



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년10월19일  
(11) 등록번호 10-1788352  
(24) 등록일자 2017년10월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
H01L 21/027 (2006.01) H01L 21/02 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2013-0091329  
(22) 출원일자 2013년08월01일  
심사청구일자 2016년11월28일  
(65) 공개번호 10-2014-0018130  
(43) 공개일자 2014년02월12일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2012-173299 2012년08월03일 일본(JP)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2000120530 A\*  
US06418942 B1\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
도쿄엘렉트론가부시키키가이샤  
일본 도쿄도 미나토구 아카사카 5초메 3반 1고  
(72) 발명자  
마루모토, 히로시  
일본 구마모토현 고시시 후쿠하라 1-1 도쿄엘렉트론큐슈가부시키키가이샤 내  
다카야나기, 고지  
일본 구마모토현 고시시 후쿠하라 1-1 도쿄엘렉트론큐슈가부시키키가이샤 내  
아다치, 겐지  
일본 구마모토현 고시시 후쿠하라 1-1 도쿄엘렉트론큐슈가부시키키가이샤 내  
(74) 대리인  
장수길, 성재동

전체 청구항 수 : 총 9 항

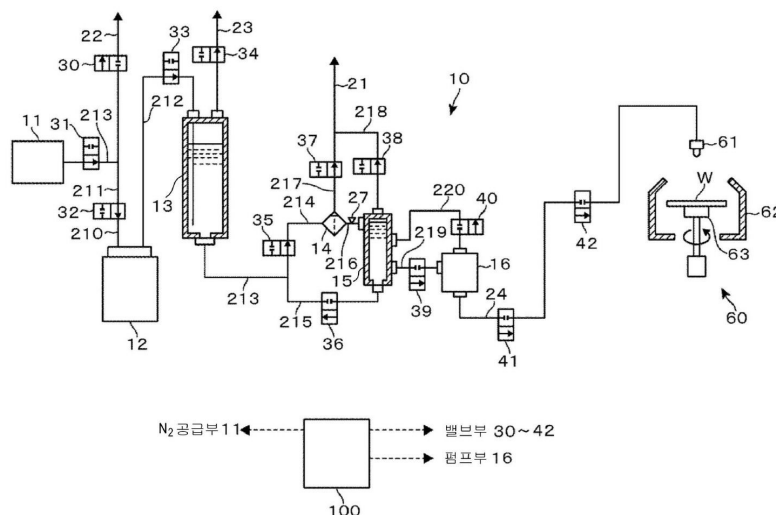
심사관 : 이석주

(54) 발명의 명칭 처리액 공급 장치의 운전 방법, 처리액 공급 장치 및 기억 매체

(57) 요약

본 발명의 과제는, 기관에 대하여 처리액에 의해 처리하는 데 있어서, 처리액 여과용 필터를 교환할 때의 약액 소비량의 저감과 교환에 걸리는 시간의 단축이 가능한 처리액 공급 장치의 운전 방법을 제공하는 것이다. 처리액 공급 장치(10)는 유로 부재와, 처리액 공급원(12), 처리액을 여과하는 교환 가능한 필터부(14)와, 처리액을 노즐(61)까지 송출하기 위한 송액 기구를 포함한다. 필터부(14)는 각각 하류측을 감압하는 감압 여과와 상류측을 가압하는 가압 여과가 가능하게 되어 있다. 필터부(14)의 신규 장착 시, 필터부(14) 내부에 통액한 후, 필터부(14)에 있어서 상기 2가지의 압력에 의한 여과 방법을 반복함으로써, 필터부(14) 내의 미세 기포가 팽창 혹은 소멸하고, 필터부(14) 내로부터 제거하기 쉬워지므로, 필터부(14) 장착 후, 신속하고 또한 처리액의 소비량을 억제하면서 처리액 공급 장치(10)의 구동을 할 수 있다.

대표도



## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

처리액 공급원과 노즐 사이의 유로에 상류측으로부터 순서대로 필터부, 처리액 중의 기체의 배출구 및 송액 기구가 설치되고, 상기 송액 기구에 의해 노즐을 통해 피처리체에 처리액을 공급하는 처리액 공급 장치를 운전하는 방법으로서,

상기 필터부의 신규 장착 후 또는 교환 후에 상기 필터부의 상류측으로부터 하류측으로 처리액을 채우는 공정과,

이어서 상기 송액 기구에 의해 상기 필터부의 하류측의 처리액을 감압하여 당해 필터부에 처리액을 통류시키는 감압 여과 스텝과, 처리액을 상기 필터부의 상류측으로부터 가압하여 당해 필터부를 통류시키는 가압 여과 스텝을 복수회 반복하는 공정을 포함하고,

상기 감압 여과 스텝은, 상기 필터부의 상류측의 밸브를 폐쇄한 상태로 하고, 이 밸브의 상류측에 그 일단측이 접속됨과 함께 상기 송액 기구에 그 타단측이 접속되고, 상기 필터부를 바이패스하는 바이패스로에, 상기 송액 기구에 의해 처리액을 상기 타단측으로부터 일단측으로 통류시킴으로써, 상기 필터부의 하류측의 처리액을 감압시키는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치의 운전 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 복수회 반복하는 공정을 행하기 전에, 상기 가압 여과 스텝을 행하는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치의 운전 방법.

#### 청구항 3

삭제

#### 청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 복수회 반복하는 공정을 행하기 전에, 필터부의 여과 부재에 처리액을 모세관 현상으로 배어들게 하기 위해, 처리액을 가압하지 않고 상기 여과 부재에 접한 상태를 미리 설정한 시간동안 유지하는 방치 공정을 행하는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치의 운전 방법.

#### 청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 가압 여과 스텝은 상기 기체의 배출구를 개방한 상태로 하여 행해지고, 상기 유로 내의 처리액이 당해 배출구를 통해 압출되는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치의 운전 방법.

#### 청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 필터부에 공급되는 처리액 중의 기포를 제거하기 위해, 상기 감압 여과 스텝과 가압 여과 스텝 사이에, 상기 필터부 내에 있어서의 여과 부재의 상류측에 개방되는 벤트를 개방한 후 폐쇄하는 공정을 행하는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치의 운전 방법.

#### 청구항 7

처리액 공급원과 노즐 사이의 유로에 상류측으로부터 순서대로 필터부, 처리액 중의 기체의 배출구 및 송액 기

구가 설치되고, 상기 송액 기구에 의해 노즐을 통해 피처리체에 처리액을 공급하는 처리액 공급 장치로서,

상기 필터부의 신규 장착 후 또는 교환 후에, 상기 필터부의 상류측으로부터 하류측으로 처리액을 채우는 공정과,

이어서 상기 송액 기구에 의해 상기 필터부의 하류측의 처리액을 감압하여 당해 필터부에 처리액을 통류시키는 감압 여과 스텝과, 처리액을 상기 필터부의 상류측으로부터 가압하여 당해 필터부를 통류시키는 가압 여과 스텝을 복수회 반복하는 공정을 실시하기 위한 제어 신호를 출력하는 제어부를 구비하고,

상기 필터부의 상류측에 설치된 밸브와, 이 밸브의 상류측에 그 일단측이 접속됨과 함께 상기 송액 기구에 그 타단측이 접속되고, 상기 필터부를 바이패스하는 바이패스로를 구비하고,

상기 제어부의 제어 신호에 의해 실시되는 상기 감압 여과 스텝은, 상기 필터부의 상류측의 밸브를 폐쇄한 상태로 하고, 상기 바이패스로에, 상기 송액 기구에 의해 처리액을 상기 타단측으로부터 일단측으로 통류시킴으로써, 상기 필터부의 하류측의 처리액을 감압시키는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치.

## 청구항 8

제7항에 있어서,

상기 제어부는, 상기 복수회 반복하는 공정을 행하기 전에, 상기 가압 여과 스텝을 행하도록 제어 신호를 출력하는 것인 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치.

## 청구항 9

삭제

## 청구항 10

제7항 또는 제8항에 있어서,

상기 제어부의 제어 신호에 의해 실시되는 가압 여과 스텝은, 상기 기체의 배출구를 개방한 상태로 하여 행해지고, 상기 유로 내의 처리액이 당해 배출구를 통해 압출되는 것을 특징으로 하는 처리액 공급 장치.

## 청구항 11

처리액 공급원으로부터 공급된 처리액을 사용하여, 처리액 공급 장치를 운전하는 방법을 행하는 장치에 사용되는 컴퓨터 프로그램이 기록된 기억 매체로서,

상기 컴퓨터 프로그램은, 제1항 또는 제2항에 기재된 처리액 공급 장치의 운전 방법을 실시하기 위한 것인 것을 특징으로 하는 기억 매체.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은, 처리액을 필터부를 통해 노즐로부터 토출시키는 처리액 공급 장치에 있어서, 처리액에 의한 처리 개시 전의 운전에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 반도체 디바이스의 제조 프로세스에 있어서는, 레지스트액, 산이나 알칼리로의 세정액, 용제, 절연막 형성용 전구체 함유액 등의 약액을 노즐로부터 기판에 공급하여 액처리를 행하고 있다. 이러한 약액 공급 장치는, 필터부를 공급로 내에 개재시켜 이물질을 제거하도록 하고 있다.

[0003] 이들 공정에 있어서, 레지스트나 약액 중의 용존 기체에 의해 기포가 나타나는 경우가 있지만, 패턴의 선 폭의 미세화가 진행되고 있으므로, 종래 문제로 되어 있지 않았던 미세한 기포에 대해서도, 주의하여 대처할 필요성에 직면하고 있다.

[0004] 그런데 이들 처리액을 도포하는 장치에 있어서, 처리액 중의 이물질 제거용 필터부를 신규로 장착 또는 교환할 때에는, 장착한 필터부에 처리액을 통액함으로써 필터부 내의 기체를 제거하는 공정(이하 「필터 웨팅」이라

함)이 행해지고 있다(특허문헌 1). 종래의 필터 웨팅의 방법으로서, 필터부를 세팅한 후, N<sub>2</sub> 가스 또는 펌프에 의한 압력을 사용한 정압(대기압 이상의 압력)에 의한 여과를 행하고, 기포에 기인하는 웨이퍼 상의 결함의 수를 모니터링한다. 그리고 일정 레벨까지 결함수가 감소한 시점에 있어서 필터부 내의 기체가 제거되었다고 간주되어, 공정이 완료된 것으로 되어 있었다.

[0005] 그러나 이 방법에 있어서는, 양산 비용의 관점에서, 필터부를 구동할 때 까지 소비하는 처리액의 삭감 및 구동 시간을 감소시킬 필요가 있다.

[0006] 특허문헌 2에는, 처리액 토출 노즐에 연통되는 필터부의 구조에 특징을 갖게 함으로써, 필터부를 통과한 처리액 내의 기포수를 저감하는 방법이 개시되어 있지만, 당해 필터부의 특징은 벽면에 주기적인 요철을 갖게 하도록 하는 것으로, 필터부 형성 과정이 복잡한 것이 예상된다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 일본 특허 출원 공개 평04-196517호 공보  
(특허문헌 0002) 일본 특허 출원 공개 제2011-230367호 공보

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 이러한 사정을 감안하여 이루어진 것으로, 그 목적은, 약액 공급로에 설치된 필터부의 신규 장착 시 혹은 교환 시에, 필터부로부터 기포를 제거하기 위해 소비되는 약액의 삭감 및 구동 시간의 단축을 실현하는 기술을 제공하는 것에 있다.

### 과제의 해결 수단

[0009] 본 발명의 처리액 공급 장치의 운전 방법은, 처리액 공급원과 노즐 사이의 유로에 상류측으로부터 순서대로 필터부, 처리액 중의 기체의 배출구 및 송액 기구가 설치되고, 상기 송액 기구에 의해 노즐을 통해 피처리체에 처리액을 공급하는 처리액 공급 장치를 운전하는 방법으로서, 상기 필터부의 신규 장착 후 또는 교환 후에 상기 필터부의 상류측으로부터 하류측으로 처리액을 채우는 공정과, 이어서 상기 필터부의 하류측의 처리액을 감압하여 당해 필터부에 처리액을 통류시키는 감압 여과 스텝과, 처리액을 상기 필터부의 상류측으로부터 가압하여 당해 필터부를 통류시키는 가압 여과 스텝을 복수회 반복하는 공정을 포함한다.

[0010] 본 발명의 처리액 공급 장치는, 처리액 공급원과 노즐 사이의 유로에 상류측으로부터 순서대로 필터부, 처리액 중의 기체의 배출구 및 송액 기구가 설치되고, 상기 송액 기구에 의해 노즐을 통해 피처리체에 처리액을 공급하는 처리액 공급 장치로서, 상기 필터부의 신규 장착 후 또는 교환 후에, 상기 필터부의 상류측으로부터 하류측으로 처리액을 채우는 공정과, 이어서 상기 필터부의 하류측의 처리액을 감압하여 당해 필터부에 처리액을 통류시키는 감압 여과 스텝과, 처리액을 상기 필터부의 상류측으로부터 가압하여 당해 필터부를 통류시키는 가압 여과 스텝을 복수회 반복하는 공정을 실시하기 위한 제어 신호를 출력하는 제어부를 구비한다.

[0011] 본 발명의 기억 매체는, 상기 처리액 공급원으로부터 공급된 처리액을 사용하여, 상기 처리액 공급 장치를 운전하는 방법을 행하는 장치에 사용되는 컴퓨터 프로그램이 기록된 기억 매체로서, 상기 컴퓨터 프로그램은, 상술한 액처리 방법을 행하도록 구성되어 있다.

### 발명의 효과

[0012] 본 발명은, 처리액 공급 장치에 있어서의 유로 부재에 설치된 필터부의 신규 장착 시 또는 교환 시에 있어서, 필터부의 하류측을 감압하는 감압 스텝과 필터부의 상류측을 가압하는 가압 스텝을 복수회 반복하고 있다. 이로 인해, 필터부 내의 기포가 팽창하거나, 혹은 소멸하는 작용이 발생하고, 당해 작용을 이용함으로써 필터부 내의 기체를 빠르게 제거할 수 있다. 따라서 필터부의 교환 시에, 필터를 처리액에 의해 침지하고 나서 실제의 운전에 제공할 때까지 필요로 하는, 구동 시간의 단축 및 처리액 소비량의 저감이 가능해진다.

## 도면의 간단한 설명

- [0013] 도 1은 본 발명의 실시 형태에 따른 레지스트 도포 장치를 구성하는 레지스트 공급 장치의 실시의 일 형태를 나타내는 구성도.
- 도 2a는 필터부의 일례를 나타내는 종단면도이고, 도 2b는 여과부의 일례를 나타내는 사시도.
- 도 3은 펌프부의 실체의 구조를 설명하는 구성도.
- 도 4는 가압 여과 시에 있어서의 필터부 주변에 있어서의 레지스트의 흐름을 도시한 구성도의 일부분.
- 도 5는 감압 여과 시에 있어서의 필터부 주변에 있어서의 레지스트의 흐름을 도시한 구성도.
- 도 6은 가압 여과 시에 있어서의 필터부 주변에 있어서의 레지스트의 흐름을 도시한 구성도.
- 도 7a 내지 도 7d는 기포핵의 과포화 석출의 메커니즘을 도시한 개략도.
- 도 8a 내지 8c는 기포핵의 압괴의 메커니즘을 도시한 개략도.
- 도 9는 수증기핵의 포텐셜과 수증기핵의 반경의 관계를 나타낸 그래프.
- 도 10은 모세관 현상에 있어서의 액 침투도와 시간의 관계를 나타낸 그래프.
- 도 11은 본 발명의 효과를 검증하기 위해 행한 비교 실험의 결과를 나타낸 그래프.
- 도 12는 본 발명의 효과를 검증하기 위해 행한 비교 실험의 결과를 나타낸 그래프.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 이하, 본 발명의 액처리 장치로서 레지스트 도포 장치의 일 실시형태에 대해 설명한다.
- [0015] 우선 도 1을 사용하여 레지스트 도포 장치의 전체 구성에 대해 간단하게 설명하면, 레지스트 도포 장치는, 기관인 웨이퍼(W)를 수평으로 유지하는 기관 유지부인 스핀 척(63)을 포함하는 컵 모듈(60)과, 스핀 척(63)에 유지된 웨이퍼(W)의 중심부에 처리액인 레지스트를 공급하기 위한 노즐(61)과, 이 노즐(61)에 레지스트를 공급하는 처리액 공급 장치인 레지스트 공급 장치(10)를 구비하고 있다.
- [0016] 상기 컵 모듈(60)은, 스핀 척(63)을 둘러싸도록 설치되고, 웨이퍼(W)로부터 떨어진 레지스트를 받기 위한 컵체(62)를 구비하고, 컵체(62)의 하부에는, 흡인 배기로가 접속됨과 함께 드레인을 배출할 수 있도록 드레인 기구가 구성되어 있다. 컵체(62)는, 미스트의 날아오름을 방지하도록 내부 컵, 외부 컵 등이 조합되어 구성되어도 좋다.
- [0017] 상기 레지스트 공급 장치(10)는, 복수의 배관으로 이루어지는 배관계에 복수의 기구가 조합되어 구성되어 있다. 레지스트의 흐름의 상류측에, 레지스트 공급장치(10)는 레지스트를 저류하는 밀폐형의 보틀(12)을 구비하고, 보틀(12)의 상부에는 2개의 배관(210, 212)이 접속되고, 한쪽의 배관(212)은 밸브(33)를 통해, 리퀴드 엔드 탱크(13)의 상부의 포트에 접속되어, 상기 상부의 포트로부터 리퀴드 엔드 탱크(13)의 저부로 연신되고, 다른 쪽의 배관(210)은 밸브(32)의 일단에 접속된다. 밸브(32)의 타단에는 다른 배관(211)이 접속되고, 당해 배관(211)은 연신된 후 2개의 배관(213, 22)으로 분기되고, 한쪽의 배관(213)은 밸브(31)를 통해 가압용 가스의 공급원, 이 실시 형태에서는  $N_2$  가스 공급원(11)에 접속된다. 다른 쪽의 배관(22)은 밸브(30)를 통해 외부에 개방되어 있고, 따라서 이 배관(22)은 배기관으로서 구성되어 있다.
- [0018] 상기 리퀴드 엔드 탱크(13)는, 레지스트를 웨이퍼(W)에 안정적으로 공급하기 위해 설치되고, 도시하지 않은 액면 센서가 복수 장착되어, 액량의 관리가 행해지고 있다. 리퀴드 엔드 탱크(13)의 상부에는, 보틀(12)로부터 리퀴드 엔드 탱크(13) 내부로 연신되어 있는 상기 배관(212) 이외에, 리퀴드 엔드 탱크(13) 내부로부터 연신되어 있는 드레인관(23)이 접속되어 있고, 당해 드레인관(23)에는 밸브(34)가 개재하여 설치되어 있다. 한편 리퀴드 엔드 탱크(13)의 저부 포트에는 하류측에 레지스트를 공급하는 배관(213)이 접속되어 있다. 배관(213)은 2개의 배관(214, 215)으로 분기되고, 한쪽의 배관(214)은 밸브(35)를 통해 필터부(14)의 상류측에 접속되고, 다른 쪽의 배관(215)은 밸브(36)를 통해 트랩(15)의 저부 포트에 접속되어 있다.
- [0019] 상기 필터부(14)는 예를 들어 도 2a에 도시하는 바와 같이, 처리액, 이 실시 형태에서는 레지스트를 여과하는 여과부(72)와 그 지지부재, 예를 들어, 용기 본체(71), 구획 부재(74), 플레이트(75) 등으로 이루어지고, 여과부재(72)로서는 예를 들어 중공사막 등으로 구성된다. 도 2a 및 도 2b에 있어서 레지스트는 공급구(501)를 통



해 필터부(14) 내부에 유입되고, 제1 통류실(51)을 경유하여 여과부(72)에서 여과되고, 제2 통류실(52)을 경유하여 유출구(502)로부터 유출된다. 제1 통류실(51)과 여과부(72)와 제2 통류실(52) 사이에는 통류구(76a)가 형성된 플레이트(76)가 설치되어 격리되어 있고, 여과부(72)는 예를 들어 도 2b에 도시하는 바와 같이 중공의 원통형을 하고 있다. 또한, 필터부(14)의 상류측에는 벤트로서 드레인용 유로(78)가 형성되어 있다.

[0020] 도 1로 되돌아가 설명을 계속한다. 필터부(14)의 하류측에는 배관(216)의 일단이 접속되고, 이 배관(216)의 타단은 트랩(15)의 상부 측벽에 접속되어 있다. 당해 배관(216)에는 액중 파티클 카운터(27)가 장착되어 있다. 트랩(15)은, 필터부(14)로부터 토출된 기포 및 이물질이 혼입된 처리액을 저류하고, 후술하는 배출구로서 드레인관(21)에 배출함으로써 웨이퍼(W)에의 기포나 이물질의 토출을 방지하기 위해 설치되어 있다.

[0021] 필터부(14)의 상류부 및 트랩(15)의 상부의 포트에는, 각각 배관(217, 218)이 접속되고, 각각 밸브(37 및 38)를 통해, 드레인관(21)에 공통적으로 접속된다. 또한, 트랩(15)으로부터는, 하부 측벽과 상부 측벽에 설치된 2개의 포트에 각각 배관(219, 220)이 접속되고, 하부 측벽으로부터의 배관(219)은 밸브(39)를 통해, 상부 측벽으로부터의 배관(220)은 밸브(40)를 통해, 양쪽 모두 펌프부(16)의 상류측에 접속되어 있다.

[0022] 상기 펌프부(16)로서는, 펌프 외부로부터의 흡인 가압을 반영하는 구조를 갖는 펌프 기구가 사용된다. 예로서는 다이어프램 펌프 등을 들 수 있다. 그리고 펌프부(16)의 하류측에는 노즐(61)을 향하는 배관(24)이 접속되고, 펌프부(16)와 노즐(61) 사이에는 밸브(41), 전공 에어 오퍼레이트 밸브(42)가 개재하고 있다. 노즐(61)에의 레지스트의 토출은 전공 에어 오퍼레이트 밸브(42)의 개폐에 의해서도 컨트롤된다.

[0023] 또한, 도 1 에는, 펌프부(16)에 대해, 도 3의 상단에서 나타내는 바와 같이 1개의 유입 포트와 2개의 유출 포트가 있도록 기재되어 있지만, 이러한 도시는 일예이다. 일 실시 형태에 있어서, 도 3의 하단에서 나타내는 바와 같이 펌프부(16)의 유출 포트는 1개이며, 펌프부(16)에의 가압 및 흡인 동작과 아울러, 밸브(39, 40)와의 협동 작업에 의해 펌프부(16)는 동작하고 있다.

[0024] 상술해 온 레지스트 도포 장치는 제어부(100)에 의해 제어된다. 제어부(100)는 CPU, 메인 메모리 및 버스 등으로 이루어진다. 또, 레지스트 도포장치의 각 부위에의 제어를 실행하여 소정의 처리를 행하도록 명령(각 스텝)이 짜여져 있는 프로그램에 의해 제어가 행해진다. 이 프로그램은, 컴퓨터 기억 매체, 예를 들어 플렉시블 디스크, 콤팩트 디스크, 하드 디스크, MO(광자기 디스크) 등에 저장되어 메인 메모리에 인스톨된다. 여기서 메인 메모리에 인스톨되는 프로그램에는, 스핀 척(63), 노즐(61), N<sub>2</sub> 가스 공급원(11), 보틀(12), 필터부(14) 등을 제어하기 위한 프로그램도 포함되어 있고, CPU에 의해 판독된 후, 상기 각 부가 제어되도록 되어 있다.

[0025] 계속해서, 레지스트 공급 장치(10)에 있어서의 필터 웨팅의 수순의 일 형태에 대해 설명한다.

[0026] 우선, 필터 장착 전에, 미리 레지스트 공급 장치(10)로부터 레지스트를 배출하고, 밸브(32)를 폐쇄한 후, 밸브(30 및 31)를 개방한다. 그리고 배기관(22)으로부터 N<sub>2</sub> 가스를 배기하면서, N<sub>2</sub> 가스 공급원(11)으로부터의 N<sub>2</sub> 가스압을 예를 들어 5kPa로 되도록 조절한다. 5kPa로 N<sub>2</sub> 가스 압력을 설정하는 이유는, 후술하는 바와 같이 필터부(14)를 신규한 것으로 교환한 후, 계내에 레지스트를 투입함으로써 필터부(14) 내에 있어서의 발포를 방지하고, 미세한 홈에의 레지스트 침투 효과를 높이기 위해서이다. 또한 N<sub>2</sub> 가스압의 조정은, 우선 밸브(31)를 폐쇄하여 N<sub>2</sub> 가스의 공급을 차단하고, 밸브(33, 35, 38, 39, 41) 및 전공 에어 오퍼레이트 밸브(42)를 개방한다. 그리고 트랩(15)으로부터의 드레인관(21)을 통한 배기 및 노즐(61)로부터의 배기를 행하고, N<sub>2</sub> 가스압을 0으로 한 후에, 상술한 N<sub>2</sub> 가스 공급원(11)으로부터의 N<sub>2</sub> 가스압의 조정을 행한 후에, N<sub>2</sub> 가스를 공급하여 계내에의 가압을 행한다.

[0027] 그리고 상술한 바와 같이 N<sub>2</sub> 가스압을 조정한 후에, 필터부(14)를 신규 장착, 혹은 신규의 필터부로 교환한다. 그 후에 밸브(30) 및 밸브(34)를 폐쇄하고, 밸브(31)를 개방한 상태에 있어서 밸브(32 및 33)를 개방하고, N<sub>2</sub> 가스 공급원(11)으로부터의 N<sub>2</sub> 가스압에 의해 보틀(12)로부터 리퀴드 엔드 탱크(13)에 레지스트를 송출한다. 레지스트의 리퀴드 엔드 탱크(13)에의 주입은 레지스트가 일정량 리퀴드 엔드 탱크(13)에 저류될 때까지 행해진다.

[0028] 다음으로 리퀴드 엔드 탱크(13)로부터 필터부(14)에 레지스트를 주입한다. 이때에는 밸브(35) 및 밸브(37)를 개방하고, 밸브(36 및 38 내지 41)를 폐쇄함으로써 레지스트의 주입이 행해진다. 당해 레지스트의 주입은, 액중 파티클 카운터(27)에 의한 기포의 모니터 및 필터부(14) 내로부터 드레인관(21)으로 배출되는 레지스트에 대

한 육안 검사와 함께 행해지고, 육안으로 인식할 수 있는 크기의 기포를 확인할 수 없게 될 때까지 레지스트가 필터부(14)에 주입된다.

[0029] 다음으로 필터부(14)로부터 트랩(15)에 레지스트를 주입한다. 이때에는 밸브(35)를 개방한 채 밸브(37)를 폐쇄하고, 대신 밸브(38)를 개방함으로써 레지스트 주입이 행해진다. 당해 레지스트의 주입은, 액중 파티클 카운터(27)에 의한 기포의 모니터 및 트랩(15) 내로부터 드레인관(21)으로 배출되는 레지스트에 대한 육안 검사와 함께 행해지고, 육안으로 인식할 수 있는 크기의 기포 및 이물질들을 확인할 수 없게 될 때까지 레지스트가 트랩(15)에 주입된다. 그리고 계내를 상압으로 조정하고, 모든 밸브를 폐쇄한 후, 계 전체를 예를 들어 약 15분 방치하고, 필터부(14)를 처리액 내에 침지한다.

[0030] 그 후에,  $N_2$  가스 공급원(11)으로부터의  $N_2$  가스압을 예를 들어 50kPa로 되도록 조절하고, 밸브(31, 32, 33, 35 및 37)를 개방하고, 필터부(14) 내에 레지스트를 압송한다. 이 스텝에 의해, 레지스트가 보틀(12)로부터 리퀴드 엔드 탱크(13)를 경유하여 필터부(14)로 압송되고, 상술한 공정 내에 있어서 필터부(14) 내로부터 레지스트 중으로 방출된 기포가, 레지스트와 함께 드레인관(21)으로부터 배출된다. 당해 레지스트의 압송은, 액중 파티클 카운터(27)에 의한 기포의 모니터 및 필터부(14) 내로부터 드레인관(21)으로 배출되는 레지스트에 대한 육안 검사와 함께 행해지고, 육안으로 인식할 수 있는 크기의 기포를 확인할 수 없게 될 때까지 계속된다.

[0031] 다음으로 트랩(15) 내로 레지스트를 압송한다.  $N_2$  가스압을 예를 들어 50kPa로 유지하고, 밸브(35)를 개방한 채 밸브(37)를 폐쇄하고, 대신 밸브(38)를 개방함으로써, 레지스트가 보틀(12)로부터 리퀴드 엔드 탱크(13) 및 필터부(14)를 경유하여 트랩(15) 내로 압송된다. 이 스텝에 의해, 필터부(14) 내 및 트랩(15) 내의 이물질 및 기포가 드레인관(21)으로부터 배출된다. 당해 레지스트의 압송은, 액중 파티클 카운터(27)에 의한 기포의 모니터 및 트랩(15) 내로부터 드레인관(21)으로 배출되는 레지스트에 대한 육안 검사와 함께 행해지고, 육안으로 인식할 수 있는 크기의 기포 및 이물질들을 확인할 수 없게 될 때까지 계속된다.

[0032] 당해 레지스트 압송 공정에 있어서, 레지스트 압송의 초기의 단계에 있어서, 필터부(14)에 상류측으로부터 가해지는 압력은 대기압 이상의 압력(이하 「정압」이라 함)으로 하고, 대기압 이하의 압력(이하 「부압」이라 함)으로 되지 않도록 하고 있다. 이 공정은, 육안으로 볼 수 있는 사이즈의 기포 및 이물질들을 필터부(14) 및 트랩(15)으로부터 제거하는 것이다. 후술하는 부압 여과 공정은, 필터부(14) 내부에 잔류하는 기포핵이 성장하도록 행해지고, 당해 부압 여과 공정에 있어서는 펌프 흡인에 의해 어느 정도의 기포가 필터부(14)로부터 이탈하지만, 대부분의 기포는 여전히 필터부(14) 내에 잔류한다. 한편, 육안으로 볼 수 있는 사이즈의 기포 및 이물질들을 그 압력에 의해 필터부(14) 내로부터 배출할 수 있으므로, 이 단계에서 정압 여과를 행하고 있다.

[0033] 이상의 수순에 의해, 필터부(14) 및 트랩(15) 내에 잔존하고 있던, 육안으로 인식할 수 있는 기포 및 이물질들을 제거한 후, 필터부(14)의 미세한 기포를 제거하는 공정으로 이행한다. 이 공정은 복수의 스텝이 복수회에 걸쳐 반복되므로, 편의상 각 스텝에 부호를 부여한 후, 설명한다.

[0034] <스텝 a>

[0035] 우선 필터부(14)에 대하여 가압에 의한 여과, 이 예에서는 정압에 의한 여과를 행한다. 즉 필터부(14)의 상류측을 가압하여 필터부(14)의 하류측보다 높은 압력으로 하고, 그 압력 차를, 웨이퍼(W)에 대하여 레지스트를 공급하는 통상 운전 시에 있어서의 압력 차보다도 큰 상태로 한다.

[0036] 구체적으로 수순을 설명하면,  $N_2$  가스압을 예를 들어 50kPa로 유지하고, 밸브(35)를 개방한 채 밸브(37)를 폐쇄하고, 밸브(38)를 개방하고, 리퀴드 엔드 탱크(13)로부터 필터부(14)를 통해 트랩(15) 내에 레지스트를 압송함으로써 레지스트 여과를 행하고, 여과한 레지스트는 예를 들어 드레인관(21)으로부터 배출한다. 스텝 a에 있어서, 필터부(14)에 있어서의 레지스트 여과량은 예를 들어 40mL, 여과 시간은 예를 들어 30초이다. 이 스텝 a에 있어서의 레지스트의 흐름을 도 4에 도시한다.

[0037] <스텝 b>

[0038] 다음으로, 필터부(14)의 하류측을 감압하는 것에 의한 여과를 행한다. 이 예에서는 필터부(14)에 대한 부압에 의한 여과를 행한다.

[0039] 개략적으로 수순을 설명하면, 스텝 b는 펌프부(16)에 의한 흡인 동작에 의한 스텝 b-1과, 펌프부(16)에 의한 압축 동작에 의한 스텝 b-2의 2스텝으로 이루어진다. 이하, 순서대로 설명한다.

[0040] 우선 스텝 b-1에 대해 설명한다. 도 5에 도시하는 바와 같이 밸브(37, 38)를 폐쇄하고, 밸브(39)를 개방한다.

계속해서 펌프부(16) 내를 흡인함으로써, 필터부(14) 내에 레지스트를 통액시킨다. 그러면, 필터부(14) 내에서 부압 여과의 작용이 발생하여, 필터부(14) 내에 잔류하고 있는 미소한 기포핵이 성장 혹은 팽창한다. 이 부압 여과에 의한 기포 성장에 대해서는, 미세 기포의 제거의 메커니즘의 일부로서 후술한다. 그리고 성장 혹은 팽창한 기포의 일부는 필터부(14)의 하류로 유출된다. 스텝 b-1에 있어서, 필터부(14)에 있어서의 레지스트 여과량은 예를 들어 60mL, 여과 속도는 예를 들어 0.5mL/sec이다.

[0041] 계속해서 스텝 b-2에 대해 설명한다. 도 6에 도시하는 바와 같이 밸브(31)를 폐쇄하여, 계내의  $N_2$  가스 공급을 정지한다. 계속해서, 밸브(30, 33, 34, 36 및 40)를 개방하고, 밸브(35)를 폐쇄하고, 펌프부(16) 내를 가압함으로써 레지스트를 가압하여, 밸브(40), 트랩(15), 밸브(36), 리퀴드 엔드 탱크(13)의 경로를 상류측으로 역송한다. 이에 의해, 상술한 펌프 흡인 동작에 의해 유출된 기포가, 리퀴드 엔드 탱크(13)와 트랩(15) 사이로 이동한다. 스텝 b-2에 있어서, 펌프부(16)로부터의 레지스트 압송량은 예를 들어 0.5mL이다.

[0042] <스텝 c>

[0043] 계속해서, 스텝 b에 의해 유출된 기포를 계외로 배출하는 스텝으로 이행한다.

[0044] 구체적으로 스텝 c를 설명하면, 다시 밸브(30)를 폐쇄하고, 밸브(31 및 32)를 개방하여, 계내의  $N_2$  가스압을 예를 들어 50kPa로 한다. 밸브(35 및 37)를 개방하고, 밸브(36, 38 및 40)를 폐쇄한다. 그리고 리퀴드 엔드 탱크(13)로부터 필터부(14)에의 레지스트 압송을 행하고, 기포를 포함한 레지스트를, 필터부(14) 내부로부터 드레인관(21)을 경유하여 배출한다. 이 레지스트 배출 시에 트랩(15)을 경유하지 않는 이유는, 기포를 포함한 레지스트가 트랩(15)을 경유함으로써, 필터(14)의 2차측으로 기포가 재부착되는 것을 방지하기 위해서이다.

[0045] 그리고 상술한 스텝 a, 스텝 b 및 스텝 c를, 이 순서대로 1사이클로 하고, 이 사이클을 예를 들어 10회 반복한다. 또한, 스텝 b에 있어서, 필터부(14)로부터 기포가 유출되지 않은 경우에는, 더 이상 스텝 c를 행할 필요는 없고, 후술하는 스텝 a 및 스텝 b의 반복 공정으로 이행해도 된다.

[0046] 당해 사이클의 반복에 있어서, 스텝 b에 의해 부압 여과를 행하고 기포가 성장한 후에, 스텝 a로 되돌아가 정압 여과를 행한다. 그러면, 기포에 대하여 압과라고 하는 작용이 일어나고 기포가 극히 미소한 기포의 집합으로 변화되거나, 혹은 기포가 레지스트 중에 용해하는 등, 기포에 대한 변화가 발생한다. 이들 변화에 의해, 스텝 a 및 c에서 필터부(14) 내로부터 기포가 배출되기 쉬워진다. 기포에 일어나는 당해 변화에 대해서는, 미세 기포의 제거의 메커니즘의 일부로서 후술한다.

[0047] 상술한 10회의 사이클의 반복 공정이 종료된 후, 스텝 a 및 스텝 b를 이 순서대로 20회 더 반복하고, 스텝 a 및 스텝 b의 반복 공정에 의해, 필터부(14) 전체의 미세부의 기포를 제거하고, 결과적으로 레지스트를 필터부(14)의 미세부까지 널리 퍼지게 한다.

[0048] 또한, 스텝 a, b, c를 1사이클로 하는 것 대신에, 스텝 b, a, c를 1사이클로 하여 예를 들어 마찬가지로 10회 반복하도록 해도 된다. 또한, 스텝 a, b를 상술한 바와 같이, 예를 들어 20회 반복하는 대신에, 스텝 b, a의 순서로 20회 반복하도록 해도 된다.

[0049] 이와 같이 하여 필터 웨팅 공정이 종료된 시점에, 처리액 공급 장치에 의한 프로세스를 행한다. 예를 들어 펌프부에 의한 가압에 의해, 레지스트를 웨이퍼(W) 상에 예를 들어 0.1mL의 유량으로 토출하고, 스핀 코팅법에 의해 레지스트의 도포를 행한다.

[0050] 여기서, 상술한 필터부(14)로부터의 미세 기포의 제거의 메커니즘에 대해 상세하게 설명한다. 상술한 실시 형태에 있어서, 감압 여과(부압 여과)와 가압 여과(정압 여과)를 반복하여 행함으로써, 다음에 설명하는 메커니즘으로 기포가 필터부(14)의 미세 구조 부분으로부터 이탈되는 것으로 생각되고 있다. 레지스트 내에 침지된 필터부(14) 내의 필터에는 미세한 기포가 많이 존재하고 있다. Harvey의 핵 모델이라고 하는 이론에 의해 이들 미세한 기포는 기포핵이라 불려지고, 이 이론에서는, 이하와 같은 기포핵의 행동이 밝혀져 있다.

[0051] 즉, 도 7a와 같이 원추형의 고체의 홈(G)의 가장 안쪽부에 미소한 용적의 공기[기포핵(C)]가 포함되고, 그 위에 액체가 채워져 있을 때, 기포핵(C)의 공기압을  $P_i$ , 액체에 용존하고 있는 공기의 평형압을  $P_e$ 로 하면,  $P_i > P_e$ 가 성립할 때, 기포핵(C)의 표면은 액면(S)를 향하여 밀어올려지고[도 7b 참조], 일정한 장소까지 밀어올려지면, 대부분의 기포핵(C)이 액체 중에 기포(B)로 되어 방출된다[도 7c 참조]. 이 기포(B)는 필터부(14) 혹은 트랩(15)으로부터 드레인관(21)을 경유하여 배출할 수 있다[도 7d 참조]. 기포(B)를 방출한 후에도 기포핵(C)은 홈(G)의 내부에 잔존하지만, 그 체적은 기포(B)를 방출하기 전보다도 작아져 있다.



[0052] 또한, 기포에 대해 예로부터 알려져 있는 것이 압괴라고 하는 현상이다. 압괴라 함은, 큰 기포가 붕괴되어 미세한 기포로 되는 현상을 말한다. 즉, 도 8a와 같이 홈(G)의 가장 안쪽부에 존재하는 기포핵(C)에 부압  $P_e$ 가 가해지면[도 8b 참조], 기포핵의 압력  $P_i$ 는  $P_e$ 보다 크므로, 기포핵(C)은 홈(G) 끝까지 팽창한다. 그리고 팽창한 기포핵(C)에 대하여 기포핵(C)의 공기압  $P_i$ 보다 큰 정압  $P_s$ 를 급격하게 가함으로써, 기포핵(C)은 파괴된다[도 8c 참조]. 파괴된 후의 기포핵(C)은 무수한 미소 입자 모양으로 되고 구름 형상으로 되어 확대되고, 필터부(14)로부터 이탈된다. 이 일련의 작용이 압괴라고 하는 현상이다.

[0053] 또한, 정압 여과와 부압 여과의 반복에 의해 기포가 커지는 현상은, 다음과 같이 설명할 수 있다. 즉, 액체 중에 기포핵이 존재하는 상태에 있어서, 용존 기체의 압력을 강하시키거나, 액체의 온도를 상승시켜, 이 액체를 과포화 상태로 하면, 기포핵을 기점으로 마이크로 버블이라 하는 기포가 발생한다. 이 마이크로 버블은, 용존 기체를 도입함으로써 성장하는 성질을 갖는다. 따라서, 마이크로 버블이 생성된 시점에 있어서 액체의 압력을 저하시킴으로써, 마이크로 버블은 성장한다. 성장한 큰 마이크로 버블은 즉 기포이므로 용이하게 제거할 수 있다.

[0054] 또한, 기포핵이 처리액 중에 용해하는 현상은, 다음과 같이 설명할 수 있다.

[0055] 즉, 액체 내에 있어서 반경  $R$ 의 수증기핵이 형성될 때, 일정 온도 일정 압력 하에 있어서 이하의 식이 성립한다.

### 수학식 1

$$\frac{\Delta G}{4\pi\sigma R^{*2}} = \left(\frac{R}{R^*}\right)^2 - \frac{2}{3} \left(\frac{R}{R^*}\right)^3$$

[0057] 여기서,  $G$ 는 기브스의 자유 에너지,  $R^*$ 은 압력과 온도에 따라 일의적으로 결정되는 수증기핵의 반경이다. 반경이  $R^*$ 인 수증기핵의 크기를 「기본 사이즈」로 한다. 또한, 수학식 1의 좌변은 수증기핵의 포텐셜에 비례한다. 수학식 1의 좌변을 종축에,  $R/R^*$ 을 횡축에 취한 그래프가 도 9이다.

[0058] 여기서, 수증기핵은, 액체와 공존한 평형 상태를 유지하기 위해, 포텐셜이 낮은 상태로 변화되고, 그 결과 자신의 반경  $R$ 을 변화시킨다. 도 10의 그래프에서는  $R/R^*=1$ , 즉 수증기핵의 반경  $R$ 이 기본 사이즈일 때 수증기핵의 포텐셜이 가장 높다.  $R/R^*<1$ 일 때, 즉 수증기핵의 반경  $R$ 이 기본 사이즈보다 작을 때에는, 수증기핵은 포텐셜이 낮은 상태로 변화되는 결과,  $R/R^*$ 이 0으로 되도록 변화된다.  $R^*$ 은 상수이며, 따라서  $R$ 은 0으로 되도록 변화되고, 결과적으로 수증기핵은 소멸한다. 한편,  $R/R^*>1$ 일 때, 즉 수증기핵의 반경  $R$ 이 기본 사이즈보다 클 때에는, 역시 포텐셜이 낮은 상태로 변화되는 결과,  $R/R^*$ 은 증대한다.  $R^*$ 은 상수이며, 따라서  $R$ 은 커지고, 결과적으로 수증기핵은 팽창한다.  $R/R^*=1$ 일 때에는, 수증기핵은  $R/R^*<1$  및  $R/R^*>1$  중 어느 하나에 따라 소멸 또는 팽창한다. 따라서 최종적으로 수증기핵은 소멸, 팽창 혹은 파열한다.

[0059] 상술한 바와 같은 이유에 의해, 부압 여과 및 정압 여과의 반복에 의해 필터부(14) 내부의 기포는 팽창, 파열, 소멸 등의 거동을 취하므로, 본 발명에서는 이들 작용을 이용하여 필터부(14) 내부로부터 기포를 제거하고 있다.

[0060] 한편, 작용의 설명에서 전술한 필터부(14) 및 트랩(15) 내에 처리액을 주입한 후, 처리액을 필터부(14) 내로 압송하기 전에, 계 전체를 방치하고, 필터부(14)를 처리액 내에 침지하는 스텝의 목적은, 모세관 현상에 의해 처리액을 필터부(14) 내의 세부에까지 침투시키는 것에 있다.

[0061] 이 처리액의 필터 내부에의 침투에 대해 개략적으로 설명하면, 모세관 현상에 의한 세부에의 액 침투도와 시간의 관계는, Washburn식이라 하는 다음 식에 의해 표현된다.

### 수학식 2

$$z(t)^2 = \frac{1}{2} \frac{\gamma R \cos \theta_E}{\eta}$$

[0063] 수학식 2에 있어서,  $z$ 는 침투 심도,  $\theta_E$ 는 정적 접촉각,  $\gamma$ 는 액체의 표면 장력,  $R$ 은 모세관의 반경,  $\eta$ 는 액체

의 점성 계수,  $t$ 는 시간이다. 따라서  $z$ 는 시간의 1/2승에 비례한다. 이  $z$ 와 시간  $t$ 의 관계를 그래프로 나타낸 것이 도 11이다. 그래프로부터, 필터부에의 처리액의 침투는, 침투 초기일수록 단위 시간당 자연 침투하는 심도가 큰 것을 알 수 있다. 즉 모세관 현상에 의해 세부에 액을 침투시키는 당해 공정을 행하는 것이라면, 필터 웨팅 공정의 초기에 행하는 쪽이 시간적 효율이 좋다고 할 수 있다.

- [0064] 이상에 있어서, 본 발명에 관한 액처리 장치의 실시예로서, 레지스트 공급 장치(10)에 대해 설명하였지만, 실제의 액처리 장치로서는, 물론 취급하는 처리액은 레지스트에 한정되는 것이 아니라, 배경 기술에 기재한, 다른 약액, 예를 들어 절연막 형성용 약액에 대한 처리에도 응용이 가능하다.
- [0065] [실험예]
- [0066] 본 발명을 평가하기 위한 평가 시험 및 본 발명의 효과를 확인하기 위한 비교 시험에 대해 설명한다.
- [0067] A. 필터 통액량과 기포수의 상관에 관한 평가 시험
- [0068] (평가 시험 A-1)
- [0069] 상술한 실시 형태와 마찬가지로의 구성의 액처리 장치를 사용하여, 필터 장착 후 약액을 액처리 장치 내에 도입하고, 직후에 약액의 정압 여과와 부압 여과를 반복하고, 평가시험 A-1에서와 같이 필터 웨팅 공정을 행한 경우에 있어서, 필터 통액량과 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 상관을 조사하였다.
- [0070] (평가 시험 A-2)
- [0071] 평가 시험 A-1과 동일한 액처리 장치를 사용하고, 필터 장착 후 약액을 액처리 장치 내에 도입하고, 필터를 약액 중에 15분 침지하고, 그 이외는 평가 시험 A-1과 동일한 조건에 의해 약액의 정압 여과와 부압 여과를 반복하고, 평가 시험 A-2에서와 같이 필터 웨팅 공정을 행한 경우에 있어서, 필터 통액량과 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 상관을 조사하였다.
- [0072] (비교 시험 A-1)
- [0073] 평가 시험 A-1과 동일한 액처리 장치를 사용하고, 약액의 정압 여과에 의해서만 필터 웨팅 공정을 행한 경우에 있어서, 필터 통액량과 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 상관을 조사하였다.
- [0074] (비교 시험 A-2)
- [0075] 평가 시험 A-1과 동일한 액처리 장치를 사용하고, 약액의 부압 여과에 의해서만 필터 웨팅 공정을 행한 경우에 있어서, 필터 통액량과 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 상관을 조사하였다.
- [0076] 또한, 각 실험에 있어서의  $N_2$  가스압, 여과 레이트 등의 조건은 이하와 같다.
- [0077] · 사용 약액:OK73 시너(등록 상표·도쿄오오까샤제)
- [0078] ·  $N_2$  가스압(정압 여과 시):50kPa
- [0079] · 부압 여과 시 여과 레이트:0.5mL/sec
- [0080] · 평가 시험 A-1, A-2에 있어서의 정압 여과 시 1회당 필터 통액량:40mL
- [0081] · 평가 시험 A-1, A-2에 있어서의 부압 여과 시 1회당 필터 통액량:60mL
- [0082] 결과를 도 11에 나타낸다. 그래프의 실선이 평가 시험 A-1, 파선이 평가 시험 A-2, 점선이 비교 시험 A-1, 1점 쇄선이 비교 시험 A-2의 결과를 나타낸 것이다. 횡축은 통액량, 종축은 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수를 대수로 취한 것이다.
- [0083] 그래프에 나타난 결과로부터, 우선 비교 시험 A-2의 결과로부터, 부압 여과만으로는 필터로부터 기포가 충분히 제거되지 않는 것이 명백하다. 또한, 다른 시험예에 대해, 1mL당 기포수가 0.1개로 된 단계를 안정 상태라고 하면, 평가 시험 A-1 및 비교 시험 A-1에서는 기포수가 안정 상태로 될 때까지 필요한 필터 통액량이 약 3500mL 필요하였다. 그러나 이 2개의 시험을 비교하면, 비교 시험 A-1은 통액 중에 있어서 때때로 급격한 기포수의 상승이 보여지는 것에 반해, 평가 시험 A-1에서는 통액 중에 기포수가 상승하는 일이 거의 없다. 이 점에 의해 평가 시험 A-1의 결과는 비교 시험 A-1의 결과보다 우수하다고 할 수 있다.
- [0084] 또한, 평가 시험 A-2에서는, 기포수가 안정 상태로 될 때까지의 통액량이 약 2500mL로, 다른 3개의 시험에 비

해 필요한 필터 통액량이 명백한 감소가 보여지고, 통액 중에 대폭적인 기포의 증가도 관찰되지 않았다. 이들 4개의 시험 결과로부터, 필터 웨팅 공정에 있어서는 필터 교환 후에 필터를 약액 중에 침지한 후 방치하고, 그 후 정압 여과와 부압 여과를 교대로 반복하는 공정, 즉 평가 시험 A-2의 공정이 가장 약액 소비량의 저감으로 이어진다고 할 수 있다.

[0085] B. 필터 웨팅 공정 후의 연속 부압 여과와 기포량의 상관에 관한 평가 시험

[0086] (평가 시험 B-1)

[0087] 평가 시험 A-1과 동일한 액처리 장치에 의해 동일한 수순을 행하고, 약액 1mL당 기포수가 0.1개로 된 후, 0.5mL/sec의 여과율로 6초간의 부압 여과를 100회 반복하는 시험을 4회 행하고, 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 분포를 조사하였다.

[0088] (평가 시험 B-2)

[0089] 평가 시험 A-2와 동일한 액처리 장치에 의해 동일한 수순을 행하고, 약액 1mL당 기포수가 0.1개로 된 후, 0.5mL/sec의 여과율로 6초간의 부압 여과를 100회 반복하는 시험을 4회 행하고, 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 분포를 조사하였다.

[0090] (비교 시험 B-1)

[0091] 비교 시험 A-1과 동일한 액처리 장치에 의해 동일한 수순을 행하고, 약액 1mL당 기포수가 0.1개로 된 후, 0.5mL/sec의 여과율로 6초간의 부압 여과를 100회 반복하는 시험을 4회 행하고, 약액 1mL당 100nm 이상의 크기의 기포수의 분포를 조사하였다.

[0092] 결과를 도 12에 나타낸다. 비교 시험 B-1에 있어서는, 기포수가 1mL당 약 2개 전후의 부분에 주된 분포가 보여지는 것에 반해, 평가 시험 B-1 및 B-2에서는 분포가 약 0.5개 부근의 부분에 분포가 보여지고, 비교 시험에 비해 기포수의 감소가 보여진다. 또한, 관측된 기포의 수에 대해서는, 통계학적 검정의 결과, 유의하게( $p < 0.05$ ) 평가 시험과 비교 시험 사이에서 차가 확인되었다.

[0093] 이 평가 시험으로부터, 필터 교환 시에 있어서는 필터 웨팅 공정에 있어서 필터에 대하여 정압 여과와 부압 여과를 반복하는 필터 웨팅 공정 후, 부압 여과만을 반복해도 약액 중의 기포수가 증가하지 않는 것이 밝혀졌다. 본 발명에 의하면, 종래의 정압 여과만에 의한 필터 웨팅 공정보다도 개선된 효과를 검증할 수 있었다.

## 부호의 설명

[0094] 10 : 처리액 공급 장치

11 :  $N_2$  가스 공급원

12 : 약액 보틀

14 : 필터부

15 : 트랩

16 : 펌프부

21 : 드레인관

31 내지 42 : 밸브

60 : 컵 모듈

63 : 스핀 척

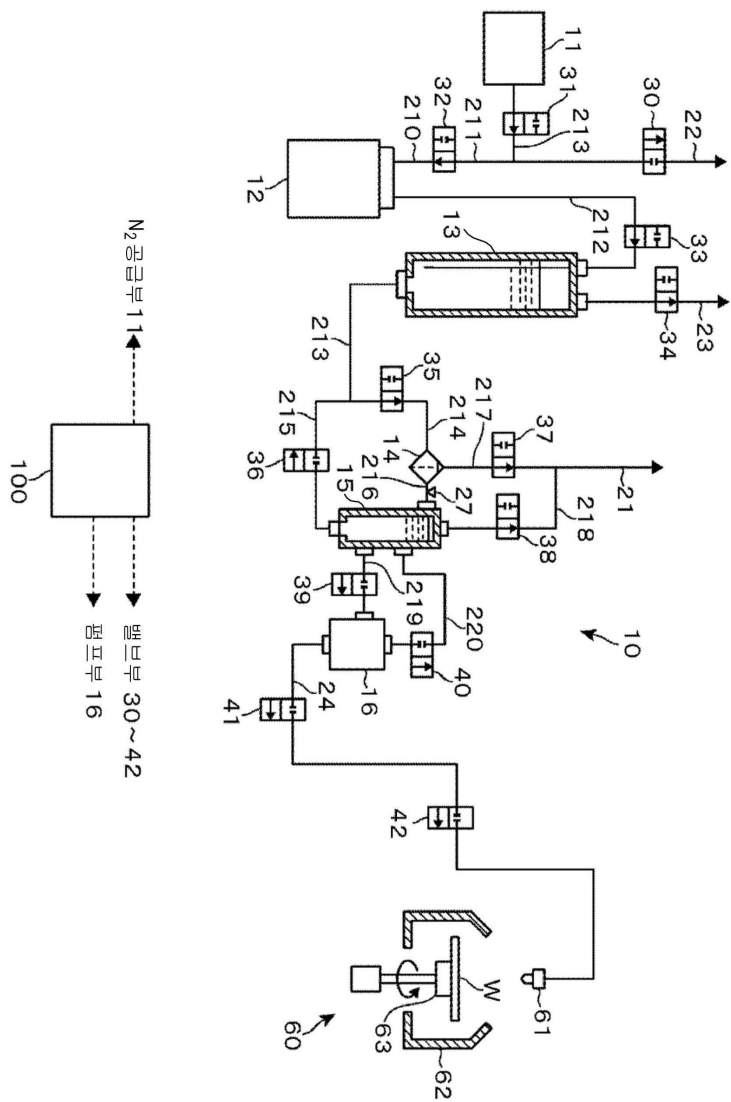
W : 웨이퍼

G : 극세 홈

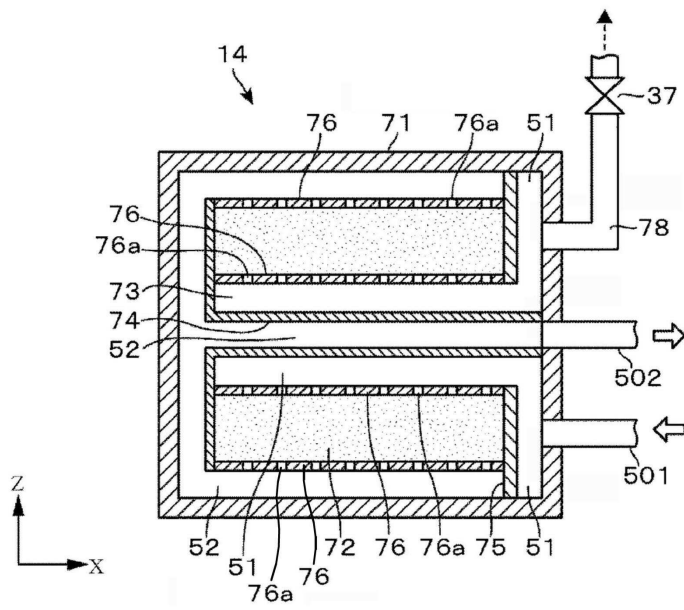
C : 기포핵

도면

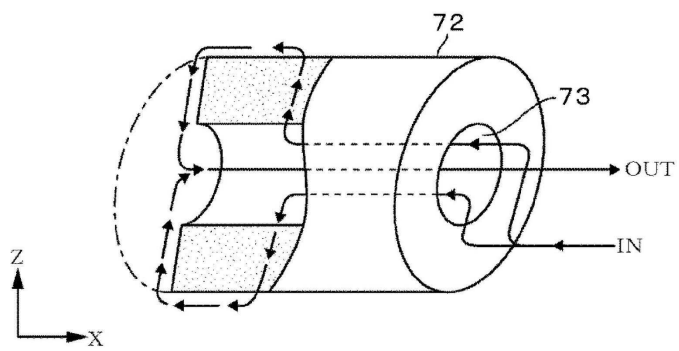
도면1



도면2a

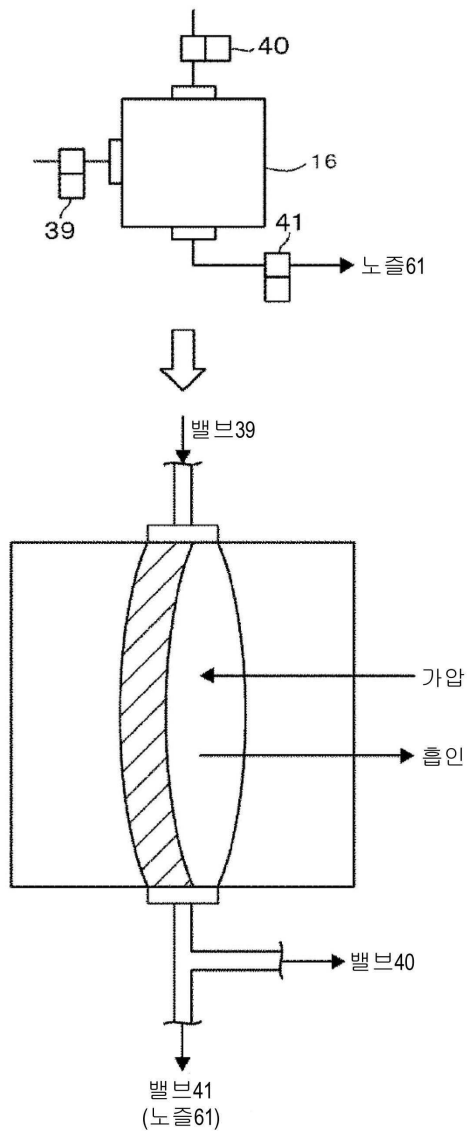


도면2b

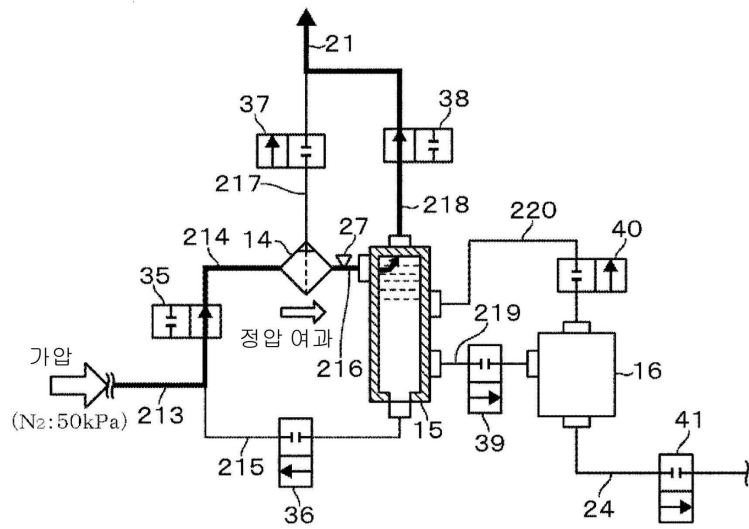




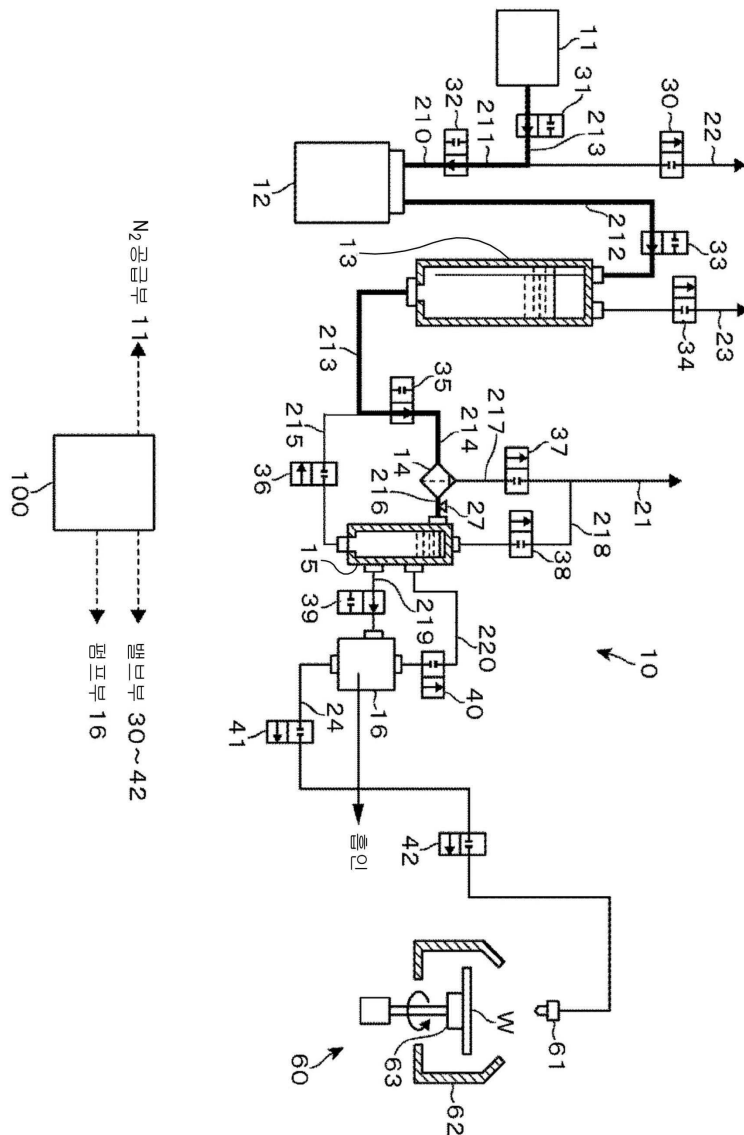
도면3



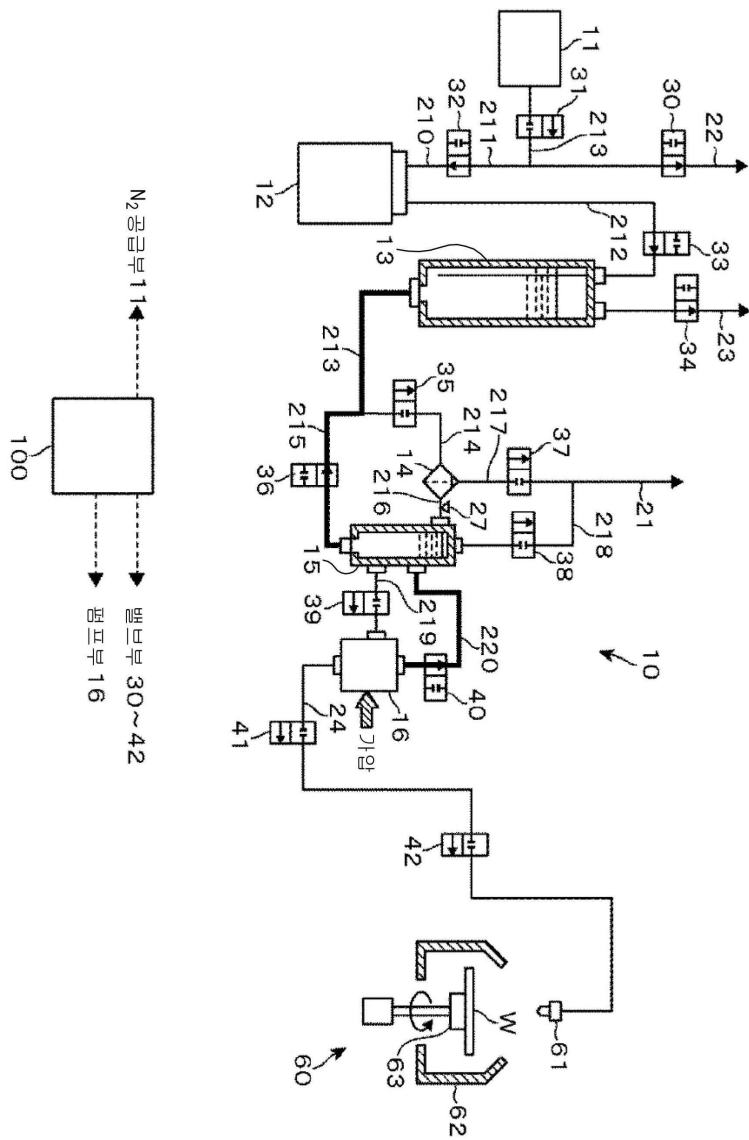
도면4



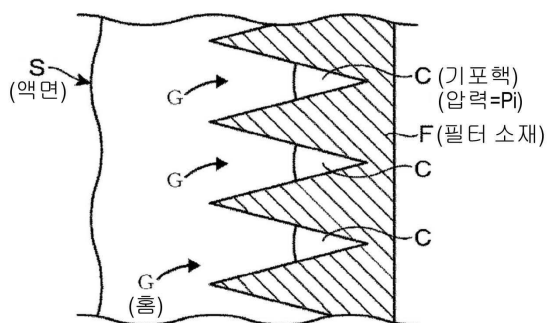
도면5



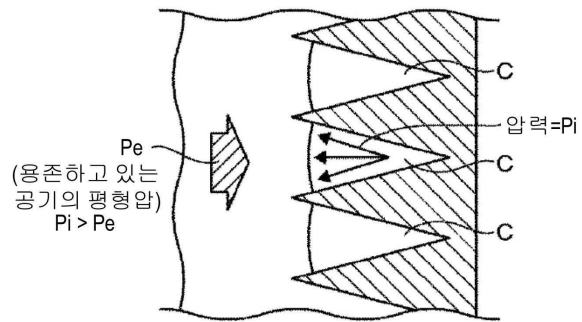
도면6



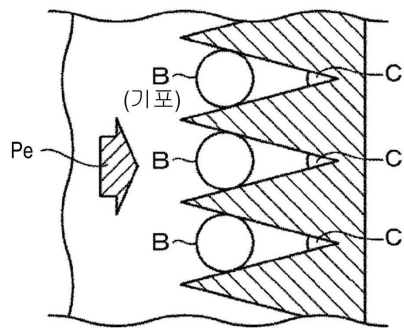
도면7a



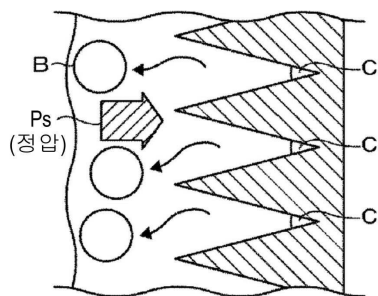
도면7b



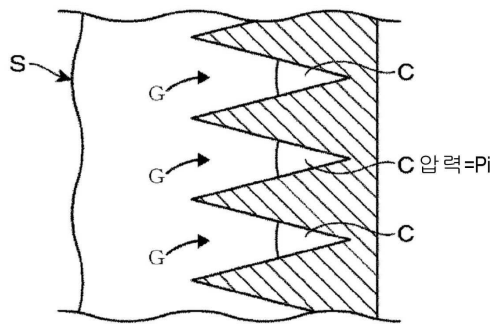
도면7c



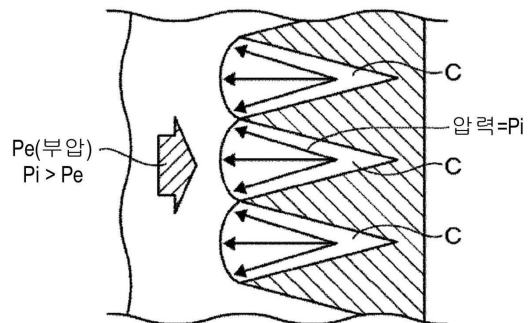
도면7d



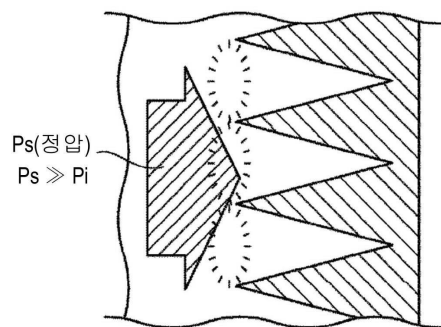
도면8a



도면8b

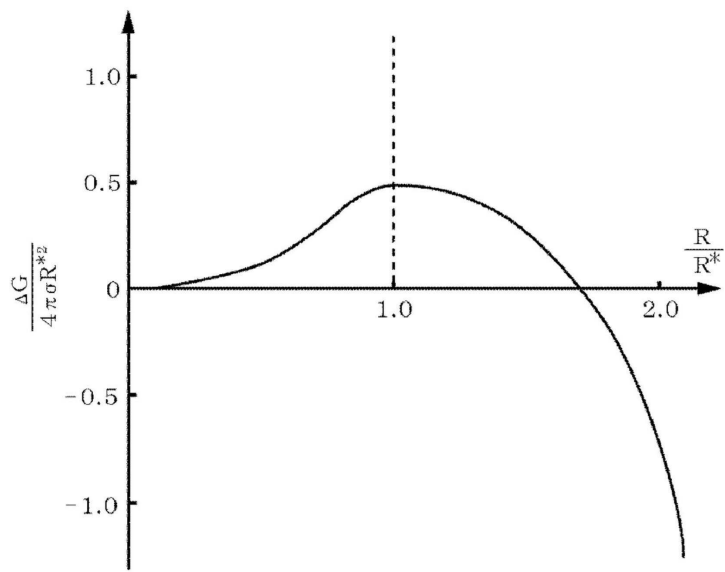


도면8c

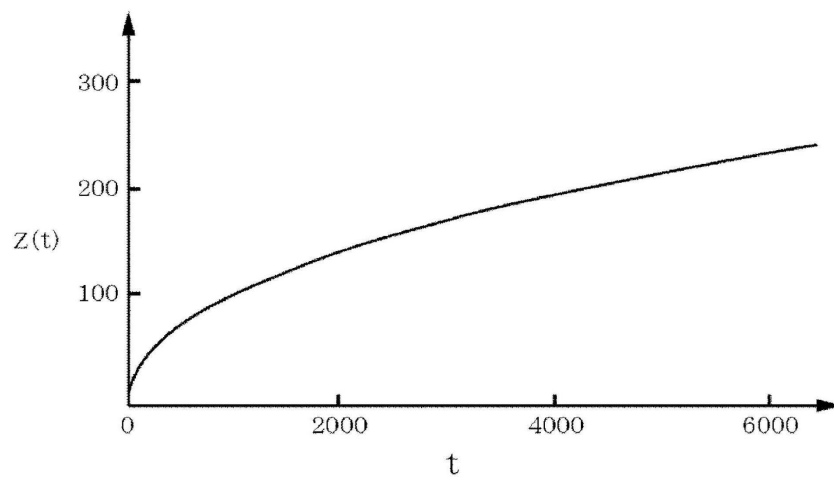




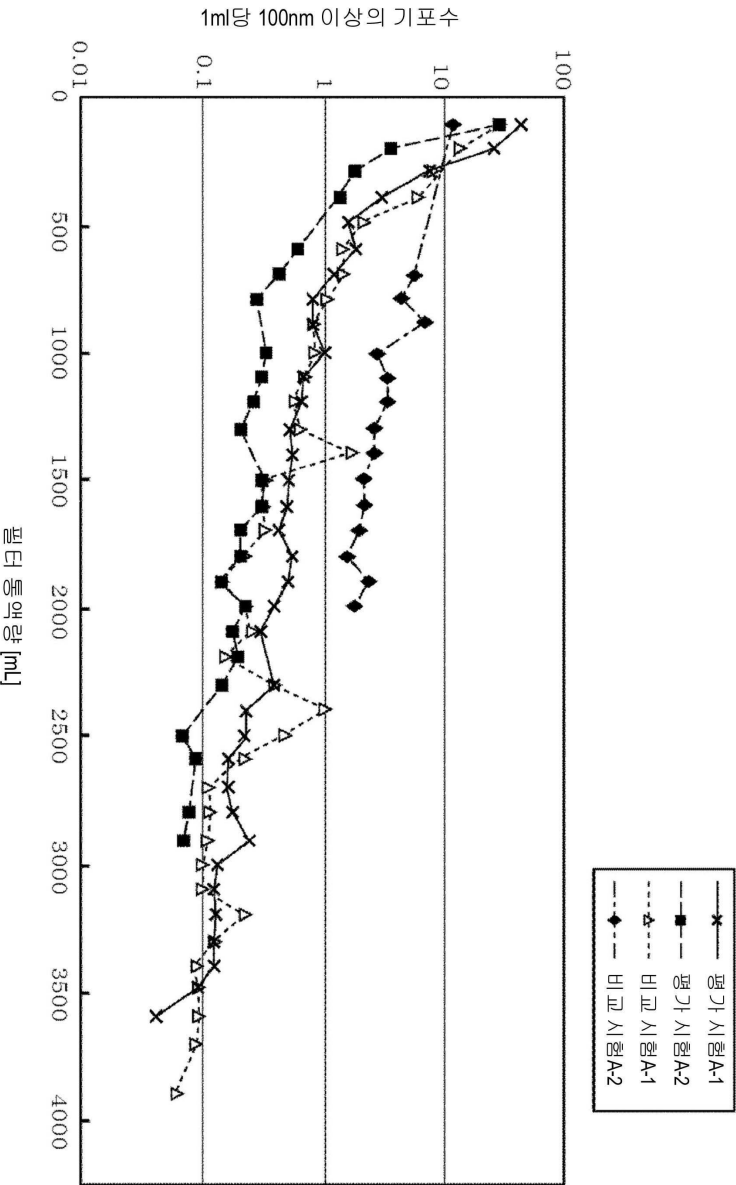
도면9



도면10



도면11



도면12

