

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3734081号
(P3734081)

(45) 発行日 平成18年1月11日(2006. 1. 11)

(24) 登録日 平成17年10月28日(2005. 10. 28)

(51) Int. Cl.	F I
CO2F 1/04 (2006.01)	CO2F 1/04 Z A B D
BO1D 1/04 (2006.01)	BO1D 1/04
BO1D 1/28 (2006.01)	BO1D 1/28
CO2F 1/28 (2006.01)	CO2F 1/28 D
CO2F 1/70 (2006.01)	CO2F 1/70 Z
請求項の数 5 (全 11 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2002-13702 (P2002-13702)	(73) 特許権者	000004400
(22) 出願日	平成14年1月23日 (2002. 1. 23)		オルガノ株式会社
(65) 公開番号	特開2003-211150 (P2003-211150A)		東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号
(43) 公開日	平成15年7月29日 (2003. 7. 29)	(74) 代理人	100098682
審査請求日	平成16年8月12日 (2004. 8. 12)		弁理士 赤塚 賢次
		(74) 代理人	100071663
			弁理士 福田 保夫
		(72) 発明者	新明 寿子
			東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号
			オルガノ株式会社内
		(72) 発明者	富田 実
			東京都江東区新砂 1 丁目 2 番 8 号
			オルガノ株式会社内
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 CMP工程排水処理装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリエチレングリコール又はポリプロピレングリコール $10^3 \sim 10^5 \text{ mg/l}$ を含有するCMP工程排水を蒸発濃縮装置に供給する原水供給装置と、供給された前記CMP工程排水を蒸発濃縮処理して濃縮液と蒸発分の凝縮水を得る蒸発濃縮装置とを有し、前記原水供給装置と前記蒸発濃縮装置との間に、前記蒸発濃縮装置の入口におけるCMP工程排水のpHを6～8に調整する中和装置を設けることを特徴とするCMP工程排水処理装置。

【請求項 2】

請求項1記載の装置において、更に、前記蒸発濃縮装置の後段に、前記蒸発濃縮装置で得られる凝縮水を活性炭処理する活性炭処理装置を設けることを特徴とするCMP工程排水処理装置。

【請求項 3】

請求項1記載の装置において、更に、前記蒸発濃縮装置の後段に、前記蒸発濃縮装置で得られる凝縮水を生物処理する生物学的排水処理装置を設けることを特徴とするCMP工程排水処理装置。

【請求項 4】

請求項3記載の装置において、更に、前記蒸発濃縮装置と前記生物学的排水処理装置の間に、前記蒸発濃縮装置で得られる凝縮水の酸化還元電位を調整する還元処理装置を設けることを特徴とするCMP工程排水処理装置。

【請求項 5】

請求項3又は請求項4記載の装置において、更に、前記生物学的排水処理装置の後段に、前記生物学的排水処理装置の処理水を活性炭処理する活性炭処理装置を設けることを特徴とするCMP工程排水処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体デバイス製造工場から排出されるケミカルメカニカルポリッシング（以下、「CMP」と言う）工程排水を処理するためのCMP工程排水処理装置に関するものである。

【0002】

10

【従来の技術】

LSIなどの半導体デバイスは、通常、絶縁層や配線層などをウエハ上に積層した多層構造を呈している。このような半導体デバイスは、幾つかの研磨工程を経て製造される。この研磨工程のうち、層間絶縁膜の平坦化、素子分離形成などを目的としたCMP工程がある。

【0003】

CMP工程は、具体的には、コロイダルシリカ（ SiO_2 ）、 Al_2O_3 、 MnO_2 などの研磨剤粒子を、アンモニウム塩やカリウム塩などの電解質、過酸化水素などの酸化剤、硝酸、ふっ酸などの無機酸、カルボン酸などの有機酸、アルカリ剤、有機系分散剤や界面活性剤などの薬剤を含む水中に分散させて得られる分散体をCMPスラリー（研磨液）として用いて研磨する工程を言い、通常、ポリウレタンなどからなる研磨パッド上で研磨する。AlやWの研磨用CMPスラリーは酸性、Cuの研磨用CMPスラリーは弱酸性又は中性付近であるのが一般的である。このようなCMPスラリーは、通常、比較的高濃度の有機酸を含有している。

20

【0004】

上記CMPスラリーを用いたCMP工程を行って生じるCMP工程排水は、上記CMPスラリー成分の他、Ti、TiN、TaNなどのバリアメタル、メタル膜、層間絶縁膜などの被研磨物の屑や研磨パッド屑などを含み、リンス水で希釈されて排出されたものである。このようなCMP工程排水は、精密な研磨工程であるCMP工程で再利用されることはなく、排水処理されている。

30

【0005】

このような有機酸を比較的多量に含むCMP工程排水の排水処理としては、設置コストや運転コストを勘案して、凝集沈殿、凝集浮上分離などの凝集処理；セラミック膜、有機MF膜などの膜分離処理；およびフィルタープレス、ベルトプレス、遠心脱水などの直接脱水処理を適宜組合わせた比較複雑な工程を経る方法で行なわれており、固液分離により得られる汚泥や容量が減少した濃縮液は産業廃棄物処理され、放流基準をクリアした処理水は河川などに放流されている。

【0006】

近年、CMPスラリーの改良が進んでおり、特にCuの研磨用CMPスラリーは、研磨剤粒子の分散性を向上させ、更に潤滑性を付与するなどの目的で、有機酸の配合濃度が低く抑えられている一方で、ポリエチレングリコール（以下、「PEG」と言う）やポリプロピレングリコール（以下、「PPG」と言う）が比較的高濃度で配合されている。

40

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、このようなPEGやPPGを高濃度で含有するCMP工程排水は、凝集処理しても、PEGやPPGに分散効果があるため、凝集剤が効かず、固液分離できないという問題がある。また、有機系やセラミック系の分離膜で当該CMP工程排水を処理しても、被処理水の粘度が高く、膜透過流速が低いため、装置が大きくなるという問題がある。また、被処理水はPEGやPPGを高濃度で含有するため、直接脱水処理では脱水が困難という問題がある。更に、CMP工程排水全般について言えば、膜分離処理において、例えば

50

、有機系の分離膜を使用する場合、酸化剤である過酸化水素が膜を劣化させるため、膜処理の前段に過酸化水素除去工程を設ける必要があること、また、過酸化水素が除去されたとしても、高濃度の有機物により膜面上にスケールが発生して、膜フラックスが低下すること、更に、研磨剤粒子による膜面の磨耗があり、長期間の連続運転は不可能であること、また、セラミックなどの無機系の分離膜を使用する場合、高濃度の有機物を除去することができず、膜処理後に生物処理を行なう必要があること、など幾つかの問題を有している。

【 0 0 0 8 】

一方、固形分やその他の不純物を含有する排水を蒸発濃縮装置で処理すれば、蒸発分と固形分を含む濃縮液に分離できることは知られている。しかし、高濃度の有機酸を含む C M P 工程排水を蒸発濃縮装置に適用した場合には、高濃度の有機酸が蒸発分の凝縮水側に含まれてしまい、該凝縮水は生物処理などの処理を必要とすると共に、該生物処理の負荷が大きく処理コストが膨大となるという問題がある。更に、蒸発濃縮装置は加熱媒体や冷却器などを必要とするため、設置コストや運転コストが高むという問題があり、C M P 工程排水の処理に蒸発濃縮装置を適用するという発想は全くなかった。

【 0 0 0 9 】

従って、本発明の目的は、上記従来の技術の問題点を解決するものであって、P E G や P P G を高濃度で含有する C M P 工程排水を、簡易かつ小型の装置で、比較的 low コストでしかも長期間の連続運転が可能な C M P 工程排水処理装置を提供することにある。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】

かかる実情において、本発明者らは鋭意検討を行なった結果、P E G 又は P P G を特定濃度で含有する C M P 工程排水を、従来使用されてきた凝集処理、膜分離及び直接脱水などを組合わせた複雑な工程を有する処理手段に代えて、蒸発濃縮装置で処理すれば、被研磨物の屑や研磨パッド屑、研磨剤粒子、P E G や P P G、大部分の過酸化水素などは蒸発濃縮装置の濃縮液側に移行し、大部分の不純物が除去できること、有機酸はもともと C M P 工程排水中に低濃度でしか含まれていないため、蒸発分の凝縮水側に含まれるとしても極微量であり、C M P 工程排水の水質によっては、そのまま放流できたり、あるいはその後段の簡易な処理で放流あるいは回収できるため、簡易かつ小型の装置で、比較的 low コストでしかも長期間の連続運転が可能であることなどを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 1 1 】

すなわち、本発明 (1) は、P E G 又は P P G $10^3 \sim 10^5 \text{ mg/l}$ を含有する C M P 工程排水を蒸発濃縮装置に供給する原水供給装置と、供給された前記 C M P 工程排水を蒸発濃縮処理して濃縮液と蒸発分の凝縮水を得る蒸発濃縮装置とを有し、前記原水供給装置と前記蒸発濃縮装置との間に、前記蒸発濃縮装置の入口における C M P 工程排水の pH を 6 ~ 8 に調整する中和装置を設ける C M P 工程排水処理装置を提供し、本発明 (2) は、前記 (1) 記載の装置において、更に、前記蒸発濃縮装置の後段に、前記蒸発濃縮装置で得られる凝縮水を活性炭処理する活性炭処理装置を設ける C M P 工程排水処理装置を提供し、本発明 (3) は、前記 (1) 記載の装置において、更に、前記蒸発濃縮装置の後段に、前記蒸発濃縮装置で得られる凝縮水を生物処理する生物学的排水処理装置を設ける C M P 工程排水処理装置を提供し、本発明 (4) は、前記 (3) 記載の装置において、更に、前記蒸発濃縮装置と前記生物学的排水処理装置の間に、前記蒸発濃縮装置で得られる凝縮水の酸化還元電位を調整する還元処理装置を設ける C M P 工程排水処理装置を提供し、本発明 (5) は、前記 (3) 又は前記 (4) 記載の装置において、更に、前記生物学的排水処理装置の後段に、前記生物学的排水処理装置の処理水を活性炭処理する活性炭処理装置を設ける C M P 工程排水処理装置を提供するものである。

【 0 0 1 2 】

【発明の実施の形態】

本発明において、P E G 又は P P G $10^3 \sim 10^5 \text{ mg/l}$ (0 . 1 ~ 1 0 %) を含有する C M P 工程排水としては、特に制限されず、半導体デバイスの層間絶縁膜の平坦化や素子

10

20

30

40

50

分離形成などを目的に研磨を行なうCMP工程から排出される排水である。具体的には、コロイダルシリカ(SiO_2)、 Al_2O_3 、 MnO_2 などの研磨剤粒子を、アンモニウム塩やカリウム塩などの電解質、過酸化水素などの酸化剤、硝酸、ふっ酸などの無機酸、カルボン酸などの有機酸、アルカリ剤、PEGやPPGなどの有機系分散剤や界面活性剤などの薬剤を含む水中に分散させて得られる分散体を研磨液として研磨工程で使用するCMPスラリーの該研磨工程後の排水であり、通常、上記CMPスラリー成分の他、Ti、TiN、Ta₂Nなどのバリアメタル、メタル膜、層間絶縁膜などの被研磨物の屑や研磨パッド屑などを含み、リンス水で希釈されて排出されたものである。AlやWの研磨用CMPスラリーの場合、CMP工程排水は酸性、Cuの研磨用CMPスラリーの場合、CMP工程排水は弱酸性又は中性付近であるのが一般的である。

10

【0013】

本発明において、蒸発濃縮装置に供給されるCMP工程排水としては、例えば、コロイダルシリカ又はアルミナ(SiO_2 又は Al_2O_3) $10^2 \sim 5.0 \times 10^5 \text{ mg/l}$ 及びPEG又はPPG $10^3 \sim 10^5 \text{ mg/l}$ を必須の成分として含有し、その他の任意成分として、更に過酸化水素 $0 \sim 3.5 \times 10^5 \text{ mg/l}$ 、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド(TMAH) $0 \sim 1.0 \times 10^4 \text{ mg/l}$ 、クエン酸、酢酸及び蟻酸などの有機カルボン酸 $0 \sim 5 \times 10^3 \text{ mg/l}$ 及び界面活性剤 $0 \sim 5 \times 10^3 \text{ mg/l}$ を含有するものが挙げられる。コロイダルシリカ又はアルミナを含有とは、コロイダルシリカ及びアルミナのそれぞれ単独で含有するもの、及び両者が共に含有するものを言い、PEG又はPPGを含有とは、PEG及びPPGのそれぞれ単独で含有するもの、及び両者が共に含有するもの

20

【0014】

次に、本発明の第1の実施の形態におけるCMP工程排水処理装置を図1を参照して説明する。図1は、第1の実施の形態例のCMP工程排水処理装置のフロー図を示す。図1において、CMP工程排水処理装置10Aは、CMP工程1から配管11を通して排出されるCMP工程排水を貯留する原水貯槽2と、中和装置3と、蒸留濃縮装置4をこの順序で配置し、配管12、13でそれぞれ接続したものである。符号14は凝縮水(処理水)排出管、15は濃縮液排出管である。

【0015】

本例において、原水供給装置1Aは、蒸発濃縮装置4にCMP工程排水を供給する装置であれば特に制限されず、例えば、CMP工程1から送られる排水を貯留する原水貯槽2と、原水を蒸発濃縮装置4に供給する不図示のポンプなどから構成される。中和装置3は、蒸発濃縮装置4の入口におけるCMP工程排水のpHを6~8に調整するもので、公知の設備が使用できる。具体的には、攪拌機を備えた中和中継槽、pHメーター、中和剤供給手段、pH値制御手段を備える。pHが6未満であると、CMP工程排水中に含まれる有機酸が蒸発濃縮装置4において蒸発し易くなり、凝縮水中に含まれてしまう。一方、pHが8を越えると、蒸発濃縮装置4において、泡が立ち易くなり、濃縮液が飛沫して凝縮水中に移行し易くなる。中和剤としては、硫酸、水酸化ナトリウムなどが挙げられる。本例及び以下の実施の形態例における中和装置3は、CMP工程排水がpH6~8のものであれば、その設置を省略してもよい。

30

40

【0016】

蒸発濃縮装置4としては、特に制限されず、例えば、蒸気圧縮式装置及びフラッシュ缶式装置など公知の装置が挙げられる。蒸気圧縮式装置は、筒状の蒸発缶内に水平方向に多数のチューブ状の加熱管を配置した本体部、散布手段及び原液循環ポンプなどを備えた原液循環系と、真空ポンプ、凝縮水排出ポンプ、ヒートポンプから構成される。pH調整されたCMP排水(原液)は真空に保持された蒸発缶に導入され、蒸発缶の底部から循環ポンプにて蒸発缶上部より散布され、散布途中にある加熱管表面で薄膜蒸発される。加熱管表面で蒸発した蒸気はヒートポンプで圧縮され、加温後、加熱管の内側に導入され、加熱管の外側に散布された循環水を蒸発させる。凝縮水は凝縮水排出ポンプにて処理水として、濃縮液は循環ポンプを有する循環ラインの分岐管から、それぞれ系外へ排出される。フラ

50

ッシュ缶式装置は、フラッシュ缶と、散布手段及び原液循環ポンプなどを備えた原液循環系と、エゼクター及びヒーターを備えた蒸気供給系と、蒸発分をコンデンサーで冷却して凝縮水を得る冷却系とから構成される。原液は真空中に保持されたフラッシュ缶に導入され、フラッシュ缶の底部から循環ポンプにてフラッシュ缶上部より散布され、フラッシュ缶内でフラッシュ蒸発する。フラッシュ缶内で蒸発した蒸気の一部はエゼクターに吸引され、エゼクターの駆動蒸気と共に、ヒーターにて循環する原液の加熱源として利用される。残部はコンデンサーで凝縮され、凝縮水として凝縮水排出ポンプにて処理水として、濃縮液は循環ポンプを有する循環ラインの分岐管から、それぞれ系外へ排出される。

【0017】

本例の蒸発濃縮装置4は、フラッシュ缶式装置とすることが、加熱管表面に浮遊物が付着するような問題がなく、かつ濃縮倍率を高くできる点で好ましい。更に、蒸気圧縮式装置を前段に、蒸気圧縮式装置で得られた濃縮液を処理するフラッシュ缶式装置を後段に置き、前段で濃縮倍率を低めに抑えて処理し、後段で濃縮倍率を高めて処理することが、大容量の原液を濃縮倍率を高めて処理でき、両者の利点を効率的に活用できる点で特に好ましい。

10

【0018】

次に、CMP工程排水をCMP工程排水処理装置10Aを用いて処理する方法について説明する。原水貯槽2のCMP工程排水は、不図示のポンプにより配管12を通して中和装置3に送られる。中和装置3では、CMP工程排水がpH6未満の酸性の場合、水酸化ナトリウムなどの中和剤が、pHが8を越えるアルカリ性の場合、硫酸などの中和剤がそれぞれ添加されて、pH6~8、好ましくはpH7近傍に調整される。pH調整されたCMP工程排水は、蒸発濃縮装置4に供給される。蒸発濃縮装置4では、pH調整されたCMP工程排水を蒸発濃縮処理して、濃縮液と蒸発分の凝縮水を得る。濃縮液には、被研磨物の屑や研磨パッド屑、研磨剤粒子、PEGやPPG、大部分の過酸化水素が含有され、蒸発分の凝縮水には、一部の過酸化水素が含有される。蒸発濃縮装置4では、予め、被処理液のpHが調整されているため、過酸化水素も効率的に濃縮液側に移行し、また、濃縮液の飛沫同伴などが起こり難い。得られた濃縮液は不図示の濃縮液貯槽に貯留され、適宜の間隔で、所定量が系外へ産業廃棄物として搬出される、一方、凝縮水は、過酸化水素濃度、BOD濃度、COD濃度、TOC濃度、SS濃度が放流基準をクリアするものであれば、そのまま河川などに放流される。また、放流基準をクリアしないものであれば、適宜、公知の処理装置で排水処理され、その後、放流される。また、処理水が高度の水質を有しているものは、回収して、工場内で、純水製造用の原水、雑用水などとして再利用される。

20

30

【0019】

第1の実施の形態例によれば、PEGやPPGを特定濃度で配合するCMP工程排水を、従来使用されてきた凝集処理、膜分離及び直接脱水などを組合わせた複雑な工程を経ることなく、簡易でしかもコンパクトな処理装置で処理できる。一般に、蒸発濃縮装置は設置コストや運転コストが嵩むものの、従来の複雑な工程を行なうことや、膜面の損傷などによる部材の交換などを考慮すると、むしろ低コストでしかも長期間の連続運転が可能である点ではるかに有利である。

40

【0020】

次に、本発明の第2の実施の形態におけるCMP工程排水処理装置を図2を参照して説明する。図2は、第2の実施の形態例のCMP工程排水処理装置のフロー図を示す。図2において、図1と同一の構成要素には同一符号を付してその説明を省略し、異なる点について主に説明する。すなわち、図2において、図1と異なる点は、蒸発濃縮装置4の後段に活性炭処理装置7を設け、蒸発濃縮装置4と活性炭処理装置7を配管14で接続した点にある。すなわち、第2の実施の形態例は、蒸発濃縮装置4から排出される凝縮水が放流基準をクリアせず、かつCOD濃度及びTOC濃度がそれぞれ10~20mg/l程度と低濃度で、生物処理をしなくてもよい場合、活性炭処理して、放流基準を下回るようにしたものである。すなわち、凝縮水を活性炭処理装置7を用いて活性炭処理することにより

50

、凝縮水中に僅かに残った有機物や過酸化水素を除去し、高水質の処理水を配管 16 から得ることができる。活性炭は、公知の粉末状活性炭又は粒状活性炭が使用できる。また、被処理水の流れ方向は、下向流式あるいは上向流式のいずれでもよいが、上向流式とすることが、活性炭と過酸化水素との接触で発生するガスの影響で活性炭が飛散し、被処理水と活性炭との接触が不十分となる問題を防止できる点で好適である。本実施の形態例の C M P 工程排水処理装置 10 B によれば、第 1 の実施の形態例と同様の効果を奏する他、蒸発濃縮装置から得られる凝縮水が放流基準をクリアーしないものであっても、公知の活性炭処理で放流基準をクリアーするものが得られる。また、処理水は高度の水質を有するため、これを回収し、工場内で純水製造用の原水、雑用水などとして再利用することができる。

10

【0021】

次に、本発明の第 3 の実施の形態における C M P 工程排水処理装置を図 3 を参照して説明する。図 3 は、第 3 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。図 3 において、図 1 と同一の構成要素には同一符号を付してその説明を省略し、異なる点について主に説明する。すなわち、図 3 において、図 1 と異なる点は、蒸発濃縮装置 4 の後段に生物学的排水処理装置 9 を設け、蒸発濃縮装置 4 と生物学的排水処理装置 9 を配管 14 で接続した点にある。すなわち、第 2 の実施の形態例は、蒸発濃縮装置 4 から排出される凝縮水が、C O D 濃度や T O C 濃度が比較的高濃度で放流基準をクリアーせず、かつ過酸化水素濃度が低濃度である場合、該凝縮水を生物処理して、放流基準をクリアーするようにしたものである。生物学的排水処理装置 9 としては、特に制限されないが、反応槽内に浸漬膜分離ユニットを浸漬し、膜表面で微生物汚泥と処理水を分離して処理水を得る生物学的排水処理装置が、従来の活性汚泥処理装置のように大きな沈殿池が不要となり、かつ極めて清澄で、S S (浮遊物) 成分濃度が極めて低い処理水を配管 16 から得ることができる点で好ましい。具体的には、反応槽内に浸漬される浸漬膜分離ユニットと、該浸漬膜分離ユニットの下方に空気を導入し曝気する曝気手段と、反応槽内水または反応槽から排出される処理水の一部を引き抜き、反応槽に循環する循環手段と、この循環手段により循環されている循環水に高酸素濃度ガスを溶解させる溶解手段と、を有するものが、高負荷の生物学的処理が可能となる点で好ましい。なお、特開 2000 - 42587 号公報に浸漬膜分離ユニットを設けた生物学的排水処理装置及びそれを使用した生物学的処理方法の一例が開示されている。第 3 の実施の形態の C M P 工程排水装置 10 C によれば、第 1 の実施の形態例と同様の効果を奏する他、蒸発濃縮装置から得られる凝縮水が放流基準をクリアーしなくても、該凝縮水を生物処理するため放流基準をクリアーするものが確実に得られる。また、処理水は高度の水質を有するため、これを回収し、工場内で純水製造用の原水、雑用水などとして再利用することができる。また、第 3 の実施の形態例において、生物学的排水処理装置 9 の後段に活性炭処理装置を設置し、更に高度な水質の処理水を得てもよい。

20

30

【0022】

次に、本発明の第 4 の実施の形態における C M P 工程排水処理装置を図 4 を参照して説明する。図 4 は、第 4 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。図 4 において、図 1 と同一の構成要素には同一符号を付してその説明を省略し、異なる点について主に説明する。すなわち、図 4 において、図 1 と異なる点は、蒸発濃縮装置 4 の後段に、蒸発濃縮装置 4 で得られる凝縮水に還元剤を添加して、凝縮水の酸化還元電位を調整する還元処理装置 8 と、還元処理装置 8 の処理水を生物処理する生物学的排水処理装置 9 をこの順序で設け、配管 14、17 でそれぞれ接続した点にある。すなわち、第 4 の実施の形態例は、第 1 の実施の形態例において、蒸発濃縮装置 4 から排出される凝縮水が放流基準をクリアーせず、かつ C O D 濃度や T O C 濃度が比較的高濃度である場合、生物処理して、放流基準をクリアーするようにしたものである。還元処理装置 8 は、凝縮水中に残存する過酸化水素が、生物学的排水処理装置の微生物を死滅させるのを防止するため、予め生物学的排水処理装置の前段に設置して、過酸化水素を除去するようにしたものである。還元処理装置 8 は、還元槽、酸化還元電位モニター、還元剤添加手段などを有する公知の

40

50

装置が使用できる。還元処理装置 8 においては、重亜硫酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウムなどの還元剤を、還元処理装置 8 の出口液の酸化還元電位が $0 \sim 300 \text{ mV}$ となるように添加することが、凝縮水中の残存する過酸化水素を除去して、生物学的排水処理装置における効率的な処理を実現できる点で好適である。第 4 の実施の形態の C M P 工程排水装置 1 0 D によれば、第 1 の実施の形態例と同様の効果を奏する他、蒸発濃縮装置から得られる凝縮水が放流基準をクリアせず、かつ過酸化水素が残存するものであっても、該凝縮水に還元処理及び生物処理を行なうことによって放流基準をクリアするものが確実に効率よく得られる。また、処理水は高度の水質を有するため、これを回収し、工場内で純水製造用の原水、雑用水などとして再利用することができる。

【 0 0 2 3 】

10

次に、本発明の第 5 の実施の形態における C M P 工程排水処理装置を図 5 を参照して説明する。図 5 は、第 5 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。図 5 において、図 4 と同一の構成要素には同一符号を付して説明を省略し、異なる点について主に説明する。すなわち、図 5 において、図 4 と異なる点は、生物学的排水処理装置 9 の後段に、生物学的排水処理装置 9 で得られる処理水を更に活性炭処理する活性炭処理装置 7 を設置し、生物学的排水処理装置 9 と活性炭処理装置 7 を配管 1 6 で接続した点にある。すなわち、第 5 の実施の形態例は、第 4 の実施の形態例において、生物学的排水処理装置 9 から排出される処理水が放流基準をクリアせず、かつ C O D 濃度、B O D 濃度及び T O C 濃度がそれぞれ $10 \sim 20 \text{ mg / l}$ 程度と低濃度のものであっても、更に活性炭処理して、放流基準を確実にクリアするようにしたものであるか、あるいは生物学的排水処理装置 9 から排出される処理水が放流基準をクリアするものの、更に活性炭処理してより高度な水質の処理水を得、該処理水を回収して、工場内の雑用水や純水製造の原水として再利用できるようにしたものである。活性炭処理では、生物学的処理された処理水中に極く僅かに残った有機物を除去するため、高水質の処理水を得ることができる。当該活性炭処理に用いられる活性炭は、前述の活性炭と同様のものが挙げられる。本実施の形態例の C M P 工程排水処理装置 1 0 E によれば、第 4 の実施の形態例と同様の効果を奏する他、得られる処理水が更に高度の水質を有するため、放流以外にも、工場内で純水製造用の原水、雑用水などとして再利用される。

20

【 0 0 2 4 】

【 実施例 】

30

次に、実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、これは単に例示であって、本発明を制限するものではない。

実施例 1

図 5 に示すフローの C M P 工程排水処理装置を使用し、且つ前述の処理方法及び表 1 に示す処理条件に従い、C M P 工程排水を処理した。図 5 中、A ~ E はサンプリング場所を示し、該場所でサンプリングされた水又は液の性状を表 2 に示す。

【 0 0 2 5 】

【 表 1 】

原水貯槽	中和装置	蒸発濃縮装置	還元処理装置	生物学的排水処理装置	活性炭処理装置
容量; 20m^3	容量; 1m^3 中和剤; $5\%\text{NaOH}$ HをpH7 となるよ うに添加 する	フラッシュ缶 式;FTC-9 (サクラ社 製) 処理量; $10\text{m}^3/\text{日}$	容量; 0.5m^3 還元剤; $35\%\text{NaHSO}_3$,酸化 還元電位350 mVに調整	浸漬膜分離式活 性汚泥装置;液 中膜ユニット(クボタ 社製),有効容量; 3m^3	活性炭塔 容量; 1m^3

10

【0026】

【表2】

	サンプリング場所									
	A		B		C		D		E	
水量	$10\text{m}^3/\text{日(d)}$		$9\text{m}^3/\text{日}$		$1\text{m}^3/\text{日}$		$9\text{m}^3/\text{日}$		$9\text{m}^3/\text{日}$	
	mg/L	kg/d	mg/L	kg/d	mg/L	kg/d	mg/L	kg/d	mg/L	kg/d
アミ粉末	2000	20	0	0	20000	20	0	0	0	0
シロ粉末	1400	14	0	0	14000	14	0	0	0	0
PEG	10^4	100	0	0	10^5	100	0	0	0	0
COD	10^4	100	200	1.8	10^5	100	200	1.8	20	0.18以下
BOD	5000	50	200	1.8	50000	50	200	1.8	10	0.09以下
H_2O_2	2200	22	200	1.8	20000	20	0	0	0	0
TMAH	15	0.15	0	0	150	0.15	0	0	0	0
Cu	37	0.37	0	0	370	0.37	0	0	0	0
Ta	1	0.011	0	0	11	0.011	0	0	0	0
TOC	5000	50	200	1.8	50000	50	200	1.8	20	0.18以下

20

30

40

【0027】

【発明の効果】

本発明によれば、PEGやPPGを特定濃度で配合するCMP工程排水を、従来使用されてきた凝集処理、膜分離及び直接脱水などを組合わせた複雑な工程を経ることなく、簡易でかつ小型の処理装置で処理できる。蒸発濃縮装置は設置コストや運転コストが高むものの、従来の複雑な工程を行なうことや、膜面の損傷などによる部材の交換などを考慮すると、むしろ低コストでしかも長期間の連続運転が可能である。また、本発明によれば、蒸発濃縮装置から得られる凝縮水が放流基準をクリアしないものであっても、簡易な公知

50

の方法で放流基準をクリアーするものが得られ、処理コストの上昇を抑制することができる。更に、高度の水質の処理水は回収して、工場内で純水製造用の原水、雑用水などとして再利用ができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】第 1 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。

【図 2】第 2 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。

【図 3】第 3 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。

【図 4】第 4 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。

【図 5】第 5 の実施の形態例の C M P 工程排水処理装置のフロー図を示す。

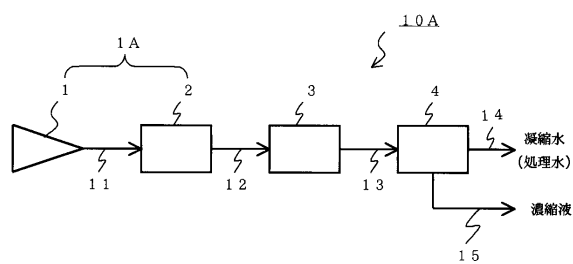
【符号の説明】

- 1 C M P 工程
- 1 A 原水供給装置
- 2 原水貯槽
- 3 中和装置
- 4 蒸発濃縮装置
- 7 活性炭処理装置
- 8 還元処理装置
- 9 生物学的排水処理装置
- 1 0 A ~ 1 0 E C M P 工程排水処理装置
- 1 1 ~ 1 8 配管
- A ~ E サンプルング場所

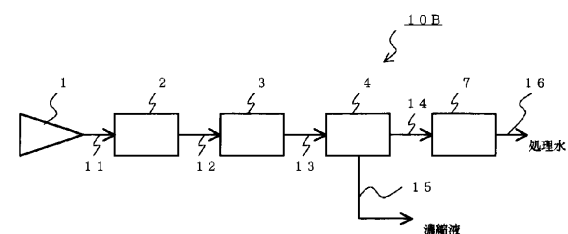
10

20

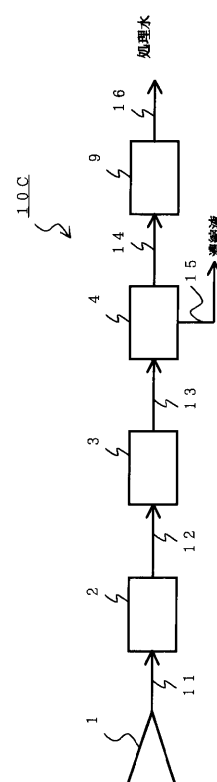
【図 1】



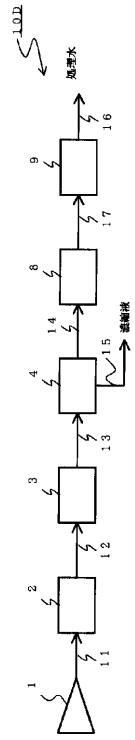
【図 2】



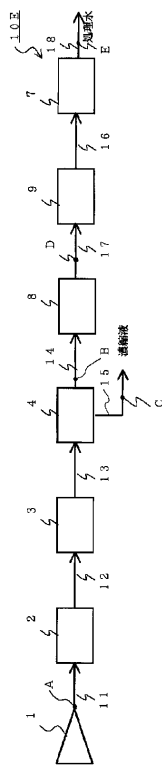
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.

F I

C 0 2 F 3/12 (2006.01)

C 0 2 F 3/12 F

C 0 2 F 9/00 (2006.01)

C 0 2 F 3/12 V

C 0 2 F 9/00 5 0 1 A

C 0 2 F 9/00 5 0 2 B

C 0 2 F 9/00 5 0 2 H

C 0 2 F 9/00 5 0 2 Z

C 0 2 F 9/00 5 0 3 C

C 0 2 F 9/00 5 0 4 A

C 0 2 F 9/00 5 0 4 E

(72)発明者 大河内 徹

東京都江東区新砂1丁目2番8号 オルガノ株式会社内

審査官 中村 敬子

(56)参考文献 特開2000-167568(JP,A)

特開2000-256656(JP,A)

特開2001-121144(JP,A)

特開昭59-052598(JP,A)

特開平05-305295(JP,A)

特開平09-052099(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C02F1/02-1/18

C02F9/00

B01D1/04