

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 8 月 23 日(23.08.2012)



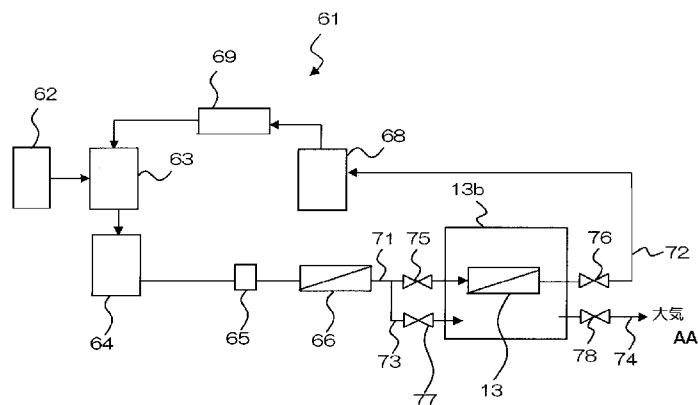
(10) 国際公開番号
WO 2012/111139 A1

- (51) 国際特許分類:
B01D 65/06 (2006.01) *B01D 61/16* (2006.01)
B01D 29/01 (2006.01) *B08B 7/00* (2006.01)
B01D 46/00 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)
B01D 61/14 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/053498
- (22) 国際出願日: 2011 年 2 月 18 日(18.02.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): オルガノ株式会社 (ORGANO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1368631 東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 菅原 広 (SUGAWARA, Hiroshi) [JP/JP]; 〒1368631 東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号オルガノ株式会社内 Tokyo (JP). 小野 義宣 (ONO, Yoshinori) [JP/JP]; 〒1368631 東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号オルガノ株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 宮崎 昭夫, 外 (MIYAZAKI, Teruo et al.); 〒1070052 東京都港区赤坂 1 丁目 9 番 20 号 第 16 興和ビル 8 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD FOR CLEANING FILTER, AND METHOD FOR WASHING OR DRYING BODY TO BE TREATED

(54) 発明の名称: フィルターの清浄化方法、及び被処理体の洗浄または乾燥方法

[図2]



AA Atmosphere

(57) Abstract: In order to efficiently clean a filter for filtering a gas, liquid or supercritical carbon dioxide, which is to be used to wash and/or dry a body to be treated, this method for cleaning a filter for filtering a gas, liquid or supercritical carbon dioxide, which is to be used to wash and/or dry a body to be treated involves cleaning the filter (13) by flushing the filter (13) with carbon dioxide before using the filter (13) to filter the gas, liquid or supercritical carbon dioxide.

(57) 要約: 被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかに用いられる気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するためのフィルターを効率的に清浄化する。被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかに用いられる気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するためのフィルターの清浄化方法は、フィルター 13 で気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過する前に、フィルター 13 に二酸化炭素を流通させることによってフィルター 13 を清浄化することを含んでいる。



WO 2012/111139 A1

明 細 書

発明の名称：

フィルターの清浄化方法、及び被処理体の洗浄または乾燥方法

技術分野

[0001] 本発明は、フィルターの清浄化方法及び、当該方法を用いた半導体デバイス等の電子部品の洗浄または乾燥方法に関し、特に電子部品の洗浄等に用いられる超臨界二酸化炭素をろ過するためのフィルターの清浄化方法に関する。

背景技術

[0002] 半導体デバイスやMEMS (Micro Electro Mechanical Systems) の洗浄に超臨界二酸化炭素 (臨界点 31°C 、 7.4MPa) の適用が検討されている (特開平 7-284739 号公報、特開平 10-50648 号公報)。超臨界二酸化炭素は、二酸化炭素を上記臨界点以上の高温、高圧にすることによって製造することができる。超臨界二酸化炭素は気体と液体の中間的な性質を有し、浸透力や拡散性に優れている。このため、超臨界二酸化炭素はウエハの微細な凹部などに容易に侵入し、異物を連行し除去することができる。特に、超臨界二酸化炭素は、表面張力がゼロであるという特徴によって小さな凹部へも容易に侵入するため、半導体デバイスの高集積化などによって凹部の幅が縮小した場合でも良好な洗浄性能を発揮する。このような特徴から、超臨界二酸化炭素は次世代の洗浄媒体として期待されている。

[0003] また、凹部に付着した超臨界二酸化炭素は、ウエハ等が収容されるチャンバを減圧することによって容易に気化させることができる。この性質を利用して、超臨界二酸化炭素をウエハ等の乾燥に用いることも検討されている。

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] このように、超臨界二酸化炭素は半導体デバイス等の洗浄や乾燥に有用であるが、超臨界二酸化炭素に微粒子が含まれていると、微粒子が被処理体に

そのまま付着、残存し、製品歩留まりに直接的な影響を及ぼすおそれがある。そこで、製品歩留まりを上げるために、超臨界二酸化炭素自体の清浄度をあげる必要がある。

[0005] 超臨界二酸化炭素の清浄度をあげるためには、フィルターで超臨界二酸化炭素をろ過することが好ましい。本願発明者は、フィルターとして、焼結金属フィルターやセラミックフィルターを用いることを検討した。これらのフィルターは、半導体デバイスなどの電子部品の製造工程で使用される窒素ガス等のろ過に用いられるものである。これらのフィルターには無数の微細孔が形成されており、気体から微粒子を除去することができる。フィルターは製造段階から清浄度管理が行われ、必要に応じて洗浄処理が行われ、半導体グレードとして出荷されている。また、各段階での検査や厳密な保管を通じて、出荷迄の間、十分な品質管理が行われている。半導体デバイス等の製造現場でも、装置への据付けから使用開始までの間、十分な清浄度管理が行われている。このため、使用開始直後から高清浄度の気体が得られることが確認されている。

[0006] 上述のように、超臨界二酸化炭素は、二酸化炭素を臨界点以上の高温、高圧にすることによって製造されるため、フィルターを通過する際の二酸化炭素の状態（相）は、超臨界二酸化炭素の供給プロセスとフィルターの設置位置とによって変わり得る。例えば、気相の二酸化炭素を原料として超臨界二酸化炭素を製造する場合、フィルターの設置場所によって、気相の二酸化炭素をろ過する場合もあるし、超臨界二酸化炭素をろ過する場合もある。気相の二酸化炭素をいったん液化し、液相の二酸化炭素を原料として超臨界二酸化炭素を製造する場合、液相の二酸化炭素をろ過する場合もあるし、超臨界二酸化炭素をろ過する場合もある。

[0007] 本願発明者は、液相または超臨界状態の二酸化炭素であっても、その原料は気相の二酸化炭素であることから、フィルターを通過する際の二酸化炭素の状態（相）がフィルターの性能や挙動に与える影響は小さいものと考えていた。つまり、本願発明者は、半導体グレードの従来のガス用フィルターを

使用すれば、二酸化炭素の状態（相）によらず、使用開始直後から高洗浄度の二酸化炭素が得られると考えていた。ところが実際には、新品（未使用）のフィルターを用いて液相または超臨界状態の二酸化炭素をろ過すると、被処理体に微粒子汚染が生じる現象が生じた。

[0008] このように、液相または超臨界状態の二酸化炭素の洗浄度を高めるためにフィルターを用いる際に、フィルターが新品（未使用）であると、被処理体が微粒子で汚染される現象が確認されている。汚染が生じると、製品歩留まりが悪化し、半導体デバイス等の製造工程に多大な影響を与える。一方、気相の二酸化炭素をフィルターで浄化する場合にはこのような現象は比較的生じにくい、こうした現象をできる限り防止すべきことに変わりはない。

[0009] そこで、本発明は、被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかに用いられる気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するためのフィルターを効率的に清浄化する方法を提供することを目的とする。また、本発明は、このような方法を用いて、被処理体を洗浄または乾燥する方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明の一実施態様によれば、被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかに用いられる気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するためのフィルターの清浄化方法が提供される。この方法は、フィルターで気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過する前に、フィルターに二酸化炭素を流通させることによってフィルターを清浄化することを含んでいる。

[0011] フィルターは上述のように十分な洗浄度管理が行われており、一般的にはそのまま使用してもなんら問題はない。しかし、本願発明者は、フィルターに気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素が流通する際に、フィルター内部に存在していた微粒子が流し出され、あるいはフィルターから剥離して二酸化炭素とともにフィルター外へ吐き出される可能性があることを見出した。この微粒子の発生原因は様々であると考えられ、フィルターの製造時にフィルターの原料物質の一部が微粒子として残存する場合や、フィルター自身

の粒子吸引力（ファンデルワールス力や静電気等）によって外部から粒子が付着する場合などが考えられる。この現象は液体または超臨界状態の二酸化炭素がフィルターを流通した際に生じ易いが、気体の二酸化炭素が流通した際にも、程度の差はあれ、同様の現象が起きる可能性はある。

[0012] かかる分析に基づき、本願発明者は、フィルターの使用に先立って、フィルターに二酸化炭素を流通させることによってフィルターを清浄化することに想到した。フィルターを洗浄装置等に装着した上で必要に応じて慣らし運転を行えばフィルター性能が徐々に安定化することも考えられるが、運転条件の様々な制約のために効率的な清浄化は困難である。本発明では、従来の発想と異なり、フィルター自体をあらかじめ清浄化してしまうので、効率的な清浄化が可能となる。清浄化を行ったフィルターは汚染原因となる微粒子が相当程度除去されている。従って、これを気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素のろ過に使用すれば、被処理体への微粒子汚染を防止し、所望のろ過性能を発揮することができる。

[0013] 本発明の他の実施態様によれば、被処理体の洗浄または乾燥方法が提供される。この方法は、フィルターに二酸化炭素を流通させてフィルターを清浄化するフィルター清浄化工程と、清浄化されたフィルターを用いて、気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するろ過工程と、ろ過された気体または液体の二酸化炭素を加圧もしくは加熱することによって得られた超臨界状態の二酸化炭素を用いて、またはろ過された気体または液体の二酸化炭素を加圧しかつ加熱することによって得られた超臨界状態の二酸化炭素を用いて、またはろ過された超臨界状態の二酸化炭素を用いて、被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかを行う工程、を含んでいる。

発明の効果

[0014] 以上説明したように、本発明によれば被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかに用いられる気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するためのフィルターを効率的に清浄化することができる。また、本発明によれば、このような方法を用いて、被処理体の洗浄または乾燥を行うことが

できる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本発明が適用される被処理体の洗浄・乾燥装置の概略構成図である。

[図2]本発明に係るフィルターの清浄化装置の概略構成図である。

[図3A]実施例で用いた装置の概略構成図である。

[図3B]実施例で用いた装置の概略構成図である。

符号の説明

- [0016]
- 1 処理装置
 - 2 被処理体
 - 11 圧力容器
 - 12 高圧CO₂源
 - 13 フィルター
 - 13 a, 13 b フィルター容器
 - 14 加熱手段
 - 15 保圧弁
 - 16 ポンプ
 - 17 ヒーター
 - 20 供給ライン
 - 30 排出ライン
 - 40 流量調整手段
 - 50 流量調整手段
 - 61 フィルター清浄化装置
 - 62 CO₂容器
 - 63 凝縮器
 - 64 貯槽
 - 65 ポンプ
 - 66 フィルター
 - 68 蒸発器

69 フィルター

発明を実施するための形態

- [0017] 以下、図面を参照して本発明の実施形態について説明する。まず、本発明が適用される被処理体の洗浄・乾燥装置（以下、処理装置１という。）について説明する。
- [0018] 処理装置１は、被処理体２を収納する圧力容器１１と、圧力容器１１に二酸化炭素を供給する供給ライン２０と、圧力容器１１内の二酸化炭素を排出する排出ライン３０と、を備えている。
- [0019] 供給ライン２０は、高圧二酸化炭素源１２（以下、高圧CO₂源１２という。）に接続されており、フィルター１３と、フィルター１３を加熱する加熱手段１４と、供給する高圧二酸化炭素の流量を調整する流量調整手段４０と、を備えている。流量調整手段４０は、流量計４１と、流量調整弁４２と、流量調整弁４２を制御するための制御装置４３と、を有している。高圧CO₂源１２と流量計４１とは配管２１で接続され、流量計４１と流量調整弁４２とは配管２２で接続され、流量調整弁４２とフィルター１３とは配管２３で接続され、フィルター１３と圧力容器１１とは配管２４で接続されている。
- [0020] 排出ライン３０は、圧力容器１１から二酸化炭素を排出する際の二酸化炭素の流量を調整する流量調整手段５０と、保圧弁１５と、を備えている。流量調整手段５０は、流量計５１と、流量調整弁５２と、流量調整弁５２を制御するための制御装置５３と、を有している。圧力容器１１と流量調整弁５２とは配管３１で接続され、流量調整弁５２と保圧弁１５とは配管３２で接続され、保圧弁１５と流量計５１とは配管３３で接続されている。流量計５１には二酸化炭素の系外放出用の配管３４が接続されている。
- [0021] 圧力容器１１は、内部に半導体ウエハ等の被処理体２を保持、収納しており、内部に供給された二酸化炭素により被処理体２を超臨界二酸化炭素で洗浄または乾燥し、あるいは洗浄しかつ乾燥することができる。圧力容器１１は、7.4MPa（二酸化炭素の臨界圧）以上の耐圧性を備えたステンレス製の容器からなっている。

[0022] 高圧CO₂源12は、特に限定されず、高圧二酸化炭素を貯蔵できるものであればよい。高圧CO₂源12としては、例えば、高圧ガス用ポンベ、極低温容器、液化貯蔵槽等の従来公知のものが挙げられる。二酸化炭素を気相または液相で貯蔵する場合は、供給ライン20上に二酸化炭素を臨界圧力以上に昇圧するポンプ（加圧手段）16または臨界温度以上に加熱するヒーター（加熱手段）17の少なくともいずれかを設けることができる。これによって、気相または液相の二酸化炭素を超臨界状態に変換し、圧力容器11に超臨界二酸化炭素を供給することができる。あるいは、高圧CO₂源12に超臨界二酸化炭素を收容し、必要に応じポンプ16によって昇圧して圧力容器11に供給するようにしてもよい。前者の場合は、気体または液体の二酸化炭素を加圧もしくは加熱し、さらにフィルター13でろ過することによって、超臨界状態の二酸化炭素が得られる。または気体または液体の二酸化炭素を加圧しかつ加熱し、さらにフィルター13でろ過することによって超臨界状態の二酸化炭素が得られる。得られた二酸化炭素は被処理体2の洗浄または乾燥に用いられる。後者の場合は、超臨界状態の二酸化炭素をろ過し、それがそのまま被処理体2の洗浄または乾燥に用いられる。これらのポンプ16やヒーター17は、フィルター13の一次側（入口側あるいは下流側）に設けることもできるし、二次側（出口側あるいは上流側）に設けることもできる。以上の説明から明らかな通り、圧力容器11には二酸化炭素が供給され超臨界二酸化炭素での洗浄または乾燥が行われるが、フィルター13には、気相、液相、超臨界のいずれの状態の二酸化炭素も流通することがあり得る。

[0023] フィルター13は、高圧二酸化炭素に含まれる微粒子や、供給ライン20（フィルター13の一次側）で発生した微粒子を除去し、洗浄または乾燥後の被処理体2の清浄度を高める。フィルター13には、焼結金属フィルターやセラミックフィルターなどの、高圧二酸化炭素のろ過に用いられる公知のフィルターを用いることができる。フィルター13の例として、GFT03W（商品名、日本精線（株）製、ガス中除粒子性能0.3μm）、GFD1N（商品名、日本精線（株）製、ガス中除粒子性能1μm）、UCS-MB

ー 02VR-30HK フィルター（（株）ピュアロンジャパン製、ガス中除粒子性能 0.01 μm ）等が挙げられる。フィルター 13 には、フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素の温度調整を容易にする目的や、エネルギー消費を低減する目的で、保温手段（図示せず）を設けてもよい。

[0024] 加熱手段 14 は、フィルター 13 の本体またはフィルター 13 の一次側を加熱する。これによって、高圧二酸化炭素に含まれる微粒子や、供給ライン 20（フィルター 13 の一次側）で発生した微粒子の除去効率が向上し、被処理体 2 の清浄度を高いレベルに維持することが容易となる。加熱手段 14 は、フィルター 13 を加熱できるものであれば特に限定されず、例えば、二重管式熱交換器、電気炉、電気ヒーター等が挙げられる。加熱手段 14 がフィルター 13 に直接設置されている場合は、フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素の温度調整を容易にする目的や、エネルギー消費を低減する目的で、上述の保温手段によって加熱手段 14 をフィルター 13 と共に保温してもよい。

[0025] フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素の温度を正確に調整するために、フィルター 13 に温度測定器（図示せず）を併設してもよい。温度測定器は、フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素の温度を測定できるものであれば特に限定されない。温度測定器は、フィルター 13 の内部温度を測定するものであってもよく、外部温度を測定するものであってもよく、フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素の温度を直接測定できるものであってもよい。また、温度測定器はフィルター 13 近傍の配管（配管 23 もしくは配管 24）の内部温度または外部温度を測定するものであってもよい。温度測定器を設ける場合は、周りの環境温度の影響を避けるため、温度測定器が断熱材で覆われていることが好ましい。

[0026] フィルター 13 は耐圧容器であるフィルター容器 13a の内部に収納されている。フィルター容器 13a の外部で、配管 23a が配管 23 から分岐している。配管 23 はフィルター容器 13a を貫通してフィルター 13 に連結されている。配管 23a はフィルター 13 には連結されておらず、フィルタ

一容器 13 a の内部に開口している。フィルター容器 13 a の内部には配管 24 a も開口しており、配管 24 a の他端は大気解放可能に構成されている。フィルター 13 は、フィルター容器 13 a の内部の配管 23, 24 上に設けられた継手などの適宜な部材（図示せず）によって、フィルター容器 13 a からの着脱が可能に構成されている。配管 23、配管 24、配管 23 a、配管 24 a 上には各々弁 25, 26, 27, 28 が設けられている。高圧二酸化炭素は配管 23 を通ってフィルター 13 に流入し、配管 24 を通って流出して圧力容器 11 に供給される。高圧二酸化炭素はまた、配管 23 a を通ってフィルター容器 13 a の内部に流入し、配管 24 a を通って流出し大気解放されることができる。

[0027] このような構成により、弁 25, 26, 27, 28 の開閉や開度を適切に調整することによって、フィルター 13 の内圧と、フィルター 13 の外圧（フィルター容器 13 a の内圧）とをバランスさせることができる。この結果、フィルター 13 自体にかかる正味の内圧を大きく低減させることができる。このため、過度の内圧によるフィルター 13 の不慮の破損を防止することが容易となる。さらに、フィルター 13 を圧力容器として取り扱う必要がなくなるため、法規制上の対応が容易となる場合がある。このような法規制の一例として、日本の高圧ガス保安法における届出が挙げられる。本実施形態ではフィルター 13 は高圧ガス保安法の適用対象外となるため、法規制の制約を受けることなく、後述する清浄化のためにフィルター 13 を取り外すことができる。

[0028] 流量調整手段 40 を設けることにより、圧力容器 11 に供給する高圧二酸化炭素の流量を精密に調整することが容易になる。流量調整手段 40 の流量計 41 は、液体または超臨界状態の高圧二酸化炭素の質量流量を測定できることが好ましい。このような流量計 41 としては、例えば、コリオリ式マスフローメータ（MFM）が挙げられる。流量調整弁 42 は、流量計 41 の測定値に従って流量を調整できるものであれば特に限定されないが、できるだけ清浄度の高いものを用いることが好ましい。制御装置 43 による制御は、自

動であっても手動であってもよいが、流量調整弁 42 として、MFM の測定値に連動して調整できる自動弁を用いることが好ましい。

[0029] 流量調整手段 50 を設けることにより、压力容器 11 から排出される二酸化炭素の流量を精密に調整することが容易になる。流量調整手段 50 の流量計 51 は流量調整手段 40 の流量計 41 と同じものを、流量調整弁 52 は流量調整手段 40 の流量調整弁 42 と同じものを、制御装置 53 は流量調整手段 40 の制御装置 43 と同じものを、各々使用することができる。

[0030] 保圧弁 15 は压力容器 11 の内圧を保持するために設けられる。保圧弁 15 としては、例えばバネで機械的に圧力保持を行う既存の保圧弁を使用することができる。保圧弁 15 は流量計 51 と流量調整弁 52 の間に設置されているが、流量計 51 の二次側に設置されていてもよい。

[0031] 本実施形態の処理装置 1 を用いた被処理体 2 の洗浄方法について説明する。以下の処理では、後述する方法で清浄化されたフィルター 13 を用いて、気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過する。被処理体 2 を乾燥する方法については記載を省略するが、洗浄する場合と基本的に同一である。

[0032] まず、高圧 CO₂ 源 12 に貯蔵されている高圧二酸化炭素を供給ライン 20 に供給し、必要に応じてポンプ 16 によって昇圧しヒーター 17 によって加熱し、流量調整手段 40 によって流量を調整しながらフィルター 13 に送る。

[0033] フィルター 13 は、加熱手段 14 により加熱して、温度を 30℃ 以上にしておくことが好ましく、50℃ 以上にしておくことがより好ましい。フィルター 13 を加熱して、フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素の温度を上げることにより、フィルター 13 を通過する高圧二酸化炭素に含まれる微粒子の除去性能が向上し、被処理体 2 の清浄度を高度に維持することが容易となる。一方、フィルター 13 の温度が高すぎると、耐熱性を確保するためにフィルター 13 やその近傍の配管の肉厚が増加し、処理装置 1 が大型化しやすくなり、また、気密部のシール性の確保も難しくなる。このため、フィルター 13 の温度は 200℃ 以下にすることが好ましい。

- [0034] 高圧二酸化炭素はフィルター１３でろ過され（ろ過工程）、その後压力容器１１に供給される。压力容器１１内の被処理体２は、供給された二酸化炭素によって超臨界二酸化炭素で洗浄される。この工程は、供給ライン２０からの高圧二酸化炭素の供給を停止し、压力容器１１からの二酸化炭素の排出も行わない状態で行われてもよく（バッチ式）、压力容器１１に定常的に二酸化炭素を供給しながら行われてもよい（連続式）。
- [0035] 次に、流量調整手段５０により二酸化炭素の流量を調整しながら、压力容器１１内の二酸化炭素を排出ライン３０から排出する。保圧弁１５は、連続的または段階的に開いてもよく、一段階で開いてもよい。保圧弁１５を開く際には、流量調整手段５０の流量調整弁５２の開度が予め開きすぎないようにして、流量が瞬間的にでも大きくならないようにしておく。
- [0036] 次に、以上説明した処理装置１に使われるフィルター１３の清浄化方法（フィルター清浄化工程）の一例について説明する。図２はフィルター１３の清浄化に用いられるフィルター清浄化装置６１の概略構成図である。清浄化対象のフィルター１３（図１におけるフィルター１３と同じ。）はフィルター容器１３ｂの内部に收容される。処理されるフィルター１３の使用履歴は限定されないが、実施例で述べるように未使用すなわち新品のフィルターである場合に特に大きな効果が得られる。フィルター容器１３ｂは処理装置１におけるフィルター容器１３ａと同様の容器である。フィルター容器１３ｂにはフィルター容器１３ａと同様、フィルター１３に接続する配管７１、７２と、配管７１からの分岐配管７３と、大気解放が可能な配管７４と、が接続している。また、フィルター容器１３ａの場合と同様、配管７１～７４上には弁７５～７８が設けられている。従って、これらの弁７５～７８の開閉や開度の調整により、フィルター１３の内圧とフィルター１３の外圧（フィルター容器１３ｂの内圧）とをバランスさせることができる。フィルター１３はフィルター容器１３ａの場合と同様、継手等の適宜の手段によって配管７１、７２に連結されており、フィルター容器１３ｂからの着脱が可能となっている。このような構成により、フィルター１３の不慮の破損を防止でき

るほか、法規制上の対応も容易となる場合がある。

[0037] CO_2 容器 6 2 には気相または液相の高圧二酸化炭素が貯蔵されている。 CO_2 容器 6 2 から二酸化炭素が必要に応じて供給され、再循環する気相の二酸化炭素とともに凝縮器 6 3 で一旦液相に変化させられ、貯槽 6 4 に貯蔵される。貯槽 6 4 に貯蔵された液相の二酸化炭素はポンプ 6 5 で昇圧され、フィルター 6 6 でろ過されて、フィルター容器 1 3 b の内部に收容されたフィルター 1 3 に流入し、フィルター 1 3 内部を流通し、フィルター 1 3 外へと排出される。この際、二酸化炭素はフィルター 1 3 の内部に存在する微粒子を流し出して、フィルター 1 3 の外部へ排出する。フィルター 1 3 から排出された二酸化炭素は、蒸発器 6 8 で気化され、フィルター 6 9 でろ過され、凝縮器 6 3 で、 CO_2 容器 6 2 から必要に応じて供給される二酸化炭素と合流する。フィルター 6 6 及びフィルター 6 9 は、場合によっては一方または双方を省略することができる。

[0038] フィルター 1 3 を流通させる二酸化炭素は、気相、液相、超臨界のいずれの状態であってもよいが、液体または超臨界状態の二酸化炭素であることが望ましい。液体または超臨界状態の二酸化炭素は気相の二酸化炭素よりも高密度であり、フィルターの清浄化効果が高い。高密度の二酸化炭素は微粒子を運ぶ能力が高く、フィルター内部の微粒子が効果的に排出されるためである。特に、超臨界状態では流体の表面張力がゼロであり、二酸化炭素の拡散性が高くなることから、フィルター 1 3 の微細孔がどれだけ細かく複雑であっても二酸化炭素が微細孔の隅々まで行き渡り、洗浄効果が高められる。二酸化炭素を超臨界状態とするには、二酸化炭素をポンプ 6 5 で 7.4 MPa（二酸化炭素の臨界圧）以上に昇圧し、図示していない加熱器で 31°C（二酸化炭素の臨界温度）以上に加熱する。

[0039] フィルター 1 3 を流通させる二酸化炭素の圧力は高いほうが好ましく、より具体的には 1 MPa 以上であることが好ましい。1 MPa 以上の二酸化炭素は密度が高いため、フィルター 1 3 に付着した微粒子を流し出す効果が高く、フィルター清浄化効果が高められる。また、二酸化炭素の圧力が高いと

、フィルター１３の前後における差圧（ ΔP ）を高くとることができる。差圧と流量は比例関係にあるため、差圧が高いほど高流量の二酸化炭素を流通させることができ、清浄化の効率が向上する。さらに、流量が増加することによって流通させる二酸化炭素の流速も高まるため、高流速での処理が可能となり、フィルター１３に付着している微粒子を効率的に除去することができる。高流量、高流速の二酸化炭素を流通させるため、洗浄時間の短縮化も可能となる。

[0040] 本実施形態ではフィルター１３を流通させた二酸化炭素の全量を再循環させ、再度フィルター１３に流通させている。再循環させる二酸化炭素はフィルター１３を流通させた二酸化炭素の一部だけでもよい。二酸化炭素を循環使用することで、清浄化費用の低減と、二酸化炭素の系外放出量抑制による環境面での効果が期待できる。

[0041] 二酸化炭素を再循環させる場合に、再循環する二酸化炭素をフィルター６９でろ過することによって微粒子の除去効果が一層高められる。フィルター６９でろ過する二酸化炭素は再循環する二酸化炭素の全量でもいいし、一部でもいい。

[0042] 再循環する二酸化炭素をフィルター６９でろ過する前に、フィルター１３を流通させた二酸化炭素を蒸発器６８によって気化させている。一般に、フィルターの除粒子性能は、液体や超臨界状態の物質をろ過する場合と比べて気体をろ過する場合の方が高い。このため、再循環する二酸化炭素を気相でろ過することによって、二酸化炭素の清浄度がより高くなり、フィルター１３の清浄化効果も高くなる。従って、フィルター１３を流通させた二酸化炭素が液体または超臨界状態の場合、一旦蒸発器６８で気化させてから、フィルター６９でろ過することが好ましい。気化させる二酸化炭素は再循環する二酸化炭素の全量でもいいし、一部でもいい。また、蒸発器６８は液相で微粒子を捕捉することができ、しかも液相から気相への微粒子の移動が少ないので、フィルター６９への負荷が小さくなる。微粒子を含む液相の二酸化炭素を排出することで、微粒子を系外に排出することもできる。蒸発器６８の

手前に二酸化炭素の液化を促すための冷却器を設置してもよい。冷却器で二酸化炭素を冷却することで、二酸化炭素はより確実に液化する。液化した二酸化炭素を蒸発器 6 8 に供給することで、蒸発器 6 8 内に気液界面が形成され、二酸化炭素を界面から静かに蒸発させることが可能となる。

[0043] フィルター洗浄工程においては、ろ過工程時の流量（洗浄時の温度・圧力における実際の体積流量）よりも高流量で二酸化炭素を流通させることが好ましい。一般に高流量の方が流速も高く、フィルターに付着した微粒子を除去しやすい。特にろ過工程よりも高い体積流量で二酸化炭素を流通させ微粒子を除去しておくことで、フィルター洗浄工程よりも流量の低いろ過工程において微粒子がフィルターから放出される可能性が低下する。

[0044] フィルター洗浄工程においては、ろ過工程時よりも高温の二酸化炭素を流通させることが好ましい。一般に高温ほどフィルターからの溶出物の溶出速度が速くなるため、溶出物の除去効率が高くなるためである。また、ろ過工程時よりも高温で二酸化炭素を流通させることで、フィルター洗浄工程よりも温度の低いろ過工程において溶出物がフィルターから放出される可能性が低下する。前述のように二酸化炭素の密度は高い方が清浄化効果も高くなるが、同一圧力下では高温になるほど二酸化炭素の密度が低下する。このことを考慮すると、高温の二酸化炭素を流通させることは不利となる面もある。しかし前述のように二酸化炭素を高圧力に保つことによって、高密度の二酸化炭素を供給することができる。

[0045] 以上述べたように、本実施形態によれば、フィルターに付着した微粒子やフィルター自身からの微量溶出物が抑えられ、従来に比べて清浄度が格段に向上したフィルターを得ることができる。このため、使用開始直後から十分に高い清浄度の気相、液体または超臨界二酸化炭素を得ることができ、半導体デバイス等の製品を直ちに高歩留まりで生産することができる。

実施例

[0046] 新品の日本精線製（株）製フィルター（NASclean GF-T001）を準備し、図 3 A に示す装置にフィルターを設置して、超臨界二酸化炭素による清浄化を

行った。使用した装置は基本的に図2に示す装置と同様であるが、ポンプ65とフィルター66の間にヒーター70を設置した。CO₂容器62としては高圧ポンプを用いた。二酸化炭素は20MPa、40°C、3kg-CO₂/hで導入し、6時間清浄化を行った。また、同一のフィルターで、清浄化を行わないものを比較例として準備した。

[0047] 次に、図3Bに示すように、約15cm（6インチ）の清浄なシリコンウエハをセットした圧力容器11に、清浄化を行ったフィルター13で処理した二酸化炭素を質量流量20g-CO₂/minで導入した。ウエハ上の粒径0.5μm以上の微粒子数を測定したところ、実施例に用いたウエハで0個、比較例に用いたウエハで3個であり、いずれも実験結果に影響しない程度の高清浄度が確保されていた。導入配管は外部温度が40°Cとなるように電気ヒーター18aで加温した。圧力容器11は温水設定60°Cの温水ヒーター18bで加熱した。この状態で二酸化炭素を導入することで、圧力10MPa、温度50～55°Cの超臨界二酸化炭素が得られた。圧力容器11内部がこの圧力・温度状態に到達した直後に大気圧に減圧して、ウエハを取り出した。減圧操作は一次側の流量調整弁19を全閉した後、圧力容器11内の温度が40°C以下にならないように、保圧弁15をゆっくり開くことにより行った。ウエハはクリーンなケースに保管し、数日後にゴミ検査装置（（株）トプコン製、WM-3）でウエハ上の粒径0.5μm以上の微粒子数を測定した。この際、ウエハ外周の幅10mmの領域は測定対象外とした。同様の試験を比較例のフィルターを用いて実施した。

[0048] 上記条件で処理した後のウエハ上の微粒子数を表1に示す。フィルターの清浄化によって、二酸化炭素による洗浄を行った後のウエハ上の微粒子数が減少した。特に、粒径が1μmを超える微粒子はほとんどが除去された。これは一般的に、大きい微粒子ほど除去が容易であるためであると推測される。清浄化時間を長くすることでフィルターの清浄度がさらに高められ、より小さい粒径の微粒子のウエハへの付着も抑えられるものと考えられる。

[0049]

[表1]

粒径	$0.5 \sim 1 \mu\text{m}$	$\geq 1 \mu\text{m}$	$\geq 0.5 \mu\text{m}$
洗浄後 (実施例)	400	1	401
新品(比較例)	422	171	593

請求の範囲

- [請求項1] 被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかに用いられる気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するためのフィルターの清浄化方法であって、
- 前記フィルターで前記気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過する前に、前記フィルターに二酸化炭素を流通させることによって前記フィルターを清浄化することを含む、フィルターの清浄化方法。
- [請求項2] 前記フィルターは未使用のフィルターである、請求項1に記載のフィルターの清浄化方法。
- [請求項3] 前記フィルターに流通させる二酸化炭素は液体または超臨界状態の二酸化炭素である、請求項1に記載のフィルターの清浄化方法。
- [請求項4] 前記フィルターに流通させた二酸化炭素の少なくとも一部を再度前記フィルターに流通させることを含む、請求項1に記載のフィルターの清浄化方法。
- [請求項5] 前記フィルターに流通させた二酸化炭素の少なくとも一部をろ過した後に、再度前記フィルターに流通させることを含む、請求項4に記載のフィルターの清浄化方法。
- [請求項6] 前記フィルターに流通させた二酸化炭素の少なくとも一部をろ過する前に、前記フィルターに流通させた二酸化炭素の少なくとも一部を気化させることを含む、請求項5に記載のフィルターの清浄化方法。
- [請求項7] 前記フィルターに流通させた二酸化炭素の少なくとも一部を蒸発器によって気化させることを含む、請求項6に記載のフィルターの清浄化方法。
- [請求項8] フィルターに二酸化炭素を流通させて該フィルターを清浄化するフィルター清浄化工程と、
- 清浄化された前記フィルターを用いて、気体、液体または超臨界状態の二酸化炭素をろ過するろ過工程と、

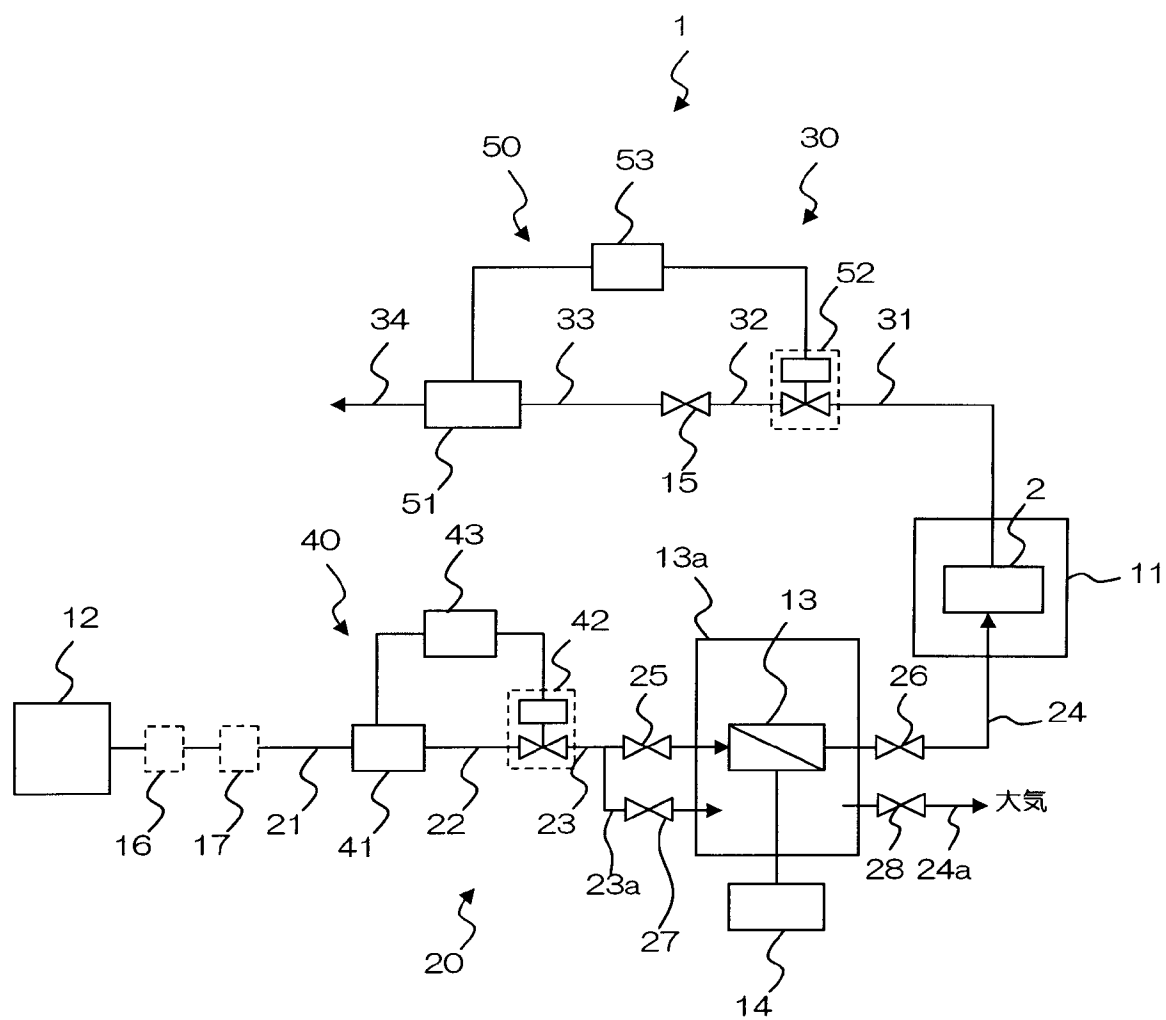
ろ過された前記気体または液体の二酸化炭素を加圧もしくは加熱することによって得られた超臨界状態の二酸化炭素を用いて、またはろ過された前記気体または液体の二酸化炭素を加圧しかつ加熱することによって得られた超臨界状態の二酸化炭素を用いて、またはろ過された超臨界状態の二酸化炭素を用いて、被処理体の洗浄または乾燥の少なくともいずれかを行う工程と、

を含む、被処理体の洗浄または乾燥方法。

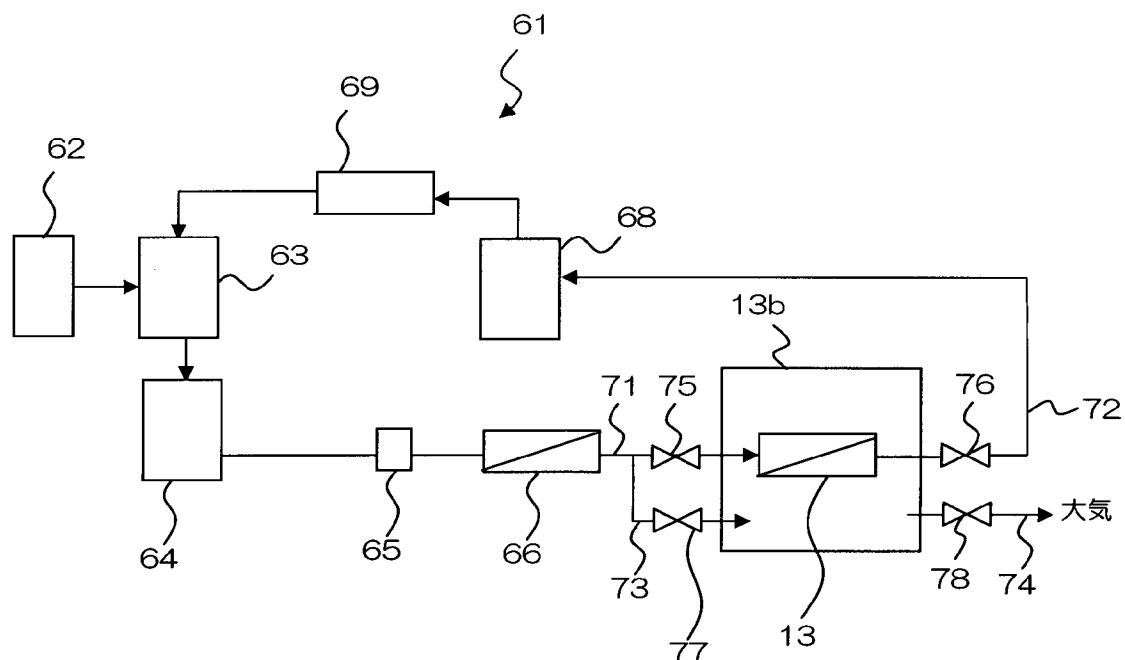
[請求項9] 前記フィルター洗浄工程において前記フィルターに流通させる二酸化炭素の体積流量は、前記ろ過工程において前記フィルターに流通させる二酸化炭素の体積流量よりも多い、請求項8に記載の被処理体の洗浄または乾燥方法。

[請求項10] 前記フィルター洗浄工程において前記フィルターに流通させる二酸化炭素の温度は、前記ろ過工程において前記フィルターに流通させる二酸化炭素の温度よりも高い、請求項8に記載の被処理体の洗浄または乾燥方法。

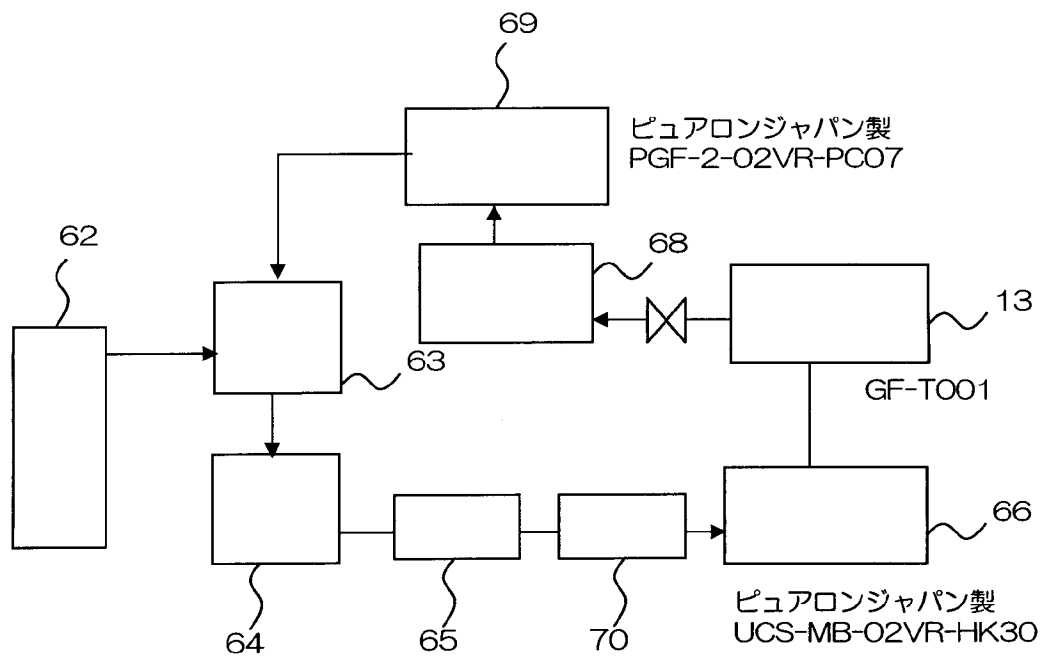
[図1]



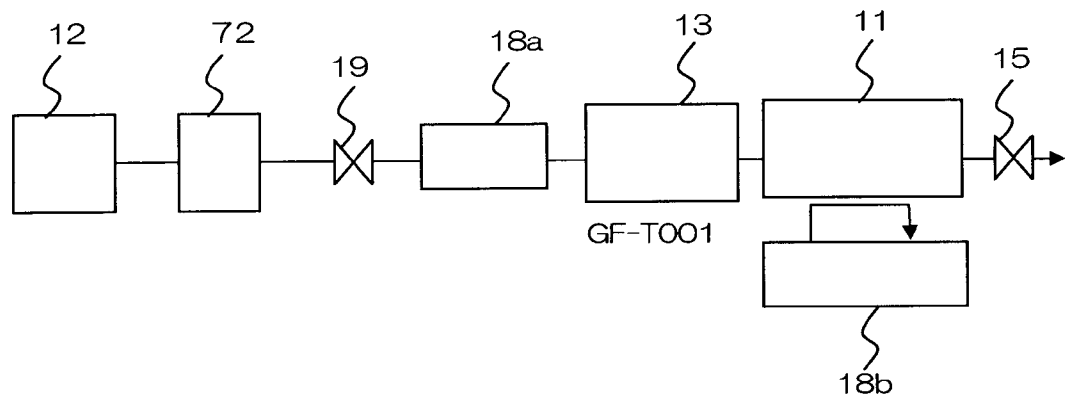
[図2]



[図3A]



[図3B]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/053498

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01D65/06(2006.01)i, B01D29/01(2006.01)i, B01D46/00(2006.01)i, B01D61/14(2006.01)i, B01D61/16(2006.01)i, B08B7/00(2006.01)i, H01L21/304(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01D65/06, B01D29/01, B01D46/00, B01D61/14, B01D61/16, B08B7/00, H01L21/304

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E, X	JP 2011-45818 A (Organo Corp.), 10 March 2011 (10.03.2011), claims 1 to 10 (Family: none)	1-10
Y A	JP 2008-66495 A (Dainippon Screen Mfg. Co., Ltd.), 21 March 2008 (21.03.2008), paragraphs [0001], [0006], [0022], [0030] (Family: none)	1, 3-10 2
Y	JP 2005-279473 A (Dai-Dan Co., Ltd.), 13 October 2005 (13.10.2005), claim 1; paragraphs [0002] to [0007], [0013], [0015], [0020], [0026], [0037]; fig. 1 (Family: none)	1, 3-10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
22 March, 2011 (22.03.11)

Date of mailing of the international search report
05 April, 2011 (05.04.11)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/053498

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2005-279472 A (Dai-Dan Co., Ltd.), 13 October 2005 (13.10.2005), claim 1; paragraph [0016] (Family: none)	1-10
A	JP 2006-247600 A (Okawara Mfg. Co., Ltd.), 21 September 2006 (21.09.2006), paragraphs [0041] to [0045] (Family: none)	1-10
A	JP 2009-194092 A (Organo Corp.), 27 August 2009 (27.08.2009), claim 1; paragraph [0049] (Family: none)	1-10

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. B01D65/06(2006.01)i, B01D29/01(2006.01)i, B01D46/00(2006.01)i, B01D61/14(2006.01)i, B01D61/16(2006.01)i, B08B7/00(2006.01)i, H01L21/304(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. B01D65/06, B01D29/01, B01D46/00, B01D61/14, B01D61/16, B08B7/00, H01L21/304

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
E、X	JP 2011-45818 A（オルガノ株式会社）2011.03.10, 【請求項1】－【請求項10】（ファミリーなし）	1－10
Y A	JP 2008-66495 A（大日本スクリーン製造株式会社）2008.03.21, 【0001】、【0006】、【0022】、【0030】（ファミリーなし）	1、3－10 2
Y	JP 2005-279473 A（ダイダン株式会社）2005.10.13, 【請求項1】、【0002】－【0007】、【0013】、【0015】、【0020】、【0026】、【0037】、図1（ファミリーなし）	1、3－10

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

2 2 . 0 3 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

0 5 . 0 4 . 2 0 1 1

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

片山 真紀

電話番号 03-3581-1101 内線 3421

4 D

4 5 0 5

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2005-279472 A (ダイダン株式会社) 2005.10.13, 【請求項1】、 【0016】 (ファミリーなし)	1-10
A	JP 2006-247600 A (株式会社大川原製作所) 2006.09.21, 【0041】 - 【0045】 (ファミリーなし)	1-10
A	JP 2009-194092 A (オルガノ株式会社) 2009.08.27, 【請求項1】、 【0049】 (ファミリーなし)	1-10