

Resuspension of submicron Particles by Various Disturbances

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-11-16 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 江見, 準, Emi, Hitoshi メールアドレス: 所属:
URL	https://doi.org/10.24517/00048952

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 3.0 International License.



種々の外乱によるサブミクロン粒子の壁から発塵

02650681

平成3年度科学研究費補助金（一般研究C）研究成果報告書

平成4年3月

研究代表者 江見 準
(金沢大学工学部教授)

7AKEN
199
15

研究組織

研究代表者：江見 準（金沢大学工学部教授）
研究分担者：大谷 吉生（金沢大学工学部講師）

研究経費

平成2年度	1900千円
平成3年度	400千円
計	2300千円

研究発表

ア 学会誌等

H. Emi and Y. Otani, "Wafer Surface Cleaning by Pulse Air Jet",
Aerosol Science and Technology (発表予定)

イ 口頭発表

- (1)大谷 吉生、江見 準、森実 哲也、「表面からの微小粒子の飛散と乾式表面洗浄」、化学工学会、平成3年10月17日
- (2)大谷 吉生、江見 準、森実 哲也、「パルスジェットによるウエハ表面の乾式表面洗浄」、化学工学会、平成4年4月4日（発表予定）



8000-15350-5

金沢大学附属図書館

研究成果

種々の外乱によるサブミクロン粒子の
壁から発塵

目次

緒論	1
第1章 既往の研究	3
1-1 粒子の付着性	3
1-1-1 van der Waals力	3
1-1-2 静電気力	7
1-1-3 液架橋力	8
1-2 粒子の飛散機構	9
1-3 洗浄技術	15
1-3-1 汚染物とその発生源	15
1-3-2 湿式洗浄	16
1-3-3 乾式洗浄	17
第2章 気流による管壁付着微小粒子の飛散	18
2-1 実験装置	18
2-1-1 実験装置のフローチャート	18
2-1-2 テストセクション(矩形流路)	20
2-1-3 エアロゾル粒子発生装置	21
2-2 実験方法および条件	21
2-2-1 平板上からの飛散	21
2-2-2 平板上にある突起物からの飛散	23
2-2-3 急激な速度変動を与えた場合の飛散	23
2-2-4 実験条件	23
2-3 実験結果および考察	24
2-3-1 飛散率の定義	24
2-3-2 飛散率の経時変化	25

2 - 3 - 3	平板上からの単一粒子の飛散	29
2 - 3 - 4	平板上からの凝集粒子の飛散	31
2 - 3 - 5	突起物からの粒子の飛散	33
2 - 3 - 6	急激な速度変動を与えた場合の粒子 の飛散	36
2 - 3 - 7	粒子の付着力と飛散率	38
第3章 パルスエアジェットによる表面の洗浄		44
3 - 1	実験装置および方法	44
3 - 1 - 1	実験装置のフローチャート	44
3 - 1 - 2	矩形ノズル	45
3 - 1 - 3	実験方法	49
3 - 2	実験条件の設定	50
3 - 2 - 1	洗浄領域と飛散率の定義	51
3 - 2 - 2	ノズル-表面間距離	55
3 - 2 - 3	ノズル噴射角度	57
3 - 2 - 4	ジェット噴射時間	58
3 - 2 - 5	ジェット休止時間	59
3 - 2 - 6	実験条件	61
3 - 3	実験結果と考察	61
3 - 3 - 1	パルスジェットによる洗浄結果	62
3 - 3 - 2	粒子飛散に及ぼすパルスジェットの 効果	66
3 - 4	洗浄装置への応用	73
結論		77
Nomenclature		79
References		83

緒論

半導体や磁気ディスクまたはバイオテクノロジーなどのハイテクノロジー産業では、製造空間を高清浄に保つことが非常に重要な技術課題となっており、そのための環境づくりにクリーンルームが欠かせない存在となっている。これまでのクリーン化技術の進歩により、クリーンルーム内の空気清浄度は作業が行われていない無負荷時では、比較的容易に初期の目的値を達成することが可能となったが、作業者が行き来し機械が作動する有負荷時には、様々な所からの発塵のために空気清浄度は無負荷時に比べて常に1~2桁悪くなっている。そのため、この抑制策として、クリーンルーム内の防塵衣の使用、気流の制御、振動・衝撃の防止などいろいろな工夫はなされているが、発塵源の特定や発塵機構の解明に関する基礎研究はほとんど進んでいないのが現状である。

一般に、壁などに付着した粒径数 μm 以下の微小粒子は、van der Waals力などによる付着力が重力よりも支配的となり、余程の強い外乱(飛散力)が働かない限り容易に離脱しないものとされている。しかしながら、実際にはサブミクロン粒子の発塵に関する現場からの報告¹⁾もされており、このことは発塵現象が単純な付着力と飛散力の力のバランスのみで表現できないことを物語っている。

また、半導体素子の高集積化・微細化はとどまるどころを知らず、今や16M D R A Mの量産化が始まっている。集積度が高くなれば、それに伴い最小加工寸法も微細化し、例えば、64K D R A M素子の加工寸法は $3\mu\text{m}$ であるが、64M D R A Mになると $0.3\mu\text{m}$ にまで小さくなるために、これまでは問題とならなかったような極めて微小な粒子でさえ製品性能に対し重大な問題を引き起こすようになってきている。このため、製品の歩留まりを向上させる点で、洗浄技術の重要性が再認識され、その性

能向上が強く望まれている。洗浄技術は湿式法と乾式法に大別されるが、半導体製造工程での洗浄方法としては、水や各種溶剤による湿式洗浄が主力である。しかしながら、このような洗浄剤を用いた場合、洗浄過程での洗浄液によるエッチングや乾燥過程での洗浄液に溶解した不揮発性物質の析出などの二次汚染を招く恐れがあり、また、各種溶剤のうち、もっとも安全で無公害の溶剤として用途を拡大してきたフロン系溶剤がオゾン層の破壊で環境問題に取り上げられるなど、溶剤洗浄を取り巻く環境は年々厳しくなりつつある。したがって、今後の半導体素子の微細化に伴う超クリーン化を考えれば、湿式洗浄に代わる乾式洗浄技術の開発が必要となる。乾式法は湿式法に比べて排気処理や連続処理が比較的容易なことから、多くの工程でその採用が検討されているが、湿式法に比べ除去対象物に対する選択性が少ないことから、現時点ではあまり実用化されていない。

本研究では、このようなクリーン化技術に関する諸問題を踏まえた上で、発塵の機構を明らかにするために、矩形流路内の壁面に付着した粒径 $1\sim 5\mu\text{m}$ 程度の微小粒子を気流により飛散させる実験を行い、管壁に付着した微小粒子がどのような条件下で飛散するのかという点に関して実験的な検討を行った。そして、さらにこの飛散現象を積極的に利用して表面に付着したサブミクロンオーダー粒子を乾式洗浄する技術を開発するために、矩形ノズルからのジェット気流を用いて微小粒子が付着したウエハ表面の洗浄を行い、粒子の飛散に及ぼすジェット気流の特性やその洗浄性能について検討した。

第1章 既往の研究

粒子の飛散は、粒子に作用する外力が、粒子と付着面との間に生じる付着力よりも大きい場合に起こると考えられる。しかしながら、その付着力は、粒子および付着面の形状や性質、そして周囲の雰囲気によって異なるため、定量化するのが困難な場合もある。また一般に、管壁などに付着した $1\mu\text{m}$ 以下の粒子は、余程の強い外乱が働かない限り飛散しないとされているが、実際にはこのような微小粒子の発塵に関する現場からの報告が多く、このことは発塵のメカニズムが単純ではないことを物語っている。さらに、その発塵によって汚染された製品の表面を洗浄するのにも、より効果的な方法が要求される。

以下、この章では、粒子の付着性と飛散機構および洗浄技術に関する研究を紹介する。

1-1 粒子の付着性

気相中で働く粒子間あるいは粒子-表面間付着力には、(1) van der Waals力、(2)静電気力、(3)液架橋力、(4)磁力、(5)固体架橋による力などが挙げられる。そこで、ここではまず、上記の力の中より代表的な(1)~(3)の付着力について、その既往の研究および付着力の概要について述べる。

1-1-1 van der Waals力

電氣的に中性な原子・分子では、正の原子核をとりまく負の電子雲のゆらぎから瞬間的に双極子として働き、これが相手の原子・分子の電子配置に影響して極性を誘起することによって互いに引き合う力を生じる。このLondon-van der Waals力(以後、van der Waals力と呼ぶ)は、ミクロ的あるいはマクロ的と

いう二つの理論から導出されており、ミクロ的理論では、原子や分子あるいは小さな粒子間に働く力はそれらのミクロな物性、例えば、原子あるいは分子の分極率に依存し、またマクロ的理論では、マクロな物体間に働く力はマクロ的な物性、例えば、誘電率に依存する。そして物質に固有の値であるHamaker定数 A を用いて、Hamaker⁷⁾ や Rosenfeldら¹²⁾ によって様々な系における van der Waals力が導出されている (Table 1-1)。

ここで、真空中の同種物質「 i 」間のHamaker定数を A_{ii} と表せば、異なる物質からなる物体（「1」と「2」）間のHamaker定数 A_{12} は次式で表される。

$$A_{12} = (A_{11}A_{22})^{1/2} \quad (1-6)$$

もし両物質が真空中でなく媒体「3」の中にあるならば、正味のHamaker定数 A_{132} は

$$A_{132} = A_{12} + A_{33} - A_{13} - A_{23} \quad (1-7)$$

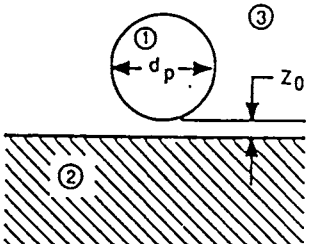
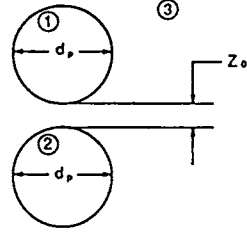
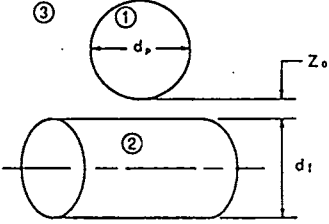
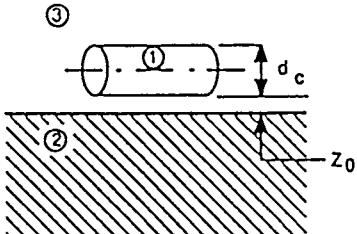
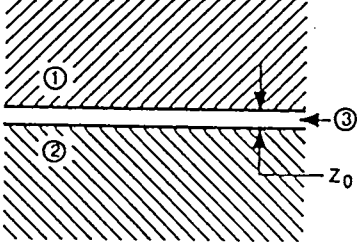
または

$$A_{132} = (A_{11}^{1/2} - A_{33}^{1/2})(A_{22}^{1/2} - A_{33}^{1/2}) \quad (1-8)$$

で与えられる。

このHamaker定数に関しては、Gregory⁶⁾ や Visser¹⁴⁾ により多くの物質について実測されたり、他の物性値から計算されている。したがって、Hamaker定数と分離距離 Z_0 が既知であれば、Table 1-1 に示した Eq. (1-1) ~ (1-5) などから van der Waals力を計算できることになるが、実際には、Hamaker定数は計算における仮定や実験方法の相違によって数値に幅があり、また付着した物体間の分離距離は実測が非常に困難であるため、0.4 ~ 1nmの範囲で仮定しなければならない。

Table 1-1 van der Waals molecular interactions.

System	Interaction
	$F_v = \frac{A_{132} d_p}{12 Z_0^2} \quad (1-1)$
	$F_v = \frac{A_{132} d_p}{24 Z_0^2} \quad (1-2)$
	$F_v = \frac{A_{132} d_p^3}{12 (d_p + Z_0)^2 Z_0^2} \times \left(\frac{d_r}{d_r + d_p + 2Z_0} \right)^{1/2} \quad (1-3)$
	$\frac{F_v}{\text{length}} = \frac{A_{132} d_r^{1/2}}{16 Z_0^{5/2}} \quad (1-4)$
	$\frac{F_v}{\text{area}} = \frac{A_{132}}{6 \pi Z_0^3} \quad (1-5)$

この他、接触点における物体の変形や表面粗さも、van der Waals力に大きく影響する。硬い粒子に比べて軟らかい粒子は接触点において変形し接触面積が増加するため、van der Waals力が大きくなる。例えば、Polystyreneのような軟らかい粒子の場合、粒径が $1\mu\text{m}$ 程度より大きくなると、van der Waals力は粒径の2乗に比例するようになるとも言われている³⁾。

表面粗さの影響も粒子と表面との接触面積の問題であり、粗さの性質によってかなり左右される。Fig.1-1(a)のように表面の凹凸が粒子径よりも小さい場合には、接触面近傍に存在する質量は平滑面の場合に比べて少なくなり付着力も減少するが、Fig.1-1(b)のように表面の凹凸が粒子径よりも大きい場合には、接触面積が増加するために付着力は強くなる。

以上のようなことが、van der Waals力を特定することが困難な要因である。

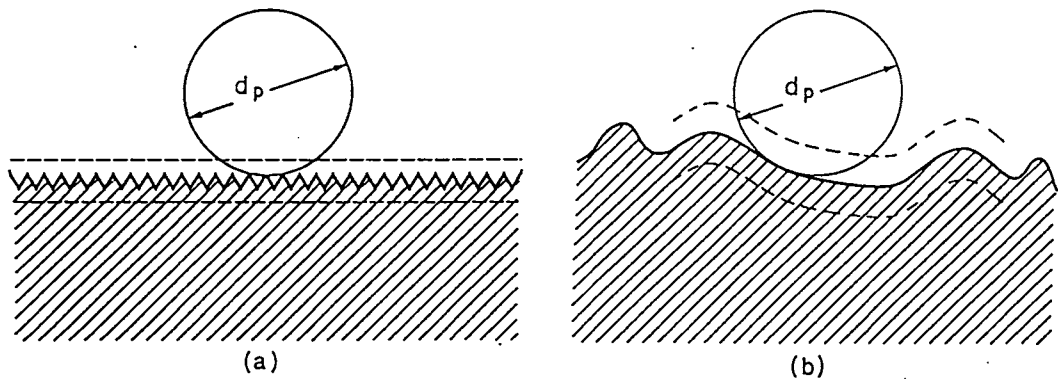


Fig.1-1 Effect of surface roughness.

1 - 1 - 2 静電気力

粒子付着に関係する静電的な力としては、次の二通りのものがある。一つは粒子が帯電していなくても、異種物質の粒子同士あるいは粒子と物体表面が接触したために生じる接触電位差によるものであり、もう一つは粒子自身が帯電しているために働く影像力(クーロン力)である。前者の場合は、二つの異種物質間の仕事関数の違いにより、接触電位差(最大0.5V)を生じることによって引き起こされる。電荷は粒子および物体表面の表層で生成し、この電気二重層による力はBowling¹⁾によって次のように与えられている。

$$F_{0,1} = \pi \epsilon_0 \cdot (d_p/2) \cdot (V_0^2/Z_0) \quad (1-9)$$

ここで、 ϵ_0 は真空の誘電率、 V_0 は接触電位差である。

後者の場合は、粒子あるいは物体表面の電荷により引き起こされる。これは、帯電粒子とその"image"とのクーロン力に相当し、粒子のみが帯電している場合の静電的な付着力は、Bowling¹⁾によって次のように与えられている。

$$F_{im} = q^2 / \{4\pi \epsilon \cdot \epsilon_0 (d_p + 2Z_0)^2\} \quad (1-10)$$

ここで、 ϵ は粒子と物体表面との平均的な誘電率、 q は粒子の帯電量である。

一般にどちらの場合の静電気相互作用も、電荷のリークが非常に遅いか、あるいは、Hamaker定数が比較的小さいポリマーには重要である。

1 - 1 - 3 液架橋力

粒子と付着表面の接触部または間隙部に液体が存在すると、Fig.1-2のような液橋が形成され、液橋内部の毛管負圧と液の表面張力により付着力を生じる。これが液架橋力である。液橋はろ過、乾燥、遠心分離、造粒などの単位操作中でも形成されるが、水蒸気など、粒子表面に吸着した分子の接触点における毛管凝縮によっても形成される。水蒸気などの場合、明確ではないが、相対湿度60~70%程度から液橋が生じるといわれている²⁾。

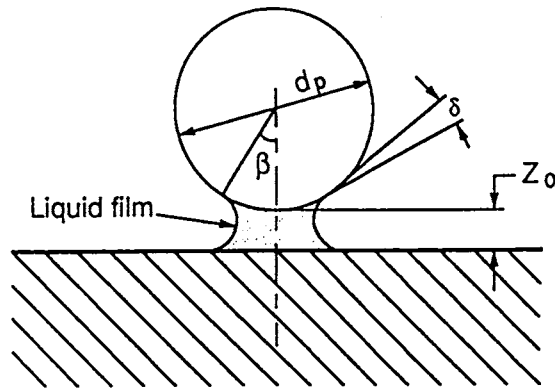


Fig.1-2 Capillary force.

液橋の形成による付着力は、毛管負圧に起因した力 F_p と表面張力により生じる F_{lv} の和として次のように表される。

$$F_c = F_p + F_{lv}$$

$$= 2\pi d_p \gamma_{lv} \cos \beta + 2\pi d_p \gamma_{lv} \sin \delta \sin(\beta + \delta) \quad (1-11)$$

ここで、 γ_{lv} は液体の表面張力、 β は液橋の半中心角、 δ は粒子面への液橋の接触角である。

δ は通常極めて小さいため、Eq. (1-11)において、第二項はあまり重要ではなく、 β も0と近似すると、Eq. (1-11)は次のようになる。

$$F_c = 2\pi d_p \gamma_{lv} \quad (1-12)$$

またこの他にも、液架橋力の理論的解析は種々提出されており、同一大の球形二粒子間の解析式はFisher⁵⁾やRumpfら¹¹⁾によって、粒径比 m の球形二粒子間の解析式は、Iinoyaら⁸⁾によって求められている。ただし、これらの式は液橋表面の輪郭は円弧であるなどの仮定に基づいて得られており、実際には、液架橋力は粒子面への液橋の接触角、液橋の形、粒子の形状、粒子間距離などに大きく左右されると考えられる。

1 - 2 粒子の飛散機構

粒子が物体表面に付着している場合、その時の付着力に打ち勝つような外力が粒子に加われれば、飛散が起こる。発塵の抑制という点では、この粒子飛散の発生は望ましいものではないが、粒子に汚染された表面の洗浄という点では、飛散現象は重要かつ望ましい現象である。つまり、粒子の飛散機構を解明することは、発塵の抑制および表面洗浄の両者にとって重要なことと言える。

粒子の飛散現象において問題となることは、粒子に対する外力の作用の仕方である。一般に、粒子-表面間の付着力には幅広い分布があるということが知られており、付着力の推算にはある特定の実験条件と測定方法のもとでの50%粒子飛散(個数基準)に相等する外力を用いるのが妥当であると言われている¹⁸⁾。しかしながら、粒子の飛散は外力がどのように作用したかによるため、異なる実験方法から得られた50%飛散力を比較することには注意が必要である。外力の作用の仕方が違えば、飛散が起

こるきっかけとなる初期運動(以後、単に初期運動と呼ぶ)が違ってくる。その初期運動には離床(lift-off)、すべり(slide)、回転(rotation)の三つがあり、粒子に作用する外力の大きさ、方向、位置の違いによって、どの初期運動が支配的であるかが決まる。Wang¹⁵⁾は平板上に置かれた粒子に外力が作用した場合の初期運動に関して、理論的検討を行っているので、以下に紹介する。

Fig.1-3は、表面から粒子が飛散する時の一般的なモデルである。半径 R の粒子は表面と接触しており、付着力 F_{ad} のために半径 r_c の接触面積ができています。そして外力 F_{ext} が角度 ϕ にある点Aに対して角度 θ_r の方向から作用する。初期運動はこの時の付着力と外力の間

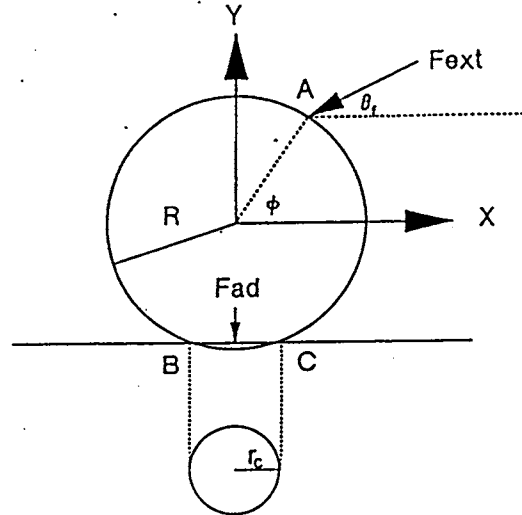


Fig.1-3 Force and moment balance diagram for a spherical particle on a rigid surface.

の力およびモーメントのバランスを考えることにより決定される。Wangは粒子が飛散する時の臨界状態を考え、三つの初期運動に対する臨界飛散力を、外力が作用する方向と角度の関数として計算している。ただし、いずれの初期運動も同じ大きさの付着力に打ち勝つことが必要であるため、初期運動を決定するのに付着力の絶対値は必要ではない。それゆえ、次式で定義されるような、おのこの初期運動を起こす臨界外力 F_{cr} を表現する無次元のパラメータ(臨界力パラメータ)を導入している。

$$F^* = F_{cr} / F_{ad}$$

(1-13)

Fig.1-4は、三つの初期運動が起こる場合の、 F^* と外力が粒子に作用する角度 θ_r の関係を示したものである。以下に三つの初期運動、つまり(a)離床(lift-off)、(b)すべり(slide)、(c)回転(rotation)のそれぞれの運動が支配的となる F^* について見ていく。

(a)離床(lift-off)

表面から粒子が離床するのに必要な最小臨界力は、次式で与えられる。

$$F^* = -1/\sin\theta_r \quad (1-14)$$

Fig.1-4(a)より、最小臨界力は1($\theta_r = -90^\circ$ の時)であり、 θ_r が0に近づくにつれて臨界力パラメータは無量大へと移行していく。

(b)すべり(slide)

粒子がすべり運動を始めるのは、次式で与えられる外力が粒子に作用した時であり、

$$F^* = \mu / (\cos\theta_r - \mu \sin\theta_r) \quad (1-15)$$

ここで、 μ は静止摩擦係数である。

Fig.1-4(b)より、 μ が小さくなると1よりも小さい F^* ですべり運動が起こる。また、 θ_r が -90° から増加するにつれて F^* はある最小値まで減少し、その後急激に無量大へと向かっているが、この F^* の最小値 $(F^*)_{\min}$ およびその時の θ_r の最小値 $(\theta_r)_{\min}$ は次式で与えられる。

$$(F^*)_{\min} = \mu / (1 + \mu^2)^{1/2} \quad (1-16)$$

$$(\theta_r)_{\min} = -\arctan(\mu) \quad (1-17)$$

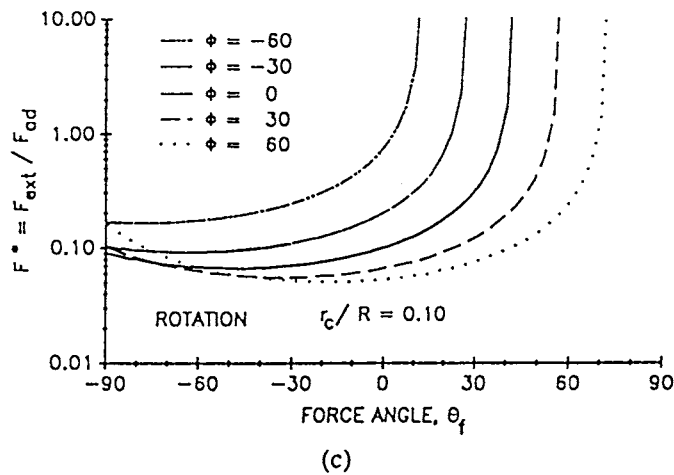
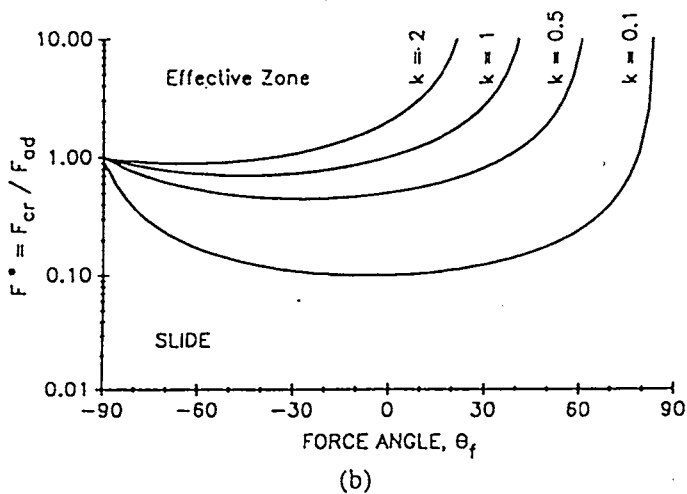
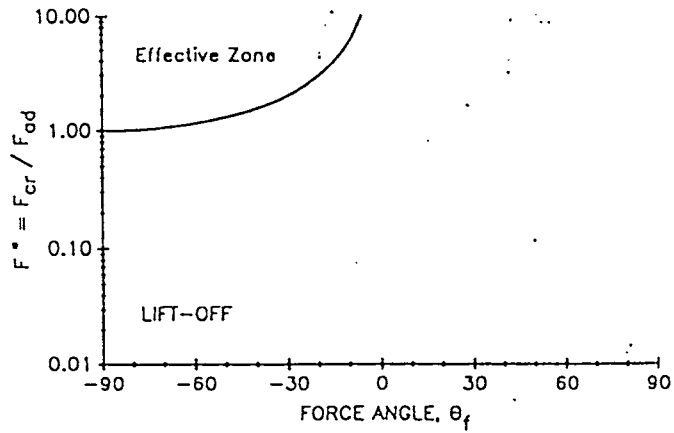


Fig.1-4 Critical force parameter for particle removal as a function of the direction of the applied external force.

Eqs. (1-16), (1-17)において、 $\mu \gg 1$ ならば $(F^*)_{\min} = 1$, $(\theta_r)_{\min} = -90^\circ$ となり、これは離床運動の場合に相当する。

(c) 回転 (rotation)

回転運動の始まりは、モーメントのバランスによって決定され、Fig. 1-3の点Bでのバランス式は次式のようになる。

$$F_{e,r} [(a_y + R - \alpha) \cos \theta_r - (a_x + r_c) \sin \theta_r] = F_{e,d} r_c.$$

ここで、 α はひずみ、 (a_x, a_y) は外力が作用する点Aの座標である。上式より、点Bで回転運動が始まる時の臨界力パラメータは、次式で与えられる。

$$F^* = \frac{r_c/R}{(1 - \alpha/R) \cos \theta_r - (r_c/R) \sin \theta_r + \sin(\phi - \theta_r)} \quad (1-18)$$

同様に、点Cにおける F^* は次式で与えられる。

$$F^* = \frac{-r_c/R}{(1 - \alpha/R) \cos \theta_r + (r_c/R) \sin \theta_r + \sin(\phi - \theta_r)} \quad (1-19)$$

Eqs. (1-18), (1-19) は三つのパラメータ r_c/R , θ_r , ϕ の関数になっているが、Eq. (1-18) で $r_c/R = 0.1$ として5種類の ϕ について θ_r と F^* の関係を示したものが Fig. 1-4(c) である。この図より ϕ が大きいほど F^* の最小値は小さくなっているが、この $(F^*)_{\min}$ および $(\theta_r)_{\min}$ は次式で与えられる。

$$(F^*)_{\min} = r_c / (4R^2 + r_c^2)^{1/2} \cong r_c / (2R) \quad (1-20)$$

$$(\theta_r)_{\min} = -\arctan[r_c / (2R)] \quad (1-21)$$

ここで、Eq. (1-16)において $\mu \ll 1$ ならば $(F^*)_{min} = \mu$ となり、さらに $\mu = r_c/R$ とおける時、Eq. (1-16) と Eq. (1-20) から、回転運動の場合の $(F^*)_{min}$ はすべり運動の場合の半分の値になることがわかる。

次に、粒子に作用する外力についてであるが、これには遠心力、流体抗力、振動などが挙げられる。このうち、平面上に置かれた粒子が、接線方向からの流体抗力を受けて飛散する場合のきっかけとなる初期運動はすべりか回転であり、その条件は Eqs. (1-15), (1-18) から次のようになる。

$$F^* = \mu \quad (\text{for slide}) \quad (1-22)$$

$$F^* \approx 0.8 r_c/R \quad (\text{for rotation}) \quad (1-23)$$

そして、一般に後者の方が値が小さいので、回転が支配的であるとしている。

以上が、粒子に外力が作用した時に飛散が起こるきっかけとなる初期運動の概要である。

次に、粒子飛散の時間的变化については Wenら¹⁷⁾の研究がある。それによると、流体抗力による表面からの粒子の飛散は二つの領域に分けられるとしている。一つは短時間で終了するもので、飛散してくる粒子濃度を $n(t)$ 、時間を t とすると、定数 T_d を用いて

$$n(t) \propto t^{-T_d} \quad (1-24)$$

と表され、これは流体の剪断力による飛散と関係づけられる。もう一つは、長時間にわたって続くもので、

$$n(t) \propto (1/t) \exp(-t/T_d) \quad (1-25)$$

と表され、これは乱流中で突発的に起こる噴き出し流れ(乱流バースト)によるものと考えられる。また、乱流バーストによる飛散はバーストの頻度や強さに影響される。

1 - 3 洗浄技術

半導体素子、液晶ディスプレイなどを代表とするマイクロデバイスの製造において、洗浄(技術)は製品の歩留まりや性能の向上という点で、重要な役割を占めている。洗浄方法には湿式洗浄と乾式洗浄があり、それらは汚染物の種類や性質およびその付着状態、洗浄物の表面物性、あるいは目標とする洗浄度によって選ばれる。精密な洗浄が要求されるものには、シリコンウェハ、光学レンズ、ディスク、マグネティックヘッド、フォトマスクなどがあるが、ここでは半導体製造工程におけるシリコンウェハの洗浄技術について述べる。

1 - 3 - 1 汚染物とその発生源

ウェハの汚染は不純物汚染、付着粒子および膜汚染が主である。洗浄対象となる汚染物は多種のものがあるが、主なものは次のとおりである。

(1)不純物汚染

- ・ アルカリ金属(Na, Kなど)
- ・ 重金属(Cu, Fe, Auなど)
- ・ 有機物
- ・ 油脂類

(2)付着粒子

- ・ ウェハの破損片
- ・ 反応生成物の粒塊
- ・ 塵埃

(3) 膜汚染

- ・ 自然酸化膜
- ・ ドライ処理などにより発生する膜

また、(1)の主な発生源は人体、薬品などであり、(2)のそれは装置、人体、処理環境、薬品などである。

1 - 3 - 2 湿式洗浄

湿式洗浄における洗浄力は、物理的な作用と化学的な作用の組合せで成り立っている。物理的な作用とは、スプレー噴射、超音波、スクラブ、攪拌などの洗浄方法、化学的な作用とは、有機溶剤、アルカリ、酸などの洗浄剤の化学的な溶解力であり、考えられる汚染対象によりこれらの洗浄剤、洗浄方法を組み合わせ使用する。

洗浄剤のうち、 H_2O_2 を用いて、有機質や無機質の汚染に対しては $H_2O_2-NH_4OH-H_2O$ (混合比、例えば1:1:5)、重金属に対しては $H_2O_2-HCl-H_2O$ (例えば1:1:5)を75~85℃で適用する洗浄法は、RCA法と呼ばれ広く用いられている¹⁰⁾。しかしながら、このような洗浄剤を用いた場合にはそのエッチング効果によりウェハ表面に洗浄ピットが生じる恐れがある。実際に、 $H_2O_2-NH_4OH-H_2O$ (混合比、1:1:5)洗浄剤を用いて洗浄を行った結果、シリコン結晶成長時に生じた結晶の欠陥に起因するピットが洗浄回数と共に増加したという報告もある¹³⁾。

洗浄方法のうち、最も標準的なのはナイロンやモヘアによるブラッシスクラビング法であるが、これはウェハにスクラッチを発生し、しかも $1\mu m$ 以上の粒子しか除去できない。高圧噴射洗浄法は数十MPaに及ぶ高圧水を噴射できるため、サブマイクロン粒子を除去できるが、ウェハに損傷を与える恐れがある。超音波洗浄法では、従来から周波数28~50kHzのものが多用されてきたが、最近では周波数950kHzのメガソニック・クリーニングと言われるものが用いられている。メガソニックは従来の28

～50kHzの超音波とは異なり、キャビテーションによる衝撃波は発生しないが、重力加速度の 10^5 倍という強力な加速度により洗浄するため、 $0.3\mu\text{m}$ までの粒子を除去できる。

現在では、以上の有効な組合せによる洗浄プロセスで十分に管理されたクリーンルームで洗浄を行った場合、ウェハ1枚あたりの $0.2\sim 0.3\mu\text{m}$ のごみが10個以下という清浄度が確保できるレベルに達している。

1 - 3 - 3 乾式洗浄

湿式洗浄では水自身の吸着、イオンの付着など洗浄液自体が汚染源となり、今後の半導体素子の微細化に伴う超クリーン化を考えると、湿式洗浄に代わる乾式洗浄技術の開発が必要である。しかしながら、現時点ではあまり実用化されておらず、その理由としては湿式洗浄に比べ、ウェハや除去対象物に対する選択性が少ないことが挙げられる。現在実用化されたり、適用が検討されている乾式洗浄法にはプラズマ洗浄、紫外線オゾン洗浄、スパッタ洗浄、気相エッチング洗浄、熱処理洗浄、光化学洗浄、イオンビームエッチング洗浄などがある。

乾式洗浄を行う際には、そのプロセスによるダメージが伴わないことも一つの重要な必要条件である。これらの洗浄法のうち、紫外線オゾン洗浄は、一般に酸素雰囲気中のウェハに紫外線を照射して、有機物の化学結合を切断すると共に、酸素から生成されるオゾンや活性な励起酸素原子によって、それを酸化し、炭酸ガスや水などの揮発物質に変えて除去する方法であり、光反応を利用するためにウェハにダメージを与えないという点で優れた洗浄方法であると言える¹⁶⁾。

第2章 気流による管壁付着微小粒子の飛散

本章では、微粒子制御の分野で重要な課題の一つである発塵の機構を明らかにするために、矩形流路内の壁面に付着した1~5 μm 程度の微小粒子の気流による飛散実験を以下の(1)~(3)の場合について行い、粒子の飛散に及ぼす付着面の形状や静電的状態、気流速度などの影響を検討したので、その結果について報告する。

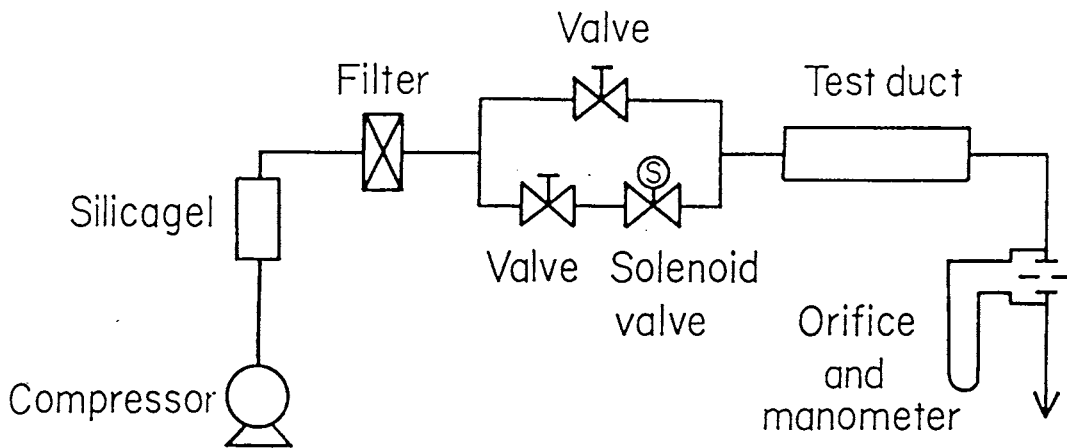
- (1) 平板上からの飛散
- (2) 平板上にある突起物からの飛散
- (3) 急激な速度変動を与えた場合の平板上からの飛散

2-1 実験装置

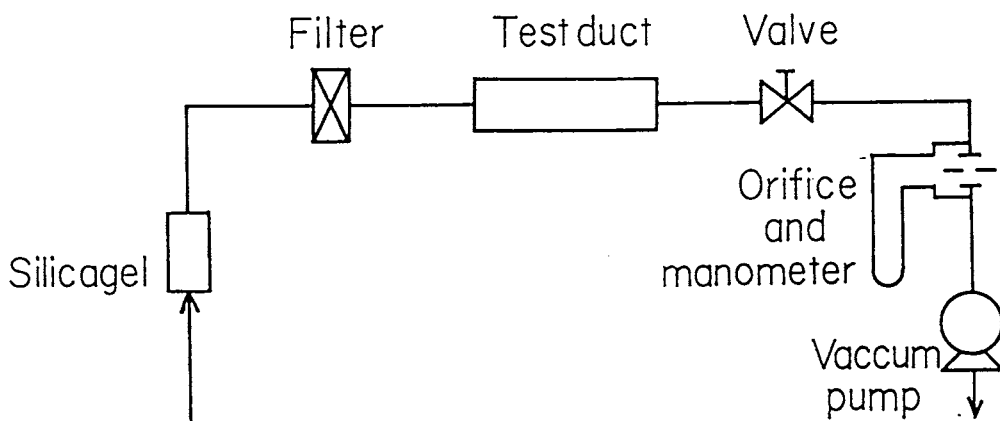
気流による(1)~(3)の場合の粒子の飛散状態を観察し、粒子が飛散する時の流速を測定するために用いた実験装置について説明する。

2-1-1 実験装置のフローチャート

飛散実験装置のフローチャートをFig.2-1に示す。実験はコンプレッサーによる加圧系と、真空ポンプによる減圧系の両方で行った。上で述べた(2)の実験は主に減圧系で、(3)の実験は加圧系で行い、(1)の実験では特に使い分けていないが、実験中は系内をクリーンな状態に保つことが望まれる関係上、系外からの粒子の侵入を防ぎやすい加圧系の方が望ましいと思われる。加圧系、減圧系のいずれの場合も、シリカゲルと高性能エアフィルターを通った清浄乾燥空気が、テスト部矩形流路に導かれ、平板上あるいは突起物上の粒子を飛散させる。通気方法は手動式バルブによって徐々に流路内の流速を変化させる方法



(Elevated pressure system)



(Reduced pressure system)

Fig.2-1 Flow chart of experimental setup.

と、電磁バルブを開閉することによって瞬時にある一定の流速を流す方法の二通りを用いた。なお、流速はオリフィス マノメータによって測定し、その調節は手動式バルブにより行った。

Fig.2-1には示していないが、粒子の飛散状態の観察にはカメラを取り付けた金属顕微鏡を用いた。

2-1-2 テストセクション(矩形流路)

矩形流路の詳細図をFig.2-2に示す。矩形流路(ダクト)は一辺が9mm、厚み1.5mm、長さ200あるいは230mmのアルミ製角パイプの中に、厚さ3mm、幅6mm、長さ200あるいは230mmの亚克力板を挿入し、3mm×6mmの流路断面積を確保している。角パイプと亚克力板は二ヶ所に開けた穴にピンを差し込んで固定し、ピンの穴は外側からビニールテープによりふさぎ、空気の漏れを防いでいる。また、断面積を小さくしたのは、限られた流量で大きい平均流速を得るためである。

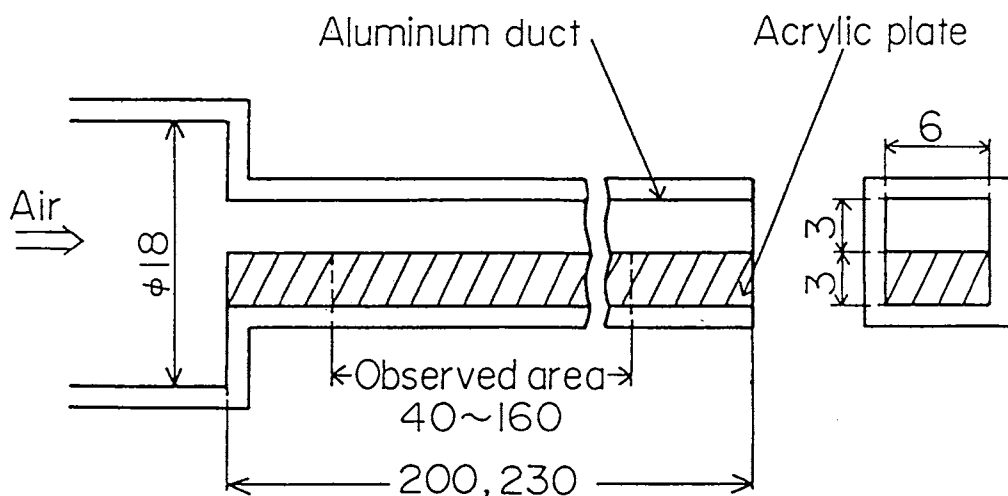


Fig.2-2 Details of test duct.

2-1-3 エアロゾル粒子発生装置

テストエアロゾルとしては、ほぼ完全な球形である1.1, 3.3, 5.4 μm の単分散P S L (Polystyrene latex)粒子を用い、この粒子の発生には、霧吹きの利用したコリソニアトマイザーを用いた。コリソニアトマイザーによりP S L粒子の懸濁液を噴霧し、生成した液滴はディフュージョンドライヤーに通すことによつて蒸発乾固し、固体粒子となる。このようにして発生した粒子は多くの電荷を帯びているので、放射性同位元素である ^{241}Am 上を通すことによつて平衡帯電状態とした。

2-2 実験方法および条件

本研究では、矩形流路内の壁面に付着した微小粒子の気流による飛散実験を先に述べた(1)~(3)の三通りについて行った。以下に、それらの実験方法について説明する。

2-2-1 平板上からの飛散

矩形流路であるアルミ製角パイプからアクリル板を引き出して、それを別の真鍮製パイプの中に置き、そこにコリソニアトマイザーにより発生させたP S L粒子を流し、アクリル板上に重力沈降で粒子を付着させる。アクリル板上には入口から40~160mmまで20mmおきにマジックインクで印を付けておき、飛散実験開始前に特定の位置(6~9カ所)を顕微鏡に取り付けたカメラにより写真撮影しておく。写真撮影の際の倍率は5.4 μm は40倍か100倍、3.3 μm は100倍、1.1 μm は200倍で撮影した。また、実験開始前の一視野当たりの粒子付着数は、倍率40倍(撮影範囲1150 μm X1690 μm)で200~700個、倍率100倍(460 μm X676 μm)で数十~300個、倍率200倍(230 μm X338 μm)で約250個である。

断面積が3mmX6mmの矩形流路は、1/2inの鋼管と接続されてお

り、矩形流路に流れこむ気流は管径の急激な縮小を経てくるので、完全に発達した乱流になるまでには助走区間が必要である。その値としては管径の25~40倍を用いるのが一般的であるが、本実験で用いた矩形流路の場合は円相当径が4mmであるので、助走区間は100~160mm程度と考えられる。しかしながら、本実験では先に述べたように、入口付近から流れが完全に発達したと考えられる部分まで、200mmあるいは230mmの亚克力板全体について粒子の飛散状態を観察することにした。また、この観察位置(6~9カ所)は条件を変えて実験を行う際にも、観察場所による違いが出ないようにできるだけ固定して行った。

次に、飛散実験の手順について説明する。粒子の付着した亚克力板をアルミ製角パイプ内に固定し、手動式バルブの調節により通気し始め、徐々に流速を上げていきあらかじめ設定した流速に固定する。この状態で一定時間通気した後、いったん通気を止め、亚克力板を外に出して通気前と同じ場所を写真撮影する。その後、亚克力板を角パイプ内に戻し、同じ流速でさらに一定時間通気して写真撮影することを繰り返す。このようにして、まず総通気時間の粒子飛散に及ぼす影響を調べた後、次の設定流速まで上げる。そして同じように一定時間の通気と写真撮影を繰り返し、さらにステップ的に流速を上げていき最大流速に達した時点で一回の実験を終了する。そして撮影した写真を比較することによって、飛散した粒子の個数や状態を調べた。

また、コの字型のアルミ棒を用いて上面が透明亚克力製になっている矩形流路を製作し、その外側から通気中も顕微鏡によって粒子付着面を直接観察および写真撮影できるようにして、粒子の飛散状態を調べる実験も行った。しかしながら、この方法は焦点距離の関係で低倍率の場合でしか可能でなく、粒子の見え方も不鮮明であったため、一部の実験にしか用いなかった。

2-2-2 平板上にある突起物からの飛散

アクリル板上に突起物として、直径 $120\mu\text{m}$ のステンレス製ワイヤーを矩形流路入口から 180mm の位置に気流の流れ方向に対して直角に接着し、その上に付着した粒子を飛散させる実験を行った。実験方法は、平板上からの飛散の場合と同じである。写真の撮影位置はワイヤー中央部から三ヶ所で、倍率100倍(粒径 $5.4, 3.3\mu\text{m}$ の場合)で約 2mm 、倍率200倍($1.1\mu\text{m}$ の場合)では約 1mm の範囲とした。また、実験開始前の粒子付着数は $5.4, 3.3\mu\text{m}$ の粒子は $50\sim 200$ 個、 $1.1\mu\text{m}$ の粒子は $400\sim 500$ 個である。

2-2-3 急激な速度変動を与えた場合の飛散

これまで述べてきた実験では、矩形流路内の気流速の調節は手動式バルブにより徐々に変化させていき、粒子の飛散に及ぼす流速の影響だけを調べたが、気流の急激な速度変動が粒子の飛散に影響するのではないかと考え、電磁バルブを開閉することによって瞬時にある目的の流速を矩形流路内に流す実験を行った。

初め、電磁バルブを開いたままで手動式バルブによりある一定の流速に合わせ、定常気流を一定時間通気して粒子を飛散させた後、電磁バルブを閉じることにより気流を完全に止める。こうして定常流ではこれ以上飛散が起こらない状態にしてから、電磁バルブの開閉を何回か繰り返して飛散量を調べた。

2-2-4 実験条件

2-2-1~2-2-3の飛散実験における実験条件をTable 2-1に示す。

テストプレートのアクリル板には静電気の影響を調べるために、表面に導電性塗料を塗って帯電防止加工を施したD.C.プレ

ートと、何も塗っていないアクリルの原板を用いた。湿度については、粒子をアクリル板上に付着させる時のエアロゾルおよび飛散実験で矩形流路内に通気した空気は乾燥されており、相対湿度20~25%であるが、粒子の飛散状態を写真撮影する際には、粒子が付着したアクリル板を矩形流路から引き出して、相対湿度50~60%の外気中にさらしている。その時間は写真撮影一回につき10~20分程度である。

Table 2-1 Experimental conditions.

Surface material	PMMP { Coated plate (DC plate) Uncoated plate Stainless wire ($d_r=120\mu\text{m}$)
Particle material	Polystyrene latex (PSL)
Particle diameter d_p [μm]	5.4, 3.3, 1.1
Average air velocity in test duct \bar{u} [m/s]	0~200
Relative humidity [%]	20~25 (Air in test duct) 50~60 (Surrounding air)

2 - 3 実験結果および考察

ここでは、微小粒子の気流による飛散実験から、付着粒子の粒径、付着面の性質や形状、気流速度やその状態が粒子の飛散に及ぼす影響を調べ、さらに、粒子に働く流体抗力と粒子-表面間付着力を比較することにより粒子の飛散機構について検討する。

2 3 1 飛散率の定義

粒子付着面上の一定の範囲について、飛散率 r を飛散した粒

子数 N と通気前に付着していた粒子数 N_0 の比として次式のように定義する。

$$r = N/N_0 \times 100 \quad (2-1)$$

2-2で述べたように、粒子を付着させた一つのテストプレートに対して、ある一定の流速で通気して飛散した粒子数を計数した後、続けてステップ的に流速を変化させて通気し、それぞれの流速で飛散した粒子数を計数しているのので、ある流速における飛散粒子数はそれまでの各流速において飛散した粒子数の積算値として求めた。これは、低流速で飛散する粒子は高流速でも当然飛散すると考えられるので、最初から高流速で通気した場合に飛散する粒子数は、低流速からステップ的に変化させて同じ高流速に達するまでに飛散する粒子数と等しいとみなせるためである。

また、実験結果の整理にあたっては、平板上の観察位置(6~9カ所)のそれぞれの位置における飛散率を平均して一回の実験データとした。

2 - 3 - 2 飛散率の経時変化

2-2で述べたが、飛散した粒子数を調べる時には、いったん通気を止め、アクリル板をダクトから引き出して顕微鏡により観察を行うので、どの程度の時間通気してから観察を行うのが適当であるかが問題となる。そこで、飛散する粒子数が通気時間によってどのように変化するかを検討した。

まず、通気中も粒子付着面をダクトの外側から顕微鏡によって直接観察できる装置を用いて、流速をステップ的に上げていった時に飛散する粒子数の経時変化を調べた結果をFig.2-3に示す。これはアクリルの原板上に $5.4\mu\text{m}$ のPSL粒子を付着させたダクトに通気した時の結果であり、通気前の粒子付着数は

235個(観察範囲 $1150\mu\text{m}\times 1690\mu\text{m}$ 当たり)である。

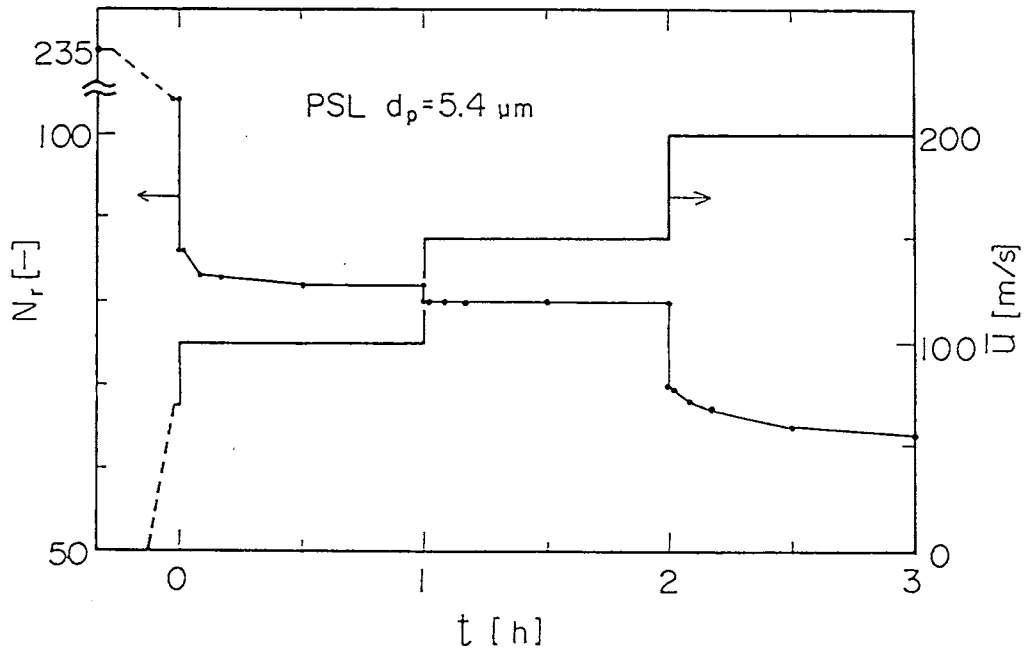


Fig. 2-3 Number of particles remained on observed area as a function of elapsed time after exposure to airflow.

この図より、流速を上げた直後に多くの粒子が飛散しているが、流速が一定になった後も飛散する粒子があることがわかる。しかしながら、単位時間に飛散する粒子数に換算すると、その個数は時間の経過とともに明らかに減少している。

次に、一定時間(10minあるいは60min)通気した後にアクリル板をダクトから引き出して観察する方法によって得られた結果をFig. 2-4に示す。この図は、アクリルの原板上に付着した $5.4\mu\text{m}$ のPSL粒子の飛散率を、ダクト内平均流速に対してプロットしたものである。通気時間が10minと60minの場合では、60min

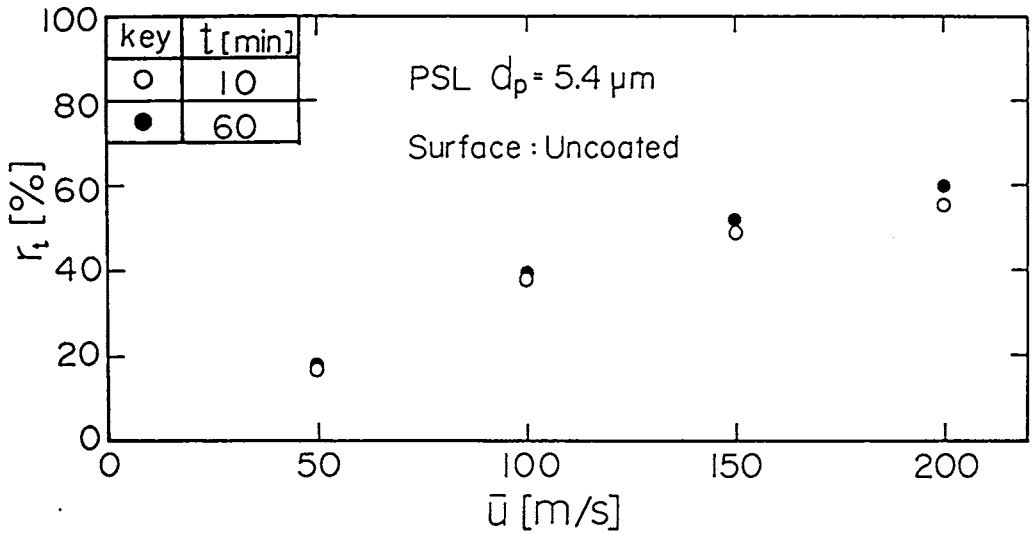


Fig. 2-4 Relationship between total removal efficiency and average air velocity.

の方が多少、飛散率が高くなっているが、それほど顕著な差ではない。また、各流速における通気時間の飛散率への影響について見ると、流速が大きいほど通気時間の違いによる飛散率の変化量が大きくなる傾向にある。

Fig. 2-5は流速を一定として、さらに長時間通気した場合の飛散率の経時変化を示したものである。○(アクリルの原板上に $5.4 \mu\text{m}$ のPSL粒子を付着させたダクトに流速 200m/s で通気した場合)のデータを見ると、通気時間が9hまでは少しずつ飛散率が増加しているが、9h以降では飛散率はほとんど変化せず一定になっていることがわかる。また、この図からは分かりにくいですが、流速 50m/s で通気した場合(key:●)は飛散量は極めて少なく、3h以降では全く飛散が起こっていなかった。さらに、粒径の飛散率に及ぼす影響について見ると、流速 150m/s で通気した場合の $5.4 \mu\text{m}$ と $3.3 \mu\text{m}$ の飛散率にはほとんど差はないが、粒

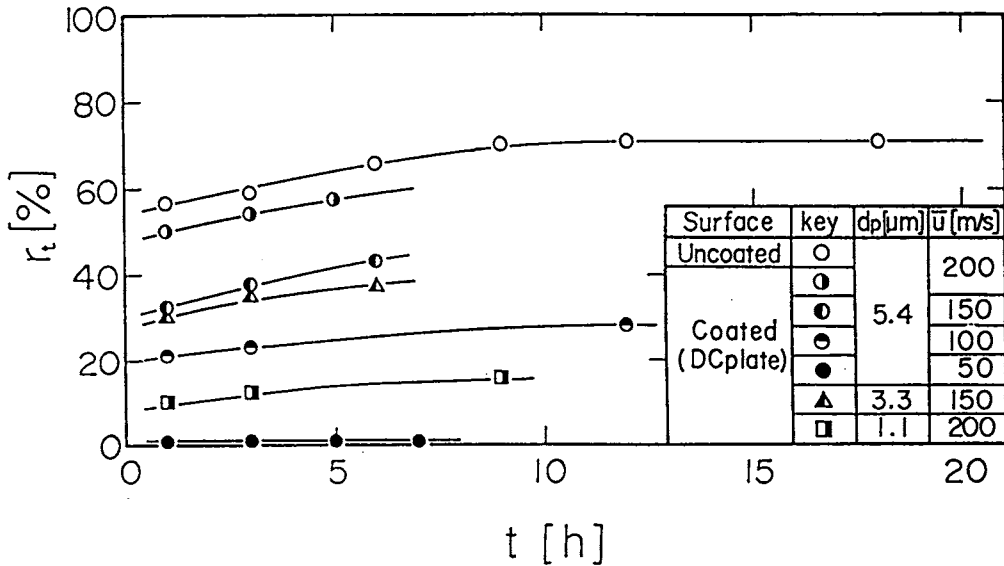


Fig.2-5 Total removal efficiency as a function of elapsed time after exposure of particles to airflow.

径が大きいほど飛散率の通気時間による変化率が大きいようである(テストプレートの表面材質の違いが飛散率に及ぼす影響については後述;2-3-3)。

以上の結果より、流速を変化させた場合は、流速を上げた直後に飛散する粒子がほとんどであるが、流速が一定になった後も数時間にわたって、その粒子数自体は少ないが、飛散が続くことがわかった。このことから、ダクト内の平均流速が一定であっても粒子が付着している粘性底層内の流れは定常状態にはなっておらず、粘性底層内あるいは層外部からの乱れによって飛散が断続的に起こっているものと考えられる。この乱れとしては乱流バーストの他に、ダクト形状あるいは粒子付着表面の形状に起因する乱れなどが挙げられる。

2-3-3 平板上からの単一粒子の飛散

ここでは、アクリル平板上からの単一粒子の飛散に関して、ダクト内平均速度、粒径、粒子付着表面の材質が及ぼす影響について検討する。

Fig.2-6に、単一粒子の飛散率をダクト内平均流速に対してプロットしたものを示す。なお、飛散実験の際、流速は手動式バルブにより徐々に変化させ、各流速での通気時間については、2-3-2の飛散率の経時変化に関する検討結果を踏まえ、60minに固定して実験を行った。

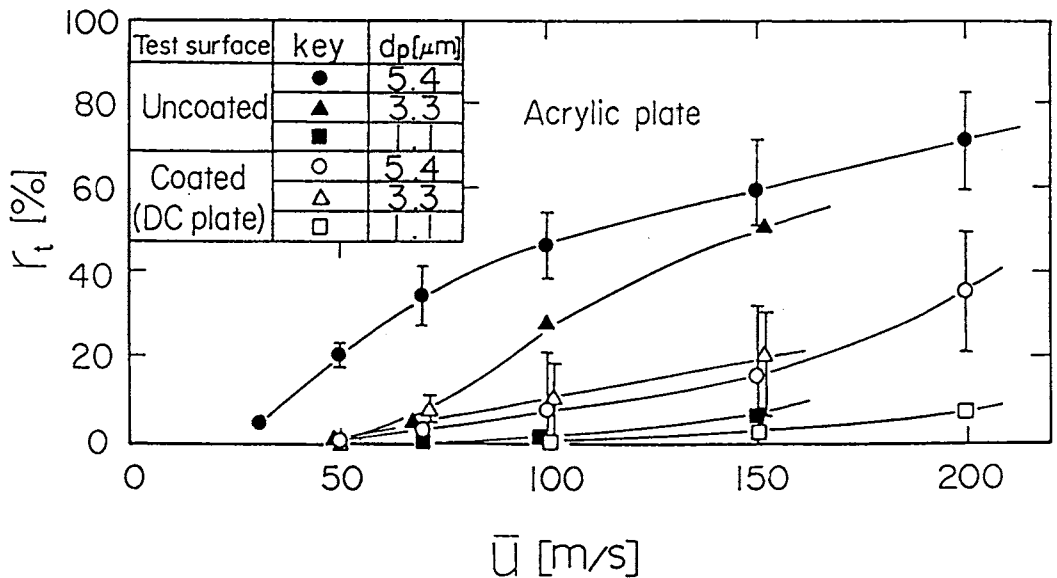


Fig.2-6 Relationship between total removal efficiency of single particles and average air velocity.

まず、飛散が起こりはじめる流速について見ると、アクリル原板およびDCプレートのいずれの場合も、粒径5.4μmでは30

m/s以下から、 $3.3\mu\text{m}$ では $30\sim 50\text{m/s}$ で、 $1.1\mu\text{m}$ では $50\sim 70\text{m/s}$ で飛散する粒子が確認され始めている。

次に、テストプレートの材質の違いについて見ると、アクリル原板上に付着した粒子の方がDCプレート上の粒子に比べて、いずれの粒径の場合も、飛散率が大きくなっている。DCプレートでは $5.4\mu\text{m}$ と $3.3\mu\text{m}$ の粒子で飛散率に顕著な差が見られないのに対して、アクリル原板では明らかに粒径が大きいほど飛散率が大きくなっているのが分かる。

表面を何もコーティングしていないアクリル原板は帯電しやすく、粒子との間に静電的な力が働くために、導電性塗料を塗って帯電防止加工を施したDCプレート上に付着した粒子の方が飛散しやすいと考えられたが、実験結果はそれとは逆であった。この原因は、DCプレートがアクリル原板の表面に導電性塗料を塗ったものであるため、表面粗さがアクリル原板とは異なるためではないかと考え、電子顕微鏡を用いてアクリル原板とDCプレートの表面を観察し、比較した。その結果、アクリル原板の表面がわりあいなめらかなのに対して、DCプレートの表面にはサブミクロンオーダーの小さい穴があるほか、数十 μm の周期で波を打つような状態であることが観察された。つまり、この比較的大きな表面の凹凸のために、その凹部に付着した粒子は流体抵抗を受けにくくなり、この凹凸の効果が静電気の効果よりも大きいため、このようにDCプレート上に付着した粒子の方が飛散しにくいという結果になったと考えられる。

以上のような理由から、アクリル原板とDCプレートを用いることによって、その静電気の状態の飛散率に及ぼす影響を調べることができなかったが、今回の実験のように、平衡帯電粒子が誘電体であるアクリル原板上に付着している場合でも、その静電気的な効果よりも表面粗さによる効果の方が、粒子飛散に及ぼす影響が大きいことがわかった。

2-3-4 平板上からの凝集粒子の飛散

アクリル平板上に付着した粒子の中には、2個以上の粒子からなる凝集体も含まれていた。ここでは、2~3個程度のものから10個以上の粒子が集まった大きなものまで、凝集粒子のみを対象として、その飛散についての検討を行う。なお、1回の飛散実験で観察した凝集粒子数は単一粒子数に比べるとかなり少ないが、それでも最低数十個以上は計数した。また、凝集粒子の一部が飛散した場合でも、その凝集粒子一つが飛散したものとみなした。

Fig. 2-7に、凝集粒子の飛散率をダクト内平均流速に対してプロットしたものを示す。なお、各流速での通気時間は60minに固定して実験を行った。

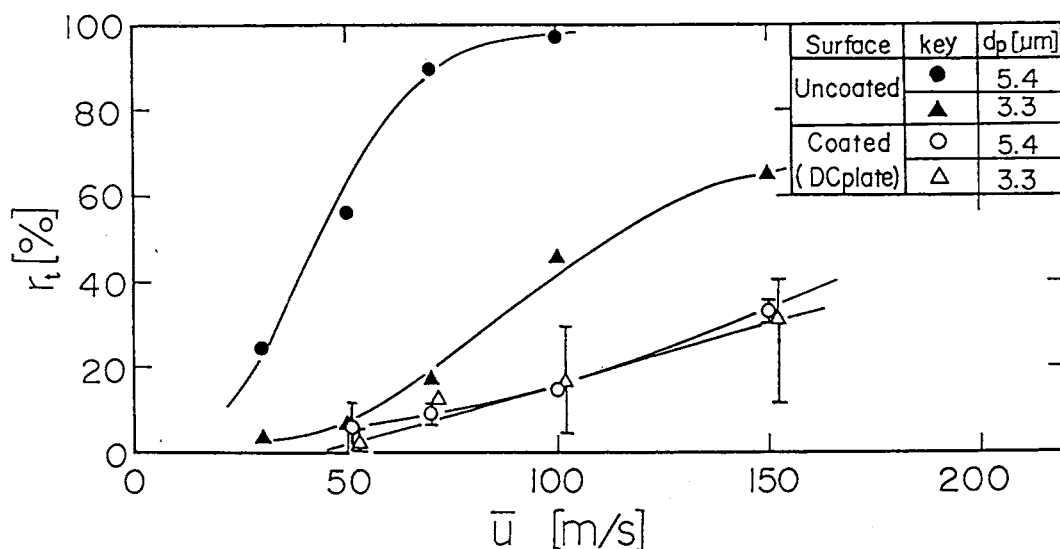


Fig. 2-7 Relationship between total removal efficiency of aggregated particles and average air velocity.

この図を見ると、単一粒子についての飛散結果 (Fig.2-6) と比較して、凝集粒子の方がいずれの粒径についても各流速での飛散率が大きくなっているのが分かる。しかしながら、アクリル原板とDCプレートでの表面形状の違いや粒径が飛散率に及ぼす影響については、単一粒子の場合と同様の傾向が見られる。

次に、数個の粒子からなる凝集粒子が気流による流体抵抗を受けた時の形状変化の様子を表す写真と、その時の凝集粒子の模式図を Fig.2-8 に示す。なお、ここに示した写真は Fig.2-7 でのアクリル原板上に付着した $3.3\mu\text{m}$ の凝集粒子 (key: ▲) のものである。Fig.2-8 において、通気前には (a) のような状態になっ

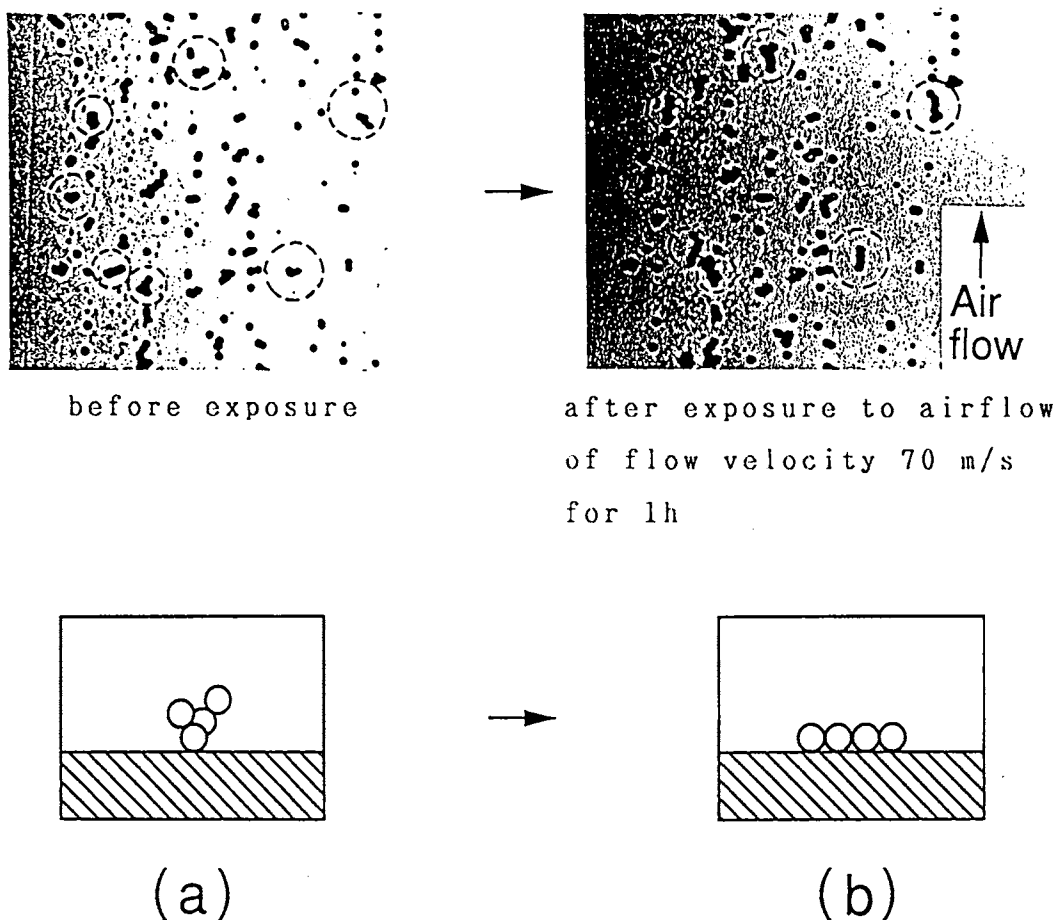


Fig.2-8 Deformation of aggregated particles.

ていたものが、通気を開始して徐々に流速を上げていくと、まず(b)のように気流に対して平行な状態で各粒子が平板表面と接触し、(a)よりも安定な状態に変化するのが観察された。また、(b)のような凝集粒子であっても粘性底層内に入っているのので、単一粒子に比べて極端に低い流速で飛散してしまうことはなく、さらに流速を100~200m/sまで上げてその位置に滞る場合も見られた。

これに対して、10個以上の粒子からなる大きな凝集粒子の場合は、各粒子が団子に近い形で塊状に付着していることが多く、粒子-粒子間が離れて飛散する場合もあるが、たいていの場合は、比較的低い流速でほぼ全体が一度に飛散するのが観察された。

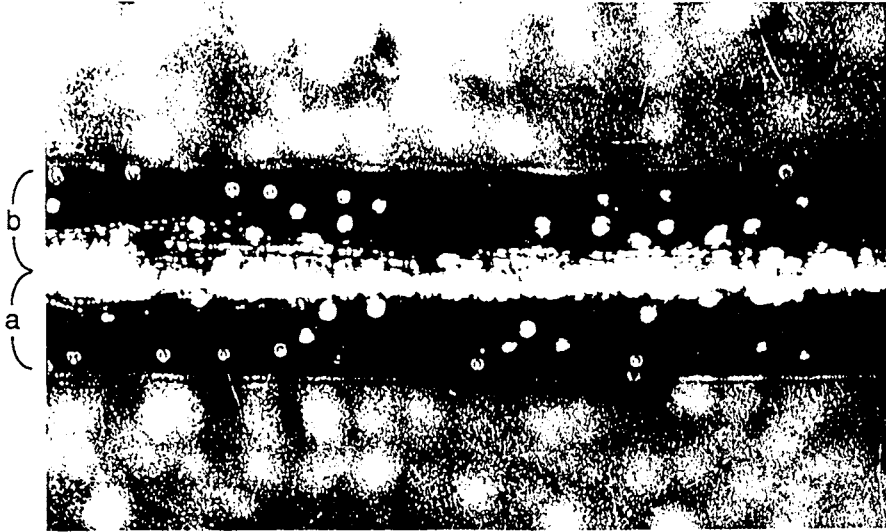
Eqs. (1-1), (1-2)から明らかのように、二つの等球粒子間に働くvan der Waals力は球形粒子-平板間のvan der Waals力の1/2の値である。凝集粒子の方が単一粒子に比べて飛散しやすいのは、単に気流による運動エネルギーが作用する投影面積が大きいだけでなく、粒子-粒子間の相互作用の影響で平板表面との分離距離が単一粒子よりも大きくなり、付着力が弱くなっているためであると考えられる。

2-3-5 突起物からの粒子の飛散

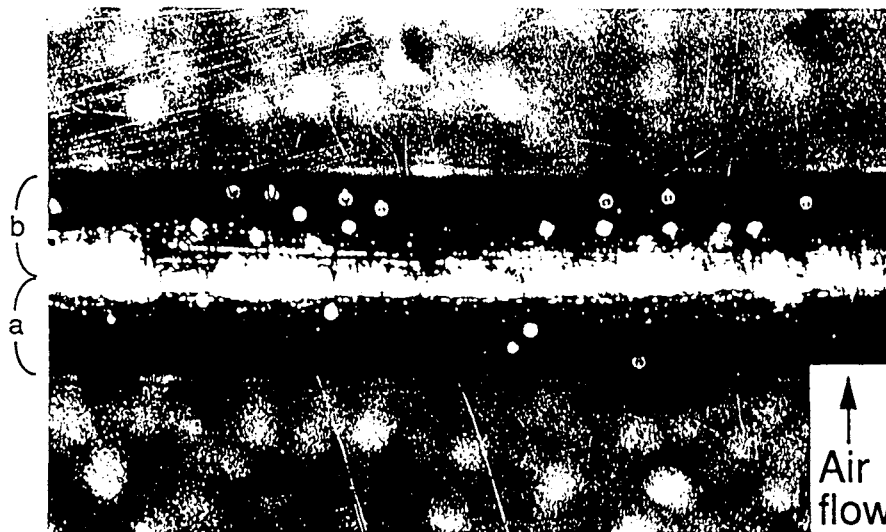
壁面上の突起物として、直径120 μ mのステンレス製ワイヤーを、アクリル板上に気流の流れ方向に対して直角に接着し、このワイヤー上に付着した粒子の飛散について検討した。この突起はダクトの円相当径(=4mm)の3%に相当し、通気時には粘性底層内からかなり突き出し、乱流中心部の近くまで達している。したがって、ワイヤー上に付着した粒子が受ける流体抵抗は平板上の粒子に比べてかなり大きく、当然、飛散も起こりやすいと考えられる。

まず、ワイヤー上に付着した粒子が気流による流体抵抗を受

けて飛散する際の、その通気前後の様子を表す写真をFig.2-9に示す。



before exposure



after exposure to airflow of flow
velocity 110 m/s for 10min

Fig.2-9 Particle reentrainment from a wire

この写真のように、ワイヤーの上半面を顕微鏡で観察した結果、粒子の飛散は気流の流れ方向に面したワイヤーの上流領域 a で起こり、領域 b での飛散はその頂上付近を除き、ほとんど起こらないことがわかった。したがって、ワイヤー上に付着した粒子の飛散に関しては、ワイヤー上の領域 a にある粒子のみを対象として検討を行うことにする。

Fig.2-10に、飛散率をダクト内平均流速に対してプロットしたものを示す。なお、各流速での通気時間は主に10minとして実験を行い、 $3.3\mu\text{m}$ と $1.1\mu\text{m}$ については通気時間を60minとした場合の実験も行った。

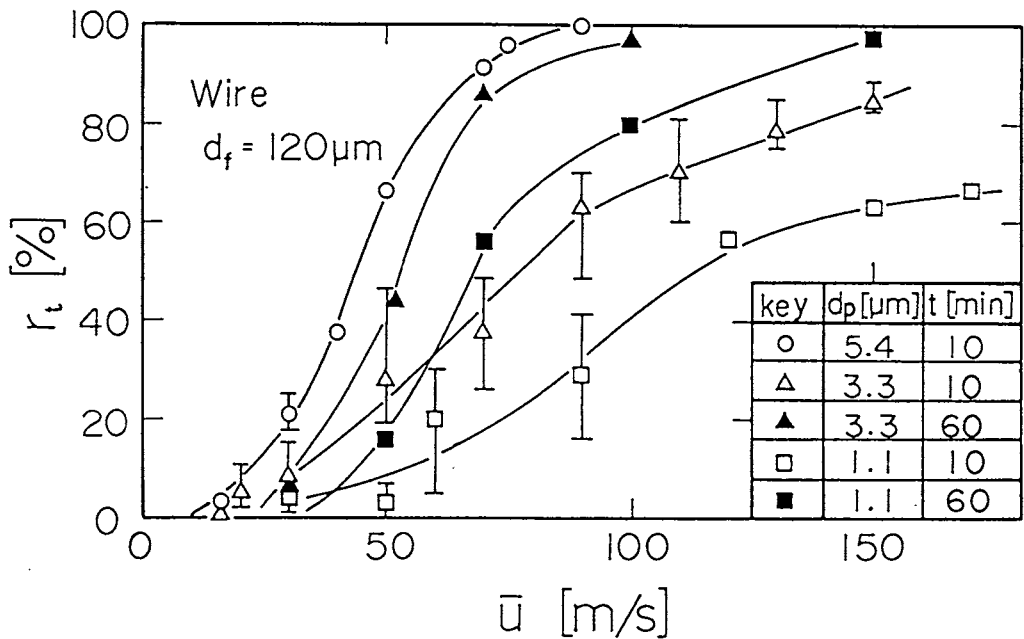


Fig.2-10 Relationship between total removal efficiency of single particles on a wire and average air velocity.

Fig.2-10において通気時間が同じ場合(key:白抜き)には、粒径が大きいほど、飛散が起こり始める流速および飛散率の変化量が大きくなっている。次に、通気時間が10minの時と60minの

時を比較すると、平板上に付着した粒子の場合には2-3-2で述べたように、通気時間の違いによって飛散率にそれほど顕著な差が見られなかったのに対して、ワイヤー上の場合には $3.3\mu\text{m}$ および $1.1\mu\text{m}$ の粒子とも、通気時間が10minから60minになると飛散率は著しく増加し、 $3.3\mu\text{m}$ の粒子は流速 100m/s 、 $1.1\mu\text{m}$ の粒子は流速 150m/s までにほとんどの粒子が飛散している。 $5.4\mu\text{m}$ の粒子についても同様の結果が予想されるが、通気時間を60minよりもさらに長くすれば、今回用いた $1\sim 5\mu\text{m}$ 程度の粒子であればさらに低流速でほとんどの粒子が飛散するのではないかと思われる。また、本研究で実験的に確かめることはできなかったが、サブミクロン粒子が突起物上に付着している場合でも、低流速で長時間通気すれば粒子の飛散が起こるのではないかと考がえられる。

いずれにしろ、以上のようにワイヤー上に付着した粒子の飛散に対して、通気時間の影響が大きく現われたのは、ワイヤーが気流の強い乱れを受ける領域にまで突き出しているためであると考えられる。

2-3-6 急激な速度変動を与えた場合の粒子の飛散

気流の急激な速度変動が粒子の飛散に及ぼす影響を調べるために、電磁バルブを開閉することによって瞬時にある一定の流速をダクト内に流す実験を行った。まず、この実験では電磁弁の開閉を行う前に、ダクト内に流速 200m/s の定常気流を数時間通気して粒子を飛散させ、定常流ではもうこれ以上飛散が起こらない状態にしてから、電磁バルブを開閉することにより瞬時に気流速度を0から 200m/s まで変化させて飛散の状態を観察した。こうして得られた飛散率を電磁バルブの開閉回数に対してプロットしたものをFig. 2-11に示す。この図を見ると、いずれの粒径の場合も電磁バルブの開閉回数とともに飛散率が上昇しており、定常流では飛散しない粒子でも気流に急激な速度変動

があれば飛散することが分かる。

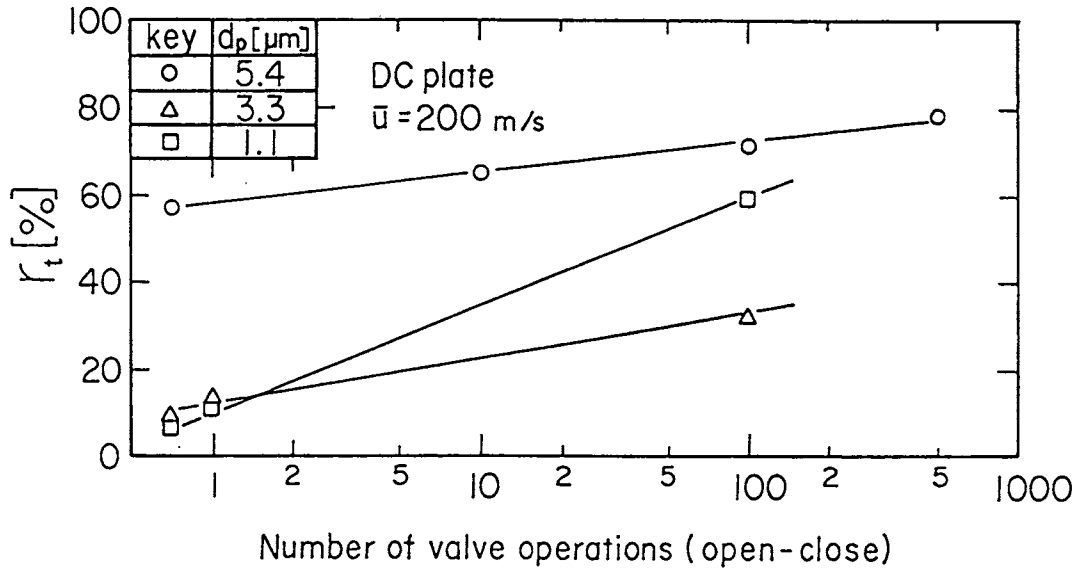


Fig.2-11 Effect of number of valve operations on total removal efficiency.

また、 $5.4 \mu\text{m}$ の粒子よりも粒径の小さい $1.1 \mu\text{m}$ の粒子の方が飛散率変化の勾配が急になっていることから、小さい粒子ほどバルブ開閉の影響、つまり、急激な速度変動の影響が大きいことが分かる。このことは、同じ 200 m/s の定常気流を通気した場合粒径の大きい粒子の方が飛散しやすいが、そのうち飛散せずに残った粒子は粒子まわりの吸着水や安定剤の影響でかなり強い付着力で表面と結合しているために、粒径の小さいものよりも急激な速度変動の影響を受けにくかったと考えられる。

いずれにしても、このように気流の急激な速度変動が粒子の飛散を起こすということが明らかになったことから、今度はこの飛散現象を積極的に利用してやれば、付着粒子を除去するという目的に用いることができると考えられる。

2-3-7 粒子の付着力と飛散率

ここでは、平板上に付着した粒子が定常気流によって飛散する場合のみに着目して、粒子が気流から受ける流体抗力を飛散率50%における気流速度から見積もり、粒子-平面間付着力と比較することにより、粒子の飛散機構について検討していく。なお、2-3-3で述べたように、平板上からの粒子の飛散では、粒子付着面としてアクリル原板とDCプレートの二つを用いた場合の飛散率変化が得られたが、飛散率50%における流速を求める際には、このうち表面がなめらかなアクリル原板のデータを用いることにした。また、流体抗力と付着力の計算は $5.4\mu\text{m}$ と $3.3\mu\text{m}$ の粒子について行った。

まず、粒子に作用する流速として粒子中心部での流速 u_p を用いると、粒径 d_p の球形粒子に働く流体抗力は次式より求まる。

$$F_r = C_D \cdot (\pi d_p^2 / 4) \cdot (\rho_f u_p^2 / 2) \quad (2-2)$$

ここで、 C_D は抵抗係数であり、粒径基準のレイノズル数 $Re (= d_p u_p / \nu_f)$ のみの関数となる。これらの関係は次式によって近似的に表すことができる。

$$C_D = 24 / Re \quad Re \leq 2 \quad (2-3)$$

$$C_D = 10 / (Re)^{1/2} \quad 2 < Re < 500 \quad (2-4)$$

$$C_D = 0.44 \quad 500 \leq Re \quad (2-5)$$

粒子中心部での流速 u_p は、円管内乱流における対数速度分布則がこの矩形流路にも適用できるものとして、飛散率50%における流速から求める。対数分布則は次の通りである。

粘性底層内 ($y^+ < 5$)

$$u^+ = y^+ \quad (2-6)$$

遷移域 ($5 < y^+ < 30$)

$$u^+ = 5.0 \cdot \ln y^+ - 3.05 \quad (2-7)$$

乱流域 ($30 < y^+$)

$$u^+ = 2.5 \cdot \ln y^+ + 5.5 \quad (2-8)$$

ここで、 u^+ および y^+ はそれぞれ無次元速度および付着平面からの無次元距離であり、次のように定義されるものである。

$$u^+ = u_p / u^* \quad (2-9)$$

$$y^+ = u^* y / \nu_r \quad (2-10)$$

また、剪断応力速度 u^* は平均流速 \bar{u} と次のような関係にある。

$$u^* = (f/2)^{1/2} \cdot \bar{u} \quad (2-11)$$

管摩擦係数についてはBlasiusの式を用いる。

$$f = 0.0791 \text{Re}^{-1/4} \quad (2-12)$$

なお、Eq.(2-12)が飛散実験に用いたダクト内で成り立つことを確かめるために、ダクトの圧力損失を測定し、管摩擦係数を求めた(Fig.2-12)。この図を見ると、 $\text{Re}=3 \times 10^4$ 以上で実験データはEq.(2-12)から外れてきているが、これは、アルミ製角

パイプとアクリル板の接合面などの局所的な粗さが影響したためであると考え、計算にはEq.(2-12)を用いることにした。

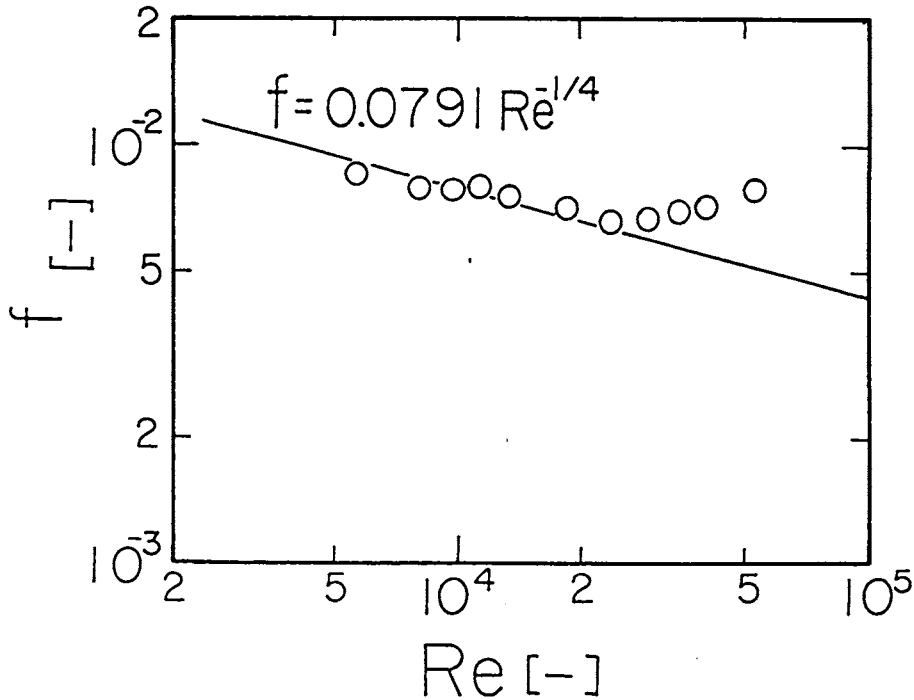


Fig.2-12 friction factor as a function of Reynolds number Re .

以上のことより、粒子の飛散率50%における流速 \bar{u}_{50} を測定すれば、以上の式を用いて流体抗力 F_r が求まる。そこでまず、Fig.2-6から、アクリル原板上の $5.4\mu\text{m}$ と $3.3\mu\text{m}$ の粒子について \bar{u}_{50} を求める。そして、Eq.(2-11)の u には \bar{u}_{50} を、Eq.(2-10)の y には $d_p/2$ を用いて、Eq.(2-6)～Eq.(2-12)により u_p を求め、この u_p をEq.(2-2)～Eq.(2-5)に代入することにより F_r を計算した。

次に、付着力 F_{ad} についてはvan der Waals力 F_v が支配的であると考えられるので、Eq.(1-1)を用いて計算した。なお、計算の際、Hamaker定数 A はTable 2-2に示した値を用い、分離距離

Z_0 は 4×10^{-10} mと仮定した。

Table 2-3 に、飛散率50%時の流体抗力 F_r 、van der Waals力による付着力 F_{ad} およびEq. (1-13)で与えられるそれらの比 F^* の計算結果を示す。この表から、 $5.4 \mu\text{m}$ および $3.3 \mu\text{m}$ の粒子はそれぞれ法線方向付着力の2.2%と3.6%に相当する流体抗力を受けた時に飛散することが分かる。

Table 2-2 Hamaker constants.

Material	A_{11}, A_{12} [J]
PMMA	6.3×10^{-20}
PSL	6.5×10^{-20}
PMMA-PSL	6.4×10^{-20}

Table 2-3 Calculated aerodynamic drag force and adhesive force.

d_p [μm]	5.4	3.3
\bar{u}_{50} [m/s]	110	150
u_p [m/s]	6.6	7.0
F_r [N]	3.92×10^{-9}	3.96×10^{-9}
F_{ad} [N]	1.80×10^{-7}	1.10×10^{-7}
F^* [-]	0.022	0.036

1-2で述べたように、Wangによれば、平板上に付着した粒子が接線方向からの流体抗力を受けて飛散する時の、きっかけとなる初期運動は回転(rotation)運動が支配的であり、その条件はEq. (1-23)で与えられている。

$$F^* \cong 0.8 r_c / R \quad (1-23)$$

ここで、粒子—平板間の接触部半径と粒子半径の比である r_c/R は、JKR理論⁹⁾によれば粒子と平板表面の機械的性質および表面の付着エネルギーによって決定され、自重を無視できる微小粒子に対しては次式で与えられる(ここではc.g.s.単位系を用いている)。

$$r_c/R = [6\pi\sigma/(cR)]^{1/3} \quad (2-13)$$

$$c = 4/[3\pi(k_p + k_s)] \quad (2-14)$$

$$\sigma = [\sigma_p + \sigma_s] - [\sigma_{ps}] \quad (2-15)$$

ここで、 k_p と k_s はそれぞれ粒子と表面の機械的定数と呼ばれるものであり、ポアソン比とヤング率によって決定される。本研究での飛散実験に用いたPSL—アクリル系の場合については $c = 3.34 \times 10^{10} \text{ dyn/cm}^2$ という値が得られた。一方、表面の付着エネルギーについては理論的に求めることは困難であるが、一般的には $\sigma = 1 \sim 100 \text{ erg/cm}^2$ の範囲にあるので、この間で仮定できる。

このようにして、Eqs(1-23), (2-13)から求めた F^* と本研究の実験結果から計算した F^* を粒径に対してプロットしたものを、Fig. 2-13に示す。回転運動が支配的となる場合の F^* の値は斜線の領域であるが、本研究で得られた F^* はこの領域に入っており、粒子の飛散は回転運動をきっかけとして起こるとするWangのモデルによく適合していると言える。

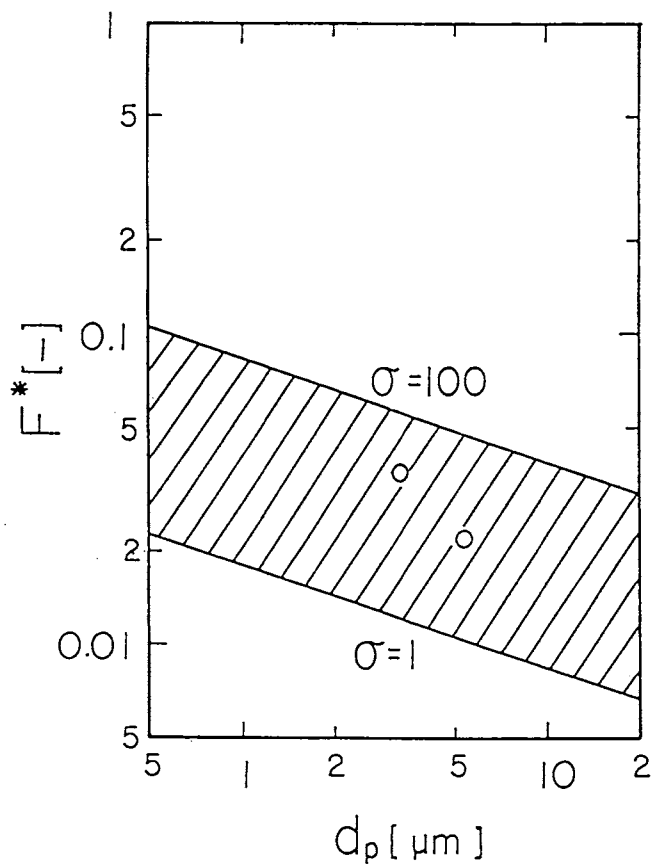


Fig. 2-13 Dimensionless force parameter as a function of particle diameter.

第三章 パルスエアジェットによる表面の洗浄

本章では、気流の急激な速度変動が粒子の飛散を起こすという結果(2-3-6を参照)を踏まえ、この飛散現象を積極的に利用して表面に付着した微小粒子を乾式除去(洗浄)する技術について検討した結果を述べる。本研究では、矩形ノズルからのジェット気流を用いて $1\sim 3\mu\text{m}$ 程度およびサブミクロンオーダーの微小粒子が付着したウェハ表面の乾式洗浄を行い、粒径やさまざまなジェット気流噴射条件の飛散率に及ぼす影響を調べ、特にパルスの的にジェットを噴射した場合の粒子の飛散過程と洗浄性能について検討した。

3-1 実験装置および方法

矩形ノズルからのジェット気流を用いてウェハ表面の乾式洗浄を行い、その時の粒子の飛散状態を観察するために用いた実験装置および実験方法について説明する。

3-1-1 実験装置のフローチャート

洗浄実験装置のフローチャートをFig.3-1に示す。電磁バルブを開くことによって、シリカゲルと高性能エアフィルターを通過して清浄乾燥空気となったコンプレッサーからの圧縮空気が、ノズル-表面間距離 l 、ノズル噴射角度 θ の位置に設置した矩形ノズルからジェット気流となり粒子付着面に衝突する。洗浄前後の粒子の飛散状態の観察には金属顕微鏡にビデオカメラを取り付けたものを用い、ウェハ上の粒子の様子をモニターに映し出して観察した。

電磁バルブの開閉はパーソナルコンピューターによって制御されており、ジェット気流噴射時間、気流休止時間、気流噴射回

数を任意に設定することができる。

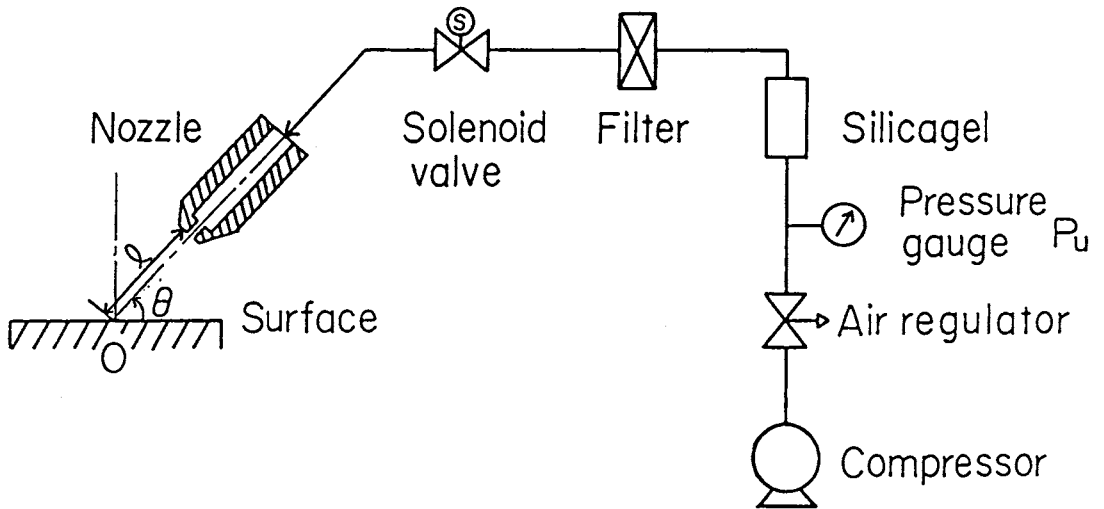
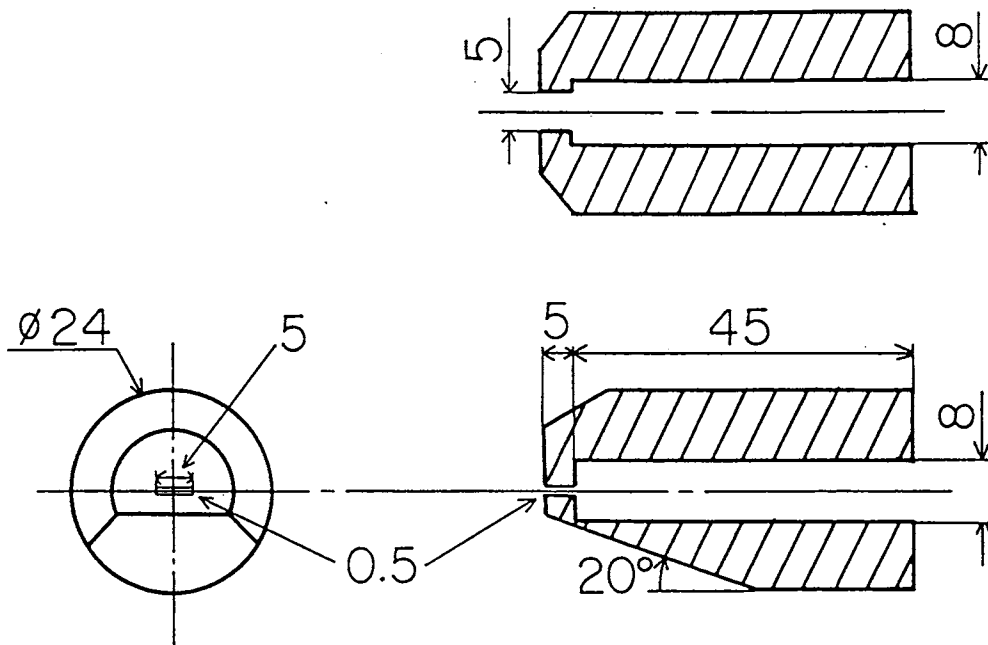


Fig.3-1 Flow chart of experimental setup.

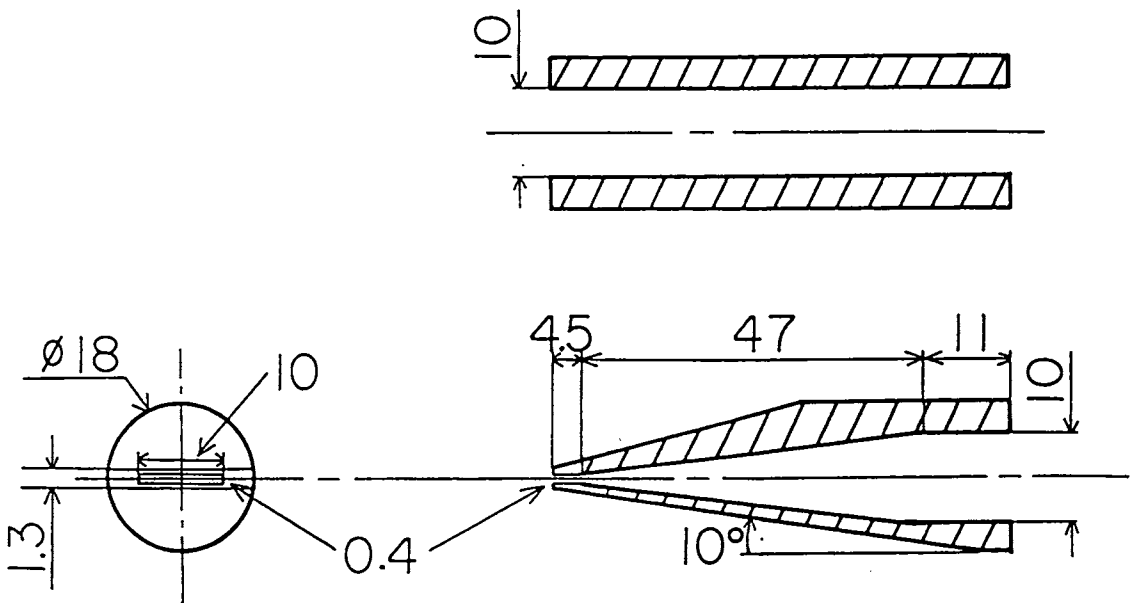
なお、ノズルに加える圧力 P_u (ゲージ圧)の調節はエアレギュレーターにより行い、100~500kPaまで50kPa刻みで変化させた。また、Fig.3-1においてフィルターからウェハまではビニールシートで覆われており、実験中はその中に清浄乾燥空気を流して相対湿度20~25%の下で洗浄を行った。

3-1-2 矩形ノズル

Fig.3-2に使用したノズルの詳細図を示す。本実験では(a)アクリル製矩形ノズル(ノズルA)と(b)金属製矩形ノズル(ノズルB)の二種類を用いた。ノズルAおよびノズルBの気流噴出部断面積はそれぞれ $0.5 \times 5 \text{mm}^2$ と $0.4 \times 10 \text{mm}^2$ である。矩形ノズルを用いた理由は、円形ノズルに比べて広い幅にわたって粒子付着表面の洗浄が可能であり、さらにノズルを表面上でスキャンさせれば、より短時間で広い領域の洗浄が可能であるという利点が



(a) Acrylic nozzle (Nozzle A)



(b) Metal nozzle (Nozzle B)

Fig. 3-2. Schematic diagrams of jet nozzles.

あるためである。

Fig.3-2から分かるように、これら二つのノズルは内部構造が大きく異なっている。ノズルAの場合、ノズルに送り込まれた空気は管路の急激な縮小を経た後、長さ5mmの喉部を通って噴出することになる。これに対してノズルBの場合は喉部直前までスムーズに導かれた後、長さ4.5mmの喉部を通って噴出することになる。これらのジェット気流の噴出の様子を調べるために、煙を用いた可視化実験を行った。Fig.3-3にノズルAを用いた場合の可視化写真(側面写真)を示す。これは $Re=222$ のものであるが、ノズル噴射角度 θ が 30° および 60° のいずれの場合も、気流は表面に向かって一直線に噴出しているのが分かる。また、 $\theta=30^\circ$ の場合は気流は表面に衝突した後、ほとんど前方に広がっているが、 $\theta=60^\circ$ の場合は表面に衝突した後、後方にもかなり気流が広がっている。ノズルBを用いた場合も同じような噴出の様子が観察された。ただし、洗浄実験を行う際は $Re=10000\sim 40000$ 程度であり、洗浄時のジェット気流の状態は可視化のものとは多少異なっていると考えられる。

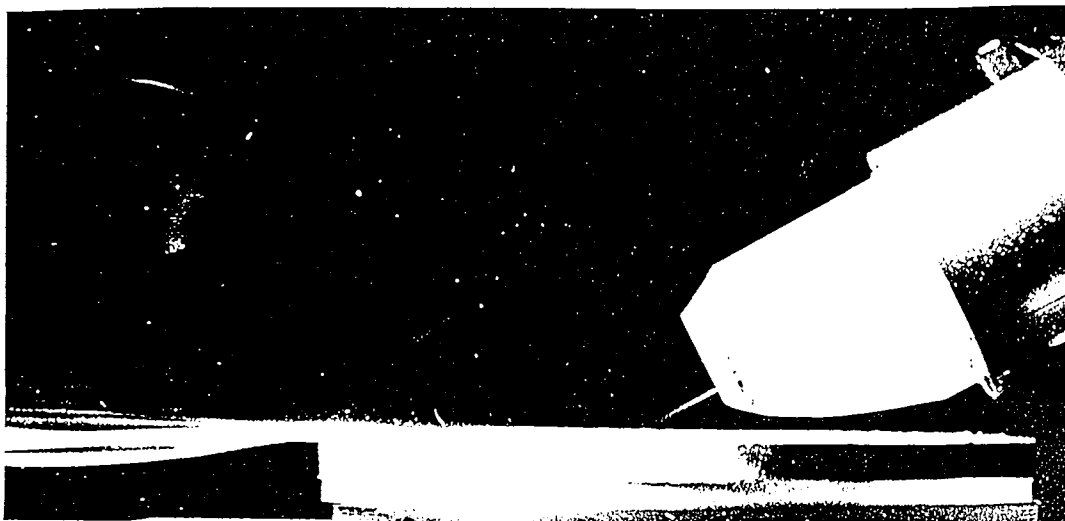
次に、ノズルに加える圧力 P_0 とその時に噴出するジェット気流の速度 u_j の関係をTable 3-1に示す。この u_j は次式から計算されるものである。

$$u_j = \frac{100}{\gamma_c (P_0 + 100)} \cdot \frac{Q}{A_s} \quad (3-1)$$

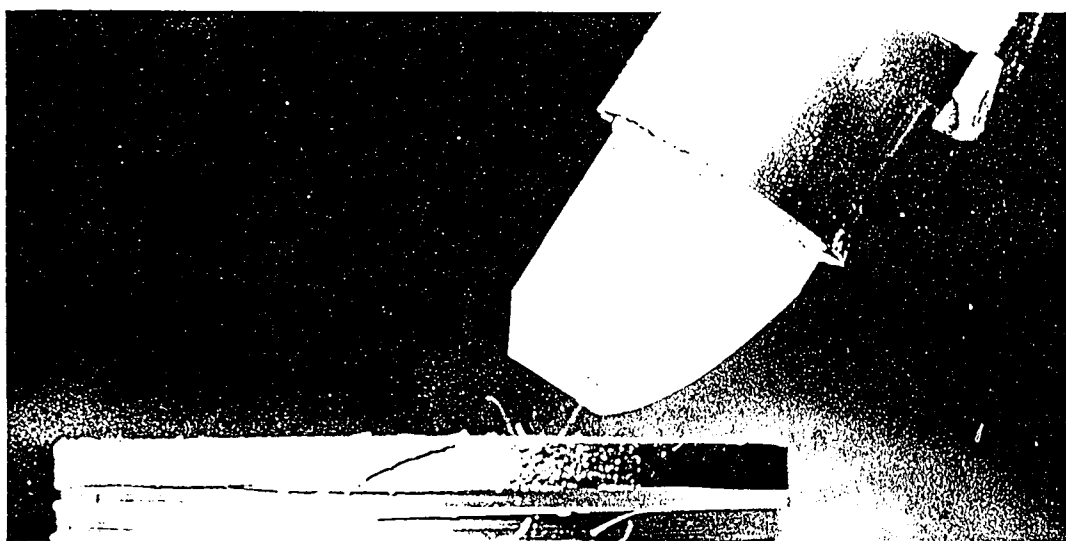
$$\gamma_c = \left(\frac{2}{k+1} \right)^{k/(k-1)} \quad (3-2)$$

ここで、 γ_c は臨界圧比、 k は比熱比、 A_s はノズル断面積、 Q はノズルをスピロメーターにつないで測定した流量である。

Eq.(3-1)の Q/A_s は1気圧($\approx 100\text{kPa}$)換算の気流速度であり、ジェット気流が臨界流れになっていれば、ノズルでの実際の圧力



(a) $\theta = 30^\circ$



(b) $\theta = 60^\circ$

Fig. 3-3 Visualization of air jet from Nozzle A.

は $\gamma_0(P_0+100)$ 以下になることはないので、 u_j は Eq. (3-1) のような形で表現できることになる。Table 3-1 を見ると、ノズル B の場合はいずれの P_0 においても u_j はほぼ音速になっているのに対して、ノズル A の場合は最大でも 200m/s しか出ていないが、これはノズル A が非常に圧力損失が大きくなる内部構造をしているためである。

Table 3-1 Relationship between air pressure and jet velocity.

P_0 [kPa]	u_j [m/s]	
	Nozzle A	Nozzle B
100	124.3	338.9
150	159.8	339.6
200	171.1	333.6
250	184.1	320.1
300	188.3	324.8
350	190.5	325.7
400	194.9	324.5
450	196.5	326.1
500	200.0	316.2

3 - 1 - 3 実験方法

まず、洗浄対象面であるシリコンウェハ(直径76mm, 厚さ400 μm)の表面上に粒子を付着させる。付着させる粒子には P S L 粒子(3.3, 2.0, 1.1, 0.55, 0.25 μm)を用いた。粒子の発生方法は第2章の飛散実験の場合と同じで、コリソナトマイザーにより P S L 粒子の懸濁液を噴霧し、生成した液滴はディフューゾンドライヤーに通すことによって固体粒子となる。そして放射性同位元素 ^{241}Am 上を通すことによって平衡帯電状態と

し、下面にDCプレート(直径76mm,厚さ3mm)を貼りつけたウェハ表面上に重力沈降で付着させる。ウェハ表面上には約1mm間隔で格子状に印を付けておき、洗浄実験開始前に特定の位置(8~16カ所)をモニターにつないだビデオ装置により撮影しておく。ビデオ撮影の際には金属顕微鏡によって $3.3\sim 2.0\mu\text{m}$ の粒子は120倍、 $1.1\sim 0.55\mu\text{m}$ は200倍、 $0.25\mu\text{m}$ は800倍に拡大して撮影した。また、洗浄実験開始前の一視野当たりの粒子付着数は倍率120倍(撮影範囲 $400\mu\text{m}\times 500\mu\text{m}$)で80~130個、倍率200倍($250\mu\text{m}\times 330\mu\text{m}$)で100~400個、倍率800倍($65\mu\text{m}\times 83\mu\text{m}$)で50~130個程度である。

次に、洗浄実験の手順について説明する。粒子が付着したウェハを金属顕微鏡のステージ上に固定し、ノズルから噴射されるジェット気流が直接ウェハ表面に衝突するよどみ点およびその前後の場所を先ほど述べた方法でビデオ撮影しておく。その後、電磁バルブを閉じたままでエアレギュレーターにより圧力 P_0 を設定し、パソコンでジェット気流噴射回数 n ,噴射時間 t_d ,休止時間 t_i を設定して、ウェハの洗浄を行う。そして洗浄前と同じ場所をビデオ撮影し、洗浄前後の画像を比較することによって飛散した粒子の個数や洗浄の状態を調べた。洗浄前後の画像を比較して飛散した粒子数を計数する際には、画像解析装置により画像を二値化して計数する方法と画像をハードコピーして計数する方法の二通りを用いた。なお、洗浄実験とビデオ撮影は本来ならば同時に行うのが理想的であるが、ジェット気流のよどみ点と撮影場所を一致させることが困難であったため、後述する3-2-4の実験以外は洗浄とビデオ撮影を別々に行った。

3-2 実験条件の設定

ここでは、実際に試作したノズルを用いて洗浄を行う際の最適な操作条件を見つけるために行った実験について述べる。

3-2-1 洗浄領域と飛散率の定義

洗浄実験においても洗浄の程度を評価するのに、Eq.(2-1)で定義される飛散率を用いた。つまり、ウェハ表面上の一定の範囲について飛散した粒子数とジェット気流噴射前に付着していた粒子数の比から飛散率を算出するわけであるが、この際、ウェハ表面上のどの領域にある粒子を対象として飛散率を求めるかが問題となる。そこで、この対象領域を決定するために飛散する粒子の分布状態を調べた。

まず、Fig.3-4に、ジェット気流がウェハ表面に衝突するよどみ点から気流方向への距離 X とそこでの局所的な飛散率の関係を示す。この図は、ノズル噴射角度 30° 、ノズル-表面間距離6mmに設置したノズルA(断面積 $0.5 \times 5 \text{mm}^2$)から、 $1.1 \mu\text{m}$ の粒子が付着したウェハ表面に対して、同図に示したように圧力100kPa(ゲージ圧)の1パルスのジェット気流を60s噴射し、その後同じ表面に対して200kPa, 300kPa, 400kPa, 500kPaの1パルスのジェット気流をそれぞれ60sづつ噴射して洗浄を行った場合の結果である。なお、この局所的な飛散率はノズルの幅方向に飛散率の変化がない領域に関して求めたものである。

この図を見ると、100kPaのジェット気流を噴射した場合はよどみ点から下流1mmまでの飛散率が比較的大きく、それ以降は次第に飛散率が小さくなっており、全体的によどみ点から気流方向に飛散率の分布があるが、圧力を上げてジェット気流を噴射させていくにつれて気流方向の飛散率に顕著な差が見られなくなっている。

次に、洗浄後のウェハ表面の写真をFig.3-5に示す。これらはいずれも角度 30° 、距離3mmに設置したノズルB(断面積 $0.4 \times 10 \text{mm}^2$)から噴射される500kPaのジェット気流によって(a)は $1.1 \mu\text{m}$ (噴射回数10回)、(b)は $2.0 \mu\text{m}$ (噴射回数3回)の粒子が付着した表面を洗浄した時のものであり、ウェハ中央の黒い部分がジェット気流により洗浄された領域である。 $1.1 \mu\text{m}$ の場合はよど

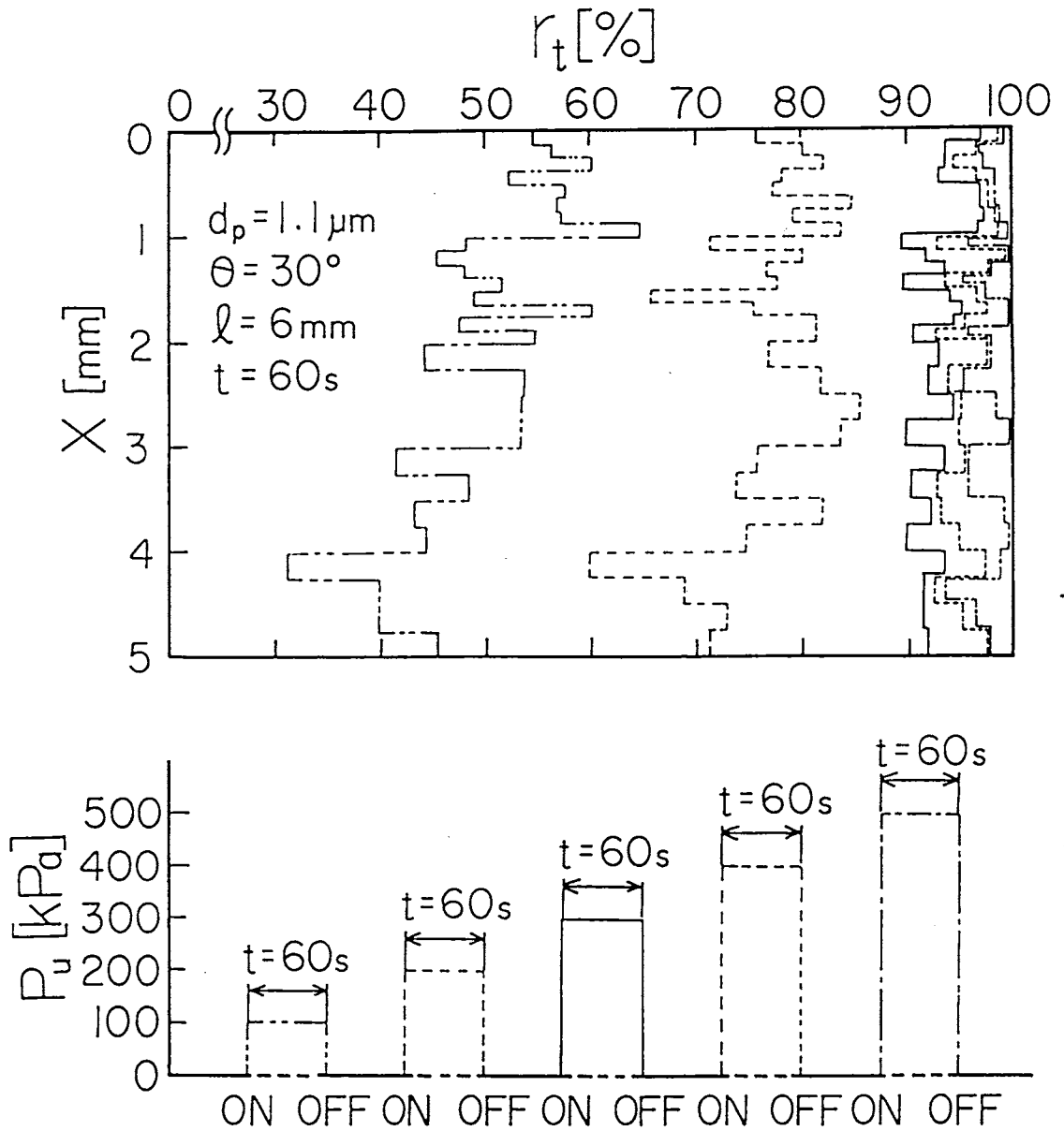
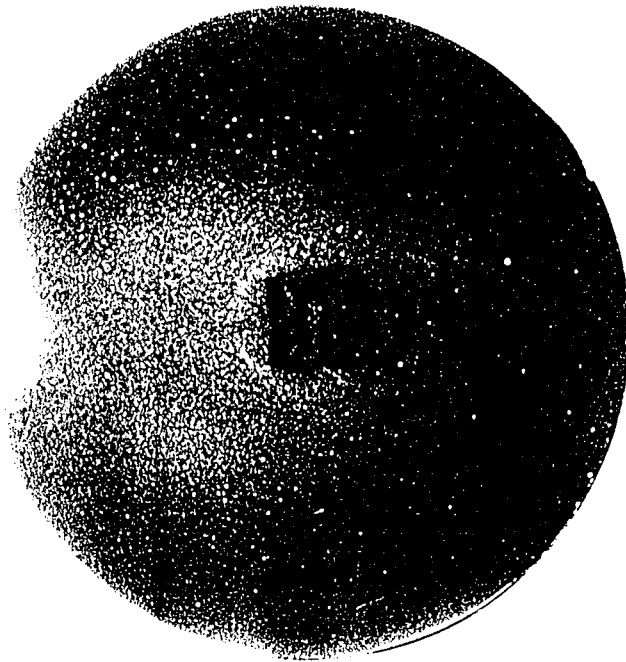
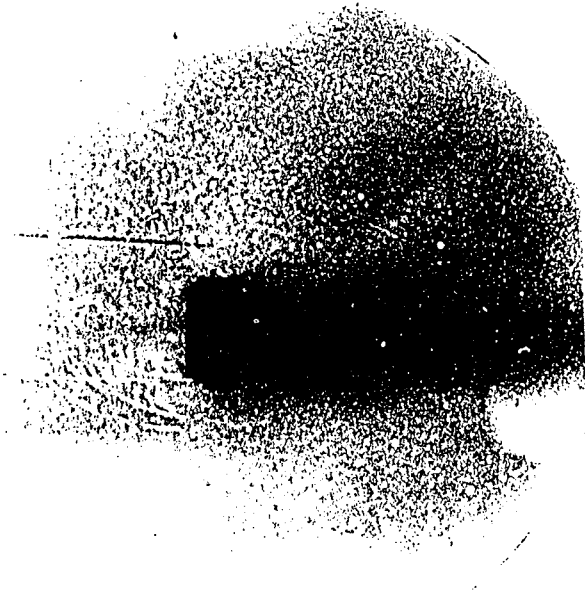


Fig.3-4 Distribution of total removal efficiency at various air pressures.



(a) $d_r = 1.1 \mu\text{m}$



(b) $d_r = 2.0 \mu\text{m}$

Fig. 3-5 Photographs of wafer surface after cleaning.

み点から下流約2mmまでの領域がよどみ点と同じ程度に洗浄されており、 $2.0\mu\text{m}$ の場合ではさらに広い領域まで洗浄されているのが分かる。この他に洗浄実験で用いた 0.55 および $0.25\mu\text{m}$ の粒子については、肉眼では洗浄領域を明確に区別できなかったためそれらの写真は示さなかったが、 $0.55\mu\text{m}$ の場合は下流約2mm、 $0.25\mu\text{m}$ の場合は下流約1.5mmまでの領域がよどみ点と同じ程度に洗浄されているのが確認された。

また、飛散率を求める際の洗浄領域の問題には直接関係しないが、Fig.3-5において特に $1.1\mu\text{m}$ の場合に下流2mm以降で、あたかもジェット気流が波打つように流れていっているような粒子の飛散状態も観察できる。

いずれにしても、以上の結果より、ノズルAおよびノズルBを用いて洗浄を行い、飛散率を求める際には、ノズルAの場合は $1\text{mm}\times 4\text{mm}(=W)$ 、ノズルBの場合は $1\text{mm}\times 9\text{mm}(=W)$ の領域(Fig.3-6の斜線部分)にある粒子を対象とすることにした。

また、実験結果の整理にあたっては、ウェハ表面上の観察位置(8~16カ所)のうち2~3カ所のデータを1回の実験データとした。

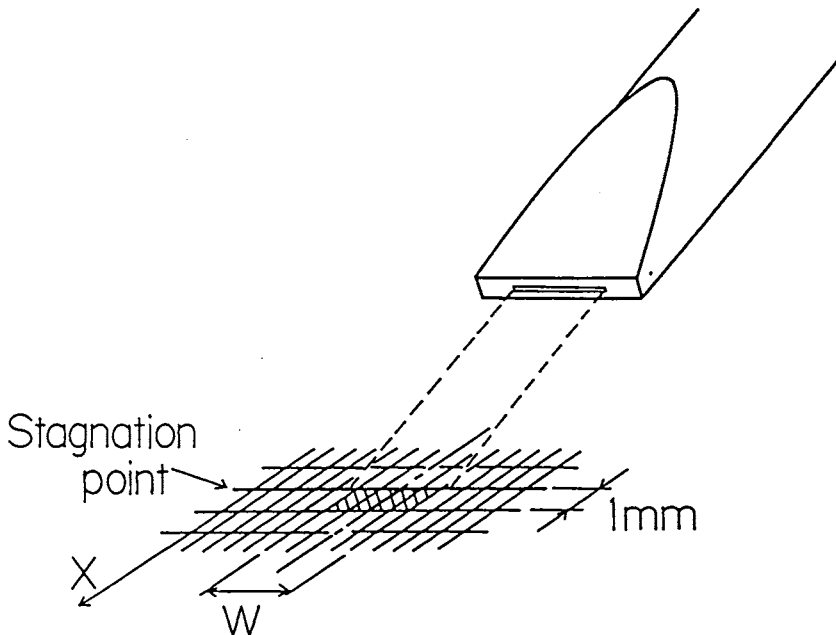


Fig.3-6 Observed area on wafer surface.

3-2-2 ノズル-表面間距離

ここでは、ノズルとウェハ表面間の距離 l が飛散率に及ぼす影響について検討する。

Fig.3-7は、ノズルA (断面積 $0.5 \times 5 \text{mm}^2$) を用いてノズル噴射角度を 90° に設定した状態で距離 l を変化させ、 0.55 および $1.1 \mu\text{m}$ の粒子が付着したウェハ表面に対して、圧力 400kPa の1パルスのジェット気流を 30s 噴射して洗浄を行った場合の飛散率の測定結果である。なお、横軸には距離 l とノズル間隔 d_n との比である無次元のノズル距離 l/d_n をとっている。

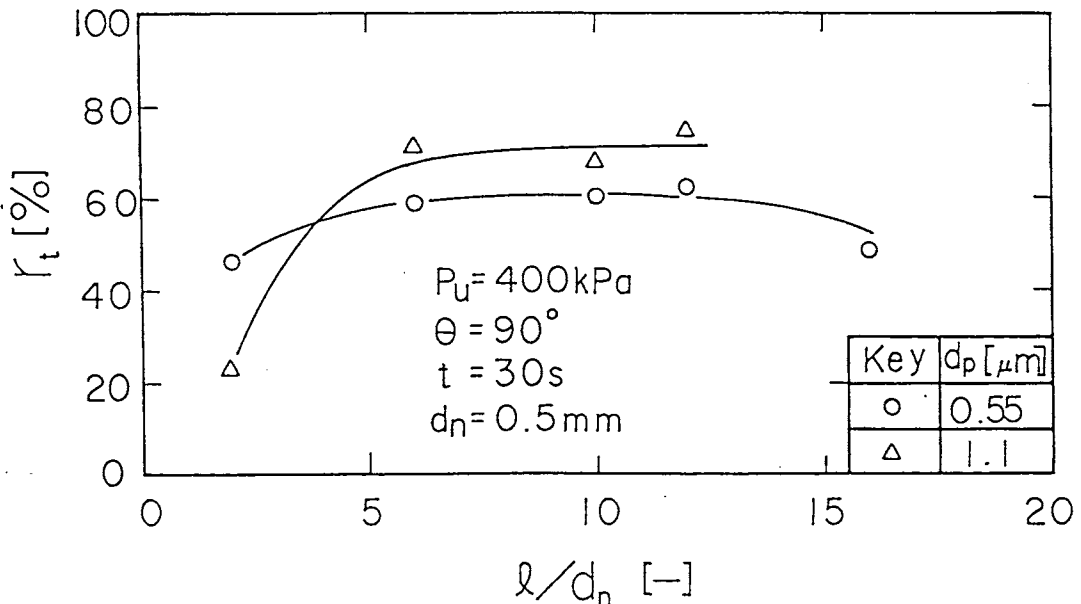


Fig.3-7 Relationship between total removal efficiency and nozzle tip-surface separation.

この図を見ると、 $0.55 \mu\text{m}$ の場合は $l/d_n = 6 \sim 12$ ($l = 3 \sim 6 \text{mm}$) の間で飛散率は一定値をとり、それ以下およびそれ以上では飛散率が下がっているのが分かる。 $1.1 \mu\text{m}$ の場合は $l/d_n = 12$ 以下のデータが示されていないが、距離 l が広がっていけば当然飛散

率は下がっていくと考えられるので、この場合も一定値をとることになる。なお、いずれの粒径の場合も $l/d_n = 2$ ぐらいで飛散率が下がっているのは、ノズルとウェハ表面が近すぎるために抵抗が大きくなり十分なジェット気流速度が得られなかったためと考えられる。

また、ピトー管(口径1mm)と水銀柱を用いて圧力100kPaのジェット気流の距離 l における動圧 P_j を測定した結果を Fig. 3-8 に示す。この図を見ると、 $l = 6$ mmまでは P_j はほぼ一定値(≈ 60 kPa)になっており Fig. 3-7と同様の傾向が見られる。

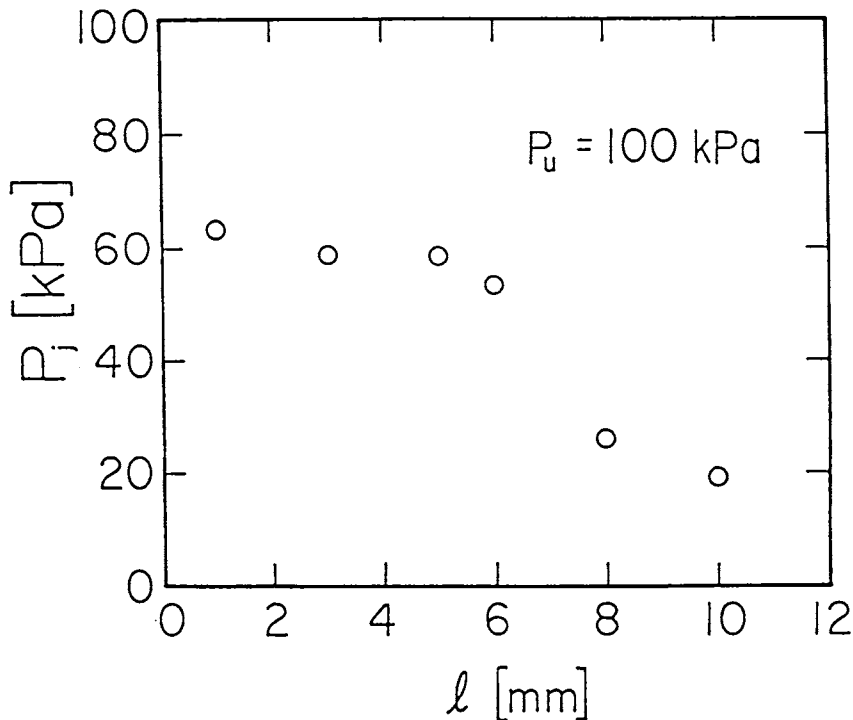


Fig. 3-8 Relationship between dynamic pressure of air jet and nozzle tip-surface separation.

以上の結果より、ノズル A を用いる場合は $l = 3 \sim 6$ mm に設定すればよいことになるが、ノズル先端の面積が比較的大きくなっている (Fig. 3-2) ために距離 l を大きくとった方がノズル噴射角度 θ をより小さい値 ($\approx 30^\circ$) まで変えられるので、 $l = 6$ mm に設定した。

ノズル B (断面積 $0.4 \times 10 \text{mm}^2$) については実験的検討を行っていないが、ノズル A の場合の結果から $l/d_n = 6 \sim 12$ に設定するのが最適であるとする $l = 2.4 \sim 4.8 \text{mm}$ となる。ノズル B の場合はノズル A と違いノズル先端が非常に細くなっているために距離 l に関係なく角度 θ を小さい値まで変えられるので、 $l = 3 \text{mm}$ に設定した。

3 - 2 - 3 ノズル噴射角度

ここでは、ノズル噴射角度が飛散率に及ぼす影響について検討する。

Fig. 3-9 は、ノズル A (断面積 $0.5 \times 5 \text{mm}^2$) を用いてノズル-表面間距離を 6mm に設定した状態で角度 θ を変化させ、 $1.1 \mu\text{m}$ の粒子が付着したウェハ表面に対して、Fig. 3-4 に示したように圧力 100kPa の 1 パルスのジェット気流を 60s 噴射し、その後同じ表面に対して 200kPa , 300kPa , 400kPa , 500kPa の 1 パルスのジェット気流をそれぞれ 60s づつ噴射して洗浄を行った場合の飛散率の測定結果である。なお、角度 θ は 30° , 60° , 90° の三つの場合について測定した。この図を見ると、角度が小さいほど飛散率が各圧力で大きくなっている傾向にあるが、データのばらつきを考慮すると角度によって顕著な差が現われているとは必ずしも言えない。角度が小さいほどジェット気流のウェハ表面に沿う速度成分が増すために粒子が飛散しやすくなると考えられたが、よどみ点から下流約 1mm までの領域では飛散率は角度によってそれほど影響されないという結果になった。しかしながら、洗浄後のウェハ表面を観察した結果、角度が小さいほうがわずかながら洗浄領域が広がっている ($\theta = 30^\circ$ と 60° の時を比較した場合、 30° の方が $0.5 \sim 0.7 \text{mm}$ 程度広い) のが確認され、また、ノズル B の場合も同じような傾向が見られた。

以上のことから、いずれのノズルの場合もノズル噴射角度 θ は 30° に設定して洗浄を行うことにした。

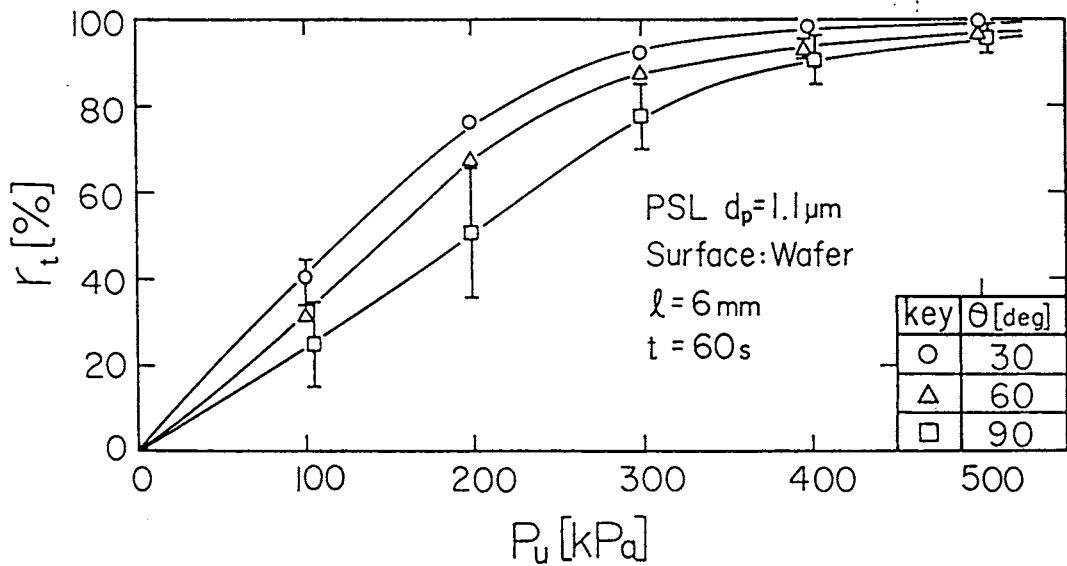


Fig.3-9 Total removal efficiency at various jet impinging angles.

3 - 2 4 ジェット噴射時間

パルスエアジェットを用いて表面洗浄を行う場合、エアジェットの噴射時間をどの程度にとるかは洗浄時間に大きく関わってくる。そこで、飛散率がジェット噴射時間によってどのように変化するかを検討した。

Fig.3-10は、噴射角度 30° 、距離6mmに設置したノズルA(断面積 $0.5 \times 5 \text{ mm}^2$)から噴射されるジェット気流により、 3.3 および $1.1 \mu\text{m}$ の粒子が除去される様子を連続的にビデオ撮影して観察した時の飛散率の経時変化を示したものである。この図を見ると、いずれの粒径および圧力 P_u の場合も粒子の飛散はジェット気流噴射直後に起こり、その後ジェット気流を当て続けても飛散率はほとんど変化せずほぼ一定になっているのがわかる。このことからウェハの洗浄を行う際にはパルスの的にジェットを噴射させ、ジェット噴射時間 t_d は1sとした。

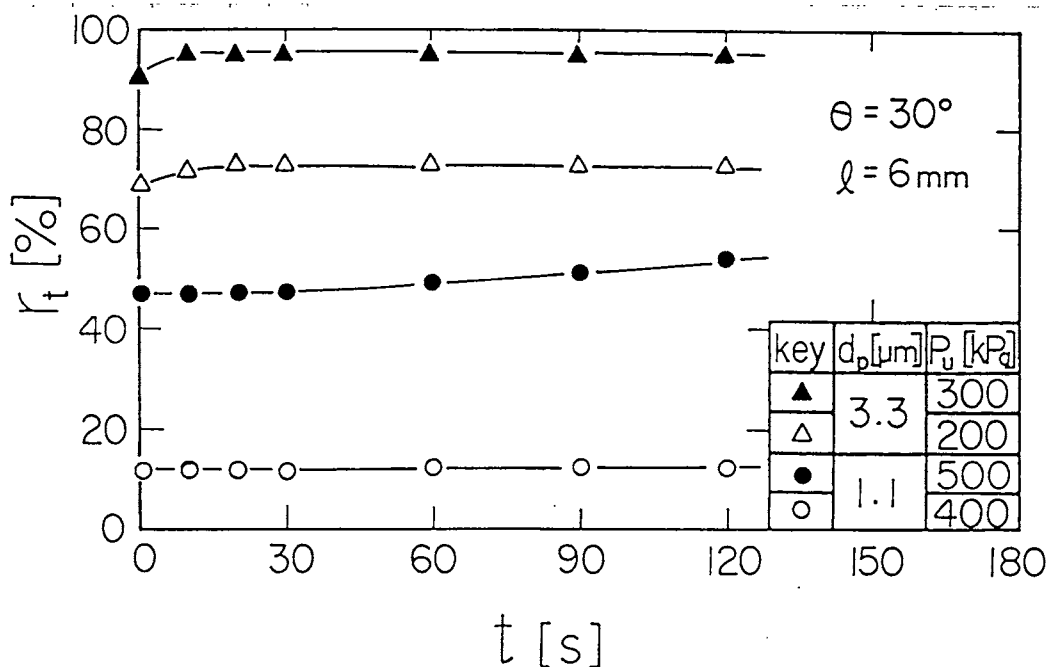


Fig.3-10 Change in total removal efficiency with exposure time to air jet.

3-2-5 ジェット休止時間

3-2-4の結果から、ジェット気流によって洗浄を行う際にはパルス的にジェットを噴射することにしたが、パルスジェットを連続的に噴射して洗浄を行う場合にはそれらの間隔(ジェット休止時間)を設定する必要がある。

粒子が付着している表面に対してジェット気流を噴射した時に飛散しなかった粒子でも、仮にそのジェット気流によって分離距離が変化したり、粒子まわりの吸着水が飛ぶなどして粒子の付着状態がジェット噴射前に比べて変化している場合には、粒子がその新たな付着状態になじんだり、あるいはもっと安定な付着状態に移行するような現象が起こっているかもしれない。したがって、仮にこのような現象が起こっている場合には、たとえ同じ圧力のパルスジェットで洗浄を行ったとしても、パルスジェットの間隔の違いによって飛散率に違いが出てくるとい

うことが起こり得るかもしれない。そこで、ジェット休止時間 t_i だけを変化させて洗浄実験を行い、 t_i が飛散率に及ぼす影響について検討した。

Fig.3-11は、ノズルB(断面積 $0.4 \times 10 \text{mm}^2$)を用いて $1.1 \mu\text{m}$ の粒子が付着した表面に対しては $P_u=300 \text{kPa}$ のジェット気流を、 $0.55 \mu\text{m}$ の粒子が付着した表面に対しては $P_u=400 \text{kPa}$ のジェット気流をそれぞれ10回噴射して洗浄を行った場合のジェット休止時間と飛散率の関係を示したものである。ジェット休止時間 t_i は3, 30, 60, 90sの四通りについて飛散率を測定したが、これらのうちの $t_i=3\text{s}$ というのは、本実験装置において、ある圧力の1パルスのジェット気流を噴射した後、電磁バルブ上流側の圧力が設定圧力に回復するまでの時間である。

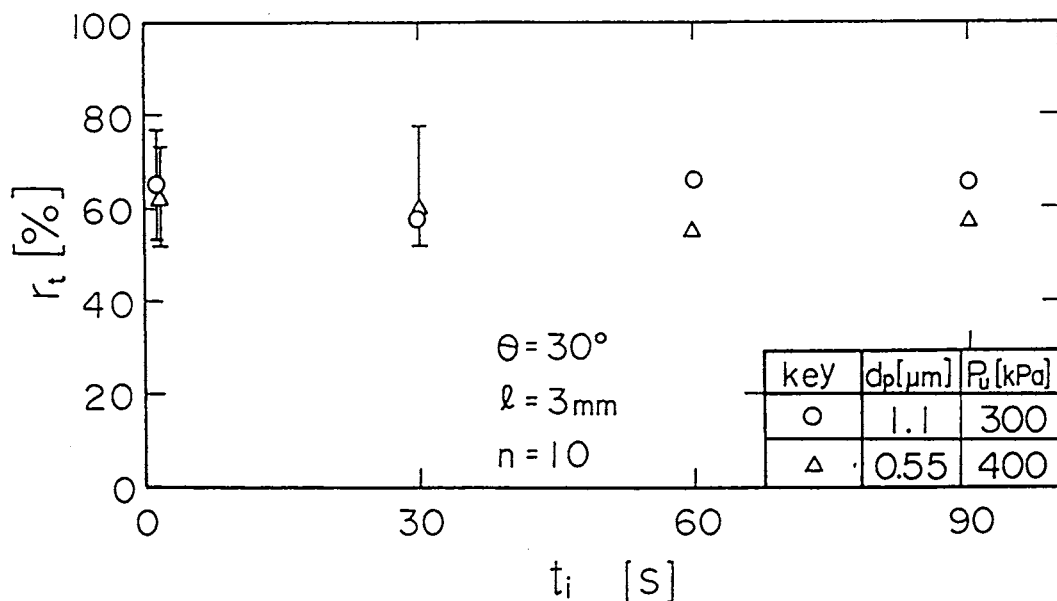


Fig.3-11 Relationship between total removal efficiency and jet interval.

この図を見ると、 $t_i = 3, 30s$ においてデータに多少ばらつきがあるものの、いずれの粒径の場合もジェット休止時間によらず飛散率はほぼ一定になっている。しかしながら、実際に洗浄を行う場合には洗浄時間がより短いほうが望ましいので、本実験でのジェット休止時間は3sに設定して洗浄を行うことにした。

3-2-6 実験条件

3-2-2~3-2-5において設定した操作条件も含めて、洗浄実験における実験条件をTable 3-2に示す。

Table 3-2 Experimental conditions.

Surface material		Silicon wafer
Particle material		Polystyrene latex (PSL)
Particle diameter	d_p [μm]	3.3, 2.0, 1.1, 0.55, 0.25
Air pressure	P_a [kPa]	100~500
Distance between surface and nozzle-tip	Q [mm]	6(Nozzle A), 3(Nozzle B)
Jet impinging angle	θ [deg]	30
Duration of air jet	t_d [s]	1.0
Jet interval	t_i [s]	3.0
Relative humidity	[%]	20~25

3-3 実験結果と考察

ここでは、3-2で設定した操作条件の下でウェハ表面の洗浄を行い、その実験結果からパルスジェットによる粒子の飛散過程と洗浄性能について検討する。

3-3-1 パルスジェットによる洗浄結果

ノズルAを用いて1.1, 0.55, 0.25 μm の粒子が付着したウエハ表面を洗浄した時の飛散率 r_i とパルス回数 n の関係をFigs.3-12, 3-13に示す。これらの図を見ると、いずれの粒径の場合もジェット気流噴射回数が増すにつれて飛散率は増加しており、断続的にジェット気流を噴射する効果が大きいことがわかる。また、粒径および圧力 P_0 が大きいほどパルス回数による r_i の増加率は大きくなっている。さらに、粒径の飛散率に及ぼす影響について見ると、0.25 μm の場合(Fig.3-13)は $P_0=500\text{kPa}$ のパルスジェットを100回噴射しても飛散率は90%弱までしか上がっておらず完全に除去できていないが、Fig.3-12に示すように、1.1 μm の粒子であれば $P_0=500\text{kPa}$ のパルスジェットを約10回噴射すればほぼ完全に除去でき、0.55 μm の粒子であれば $P_0=500\text{kPa}$ のパルスジェットを約10~15回噴射すればほぼ完全に除去できている。0.25 μm についてはさらに圧力 P_0 あるいはパルス回数 n を増せば完全に除去できると考えられるが、本実験装置では耐久性の面でさらに圧力を上げることは難しく、また、むやみにパルス回数を増すのも洗浄時間のことを考えると必ずしも好ましいことではない。

Fig.3-12において縦軸の r_i はパルス n 回目までの積算の飛散率のことであるが、この図より1.1 μm と0.55 μm についてパルス n 回目から $(n+1)$ 回目までの1パルスごとの飛散率 r_0 を求め、パルス回数に対してプロットしたものをFig.3-14に示す。この図を見ると、データにばらつきはあるものの、いずれの粒径と圧力においても1パルスごとの飛散率 r_0 はパルス回数によらずほぼ一定(1.1 μm , 500kPaでは33.7%; 0.55 μm , 500kPaでは25.2%; 1.1 μm , 400kPaでは22.2%; 0.55 μm , 400kPaでは9.4%)になっているのがわかる。このことから、パルスジェットによって起こる粒子の飛散はパルス回数に関係なくほぼ同じ割合で起こっていると考えられる。

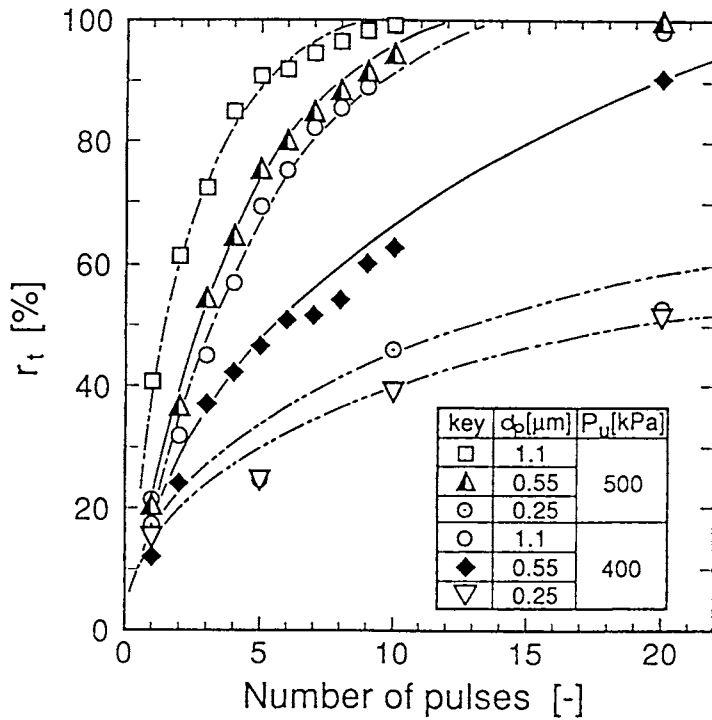


Fig.3-12 Total removal efficiency as a function of number of pulse jets ($n=0\sim 20$).

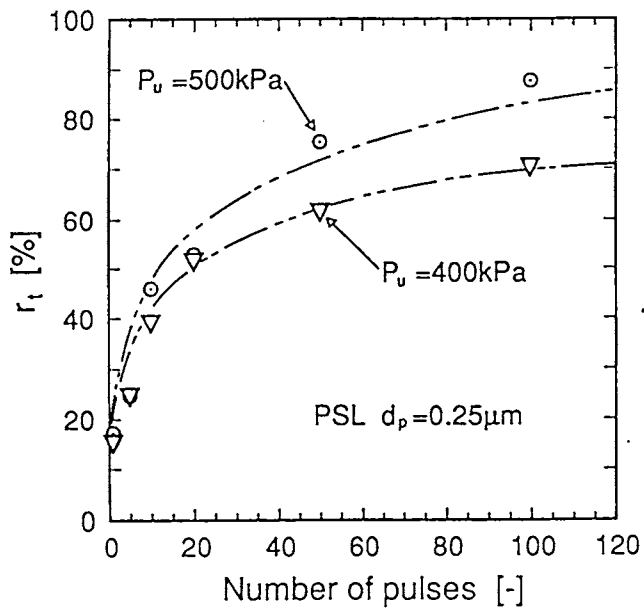


Fig.3-13 Total removal efficiencies as a function of number of pulse jets

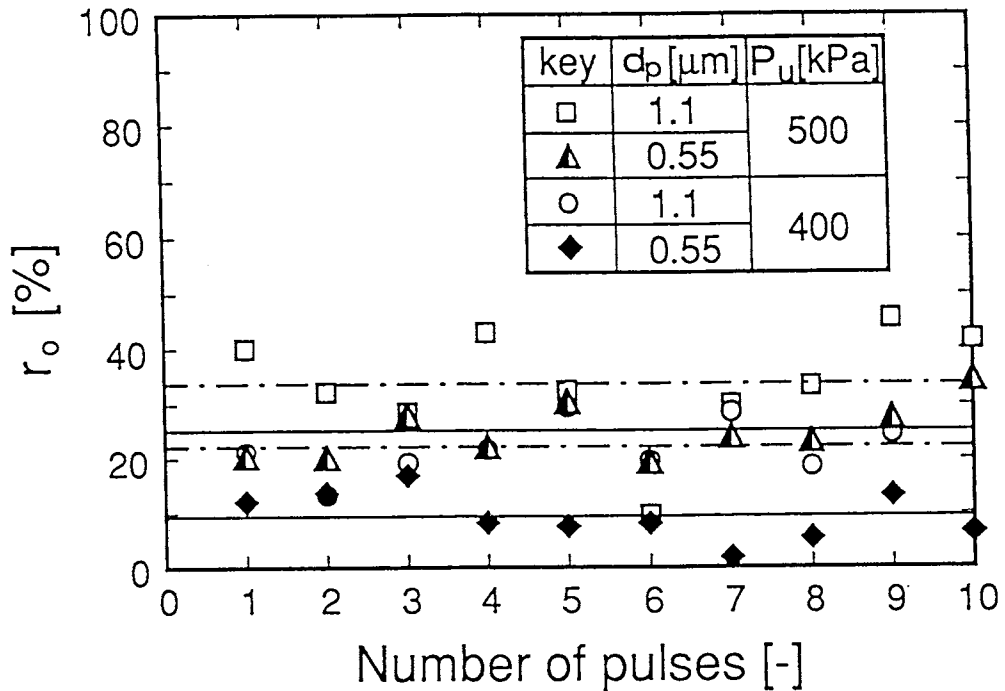


Fig.3-14 Change in removal efficiency by a pulse jet with number of pulses.

表面に粒子が付着している場合、粒子まわりの吸着水や安定剤などの影響でその付着力には幅広い分布があると思われるが、パルスジェットによって飛散してしまう粒子というのは、その付着力がジェット気流が粒子に及ぼす抗力よりも小さいものであると考えられるので、1回目のパルスジェットで飛散しない粒子が存在する場合には同じ圧力のパルスジェットをもう一度当ててもその粒子は飛散しないはずである。しかしながら、先ほど述べたように、Fig.3-14を見ると、2回目のパルスジェット以降も飛散は起こっており、しかもほぼ同じ割合で起こっているとみなせる。このことは、2回目以降のパルスジェットを受けて飛散する粒子は前回のパルスジェットを受けた時に、もう一度同じ圧力のパルスジェットを受ければ飛散するような付着状態に変わったためであり、さらに、パルス回数に関係なくほぼ同じ割合で飛散が起こっていることから、その付着状態の

変わり方は付着力が強くなる粒子もあれば、弱くなる粒子もあるというようなランダムなものであると考えられる。つまり、パルスジェットによって起こる粒子の飛散現象は確率的な過程を含んでいると言える。

前にも述べたように、粒子-表面間の付着力に分布が生じる要因としては粒子まわりの吸着水や安定剤の他に、粒子や表面における粗度のばらつき、表面の汚れ、静電気および雰囲気湿度などが考えられるが、これらの因子をできるだけ排除しても付着力の分布は見られるという報告もある¹⁸⁾。つまり、これらの因子がパルスジェットによって生じる粒子の付着状態の変化にも影響して確率的な要素を与えているのではないかと思われる。

ここで、この1パルスごとの飛散率 r_0 が一定であると考えると、積算の飛散率 r_n は公比 $(1-r_0)$ の等比数列の和として次式で与えられる。

$$\begin{aligned} r_n &= r_0 + (1-r_0)r_0 + (1-r_0)^2r_0 + \cdots + (1-r_0)^{n-1}r_0 \\ &= 1 - (1-r_0)^n \end{aligned} \quad (3-3)$$

Eq.(3-3)を次式のように変形し、 $1-r_n$ を n に対して片対数紙上にプロットしたものをFig.3-15に示す。

$$\ln(1-r_n) = n \cdot \ln(1-r_0) \quad (3-4)$$

Fig.3-15を見ると、いずれの粒径および圧力においてもEq.(3-3)の関係が成立しており、このことから1パルスの飛散率が粒径、ジェット噴射条件の関数として求めることができれば、パルスジェット噴射回数による洗浄の程度を推定できると言える。

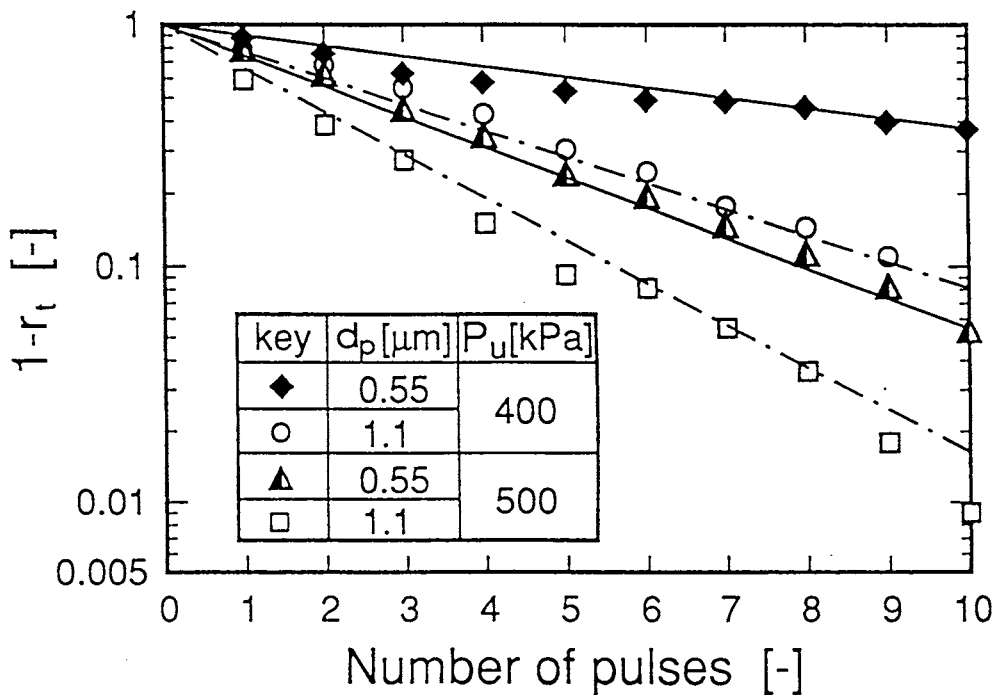


Fig.3-15 Relationship between $1-r_t$ and number of pulses.

3-3-2 粒子飛散に及ぼすパルスジェットの効果

パルスジェットによって粒子を飛散させる場合において、パルスジェットのどのような特性により飛散率が決定されているかについて検討した。

まず、その特性の一つとして、次式で与えられる粒径 d_p の球形粒子の投影面積に流入する単位時間当たりのジェット気流の運動量 F_m を取り上げた。

$$F_m = (\pi d_p^2 / 4) \cdot (\rho_r u_j^2 / 2) \quad (3-5)$$

ここで、ジェット気流の密度 ρ_r はジェット気流が大気圧よりも加圧された状態の流体であるため、その算出には次式で与えられる Virial 状態方程式 (右辺は第二項までで近似) を用いた。

$$Pv/R_g T = 1 + B/v \quad (3-6)$$

これより比容 $v (v > 0)$ を求めると次式のようになる。

$$v = RT \{ 1 + (1 + 4PB/RT)^{1/2} \} / 2P \quad (3-7)$$

ここで、 B は第 2 virial 係数である。したがって、空気 (組成: N_2 80%, O_2 20%; 平均分子量 = 28.8 g/mol) の第 2 virial 係数 $B_{A_i,r}$ が求まれば Eq. (3-7) より空気の比容が算出でき、これよりジェット気流の密度 ρ_r を求めることができる。以下にその算出方法を述べる。

無極性分子の第 2 virial 係数 $B_{i,i}$ については次式のような Pitzer Curl の推算式がある。

$$B_{i,i} P_{c,i} / RT_{c,i} = F^{(0)}(T_r) + \omega_i F^{(1)}(T_r) \quad (3-8)$$

ここで、 $F^{(0)}(T_r)$, $F^{(1)}(T_r)$ は次の Eq. (3-9) および Eq. (3-10) で与えられる対臨界温度 $T_r (= T/T_c)$ の関数式であり、また、 ω_i は Eq. (3-11) で定義される偏心係数である。

$$F^{(0)}(T_r) = 0.1445 - 0.330/T_r - 0.1385/T_r^2 - 0.0121/T_r^3 \quad (3-9)$$

$$F^{(1)}(T_r) = 0.073 + 0.46/T_r - 0.50/T_r^2 - 0.097/T_r^3 - 0.0073/T_r^8 \quad (3-10)$$

$$\omega_i \equiv -\log(P_i^s/P_{c,i})_{T_r=0.7} - 1.00 \quad (3-11)$$

ただし、 P_i^* は蒸気圧、 $(P_i^*/P_{c,i})_{T_r=0.7}$ は $T_r=0.7$ における対臨界蒸気圧である。Eqs. (3-8)~(3-11)より $B_{i,i}$ は臨界温度 $T_{c,i}$ 、臨界圧力 $P_{c,i}$ および蒸気圧から求められることになる。さらに、異種分子間相互作用による第2 virial係数 $B_{i,j}$ ($i \neq j$)を求めるには、次式で与えられる $T_{c,i,j}$ 、 $P_{c,i,j}$ 、 $\omega_{i,j}$ をそれぞれEqs. (3-8)~(3-11)での $T_{c,i}$ 、 $P_{c,i}$ 、 ω_i のかわりに用いればよい。

$$T_{c,i,j} = (T_{c,i} T_{c,j}) \quad (3-12)$$

$$P_{c,i,j} = 4T_{c,i,j} (P_{c,i} v_{c,i}/T_{c,i} + P_{c,j} v_{c,j}/T_{c,j}) / (v_{c,i}^{1/3} + v_{c,j}^{1/3})^3 \quad (3-13)$$

$$\omega_{i,j} = (\omega_i + \omega_j)/2 \quad (3-14)$$

ここで、 $v_{c,i}$ 、 $v_{c,j}$ は純気体 i 、 j の臨界比容である。そして、2成分 i 、 j から成る混合気体(モル分率： x_i 、 x_j)の第2 virial係数は次式より求められる。

$$B = \sum_i \sum_j x_i x_j B_{i,j} \quad (3-15)$$

したがって、Table 3-3に示した N_2 、 O_2 の臨界定数および偏心係数を用いれば、Eqs. (3-8)~(3-15)から $B_{A,i,r}$ が求まる。この $B_{A,i,r}$ をEq. (3-8)に代入して空気の比容を求め、それと空気の平均分子量(=28.8)から算出したジェット気流の密度 ρ_r を、ジェット気流の圧力 P_r に対してプロットしたものがFig. 3-16である。

また、Eq. (3-5)においてジェット気流速度 u_j はジェット気流がノズル先端から出てウェハ表面に衝突するまで一様であると仮定して、Table 3-1に示した値を用いた。

まず、Eq. (3-5)で与えられるジェット気流の運動量 F_m と実験データとの相関を調べた。Fig. 3-17に、ノズルAからの1パル

Table 3-3 Critical constants and acentric factors.

Compound	T_c [K]	P_c [atm]	v_c [cm ³ /gmol]	ω [-]
Nitrogen	126.2	33.5	89.5	0.040
Oxygen	154.6	49.8	73.4	0.021

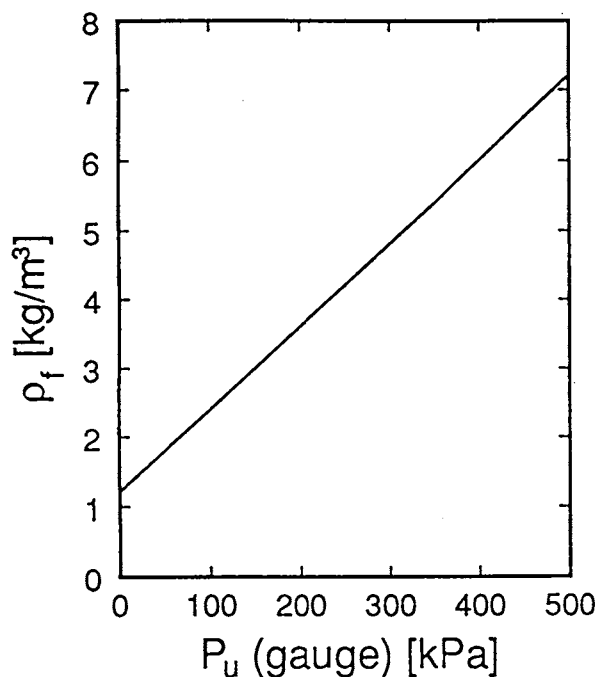


Fig.3-16 Influence of air pressure on air density.

スのジェット気流によって3.3, 2.0, 1.1, 0.55 μ mの粒子が付着したウェハ表面を洗浄した時の1パルスの飛散率 r を、その時の運動量 F_m に対してプロットしたものを示す。同じ d_p のデータについて見ると F_m に対して正の相関が認められるが、粒径が異なると F_m のみで r が決定されているとは言い難い。この原因としては、 F_m の計算においてノズル先端から出てウェハ表面に衝突するまで一様であると仮定したジェット気流に、実際にはウェハ表面に衝突するまでの間に速度分布や密度分布があるこ

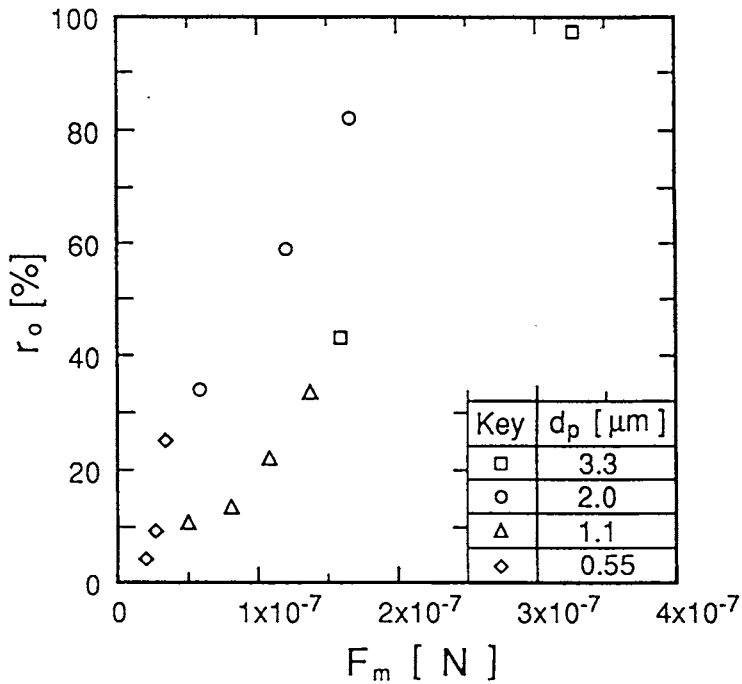


Fig.3-17 Removal efficiency by a pulse jet r_o as a function of kinetic energy F_m .

とが考えられたが、Figs.3-7,3-8の結果(3-2-2 ノズル-表面間距離)を考慮すると、ノズル先端-ウェハ表面間でそのような分布が存在するとは考えにくい。このように相関が認められなかったのは、むしろ、Eq.(3-5)で与えた F_m 自体に問題があるのではないかと思われる。つまり、この F_m というのは定常なジェット気流についての話であり、ジェット噴射直後に飛散が起こっていることを考慮すると、むしろジェット気流を噴射した瞬間に生じる圧力波の立ち上がりによって飛散が起こっていると考えたほうが妥当と思われる。

そこで、この立ち上がりの効果を実験的に調べるために、パルス的に $P_u=500\text{kPa}$ のジェット気流を噴射する方法のほかに、電磁バルブを開いたままでエアレギュレーターによって圧力を500kPaまで徐々に上げていく($\approx 10\text{kPa/s}$)ことにより発生させ

たジェット気流を用いて洗浄を行った。なお、いずれの場合もノズル A を用いて 1.1 および $0.55\ \mu\text{m}$ の粒子が付着したウェハを洗浄した。こうして得られた飛散率の測定結果を Table 3-4 に示す。この表を見ると、いずれの粒径の場合もパルス的にジェット気流を噴射した方が飛散率が大きくなっており、このことから、確かにパルスジェットによる圧力波の立ち上がりが粒子の飛散に影響していると考えられる。

Table 3-4 Comparison between removal efficiency by pulse air jet and that by air jet with gradual velocity increase.

d_p [μm]	Removal efficiency [%]	
	Pulse air jet	Air jet
1.1	33.7	17.8
0.55	25.2	9.1

この圧力波の立ち上がりが粒子の飛散に影響しているということになると、さらに粒子の飛散を促進するにはこの立ち上がりをできるだけ急峻にすることが重要になってくる。このためにはパルスジェットが、電磁バルブを開いた瞬間に発生した圧力波の立ち上がりの波形に近い状態で噴射されることが要求されるが、この立ち上がりの波形に影響を及ぼすものの一つとしてノズルの内部構造が考えられる。3-1-2で述べたように、本研究で用いた二つのノズル(ノズル A, ノズル B)は内部構造が大きく異なっている (Fig. 3-2)。そこで、ノズル A を用いた時の洗浄と同じ条件で、ノズル B を用いて洗浄実験を行い、それらの結果を比較した。Table 3-5 はノズル A とノズル B から噴射される $P_0 = 500\text{kPa}$ のパルスジェットによって 1.1 および $0.55\ \mu\text{m}$ の粒子が付着したウェハの洗浄を行った時の 1 パルスごとの飛散率 r_0 の測定結果を示したものである。

Table 3-5 Influence of nozzle configuration on removal efficiency ($P_0=500\text{kPa}$, $n=10$).

d_p [μm]	Removal efficiency r . [%]	
	Nozzle A	Nozzle B
1.1	33.7	26.2
0.55	25.2	14.1

この表を見ると、いずれの粒径の場合もノズルBの方の飛散率が小さくなっているのが分かる。Table 3-1で示したようにノズルBからのジェット気流の方が気流速度が速いことを考えると、ノズルBを用いて洗浄を行った方が1パルスごとの飛散率は大きくなると思われたが、実験結果はそれとは逆であった。つまり、このことからパルスジェットによる洗浄効果は、ジェット気流による運動エネルギーの効果よりもジェット気流が噴射された瞬間の圧力波の立ち上がりの効果の方が支配的であると考えられる。ただし、Fig. 3-2から分かるように、管路の急激な縮小を経た後に噴出されるパルスジェットの方が、喉部までスムーズに導かれた後に噴出されるパルスジェットよりも圧力波の立ち上がりが急峻になっているかどうかは今のところはまだ明らかになっていないが、Table 3-5に示した結果から考えて、実際にそのようなことになっている可能性は十分にあると思われる。

いずれにしても、以上のことからパルスジェットの圧力波の立ち上がりが粒子の飛散を起こす重要なファクターになっていることが分かったので、実際にパルスジェットの圧力波の立ち上がりを測定できれば、それを用いて飛散率の実験データを相関できるものと思われる。

3-4 洗浄装置への応用

ここでは、本研究で得られた知見を基にして、パルスエアジェットを用いた表面洗浄法を実際の洗浄装置に応用する場合の最適な装置特性および問題点について考察する。

まず、その装置特性としては3-3-2でも述べたように、ノズルの内部構造が挙げられる。どのような構造のものが最適かは定かではないが、パルスジェットがノズルに送り込まれた時の圧力波の波形を保持したままノズルから噴出され、しかも、エアジェットが表面に衝突した際の圧力波の立ち上がりができるだけ急峻であるような構造が望ましい。Fig.3-2に示した内部構造が異なる二つのノズルを用いて洗浄を行った結果、パルスジェットが管路の急激な縮小を経た後に噴出される構造のもの(ノズルA)の方が、喉部までスムーズに導かれた後に噴出される構造のもの(ノズルB)よりも性能がよいという結果が得られたことは3-3-2で示した。本研究では、これら二つのノズルの他にも、Fig.3-18に示すような構造の異なったアクリル製ノズルを製作し、それらを用いて洗浄を行った。(a)のノズルは喉部の有無の影響を調べるためにノズルに喉部を設けなかったもの、(b)のノズルは喉部の長さの影響を調べるためにその長さを2mmにしたもの、(c)のノズルはノズル先端の面積の影響を調べるために内部構造は(a)と同じでノズル先端の面積を大きくしたものである。ただし、(c)のノズルは内部構造の影響を見るといっても、ノズルを噴射角度90°に設置してパルスジェットを噴射することでそのノズル先端面がジェットの噴射状態を変化させ、粒子飛散に影響を与えるかどうかを調べようとしたものである。そして、これらのノズルを用いて同じ操作条件で洗浄を行ったが、ノズルAよりもこれらのノズルの方が性能が悪いという結果になった。そこで、この原因を調べるための一つの手段として、煙を用いて(a)のノズルから噴出する気流の様子を観察した結果、Fig.3-3に示したノズルAから噴出す

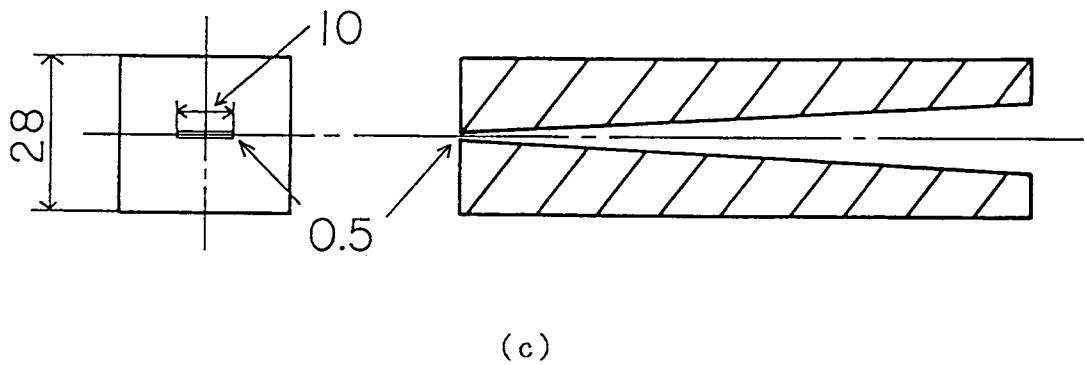
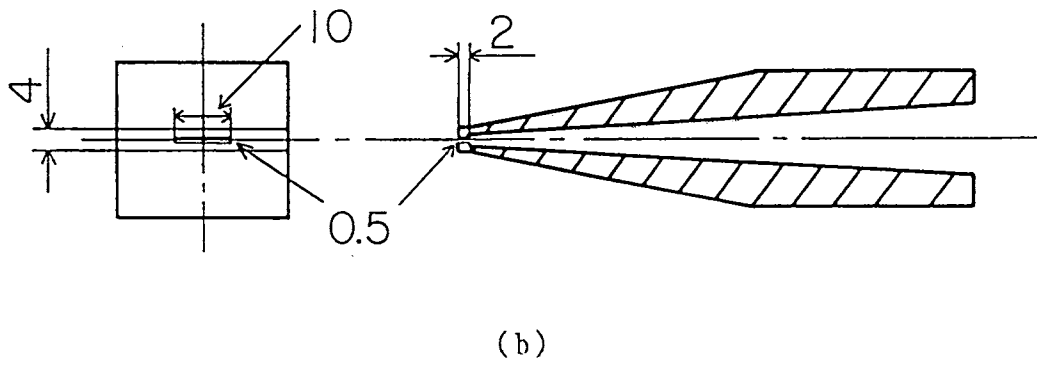
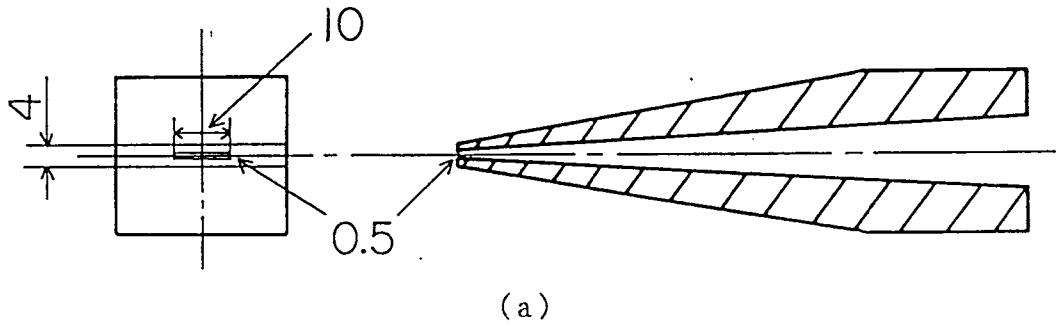


Fig.3-18 Schematic diagrams of jet nozzles.

る気流の可視化写真と比較して、喉部のない(a)のノズルから噴射される気流の方がフラットな噴流部分が短く、噴流の拡がり大きい様子が観察された。このような噴出状態の違いが圧力波の立ち上がりの違いの直接の原因になっているかどうかは明らかではないが、いずれにしても、ノズルの内部構造についてはある程度の長さの喉部が必要であるということが言える。また、(c)のノズルを用いた結果から、ノズル先端面も粒子の飛散には特に影響しないことが分かった。

その他の装置特性としては電磁バルブからノズルまでの配管系が考えられる。当然のことながら、電磁バルブを開いた瞬間に発生した圧力波が極力緩衝されないような構造になっているものが望ましい。また、本実験装置ではフィルターおよび電磁バルブの耐久性の面で圧力を500kPa以上に上げることができなかったが、これらの装置を含めた洗浄プロセスに耐圧性の高いものを用いればさらに圧力を上げることも可能である。

次に、パルスジェットを用いた表面洗浄法を実際の洗浄装置に応用する場合の問題点についてであるが、以下に重要なものをいくつか挙げる。

- (1) ジェット気流として用いる空気やガスの完全清浄化およびその供給システムにおける配管内の清浄化
- (2) 飛散した粒子の洗浄対象物への再付着の防止および飛散粒子の回収
- (3) 洗浄時間の短縮

(1)に関連して、本研究の場合はコンプレッサーからの圧縮空気がカートリッジ式メンブレンフィルター(孔径 $0.22\mu\text{m}$,有効ろ過面積 0.50m^2)と電磁バルブを通った後にノズルから噴出されているが、CNC(Condensation Nucleus Counter)を用いてこ

の時のジェット気流の粒子濃度を測定したところ $P_0 = 400 \text{ kPa}$ で 0.44 cm^{-3} であった。この粒子がフィルターで捕集されなかったものなのか、あるいはフィルター以降の配管内で発塵したものなのかは定かではないが、フィルターを複数にするなどの措置をすれば、本研究においてもジェット気流を完全に清浄化することが可能であると思われる。

次に(2)に関しては、本研究では汚染表面の洗浄ということを目的として研究を進めたので、特に洗浄によって飛散した粒子を観察したり、飛散粒子を回収することはしなかった。しかしながら、この飛散粒子は明らかに新たな汚染源となるので、これを回収することはパルスジェットによる洗浄法にとっては重要な課題である。

次に(3)に関しては、本研究での洗浄実験の際にはウェハとノズルは常に固定して洗浄を行ったが、実際に一枚のウェハを洗浄するとなるとノズルをウェハ上でスキャンさせる必要があり、そうなると一枚のウェハの洗浄を完了するのに要する時間が問題となってくる。この洗浄時間を短縮する手段としてはジェット気流による圧力波の立ち上がりをできるだけ急峻にすることはもちろんのこと、ノズルの気流噴出断面積を大きくして1パルスのエアジェットで洗浄できる領域を増やすなどの工夫が必要である。

- (5) 管路内で気流に急激な速度変動があれば、定常流では飛散しない粒子でも飛散し、粒径の小さいものほど速度変動の影響を受けやすい。したがって、この飛散現象を積極的に利用すれば付着粒子を除去するという目的に用いることができると考えられる。

ジェット気流による表面の乾式洗浄について

- (1) 1パルスのジェット気流による粒子の飛散は気流を噴射した瞬間に起こり、その後の噴射時間にはほとんど影響を受けない。
- (2) ジェット気流による表面洗浄では、粒径に関係なく断続的にパルスジェットを噴射する効果が大きく、パルスジェットの噴射を繰り返せば $0.25\mu\text{m}$ とかなり小さい粒子でも完全に除去できる可能性がある。
- (3) パルスジェットの繰り返しによる表面洗浄では、1回のパルスジェットによって起こる粒子の飛散はパルス回数に関係なくほぼ同じ割合で起こる。この場合の飛散現象には確率的な要素が含まれるが、1パルスごとの飛散率を粒径、ジェット噴射条件の関数として求めることができれば、パルスジェット噴射回数による洗浄の程度を予測できる。
- (4) パルスジェットによる表面洗浄において粒子を飛散させる要因としては、ジェット気流を噴射した瞬間に生じる圧力波の立ち上がりによる効果が大きく、この圧力波の立ち上がりの波形は用いるジェットノズルの内部構造によって影響される。また、ノズルの内部構造についてはある程度の長さの喉部が備わっているものの方が洗浄性能がよい。

結論

本研究では、壁面からの粒子飛散による発塵機構を解明するために、管壁に付着したミクロンオーダー粒子を気流により飛散させる実験を行った。そして、この粒子の飛散現象を積極的に利用して表面に付着したサブミクロンオーダー粒子の乾式洗浄技術を開発するために、矩形ノズルから噴射されるエアジェットにより付着粒子を除去する実験を行い、粒子飛散に及ぼすファクターや洗浄性能について検討した。以下に、得られた知見を述べる。

気流による管壁付着粒子の飛散について

- (1) 滑らかな壁面に付着した粒子が一定流速の気流により飛散する場合、気流がその流速に達するまで、あるいは達した直後に飛散する粒子がほとんどであるが、流速が一定になった後も微量の粒子飛散が続く。この長期的な粒子飛散は乱流バーストや壁面の形状に起因する乱れによるものと思われる。
- (2) 平衡帯電粒子が誘電体であるアクリル原板上に付着している場合、その静電気的な効果よりも壁面の表面粗さによる効果の方が粒子飛散に及ぼす影響が大きい。
- (3) 一般に、凝集粒子は単一粒子に比べて飛散しやすい。しかしながら、数個の粒子からなる凝集粒子では、それを構成する各粒子がそれぞれ壁面と接触して安定化するために、単一粒子に比べて極端に低い流速で飛散してしまうことはない。
- (4) 壁面上の凸部のように乱流中心部の乱れを受けやすい場所に付着した粒子では、平滑な壁面上に付着した粒子に比べて通気時間による飛散率の変化が大きい。

Nomenclature

A	: Hamaker constant	[J]
A _s	: cross section area of nozzle	[m ²]
B	: second virial coefficient	[-]
C _D	: drag coefficient	[-]
c	: measure of mechanical properties of the particle-surface system	[N/m ²]
d _f	: fiber diameter	[m]
d _p	: particle diameter	[m]
d _n	: diameter of nozzle	[m]
F _{ad}	: adhesion force	[N]
F _c	: capillary force	[N]
F _{cr}	: critical external force	[N]
F _{el}	: adhesion force due to electrostatic effect	[N]
F _{ext}	: external force	[N]
F _r	: aerodynamic drag force	[N]
F _{im}	: image force	[N]
F _{lv}	: force caused by surface tension	[N]
F _m	: kinetic energy	[N]
F _p	: force caused by capillary pressure	[N]
F _v	: adhesion force due to van der Waals force	[N]
F*	: dimensionless force parameter	[-]
f	: friction factor	[-]
k	: ratio of specific heats	[-]
k _p	: mechanical constant of particle	[m ² /N]
k _s	: mechanical constant of surface	[m ² /N]
Q	: distance between surface and nozzle tip	[m]
m	: ratio of particle diameter	[-]
N	: number of particles reentrained	[-]

N_0	: initial number of particles	[-]
N_r	: number of particles remained	[]
n	: number of pulse jets	[-]
$n(t)$: number concentration of particles reentrained	[m ⁻³]
P	: pressure	[Pa]
P_c	: critical pressure	[Pa]
P_j	: dynamic pressure of air jet	[Pa]
P^*	: vapor pressure	[Pa]
P_u	: air pressure at nozzle	[Pa]
Q	: volumetric flow rate	[m ³ /s]
q	: particle charge	[c]
R_k	: universal gas constant	[J/Kmole]
Re	: Reynolds number	[]
R	: radius of particle	[m]
r_c	: radius of contact area	[m]
r_o	: removal efficiency of by a pulse jets	[%]
r_t	: total removal efficiency	[%]
T	: absolute temperature	[K]
T_c	: critical temperature	[K]
T_d	: decay constant	[-]
T_r	: reduced temperature	[-]
t	: exposure time	[s]
t_d	: duration of air jet	[s]
t_i	: jet interval	[s]
\bar{u}	: average air velocity in test duct	[m/s]
\bar{u}_{50}	: average air velocity in test duct at removal efficiency of 50%	[m/s]
u_j	: jet velocity	[m/s]
u_u	: approach air velocity to center of particle	[m/s]

u^*	: friction velocity	[m/s]
V_c	: contact potential difference	[V]
v	: volume	[m ³]
v_c	: critical volume	[m ³ /mole]
W	: width of observed area	[m]
X	: distance from stagnation point	[m]
x	: molar fraction	[-]
y	: height from surface	[m]
Z_0	: separation distance	[m]
α	: deformation	[-]
β	: half central angle of liquid bridge	[deg]
γ_c	: critical pressure ratio	[-]
γ_{lv}	: surface tension of liquid	[N/m]
δ	: contact angle	[deg]
ϵ	: dielectric constant	[-]
ϵ_0	: permittivity of free space	[F/m]
θ	: jet impinging angle	[deg]
θ_f	: force angle	[deg]
μ	: static coefficient of friction	[]
ν_f	: kinematic viscosity of air	[m ² /s]
ρ_f	: density of air	[kg/m ³]
σ	: adhesion energy per unit interface area	[J/m ²]
ϕ	: position angle	[deg]
ω	: acentric factor	[-]

subscripts

min	: minimum
p	: particle
ps	: particle-surface system

s : surface
i : compound i
j : compound j

References

- 1) Bowling, R.A. : J. Electrochem. Soc., Solid-State Sci. Technol., 2208 2214 (1985)
- 2) Corn, M. : "In Aerosol Science", Academic Press, London, Chap. XI. (1966)
- 3) Dahneke, B. : J. Colloid Interface Sci., 40, 1 13 (1972)
- 4) Donoban, R.P. : "Particle Control for Semiconductor Manufacturing", (1990)
- 5) Fisher, R.A. : J. Agric. Sci., 16, 492-505 (1926)
- 6) Gregory, J. : J. Colloid Interface Sci., 83, 138-145 (1981)
- 7) Hamaker, H.C. : Physica, 4, 1058-1072 (1937)
- 8) Iinoya, K. and H. Muramoto : Zairyou, 16, 352-357 (1967)
- 9) Johnson, K.L., K. Kendall and A.D. Roberts : Proc. R. Soc. Lond. A, 324, 301-313 (1971)
- 10) Kern, W. and Puotinen, D.A. : RCA Review, 31, 187, (1970)
- 11) Pietsch, W. and H. Rumpf : Chem. Ing. Tech., 39, 885 893 (1967)
- 12) Rosenfeld, J.I. and D.T. Wasan : J. Colloid Interface Sci., 47, 27 (1974)
- 13) Ryuta, J., E. Morita, T. Tanaka and Y. Shimanuki : Japanese J. Appl. Phys., 29, L1947-1949 (1990)
- 14) Visser, J. : Advan. Colloid Interface Sci., 3, 331-363 (1972)
- 15) Wang, H.C. : Aerosol Sci. and Tech., 13, 386-393 (1990)

- 16) Watanabe, M. et al. : Hitachi Hyouron, 71, 394-399
(1989)
- 17) Wen, H.Y. and G. Kasper : J. Aerosol Sci., 20,
483-498 (1989)
- 18) Zimon, A.D. : "Adhesion of Dust and Powder",
2nd ed., Plenum Press, New York (1980)