

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 4 月 30 日現在

機関番号：87104

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24760153

研究課題名(和文) マイクロアイスジェット洗浄ノズルにおける氷生成率の制御

研究課題名(英文) The removal tests for organic chemical film by micro ice jets

研究代表者

周善寺 清隆 (Shuzenji, Kiyotaka)

福岡県工業技術センター・機械電子研究所・研究員

研究者番号：00416504

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：半導体製造工程におけるレジスト剥離へのマイクロアイスジェットの適用を検討するために、圧縮空気圧力が1.4MPaにおける膜剥離性能を評価し、ノズル出口における粒子の速度について位相レーザドップラー分析計により調べた。レーザプリンタの感光体膜を対象として、スロートからノズル出口までの長さLが150～300mmの範囲において剥離試験を実施したところ、L=250mmにおいて穴深さは最大となった。一方で、ノズル出口での粒子の速度はL=200mmで最大となった。本研究結果より、マイクロアイスジェットの剥離性能は粒子速度と氷生成率が強く影響し、ノズル長さにより主に制御できることが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：As a clean technique, micro ice jets generated from air and water used by the Laval nozzle were utilized in the semiconductor manufacturing process. The removal tests for the organic chemical film were conducted in order to investigate the peeling performance of micro ice jets operated at the air total pressure of 1.4MPa in combination with the measurement of the particle velocity by a phase Doppler particle analyzer. As the results, the depth of the shape peeled by micro ice jets was the longest at the nozzle length L of 250mm, although the particle velocity at the center of the nozzle exit was the largest at L=200mm. These results indicate that the removal performance of micro ice jets was strongly affected by the both the particle velocity and the production amount of ice.

研究分野：熱流体

キーワード：超音速 ノズル 氷核生成 洗浄 剥離 レジスト

### 1. 研究開始当初の背景

半導体、精密機械部品の製造プロセスにおいて洗浄工程は不可欠であり、パターンニングの微細化、MEMS に代表される三次元化により、微細かつ複雑形状に付着した粒子状及びフィルム状の汚れを除去可能な洗浄方法の開発が切望されている。また、オゾン層破壊や地球温暖化などの環境問題に配慮した低環境負荷の洗浄方法であることが前提であり、薬液を使用しない洗浄方法であることが望ましい。近年、環境負荷が少なく洗浄効果が高い洗浄媒体として「水」を利用したアイスブラスト洗浄が開発された。液体窒素を冷媒として微小な氷粒子を作成し高速で噴射する洗浄方法であり、ウェアの洗浄に対して非常に優れた洗浄力が確認されている。しかし、洗浄力が高い一方、液体窒素を連続的に使用することによるランニングコストの増大が問題となり現在ではほとんど使用されていない状況にある。

そこで研究者は、液体窒素等の特別な冷媒を使用せず、ラバルノズルを用いて圧縮空気と水から微小な過冷却水滴および氷粒子を生成し、超音速で噴射可能なマイクロアイスジェット洗浄技術を開発した。マイクロアイスジェットを噴射することで、ガラス基板の深さと幅がそれぞれ  $1\mu\text{m}$  の微細な溝に付着させた  $100\text{nm}$  の模擬汚染粒子を完全に除去することができた。本洗浄方法は最近実用化され、半導体の後工程や精密機械部品の洗浄に利用されている。一方で、レジストなどの有機膜の剥離に応用展開を試みたが、剥離速度が遅く、性能向上が求められている。

### 2. 研究の目的

マイクロアイスジェットの有機膜剥離性能を向上させるためには、ノズル出口における噴霧速度および氷生成率を向上させる必要がある。そこで本研究では、ノズルに供給する圧縮空気の圧力を従来の  $0.6\text{MPa}$  から中圧コンプレッサで使用可能な  $1.4\text{MPa}$  へ増加させ、本圧力に対応したノズルを設計、試作した。試作したノズルを用いて、有機膜の剥離性能を評価し、ノズル出口における粒子速度を位相レーザドップラー粒子分析計を用いて測定した。

### 3. 研究の方法

図1にマイクロアイスジェットノズルの出口における粒径および速度を計測するための実験装置を示す。コンプレッサにより圧縮された空気は、冷凍式エアドライヤにより除湿されタンクに貯気される。圧縮空気の供給圧力は減圧弁により設定圧力に調整され、バルブを開放することにより圧縮空気はノズルに導入される。位相レーザドップラー粒子分析計 (PDA) は Dantec 社製高濃度対応 HiDencePDA システムを使用した。本分析計では、粒径と二方向の速度を非接触で同時計測が可能であり、測定体積が非常に小さいため空間分解能が高い。また、測定対象が水滴、

氷粒子、いずれであっても、球状の粒子であれば計測することが可能である。光源としては DPSS レーザを使用した。高精度の三軸トラバース装置により PDA の光学系を移動させることで、粒径や速度の空間分布を調べることができる。

マイクロアイスジェットノズルにおける圧縮空気の流路は、コンバージェント部、スロート部、ダイバージェント部から構成されており、ラバルノズル形状となっている。ノズルに供給される圧縮空気の圧力は、中圧コンプレッサで利用可能な  $1.4\text{MPa}$  に設定し、ノズル内部で圧縮空気が適切に断熱膨張するように、特性曲線法を用いて設計した。ノズルの材質は氷の壁面への付着を防止し、断熱効果に優れているテフロン樹脂 (PTFE) を用いた。図2にノズルの外観写真を示した。ノズルのスロート直径は  $3\text{mm}$  とし、スロートから出口までの長さを変更できる構造とした。軸方向を Z、半径方向を R と定義し、ノズル出口端部の中心を基準点  $(Z, R) = (0, 0)$  とした。実験に使用する水は蒸留水を用い、孔径  $0.2\mu\text{m}$  のメンブレンフィルタを通過させた後、マスフローコントローラにより設定流量に調整され、スロート部流路中央に設置されたニードルから供給される。水の流量は  $3\sim 20\text{mL/min}$  とした。また、圧縮空気と水の供給温度は温度調整器により  $25^\circ\text{C}$  に調整している。

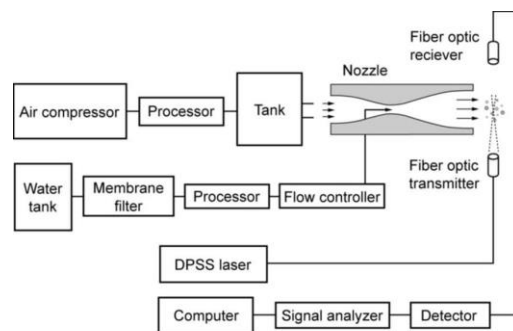


図1 噴霧計測システム



図2 マイクロアイスジェットノズル

### 4. 研究成果

(1) マイクロアイスジェットノズルにおいては、ニードルから吐出された水は微粒化されて微小な水滴となり、超音速かつ低温の空気流れにより水滴は加速されると同時に空

気との直接熱交換により冷却される。水滴の冷却はノズル内の空気の静温と滞留時間に影響される。空気の静温は速度によるため、空気の速度が低下しない範囲において、ノズルが長いほど、水滴を十分に冷却することができる。粒径にもよるがノズル内において、水滴は過冷却状態を経て核生成し氷粒子になる。図3に水流量  $Q_w$  が 10mL/min におけるノズル長さに対する軸方向平均速度について示した。ノズル長さ  $L$  が 150~200mm において速度は最大で 540m/s となり、 $L=200$ mm 以上では徐々に低下した。図4に  $L=150$ mm における半径方向速度分布を示した。図より、 $-2 < Y < 2$ mm において、500m/s 以上の速度値が得られており、中心から離れるにつれて境界層の影響を受け、速度が低下している。

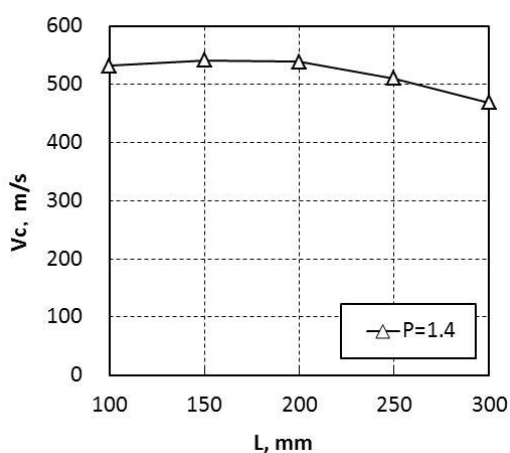


図3 ノズル長さによる軸方向平均速度

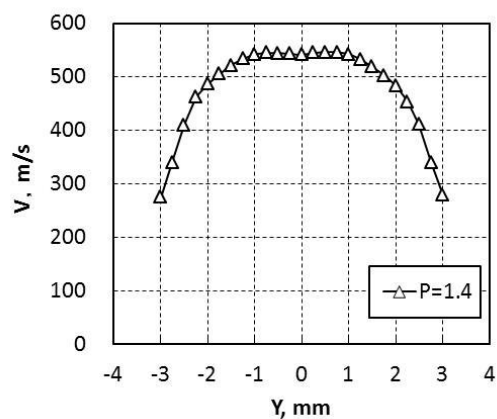


図4 半径方向速度分布 (L=150mm)

(2) 図3より  $L=200$ mm 以上では速度が徐々に低下することがわかった。 $L=300$ mm における速度は 470m/s であり、噴霧速度と空気速度を同一と仮定して、全温が 300K とした場合、静温は 190K 程度と計算される。したがって、 $L=200$ mm 以上の速度が低下する領域においても氷生成率は徐々に増加していることが予想される。そこで、図5に示すワーク

を用いてノズル長さとの有機膜剥離性能について調べた。ワークは、レーザプリンタの感光体カートリッジを使用した。アルミ基板の上に  $18\mu\text{m}$  の有機感光体が均一に成膜されている。ワークをマイクロアイスジェットにより処理し、削れた穴形状を表面形状測定システム (Talysurf PGI1240, Taylor Hobson 製) を用いて測定した。図6にノズル長さ  $L=150\sim 300$ mm における処理後の穴形状について示した。試験条件は、ワークの移動速度は 3mm/s、ワークとノズルの角度は 45 度である。図より、 $L=150\sim 250$ mm において穴深さは徐々に大きくなり、 $L=250$ mm において穴深さは最大となり、 $L=300$ mm において穴深さは小さくなった。また、 $-2 < Y < 2$ mm の領域でのみ膜は剥離されており、500m/s 以上の領域に相当する。

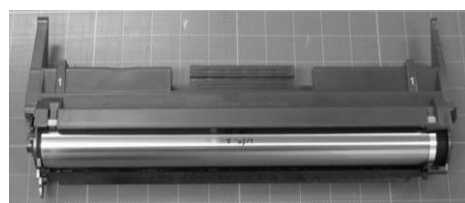


図5 剥離試験用ワーク

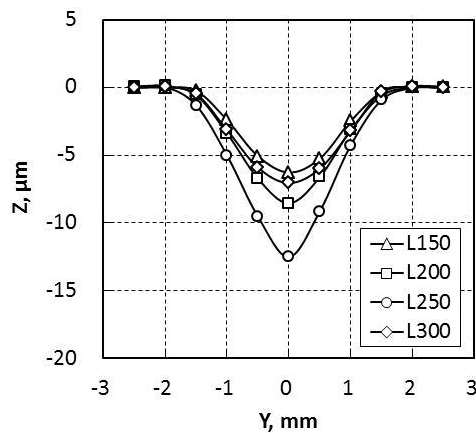


図6 ノズル長さによる有機膜剥離形状

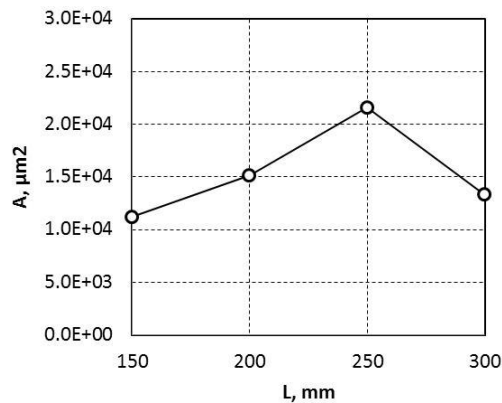


図7 ノズル長さによる有機膜剥離面積

図 7 にノズル長さ  $L=150\sim 300\text{mm}$  における剥離面積について示した。 $L=250\text{mm}$  で剥離面積  $A$  は最大であり、 $L=200, 300\text{mm}$  においては同程度であった。ここで、図 3 より粒子の速度は  $L=200\text{mm}$  において最大であるため、氷生成率が増加したことにより、 $L=250\text{mm}$  において最も剥離性能が高くなったと考えられる。一方で、 $L=300\text{mm}$  では氷生成率の増加による剥離性能の向上に比べて速度の低下による剥離性能の低下が顕著になり、剥離性能が低下したと考えられる。本実験結果から、マイクロアイスジェットの剥離性能は、粒子の速度と氷生成率により強く影響を受け、ノズル長さにより制御が可能であることが明らかとなった。

## 5. 研究組織

### (1) 研究代表者

周善寺 清隆 (SHUZENJI KIYOTAKA)

福岡県工業技術センター・

機械電子研究所・研究員

研究者番号：00416504