃
水圧	0.5~6 bar
水温	5~40℃
遊離塩素	< 3 ppm
シルト密度指数	< 12
pH	4~10
寸法 (mm)	
メインユニット	H 575 x W 366 x D 492
リザーバー	H 1200/900/600 x W 390 x D 384
採水ステーション	H 845 x W 280 x D 300
乾燥重量 (kg)	
メインユニット	23
リザーバー	5(35 L); 7(70 L); 9(105 L)
採水ステーション	6
電源	
主電源	100~240 V 50-60 Hz
消費電力	200 VA

この機会にどうぞポールラボ用超純水製造システムカスカーダをお試しください。

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。

【ラボラトリー事業部】TEL.03-6386-0993

フィードした2分後から濃縮液が得られる  
循環のいらぬシングルパスTFF

# 抗体医薬品用タンパク質濃縮システム

## Cadence™ Inline Concentrator (ILC)



### ILCの特長と利点

ホルダー一体型、圧力ラインに接続するだけで、簡単に設置可能

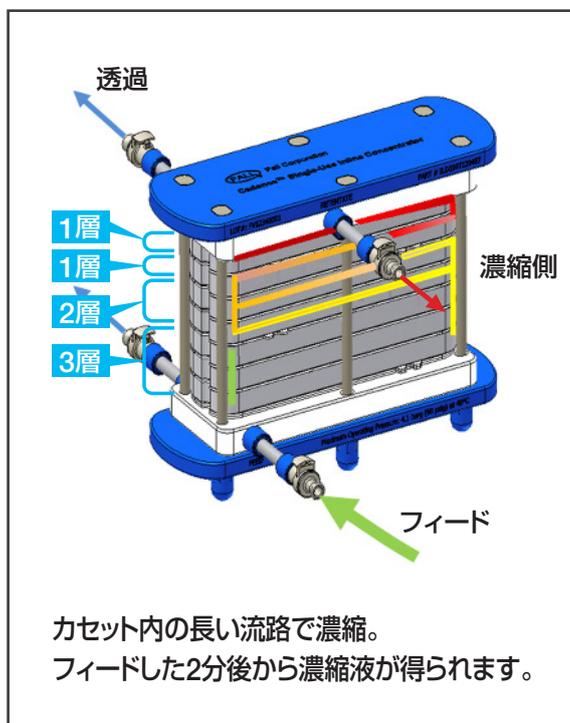
循環ループが不要

少ないホールドアップ液量

リンスに使用するWFI量が減少

大きなタンクが不要、導入コストの低減

モジュール	膜面積(m <sup>2</sup> )	孔径(kDa)
Cadence ILC T01	0.065	10, 30
Cadence ILC T02	0.13	10, 30
Cadence ILC T12	0.7	10, 30
Cadence ILC T06	3.5	10, 30



プロセス液量(L)	1 - 2	50	100	200 - 500	700 - 900
Cadence ILC T01, T02	✓	✓			
Cadence ILC T12		✓	✓	✓	
Cadence ILC T06				✓	✓

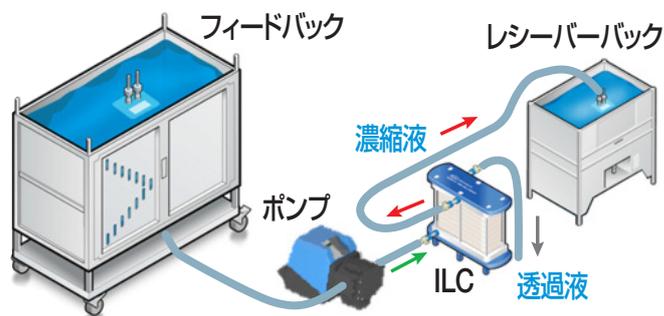
## 抗体医薬品用タンパク質濃縮システム

Cadence™ Inline Concentrator (ILC)

### 複雑なシステムは必要なし

- 最小限の機器で2~4倍の濃縮を達成  
(大量のフィード液を1/2~1/4に縮小)
- 精製工程の直前・直後で使用することで  
工程時間を短縮

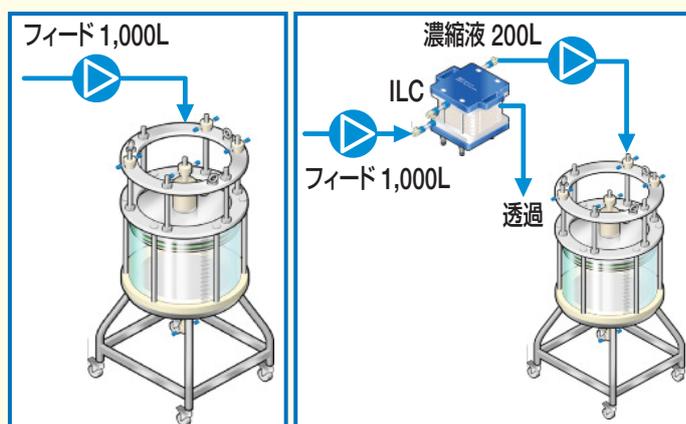
複雑なシステムは必要なく、ポンプのあとにホルダー付カセットをチューブでつなげるだけで使用可能です。



### ケーススタディ

#### クロマトグラフィーとシングルパスTFFの組み合わせ

抗体プロセス液1,000Lのクロマトグラフィーを行うために必要なカラム容量についてのケーススタディです。クロマトグラフィーだけで処理するケースとあらかじめシングルパスTFFで濃縮してクロマトグラフィー処理するケースについて、4時間以内で処理できる条件の比較を行いました。



クロマトグラフィーだけのケースとシングルパスTFF濃縮を追加したケース

項目	クロマトグラフィー*	シングルパスTFF** +クロマトグラフィー
合計工程時間 (Hr)	3.4	3.4
サイクル数	1	1
カラム径 (cm)	60	30
カラム容量 (L)	57	14
バッファー消費量 (L)	1,865	466

カラムを小さくできる

バッファーも少なくできる

\* ベッド高 : 20cm、線速 : 300cm/Hr、動的結合容量 : 最大30g/L、Titer : 0.4g/L

\*\* 5倍濃縮、濃縮液流速 : 12LMH

#### 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

# ポータブル流体清浄度測定器

## システム異常の早期発見、設備の信頼性維持



設備の信頼性維持や問題発生箇所の特定、潜在的な問題点の抽出には、流体清浄度の傾向管理が不可欠です。ポール流体清浄度測定器は、精度よく迅速に流体清浄度の計測ができます。流体清浄度の変化により、システムの異常の始まりを早期に知ることができます。その結果、重大な設備トラブルに至る前に必要な対策を講じることができます。

以下に、ポールのパーティクルカウンターと清浄度モニターの2つをご紹介します。  
お客様の用途に適した清浄度計測機器の選定の参考にしてください。

### パーティクルカウンター (PFC450)

光遮へい方式自動粒子計数器

測定可能流体<sup>\*1</sup>：石油系流体、一般工業用リン酸エステル、作動油、潤滑油、絶縁油など

### 流体中の固形異物の大きさと数の測定

#### 仕様

- ISO 11500 / JIS B 9934に準拠
- 校正規格 : ISO 11171 / JIS B 9932
- 出力清浄度規格 : ISO 4406, SAE AS 4059E (Table 1・2) <sup>\*2</sup>
- 測定可能範囲 : ISO 4406, 01~23 SAE 4059E Table1, 00~12 SAE 4059e Table2, 000~12
- 測定粒径 : 4, 6, 10, 14, 21, 30, 38, 70 μm(c)の8粒径
- 流体粘度範囲 : オフラインでは2~200 mm<sup>2</sup>/s、オンラインでは2~350 mm<sup>2</sup>/s
- 流体圧力範囲 : 低圧ポート接続では0~0.7 MPa、高圧ポート接続では0.4~42 MPa
- 寸法(最大) : 350 mm × 412 mm × 145 mm

#### 特長

- 個々の粒子を検出、大きさを測定、個数を計測
- レーザー光の減衰が著しいほど濁った流体は測定不可
- 水滴や気泡、エマルションの影響を受ける(固形粒子として誤カウント)
- オンライン接続で常時計測可能
- ポータブルタイプなので、定期的なモニター用として持ち回りで使用可能
- バッテリー内蔵で、電源接続なしでも使用可能(最大2時間稼働)
- テスト結果をタッチパネル式ディスプレイで表示し、内蔵プリンタで出力可能
- 付属のUSBケーブルとソフトウェアで計測結果をPCに保存可能



<sup>\*1</sup> : ご不明な場合は当社にお問い合わせください。

<sup>\*2</sup> : SAE 4059 Table1 は NAS 1638 (NAS 等級) と等価です。



## 清浄度モニター (PCM500)

## フィルター目詰まり方式清浄度モニター

測定可能流体<sup>\*1</sup>：部品洗浄液、切削液、水溶性流体、クーラント、水グリコール、石油系流体、一般工業用リン酸エステル、作動油、潤滑油、絶縁油など



高含水率流体(エマルジョン含む)の清浄度測定、気泡、水滴の影響がある場合

### 仕様

- ISO 21018-3 / JIS B 8673-3に準拠
- 校正規格 : ISO 21018-3/JIS B 8673-3
- 出力清浄度規格 : ISO 4406, SAE AS 4059F (Table 1・2)<sup>\*2</sup>
- 測定可能範囲 : ISO 4406, < 11 / 9 / 7 ~ 23 / 21 / 17 SAE4059F Table1, 1~12 SAE 4059F Table2, 1~12
- 流体粘度範囲 : 1.5~450 mm<sup>2</sup>/s
- 流体圧力範囲 : 0~31.5 MPa
- 寸法(最大) : 400 mm × 260 mm × 250 mm

### 特長

- 流体の清浄度に応じたフィルター(メッシュ)の差圧上昇速度から清浄度を決定
- 油中の水滴や流体中の気泡、エマルジョン、流体の濁りの影響を受けることなく測定が可能
- 油系だけでなく、水溶性流体でも測定が可能
- オンライン接続で常時計測可能
- ポータブルタイプなので、定期的なモニター用として持ち回りで使用可能
- 長寿命バッテリーにより、電源接続なしでも使用可能(35回程度の測定)
- テスト結果をタッチパネル式ディスプレイで表示し別売の外付けプリンタで出力可能
- USBポート / Bluetooth / Wi-Fiコミュニケーションポートにより測定結果をモバイル機器に転送可能



PCM500-PRT専用ケース



PCM500本体

ACアダプター

RS232Cケーブル

USBケーブル

PCM500-PRT(別売)

### 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。

【フルードテクノロジー&アセットプロテクション事業部】 TEL.03-6901-5780

## ろ過面積拡大と高い耐久性

# ウルチプリーツ・キャンドルフィルター

## ろ過分布と滞留時間の均一化、ゲル発生の防止



### 1. ポリマーのろ過

ポールは、ポリマーのろ過に関して、1960年代から実績を持つ先進企業です。原料系、プレポリマー、高粘度熔融ポリマーなど、あらゆるろ過関連のニーズに最適な製品やサービスを提供しています。ポール独自の微細ファイバーやメディア技術を駆使して、包括的なろ過技術を提供しています。

- メタル焼結ろ材：ファイバー、パウダー、ファイバー / パウダー複合、メッシュ
- ろ過条件：高温・高圧・高粘度、腐食性流体
- グローバルなサポート体制や洗浄サービス

#### 対応樹脂

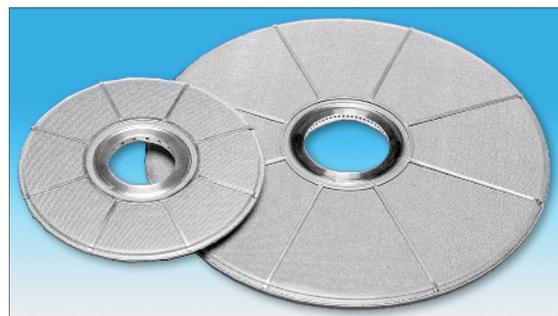
- |                     |                 |                 |                       |
|---------------------|-----------------|-----------------|-----------------------|
| ● Acrylics          | ● Lyocell       | ● Polyethylene  | ● Viscose Rayon       |
| ● Cellulose Acetate | ● Nylon 6       | ● Polyester     | ● Engineered Plastics |
| ● COP               | ● Nylon 66      | ● Polypropylene |                       |
| ● COC               | ● Polyurethanes | ● Polycarbonate |                       |



### 2. 金属フィルターの種類

高温、高圧下で樹脂等をろ過する金属フィルターには、リーフディスク型とキャンドル型の2種類があります。それぞれ、下記のような特長があります。

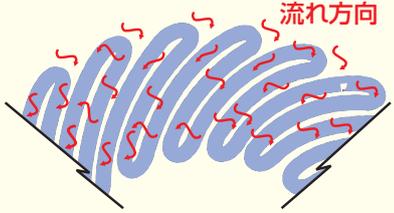
	キャンドルフィルター	リーフディスクフィルター
ろ材厚み	薄い	厚い
ろ過精度	FH 2.5 μm~ (99.98%) ダイナロイ 2.8 μm~ (98%)	FS 2.5 μm~ (99.98%) ダイナロイ 1.4 μm~ (98%)
初期差圧 ハウジング内Total	低い	高い
強度	○	○
滞留	標準プリーツタイプ △ ウルチプリーツタイプ ○	メッシュリテーナー △ スロットサポート ◎
イニシャルコスト 同ろ過面積比	低い	高い
作業性	○ 組込荷重必要なし	△ 荷重用 組込治具必要
洗浄性	○	○





### 3. ウルチプリーツ・キャンドルの特長

キャンドルフィルターは、プリーツ形状にろ材を折りこみ、ろ過面積を上げています。ポールでは、さらにウルチプリーツ形状を独自に開発しました。

構造	特長	利点
<ul style="list-style-type: none"> <li>● 波状のプリーツ構造</li> </ul> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>● ろ過面積の増大 (従来プリーツに対し20~50%増大)</li> <li>● 滞留部の低減</li> <li>● ろ過表面に対し均一な流れ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● フィルターの小型化</li> <li>● ロングライフ</li> <li>● 均一なる過</li> <li>● 従来プリーツの不均一な流れの解消</li> <li>● ゲル発生の防止</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● スパイラルアウターラップ</li> </ul> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 強度向上</li> <li>● アウターガードタイプに対して空隙増加</li> <li>● プリーツの間隔を維持し、洗浄時の溶液流路を確保</li> <li>● 圧力によるプリーツ移動を防止</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 取り扱い時・逆圧時の保護</li> <li>● 洗浄性の向上</li> <li>● メディア保護による交換頻度の低減</li> <li>● 特殊プリーツ形状の保持によりろ過面積を維持</li> </ul>

### 4. ウルチプリーツ・キャンドルの使用事例

ウルチプリーツ・キャンドルは、従来型での懸念事項を改善することができました。使用できる幅を広げることができましたので、下記に事例をご紹介します。

#### ① 新規ポリマーフィルター設備

低差圧設計が可能で、従来設備と比較し、コンパクトな設備設計を実現。フィルター部での滞留時間の短縮。設備コストの低減。

#### ② 従来のプリーツ形状フィルターからウルチプリーツ形状への置き換え

フィルターライフの延長。洗浄回数の低減にも寄与。フィルター交換のダウンタイムの低減により生産性を向上。

#### ③ リーフディスク型フィルターからウルチプリーツキャンドルへ

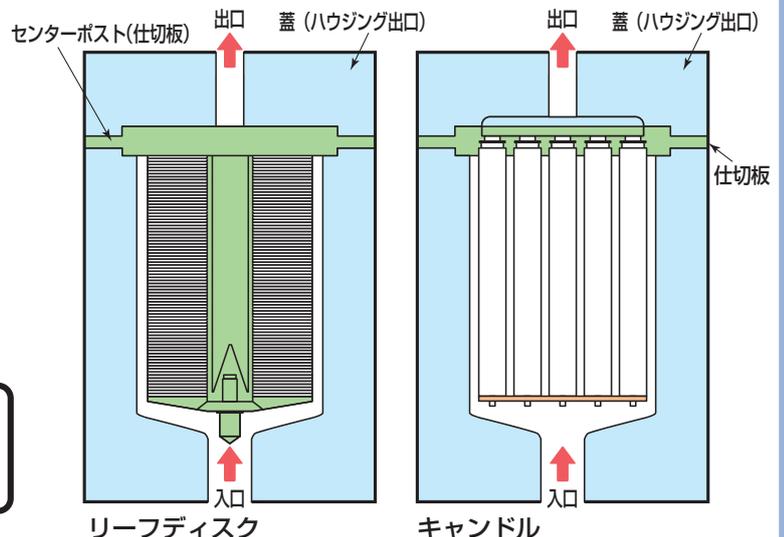
ろ過面積アップ及び低差圧運転により生産性の向上。低差圧化で運転温度の低減により樹脂品質の向上を実現。フィルター組み付け作業性の向上によるメンテナンス時間の低減。

※ リーフディスク型フィルター用ハウジングをそのまま使用しウルチプリーツキャンドルに置き換え  
仕切り板と蓋(ハウジング出口)を交換するのみで使用可能。

仕切り板(フィルター取付側)



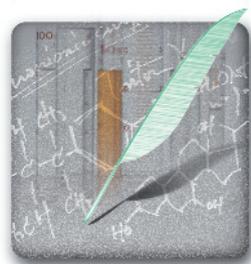
蓋



#### 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。

【フルードテクノロジー&アセットプロテクション事業部】 TEL.03-6901-5780



# IPA中における フィルターの除粒子性能評価

日本ポール株式会社 応用技術研究所  
高倉 知征

(本稿は、ISSM 2016で発表した論文、原題 "Particle removal efficiency evaluation of filters in IPA" をもとに、日本語版として編集したものである。)

## 1. はじめに

イソプロピルアルコール (Isopropyl alcohol, IPA) は半導体製造プロセスにおけるウエハ乾燥工程において一般的に使用される薬液である。半導体デバイスの微細化が進むにつれて、IPA中の汚染の制御レベルも厳しくなっている。こうした汚染を低減するためろ過技術は重要な役割を担っており、IPA中の汚染の制御レベルとともに、フィルターが除去すべき粒子サイズもより微細になってきている。IPA中のフィルターにとって、粒子除去性能以外の重要な点はフィルター自体からの溶出物を最小限にすることである。この観点から、従来IPA中で最も一般的に使用されていた高密度ポリエチレン (high density polyethylene, HDPE) メンブレンを使用したフィルターにかわり、ポリテトラフルオロエチレン (polytetrafluoroethylene, PTFE) メンブレンフィルターがより多く使用されるようになってきている。

フィルターのろ過精度に関して、純水中の試験粒子 (チャレンジ粒子) としては、メルカプトコハク酸 (mercaptosuccinic acid, MSA) で被覆した金ナノ粒子 (Au MSA) が使用されている。ここで、MSAは金ナノ粒子がメンブレンに吸着する作用を低減させる効果がある<sup>[1]</sup>。これは、粒子の除去がもたらす“ふるい”の効果によって行われるため、フィルターにとって最も不利な条件となる。しかしながら、一般にフィルターの除粒子性能は使用される薬液やその温度に影響を受ける。したがって、実際の薬液中における除粒子性能を知っておくことはフィルターを適切に使用する上で重要である。このような背景から、我々はこれまでに硫酸中<sup>[2, 3]</sup>や希塩酸<sup>[4, 5]</sup>中での除粒子性能評価手法を開発してきた。この記事では、これら実際の薬液中での評価の一環として、IPA中での除粒子性能評価方法について報告する。

## 2. 実験

試験フィルターとして、ポール製のろ過精度10nmの表面改質 (surface-modified) PTFEメンブレンを用いた。これは最先端の半導体デバイス製造プロセスで使われているフィルターの一つである。

試験粒子に関して、通常純水中の評価で使用されるAu MSAはIPA中では安定に分散しない<sup>[6]</sup>。そこで、その代わりに試験フィルターのろ過精度 (10nm) に近いサイズを持つ3種類の粒子を選定した。フィルターの除粒子性能には粒子の静電的な性質が影響するため、それぞれの粒子は異なる静電的な性質を持つものを選んだ。使用した粒子は、ポリエチレンイミン (Polyethylenimine) で被覆したプラチナ粒子 (Pt PEI, 田中貴金属工業製)、ジルコニア粒子 (ZrO<sub>2</sub>, 日産化学製)、ポリビニルピロリドン (Polyvinylpyrrolidone) で被覆した金粒子 (Au PVP, 田中貴金属工業製) の3種類である。これらの粒子について、あらかじめIPA中での粒子サイズ分布とゼータ電位を調べた (Zetasizer Nano ZS, Malvern)。

フィルターのチャレンジ試験はこれらの粒子を用いて、図1の試験系により行った。はじめに、それぞれの粒子を電子工業用グレードのIPAに添加しPFA容器に入れた。次に、粒子を添加したIPA (influent) をそれぞれのメンブレンで流量5mL/min.にてろ過し、ろ液 (effluent) をサンプリングボトルに採取した。その後、

それぞれのチャレンジ液中のAu、Pt、Zrの濃度 (=C<sub>0</sub>) とろ液中の濃度 (=C) をICP-MS (7700s, Agilent) により定量し、最終的に除粒子率 (= [1-C/C<sub>0</sub>] × 100) を計算した。参考のために、純水中での粒径10nmのAu MSAでの試験も実施した。また、データの比較のために、ろ過精度10nmのHDPEフィルターに対してIPA中でPt PEIを使った試験も実施した。

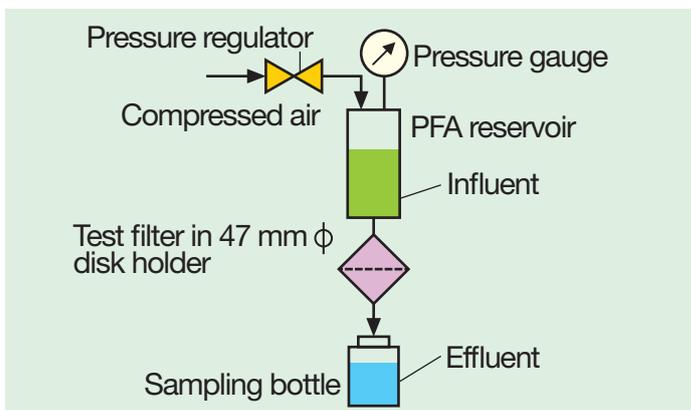


図1：フィルターメンブレンの除粒子性能評価に使用した試験系の模式図。印可圧力を調整することにより定流量 (5mL/min.) となるようにした。



### 3. 実験の結果と考察

図2に示したように、IPA中で3種類の粒子のサイズは多少のばらつきはあるが、どれもおよそ10nmであることがわかる。Pt PEIはわずかに10nmよりも小さく、ZrO<sub>2</sub>はわずかに10nmよりも大きい。この結果から、これらの粒子がIPA中で分散しており、したがってフィルターの除粒子性能評価に使用できることがわかった。なお、過去に報告しているが、純水中の除粒子性能評価に使用している金ナノ粒子を純水中で測定すると、10nmに粒径分布のピークを持つことがわかっている<sup>[1]</sup>。

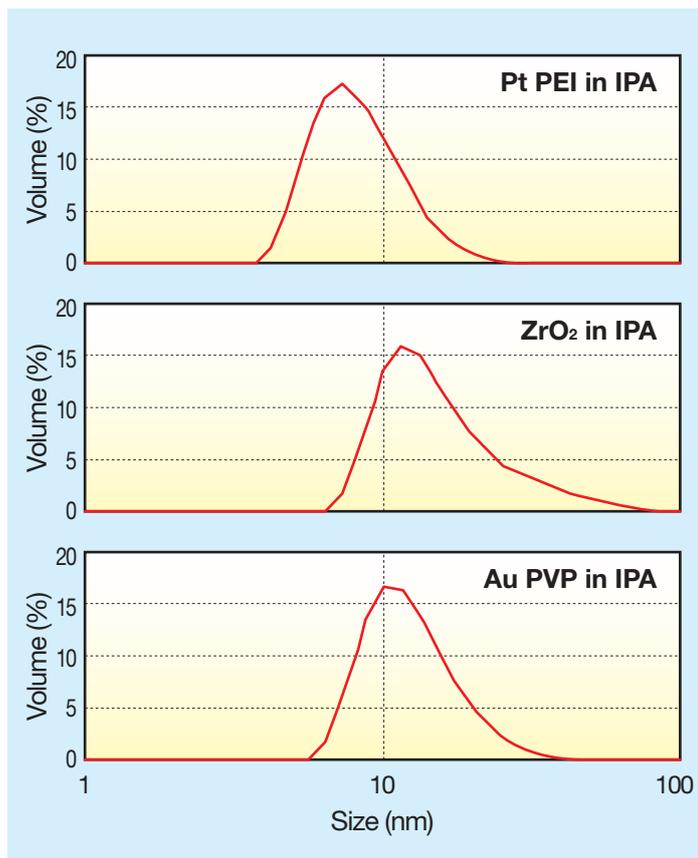


図2：IPA中の粒子サイズ分布。  
3種類の粒子をIPA中のチャレンジ試験に使用した。粒子サイズは多少のばらつきはあるが、どれもおよそ10nmであることがわかる。Pt PEIはわずかに10nmよりも小さく、ZrO<sub>2</sub>はわずかに10nmよりも大きい。

図3に示したように、IPA中において、Pt PEIは正の、Au PVPは負のゼータ電位を持ち、またZrO<sub>2</sub>のゼータ電位は0付近の値であることがわかった。

ZrO<sub>2</sub>の粒径分布は液調整後24時間は変化しなかったが、1週間後には凝集傾向が見られた。これはこの粒子がIPA中で0に近いゼータ電位を示していることと関係していると思われる。ZrO<sub>2</sub>に関しては、液調整後5時間以内にフィルターの試験に使用した。なお、ZrO<sub>2</sub>のゼータ電位がIPA中で0付近になるという結果は、ウエハ洗浄プロセスにおける実際の汚染物質の一つと想定されるシリカ粒子やシリコン粒子と似た振る舞いである<sup>[7]</sup>。

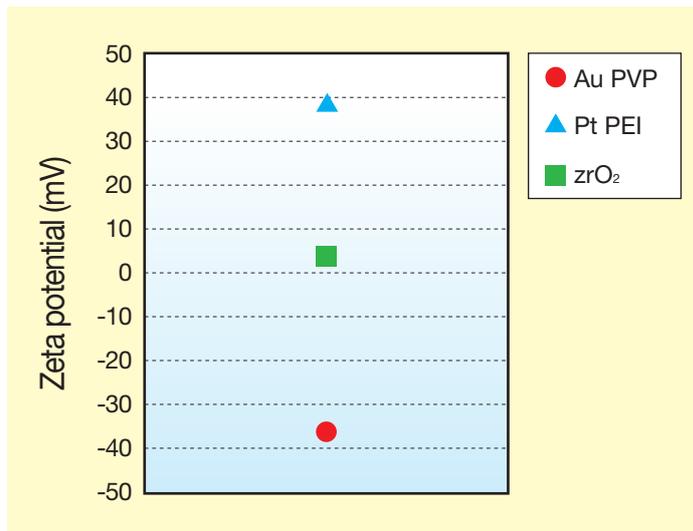


図3：IPA中で測定した3種類の粒子のゼータ電位の値。  
これらの粒子をIPA中でのチャレンジ試験に使用した。

図4はろ過精度10nmの表面改質PTFEメンブレンのIPA中の3種類の粒子に対する除粒子率を示したものである。それぞれの粒子はいくらか粒径の大きさに違いがあるものの、全ての粒子に対して十分に高い除粒子率を示すことがわかる。概して、この表面改質PTFEメンブレンは3種類のそれぞれ異なったゼータ電位（正負、および中性）をもつ粒子を効果的に除去したことから、IPA中に存在するであろう様々な粒子を除去できる性能があると考えられる。

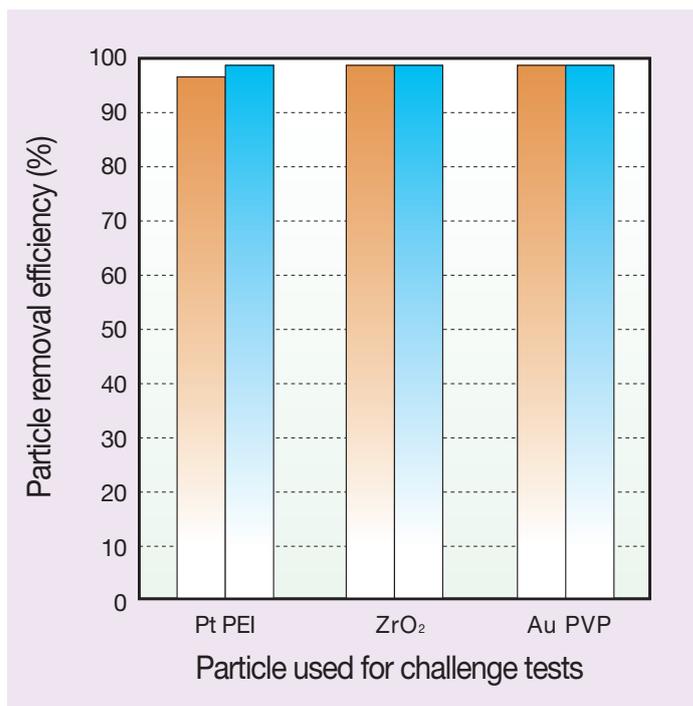


図4：ポール製のろ過精度10nmの表面改質PTFEメンブレンをIPA中で3種類の粒子を用いてチャレンジ試験した結果。  
各粒子についてそれぞれ2回試験した。



図5は純水中とIPA中でのろ過精度10nmの表面改質PTFEメンブレンとHDPEメンブレンの除粒子率の比較である。純水中とIPA中とで除粒子率に顕著な違いがあることがわかる。純水中では、どちらのフィルターも粒径10nmの金ナノ粒子に対して95%以上の除粒子率を示した。一方IPA中においては、表面改質PTFEメンブレンは95%以上の除粒子率であったが、HDPEメンブレンは50%前後であった。図2で示したようにPt PEIの粒径は10nmよりも小さいので、“ふるい”の効果だけを考えればHDPEメンブレンの結果は妥当だと言える。したがって、IPA中の表面改質PTFEフィルターのPt PEIに対する除粒子率が、DIW中の金ナノ粒子に対する除粒子率よりも高かったという結果は、“ふるい”の効果だけでなく、吸着の効果によっても粒子を除去していることを示していると考えられる。

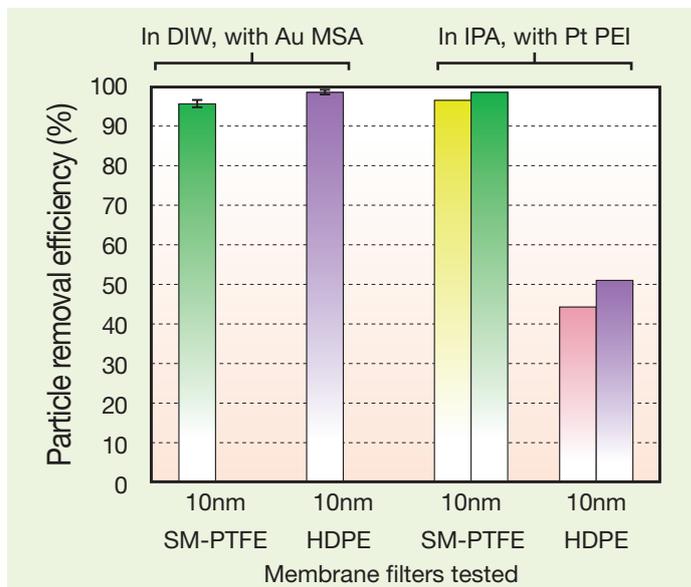


図5：純水中とIPA中におけるボール製のろ過精度10nmの表面改質PTFEメンブレンとHDPEメンブレンのチャレンジ試験結果。  
純水中ではAu MSAを、IPA中ではPt PEIをそれぞれチャレンジ粒子として使用した。純水中の結果はいくつかのデータの平均を取ってエラーバーとともに示した。IPA中の表面改質PTFEのデータは図4と同じものである。図2に示したようにPt PEIのサイズは10nmよりも小さいことに注意。

#### 4. 終わりに

IPA中でのフィルター除粒子性能評価方法を開発した。この手法により、サイズが約10nmの3種類の粒子を使ってボール製のろ過精度10nmの表面改質PTFEメンブレンフィルターを評価した。表面改質PTFEフィルターは3種類の粒子全てに対して、95%以上の除粒子率を示した。表面改質PTFEメンブレンは3種類のそれぞれ異なったゼータ電位（正負、および中性）をもつ粒子を効果的に除去したことから、このフィルターはIPA中に存在するであろう様々な粒子を除去できる性能があると考えられる。表面改質PTFEとHDPEフィルターの純水中とIPA中での除粒子率を比較した結果は、IPA中において表面改質PTFEフィルターが“ふるい”の効果だけでなく、吸着の効果によっても粒子を除去していることを示している。この系における吸着のメカニズムについてはさらに詳細な調査をしていきたい。

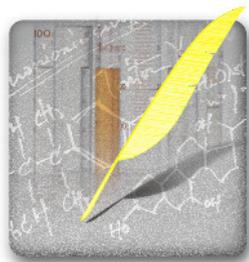
#### 参考文献

- [1] T. Mizuno, A. Namiki, and S. Tsuzuki, IEEE Trans. Semicond. Manuf., Vol.22, No.4, pp.452-461, 2009.
- [2] 高倉知征, 都築修一, 第75回応用物理学会秋季学術講演会, 17P-A14-6, 2014.
- [3] T. Takakura and S. Tsuzuki, Proceedings of Joint Symposium (e-Manufacturing & Design Collaboration and ISSM) 2015.
- [4] 橋本正利, 都築修一, 第60回応用物理学会春季学術講演会, 28P-G8-14, 2013.
- [5] 高倉知征, 都築修一, 第63回応用物理学会春季学術講演会, 19p-S223-10, 2016.
- [6] 水野豪仁ら, 第57回応用物理学関係連合講演会(春季), 20P-C-7, 2010.
- [7] Jin-Goo Park, et al., J. Electrochem. Soc., vol. 153, pp G811-G814, 2006.

#### 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



# 14nmノード以降の半導体プロセスにおける 先端リソグラフィ材料のろ過と コンタミネーション・コントロール

Rao Varanasi, Michael Mesawich, Patrick Connor, Lawrence Johnson  
Pall Corporation, Microelectronics Business Unit

本稿は、2017 SPIE Advanced Lithography Conferenceにおける既報告  
(Christoph K. Hohle, Proc. of SPIE Vol. 10146, 101462B 原題 Advanced lithographic filtration and  
contamination control for 14nm node and beyond semiconductor processes)をもとに、再編成したものである。

## 1. はじめに

14nm以降の半導体デバイスの微細化とともに、プロセス、デザイン双方のイノベーションにおける新たな課題と機会が顕在化しています。ろ過技術は重要な役割を果たしており、欠陥の低減だけでなく、汚染の影響が少ない性能が求められています。フォトリソグラフィシステムにおける金属、パーティクル、繊維状欠陥、及び残渣物欠陥は、長年にわたり半導体製造プロセスにとって重要な歩留まり低下の要因であり、様々なリソグラフィ工程に影響を与えてきました。薬液から10nm以下のサイズの汚染物質(金属/粒子/有機物/不揮発性残渣物)を除外するという現在の厳しい欠陥許容値を満たすためには、最適化されたろ過が必要です。フィルター清浄度、ろ過精度、フィルターメンブレン/デザインの特徴、ろ過速度、および流量-圧力損失特性については、適切にコントロールされなければなりません。

粒子、金属、有機物、および不揮発性残渣物を含む、さまざまな種類の汚染物質が歩留まりに影響を与えるウエハー上での欠陥を引き起こす可能性があります。これらのいずれも複数の原因が考えられます。

- 材料起因の欠陥
- リソグラフィプロセス起因の欠陥
- パターン転写欠陥
- 装置起因の欠陥

コンタミネーションコントロールへの重要な手段の1つは、ナノスケールでのろ過(または「ナノフィルトレーション」)の採用です。このような要求の厳しい運用に適したナノフィルトレーションの開発には、表1に示すような、考慮すべき様々な側面が含まれます。

表1: 先進技術ノードのためのナノフィルトレーションの開発に関連する側面

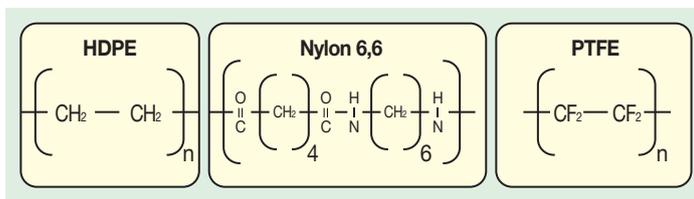
最適化された洗浄工程
微量金属 残留有機物 パーティクル付着 フィルターの立ち上げ

<b>先端製造プロセス</b>
クリーンルームでのフィルター製造 統合された製造作業
<b>先進メンブレン技術</b>
微細な孔径 吸着とふるい 対称と非対称
<b>アプリケーションに特化したフィルタリングプロセス</b>
上層反射防止膜/トップコート 液浸レジスト/トップコートレスレジスト 現像液 - TMAH, nBA 金属酸化物 EUVレジスト 自己組織化リソグラフィ
<b>メンブレン除去能力の確認方法</b>

これらの側面に取り組むことで、より洗練された、よりクリーンな、より速く、アプリケーションに適したろ過を提供するという目標が達成されます。リソグラフィ領域における現在の適用要求を満たすろ過は、いくつかのろ過メカニズムによってコンタミネーションを除去する主要な機能を発揮します。

- ふるい分け
- 吸着
- 表面相互作用
- 親水性 - 疎水性
- 複雑な経路

ポールは、リソグラフィのために必要なコンタミネーション除去を実現することができる様々なろ過メンブレンを含むフィルターを提供します。図1は、高密度ポリエチレン(HDPE)、ナイロン6,6、およびポリテトラフルオロエチレン(PTFE)の3つのメンブレンの化学構造とろ過精度、及び洗浄プロセスに関する情報を示します。



Pall Membrane Technologies	Products (Rated by GNP)	Cleaning Innovations
HDPE	≥ 2nm Commercial < 2nm - Production	Standard, Express Clean (XP) Ultra Clean (XG)
Nylon 6,6	≥ 5nm Commercial 2nm - Pre - Production	Standard, Express Clean (XP) Ultra Clean (XN)
PTFE	10nm - Commercial 5nm - Pre - Production	PFA Hardware, Express Clean

図1：ボールのリソグラフィ用途の微細なメンブレン  
(注：「GNP」は金ナノ粒子を指します)

性能特性に影響を及ぼすと考えられるメンブレン特性の中には、メンブレンモルフォロジーがあります。特に、メディアのなかでは、上流から下流への孔径の非対称度 (asymmetry) が大きいもの、小さいものと作り分けられているものがあります。これを図2に示します。

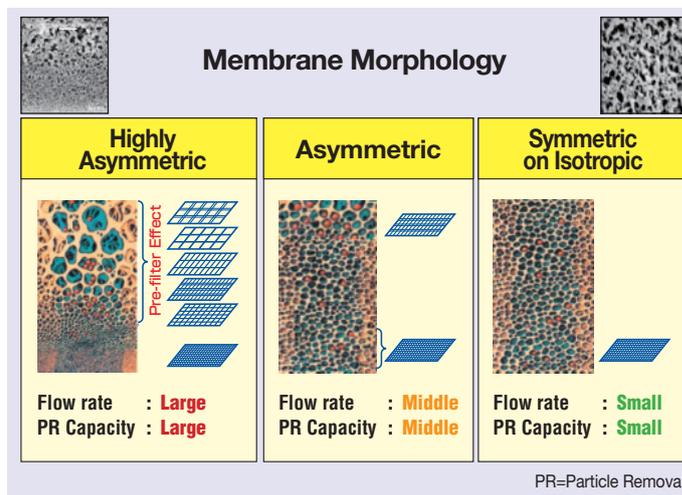


図2：リソグラフィアプリケーションで使用するろ過メンブレンに適用される様々なモルフォロジー

メンブレン開発、フィルター製造、フィルター製品の最終処理工程のようなさまざまな側面は、すべて最終製品及び、実際の用途における性能に影響を及ぼしますが、今回我々は特にフィルターに施される洗浄プロセスに着目しました。本論文では、ろ過精度2nmのHDPEメンブレンから構成されているフィルターについて、洗浄強化が、抽出物およびパーティクルの観点からフィルターの本質的な清浄度を改善するだけでなく、実際のリソグラフィ用途において性能を向上させること示したいと思います。

## 2. 実験

ろ過精度2nmのHDPEメンブレンと他の構成部材もHDPEであるフィルターの2つの洗浄バージョンについて評価を実施しました。一つは「UG2」と呼ばれ、その製造工程では標準の洗浄プロセス、他方は「XG2」と呼ばれる特殊洗浄プロセスが適用されています。フィルターの初期清浄度テストには、金属および有機抽出物のレベル、および設置時の初期パーティクル評価を含んでいます。アプリケーション向けのテストでは、ポイントオブユース (POU) に設置された各バージョンのフィルターで193nmフォトレジスト (PR) をディスペンスし、ブランケットウエハーとパターン付ウエハー双方の欠陥レベルを分析しました。欠陥レベルは、各フィルター、および各ウエハーについて経時的に観察しました。

### 2.1. 抽出テスト

カプセル形状の各フィルターサンプルを試験液で満たし、室温で24時間静置しました。浸漬後、各カプセルに満たされた試験液を誘導結合プラズマ質量分析 (ICP - MS、アジレント社製) にて22種の金属のレベル、およびii)有機物として不揮発性残留物を測定しました。

### 2.2. 初期パーティクルテスト

各タイプのフィルターカプセルにプロピレングリコールモノエチルエーテル (PGME) とプロピレングリコールモノエチルエーテルアセート (PGMEA) の70/30混合溶剤を毎分300mLで循環させながらカプセルの二次側からリオン製モデルKS-19F

パーティクルカウンターへ導入しました。30nm以上の1mL当たりのパーティクルの累積レベルを90分間測定しました。

### 2.3. ろ過されたフォトレジストでのウエハー欠陥検査

ブランケットウエハーおよびパターン付ウエハーでの欠陥検査試験は、LITHIUS 300mm (TEL Clean Track) システム (LITHIUS and Clean Trackは東京エレクトロン社の登録商標) およびASML社製193nm液浸露光機 (TWINSCAN XT:1900i) を用いて、300mmシリコンウエハーで実施しました。フィルターは、実際のディスペンスを実施する前に標準的な前処理を行いました。試験フィルター (UG2/XG2) でろ過した液浸ArFレジスト (PR) をウエハーにスピコートし、PSMを用いたブライトフィールドマスクを用いて露光した後にベーク処理を経て0.263N TMAHで現像し、45nmL/Sパターンを形成しました。フォトレジスト膜のブランケット欠陥はKLA-Tencor社製Surfscan SP3システムを用いて測定し、45nmL/Sパターン欠陥はKLA-Tencor社製2800装置を用いて分析しました。また、フィルター設置直後、12,16、および24時間後について継続的な欠陥レベルを測定しました。



### 3. 結果

#### 3.1. 抽出テスト

図3は、UG2フィルター（標準）とXG2フィルター（ウルトラクリーン）の24時間抽出における金属レベルおよび有機物レベルについての相対比較結果です。両方共非常に低いレベルでした。

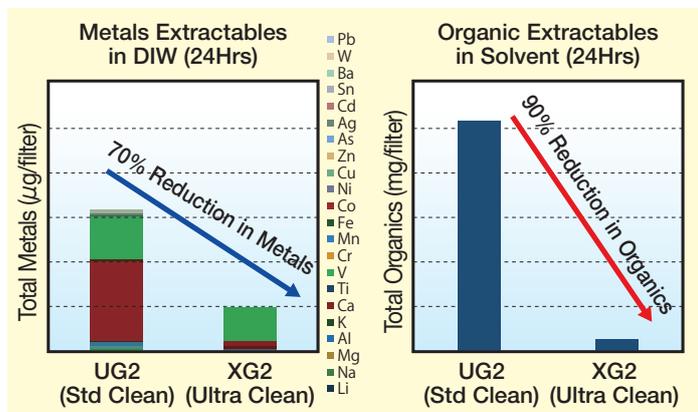


図3：各試験液で24時間抽出した場合のUG2フィルター（標準）およびXG2フィルター（ウルトラクリーン）による金属および有機抽出物レベル相対値

#### 3.2. 初期パーティクルテスト

図4は、フィルターの初期パーティクルレベルを示します。XG2フィルター（ウルトラクリーン）では20分後に約10N/mLの安定したベースラインレベルが達成されましたが、UG2フィルター（標準）では40分後まで約90N/mLの安定したカウントレベルに到達しませんでした。

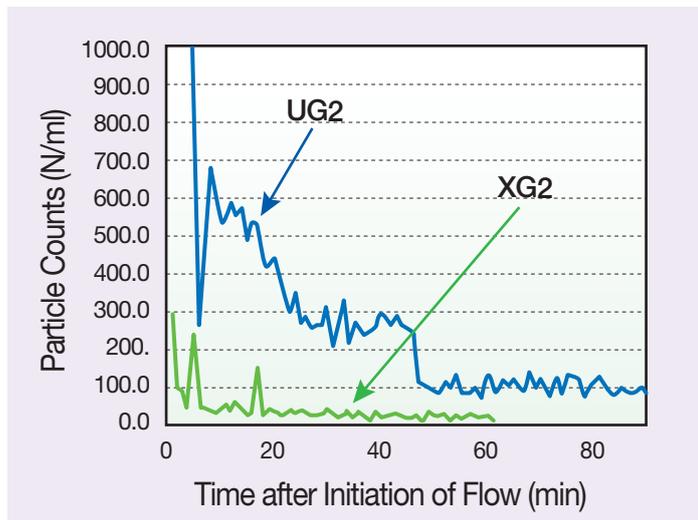


図4：70/30 PGME/PGMEA 溶剤を300mL/分で循環した際のカプセルフィルターでの30nm以上のパーティクル減衰曲線

#### 3.3. フォトレジストろ過方法に対するウエハー欠陥評価

図5に、UG2フィルター（標準）およびXG2フィルター（ウルトラクリーン）設置後の各時間にレジストをディスペンスしたブランケットウエハー上の相対的欠陥レベルと、検出された特定欠陥のエネルギー分散型X線（EDX）分光分析結果を示しま

す。図6は、UG2フィルター（標準）およびXG2フィルター（ウルトラクリーン）によつてろ過されたフォトレジストをディスペンスしたウエハーの45nmL/Sパターン欠陥マップを示します。図7は、検出された欠陥が主に「ブリッジ」型であることを示す画像とパターン付ウエハーで観察された相対的欠陥レベルを示します。

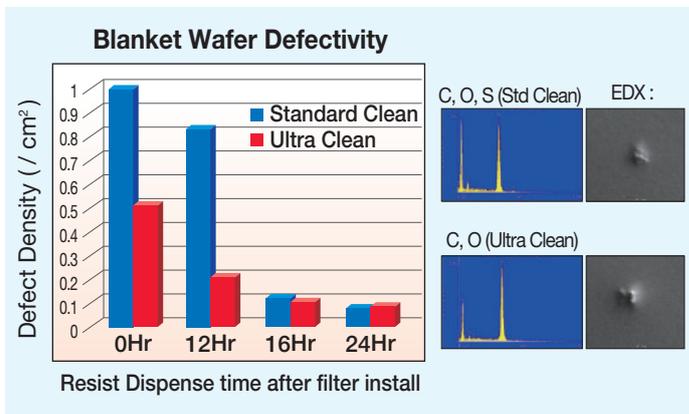


図5：XG2フィルター（ウルトラクリーン）とUG2フィルター（標準）を使用し処理されたブランケットウエハーの相対的欠陥密度、およびそれぞれ検出された欠陥のEDXデータ

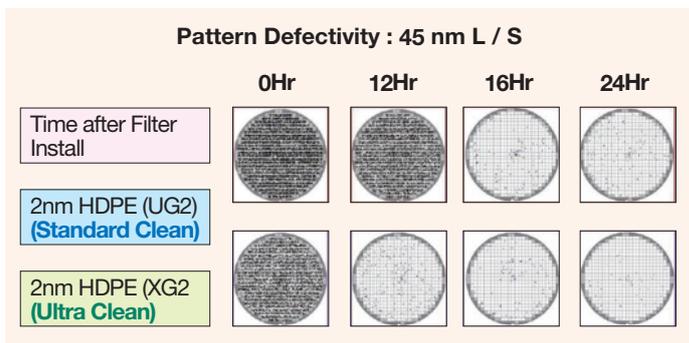


図6：XG2フィルター（ウルトラクリーン）とUG2フィルター（標準）使用し処理されたウエハーの各フィルター設置後時間に対する特定パターン欠陥

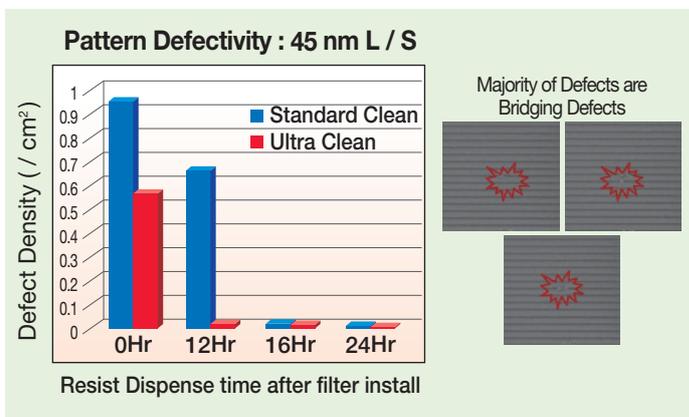


図7：XG2フィルター（ウルトラクリーン）とUG2フィルター（標準）を使用し処理されたパターン付ウエハーの相対的欠陥密度及び観察されたブリッジ欠陥の画像



## 4. まとめ

リソグラフィ用途におけるコンタミネーションコントロール、および欠陥低減に関連するフィルターの初期清浄度の重要性を検討しました。リソグラフィアプリケーションで現在使用されているろ過精度2nmのUG2フィルター(標準)と特殊洗浄を施したXG2フィルター(ウルトラクリーン)を用い、金属、有機抽出物およびフィルター設置時の初期パーティクル清浄度について評価しました。続いて、各フィルターサンプルを実際のウエハー処理に使用されるレジストのPOUろ過に使用し、ブランケットウエハーおよびパターン付ウエハーの欠陥を継続的に測定しました。

XG2フィルター(ウルトラクリーン)は、本質的な清浄度においてUG2フィルター(標準)と比較して、70%の金属抽出物低減と90%の有機抽出物低減を示しました。初期パーティクルの点では、30nm以上のパーティクルカウントが、PGME/PGMEA溶剤中でXG2フィルター(ウルトラクリーン)では約20分で安

定したベースラインレベルに到達し、UG2フィルター(標準)は40分後に安定したレベルに到達し、その最終的な安定レベルはXG2フィルター(ウルトラクリーン)では約10N/mL、UG2フィルター(標準)では90N/mLでした。193nm液浸レジストのPOUろ過に使用した場合、ブランケットウエハーとパターン付ウエハーの初期欠陥レベルは、UG2と比較してXG2の方がかなり低く、稼働時間に対しても急速な減少が確認されました。

これらの結果は、ナノフィルトレーションが欠陥低減に重要な役割を果たし、メディアモルフォロジーおよび細孔径分布がパーティクル除去性能にとって重要であることを証明しています。しかし、上記に加えて、強化された洗浄プロセスによって大幅に改善されたXG2フィルター(ウルトラクリーン)の清浄度が、フィルターの立ち上げ時間およびブリッジ欠陥低減に大きな効果があることがわかりました。

### 参考文献

- [1] Brodsky, C., "Beyond immersion – patterning enablers for the next decade", Semicon Europa Oral Presentation, October 2011.
- [2] Sengupta, A., "The Future of Contamination Control & Next generation Supply Chain for <14nm Node Semiconductor Processes", SMC 2016 Proc.

### 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
- フルードテクノロジー&  
アセットプロテクション事業部 ☎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

May 2017

Vol.125

[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 : H. Sato

S. Yoshida

A. Ninokata

Y. Nishida

S. Miyake

T. Takakura

T. Murakami