

乾燥プロセスの 最適化手法



SPEEDFAM CLEAN SYSTEM CO.,LTD.

1. 工業用洗浄に使われる乾燥原理

乾燥の方法は、以下7つの物理的原理を複合して構成されている。

- ① 洗浄ワーク周囲の気体の、洗浄溶媒ガスの溶解度を高め、蒸発を促す。
例えば：空気を温める方法や、洗浄溶媒が水であれば、乾燥した空気を送るなど。
- ② 洗浄ワーク周囲の洗浄溶媒ガスを含む気体を、それを含まない気体に置換し、蒸発速度を高める。
例えば：風を送る、窒素ガスを吹きかけるなど。
- ③ 洗浄ワークを温めて付着している洗浄溶媒を加熱し、その蒸気圧を高めて蒸発を促す。
例えば：温風やホットプレートで洗浄ワークを温めるなど。
- ④ 洗浄ワーク周囲の雰囲気気を、洗浄溶媒の蒸気圧以下に減圧し、蒸発速度を高める。
例えば：真空乾燥。
- ⑤ 付着洗浄溶媒を、より乾き易い乾燥用溶媒に置き換え、その乾燥用溶媒を乾かす。
例えば：石油系溶剤や水で洗った洗浄ワークを、アルコールで濯いでから乾かすなど。
- ⑥ 物理的な力を加えて洗浄溶媒を洗浄ワークから引き離す。
例えば：洗浄溶媒を拭き取る、圧縮空気で吹き飛ばす、遠心力で振り切るなど。
- ⑦ 液体の表面張力を利用して、洗浄溶媒を洗浄ワークから引き離す。
例えば：温純水引き上げ乾燥、マランゴニ乾燥など。

乾燥を文字通り「洗浄溶媒を蒸発させる」のは、実は余り好ましくない。洗浄ワークから除去された汚れの一部が、当然洗浄溶媒に残っており、これをそのまま乾かしたら、その汚れは洗浄ワーク上に残って染みになってしまう。また、洗浄溶媒が水の場合、蒸発潜熱は約 538.9cal/g (100°C) もあり、望外なエネルギーコストがかかる。そこで、まず洗浄ワークから洗浄溶媒を振り落とす「液きり」をし、それでも残った洗浄溶媒を蒸発させる手順を踏むのが好ましい。

上記7原理の内、①～④項が「洗浄溶媒を蒸発させる」方法の原理であり、⑥～⑦項は「液きり」の原理、そして⑤項が「液きりと蒸発を併せ持つ」手法である。

2. 乾燥方法

工業用洗浄でよく使われる乾燥方法 11 種類について概説する。温風乾燥・赤外線乾燥・ホットプレート乾燥・真空乾燥が「洗浄溶媒を蒸発させる」方法、吸引乾燥と蒸気乾燥は「液きりと蒸発を併せて行う」手法、温純水引き上げ乾燥・マランゴニ乾燥・エアナイフ水切り・スピン乾燥・絞りロール乾燥が「液きり」を利用した乾燥方法に分類される。

2. 1 温風乾燥

温風乾燥とは、洗浄ワークに加熱した空気を送り、洗浄溶媒を蒸発させる乾燥方法である。大抵は熱効率を高める為、密閉した専用チャンバーで処理を行い、エネルギー効率を鑑みて加熱空気の一部は循環再利用する。精密洗浄後の乾燥では、洗浄ワークが温風に含まれる塵埃によって汚れるのを防ぐ為、加熱した空気をフィルターで濾過してからチャンバーに供給する。洗浄ワークに十分な耐熱性があれば、温風の温度は高いほうが良い。その理由は；

- ① 温度が高い空気ほど、洗浄溶媒ガスの溶解度が高くなり、乾き易い。

- ② 温度が高いほど洗浄溶媒の蒸気圧が高くなり、乾き易い（例として図1に水の蒸気圧を示す）。
- ③ 洗浄ワークごと付着する洗浄溶媒を温めることで、洗浄溶媒が蒸発する際に奪う蒸発潜熱で洗浄溶媒の温度が下がり、蒸気圧が低下して乾燥速度が落ちるのを防ぐ。

一般には洗浄溶媒の沸騰点より 50°C程度以上高温の温風で、洗浄ワーク温度が沸騰点以上になるまで加熱できれば、真空成膜に支障しない程度の乾燥品質が得られる。尚、空気を完全循環使用すると湿度が上がって乾かなくなるので、エネルギー効率は落ちるが、適度な外気の取り入れが必要である。温風乾燥は、空気を加熱して間接的に洗浄ワークと付着洗浄溶媒を温め、更に乾いて温まった洗浄ワークが取り出されて炉外へ熱エネルギーを出してしまう為、エネルギーの無駄が多い割に乾燥時間がかかり、設備も大型になりがちである。事前に液きりをして温風乾燥の負荷を下げるのが望ましい。

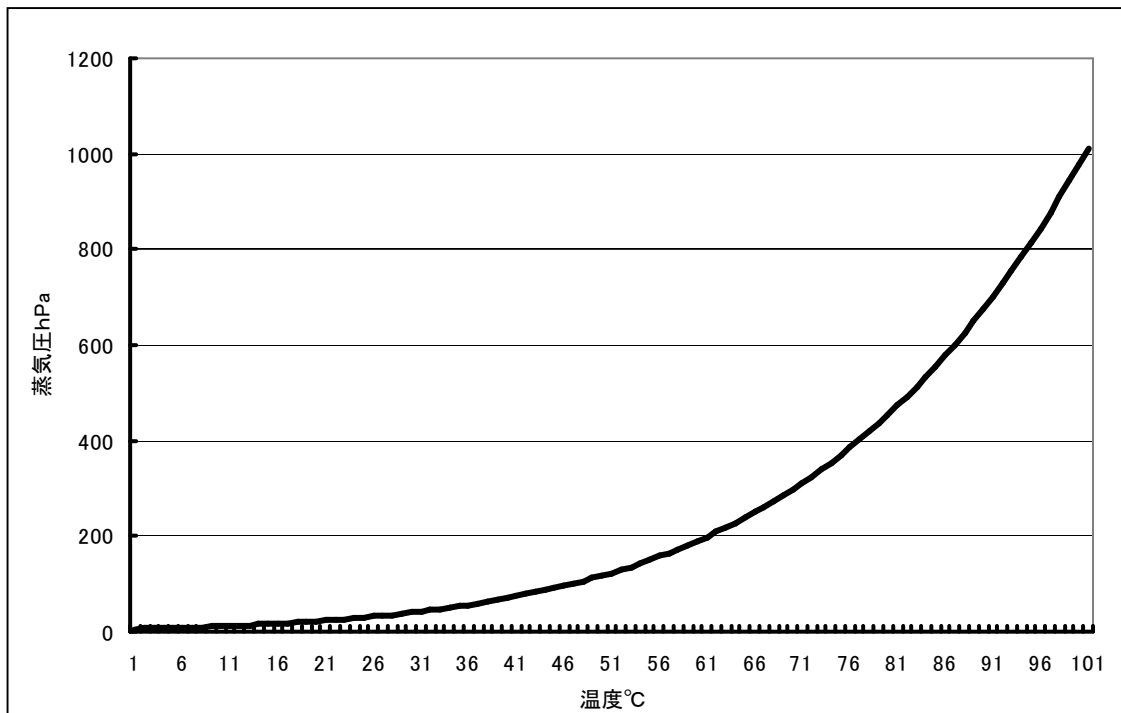


図1 水の蒸気圧曲線

2. 2 赤外線乾燥

赤外線乾燥とは、洗浄ワークに赤外線を照射して昇温させ、洗浄溶媒を気化・蒸発させる乾燥方法である。赤外線は直進するため、線源の影には当たらないので、単純形状の洗浄ワークを枚葉処理する場合に適する（図2に液晶用ガラス基板のローラーコンベヤ式赤外線乾燥機写真を示す）。多くの有機物が高い効率で赤外線を吸収して温まるため、本来は洗浄ワークの広い面積に塗られたレジストや塗装膜などの有機溶媒蒸発固化に適する乾燥方法である。洗浄溶媒を乾かす場合は塗膜の乾燥と異なり、洗浄溶媒は洗浄ワークに部分的に残っている状態なので、洗浄溶媒に赤外線が直接働きかけるのではなく、赤外線の間接加熱で洗浄ワークを温めて、付着する洗浄溶媒の蒸発潜熱を補うこととなり効率が悪い上、沸騰した洗浄溶媒が飛び散ったり溜まっている洗浄溶媒が遅れて乾燥して染みとなったりするので、液きり後の乾燥品質向上に用いるのが適切である。洗浄溶媒の赤外線吸光度で線源を選びがちだが（水も波長 2.7μm 付近の赤外吸光度が高い）、波長の長い遠赤外線ほど線源の単位面積あたりの出力が小さくなるので、洗浄ワークの乾燥目的ならば近赤外線源を並べて照射エネルギー量を稼いだほうが早く乾くこともある。洗浄ワークに吸着した微量の洗浄溶媒を除去出来るので、高温に耐える洗浄ワークの成膜前洗浄後の乾燥に適用される事が多い。

電磁波を利用した乾燥方法としては、赤外線よりはるかに波長の短いマイクロ波を照射する方法もある。電子

レンジと同じ原理で、マイクロ波で洗浄溶媒を温めて沸騰させて乾かす。洗浄溶媒が水であれば、マイクロ波のエネルギーの殆どが直接水の加熱に費やされるので、効率の高い乾燥方法である。しかし、洗浄ワークが不導体でマイクロ波を吸収せず、洗浄溶媒沸騰点の高温に耐える場合にのみ適応できる乾燥方法なので、実用例は多くない。



図2 ローラーコンベヤ式赤外線乾燥機

メンテナンス用に上蓋を開けたところ。上部のパネルが赤外線ヒーター。

2. 3 ホットプレート乾燥

ホットプレート乾燥とは、洗浄ワークを高温の台（ホットプレート）に置き、熱伝導で洗浄ワークと残存洗浄溶媒を加熱して、洗浄溶媒を気化・蒸発させる乾燥方法である。熱伝導性の良い薄板状の洗浄ワークであれば、昇温時間が早く、効率的な乾燥方法である。しかし、多量の洗浄溶媒が付いたままの洗浄ワークを乾かそうとすれば、沸騰した洗浄溶媒がホットプレートや洗浄ワークに飛び散って汚染してしまうので、必ず事前の液きりが必要である。また、低温の台（コールドプレート）に乾いて熱くなった洗浄ワークを置けば、速やかに室温に冷やして次工程に送れるので、液晶テレビ基板などの高温に耐える洗浄ワークの液きり後の乾燥品質向上のために用いられる事が多い。

2. 4 吸引乾燥

吸引乾燥とは、濡れている洗浄ワークの周りの空気ごと、付着している洗浄溶媒を吸い取る乾燥方法である。掃除機で塵のかわりに洗浄溶媒を吸いとるイメージである。乾燥を促進させる為に、エアブローや温風ブローを併用する事もある（図3の吸引乾燥概要図参照）。底に多数の穴が開いた洗浄トレーに並べられた洗浄ワークの乾燥手段として利用される。

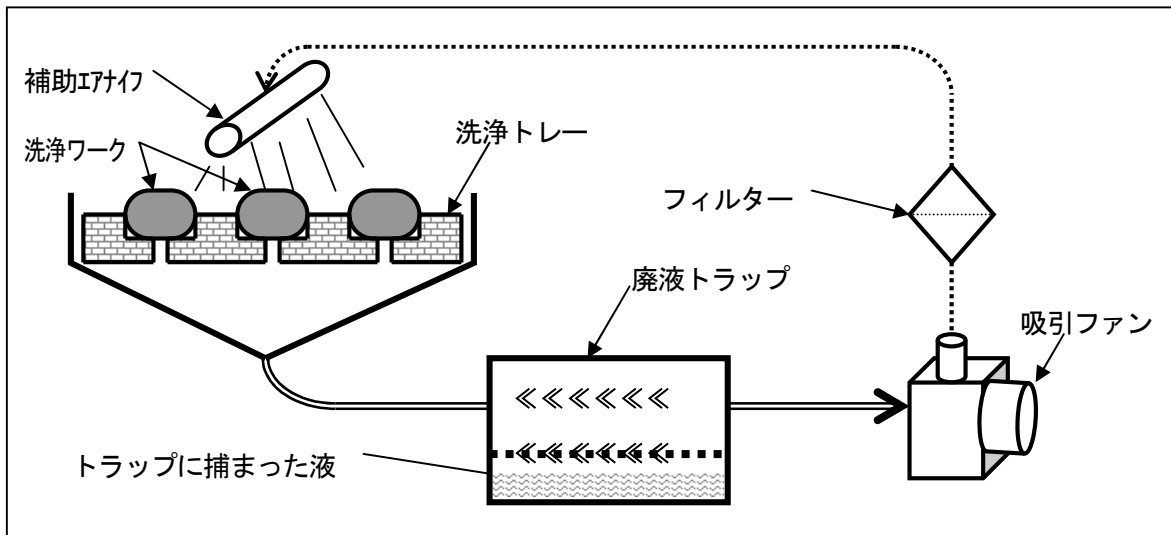


図3 吸引乾燥概要図

2. 5 真空乾燥

真空乾燥とは、濡れている洗浄ワークを真空チャンバーに収めて減圧し、付着している洗浄溶媒の蒸発を促す乾燥方法である。図1に水の蒸気圧を示すが、乾燥時点での洗浄ワーク温度における洗浄溶媒の蒸気圧よりも減圧すると、洗浄溶媒は沸騰し、速やかに蒸発する。又、急速に減圧すると、洗浄溶媒は瞬間に沸騰（突沸）し、その勢いでかなりの洗浄溶媒が洗浄ワークから飛び出してしまふので、更に早く乾燥出来る。この洗浄溶媒の突沸を利用すると、部品の狭い隙間や螺旋穴内の洗浄溶媒を速やかに乾かせるので、複雑形状部品の湿式バッチ洗浄装置の乾燥方法として、しばしば利用される。しかし、真空中では空気で洗浄ワークが自然に温まることのないので、洗浄溶媒の蒸発により奪われる気化熱が伝導して洗浄ワークの温度が低下してしまい、乾燥した洗浄ワークを真空チャンバーから取り出すと、結露して再び濡れる事がある。時には、洗浄溶媒が凍り、乾燥に長時間を要す。そこで、真空乾燥機構の直前に洗浄溶媒を液切りし、洗浄ワークを余熱する為の温風エアナイフや、温純水引上げ槽を設ける工夫が必要である。

2. 6 蒸気（ペーパー）乾燥

蒸気乾燥とは、蒸発潜熱の小さな乾燥用溶媒を加熱して作った飽和蒸気中に、その蒸気温度より低温の洗浄ワークを入れ、洗浄ワーク表面に凝集液化する乾燥用溶媒によって、洗浄溶媒を洗い落とし、洗浄ワークが乾燥用溶媒蒸気と同じ温度に暖まった時に洗浄ワーク表面への乾燥用溶媒の凝集液化が停止し、洗浄ワークが乾燥される洗浄・乾燥方法である（グラスに冷たい飲み物を入れるとコップが濡れるが、しばらくして飲み物が温まるとグラスも乾いているのと同じ原理）。乾燥過程で乾燥用溶媒が凝集・流下する事で、洗浄も行われる事（蒸気洗浄と称する）が特徴の乾燥方法である（図4の蒸気乾燥概要図参照）。洗浄ワークを重ねないように並べられれば、形状を問わずに乾かせるのが利点である。乾燥用溶媒には、加熱エネルギーを節約し、なるべく多量の乾燥用溶媒が凝集して洗浄効果を高める目的で、蒸発潜熱の小さな有機溶剤が使われ、バッチ式非水系洗浄では、洗浄用有機溶剤でそのまま蒸気乾燥する構造の装置も多い。只、多くの有機溶剤は可燃性であり、その場合の装置は防爆構造（電装品からの引火を防ぎ、火災時には防火区画を為し、自動消火設備を備える構造）となる。水系洗浄のバッチ式水系洗浄装置にも、IPA（イソプロピルアルコール）を乾燥用溶媒とする蒸気乾燥がしばしば採用されている（図5にIPA蒸気乾燥機写真を示す）。乾燥時間も2～5分程度で、バッチ式水系洗浄装置の洗浄タクトに適合する。IPAは水を溶解する双溶性溶剤であり、電子工業用の高純

度の物が市販されているので、水系洗浄の乾燥方法としてはスピン乾燥やマランゴニ乾燥と共に、その乾燥品質は高い。

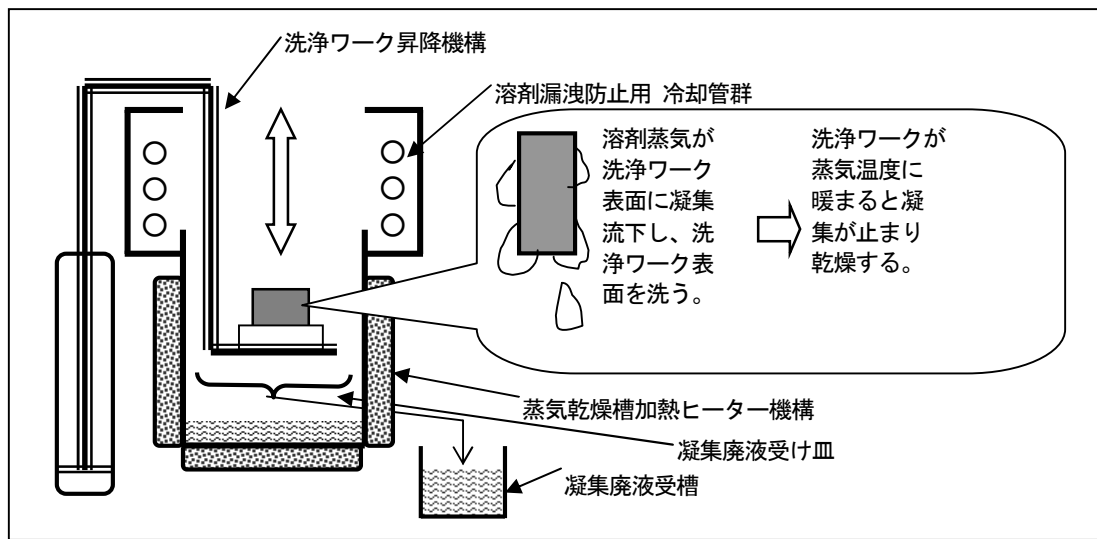


図4 蒸気乾燥概要図

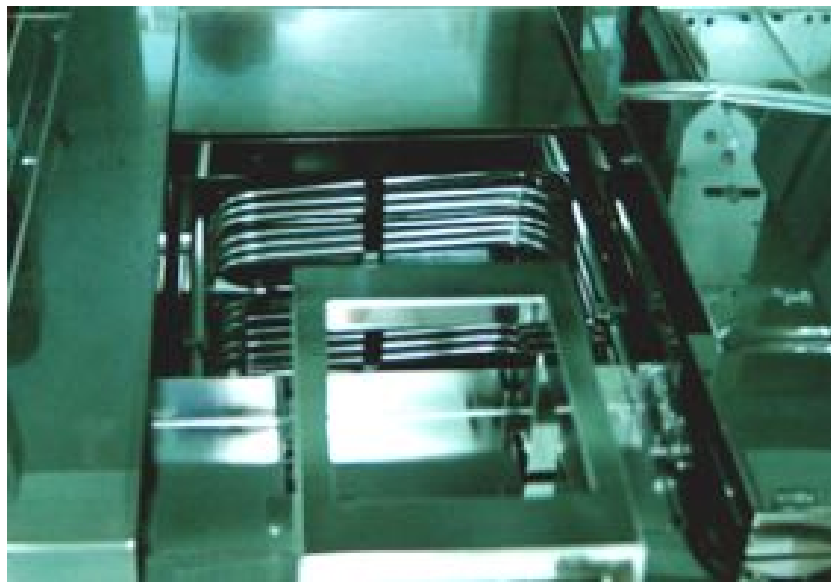


図5 IPA 蒸気乾燥機

2. 7 温純水引上げ乾燥

温純水引上げ乾燥とは、温めた純水中に洗浄ワークを浸漬し、それをゆっくり引き上げる乾燥方法である。図6の温純水乾燥概要図に示すように、洗浄ワークが水面に出ると、表面張力で洗浄ワークに付着する純水が水面に取り込まれ、洗浄ワークが離水した時にはほぼ乾燥する。複雑形状した洗浄ワークの凹みなどに溜まった洗浄溶媒は乾かせないので、平滑な板状の洗浄ワークにのみ対応する乾燥方法である。また、引き上げ方向で約50mm程度以下の洗浄ワークや、約0.7mmより薄い洗浄ワークでは、洗浄籠の形状などを工夫しないと洗浄ワーク最下端が乾かない傾向がある。プロセス時間は2～5分程度なので、水系バッチ式洗浄に適用される。純水ヒーター、浸漬槽、洗浄ワーク昇降アームで構成された簡易な構造なので故障が少なく、乾燥品質も比較的良好である。ただ、金属材料表面を酸化する傾向があり、洗浄ワークが金属の場合は温純水の温度や浸漬時間に配慮が必要な事がある。ガラス基板のバッチ式水系洗浄後の乾燥手段や、部品のバッチ式水系洗浄の真空乾燥前液切り手段として利用されている。

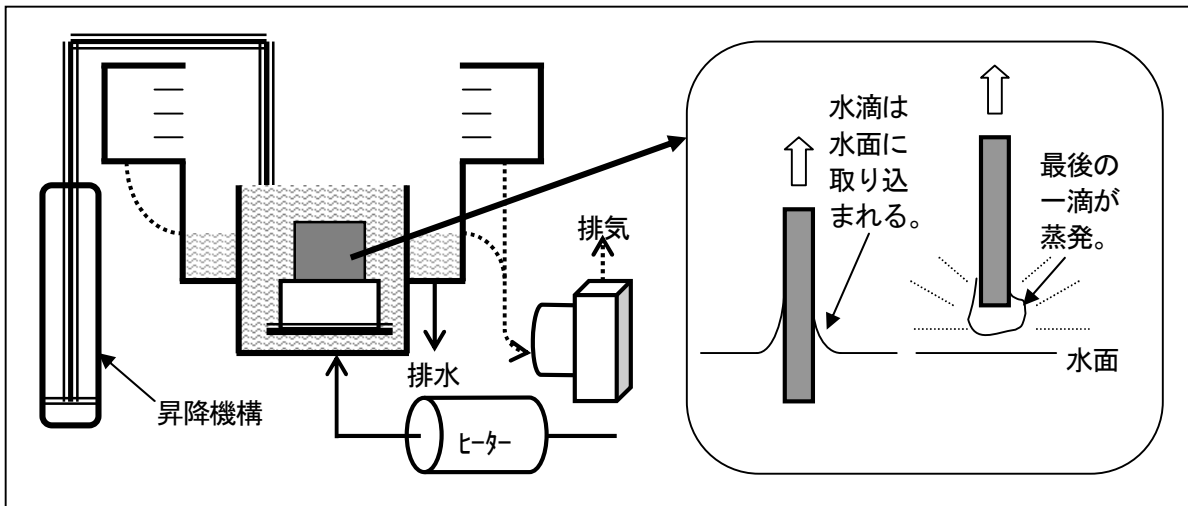


図6 温純水乾燥概要図

2. 8 マランゴニ乾燥

マランゴニ乾燥とは、純水槽に洗浄ワークを浸漬し、水面に微量のアルコール（IPA を使うケースが多い）を添加して水面に薄いアルコール層を作り、しかる後にゆっくり洗浄ワークを引き上げて乾燥する方法である（図7のマランゴニ乾燥図参照）。平滑な板状の洗浄ワークに適する乾燥方法で、複雑形状した洗浄ワークの凹みに溜まった洗浄溶媒は乾かせないが、IPA 蒸気乾燥やスピン乾燥では乾かせないシリコンウエハのパターンに掘られたコンタクトホールのような微細な穴などには対応する乾燥方法である。水からアルコールの層に洗浄ワークがさしかかると、両液の表面張力の差から、微細な穴や隙間に溜まった水がアルコール層に引き出されて乾く（マランゴニ効果）。乾燥品質が極めて高いので、近年シリコンウエハの乾燥方法として急速に普及してきている。アルコールの添加方法、アルコール層の厚み、乾燥補助手段の異なる複数社の製品が、主に半導体ウエハ乾燥用に売り出されている。処理時間は5～10分とされるが、3分を目指せる製品も現われ、半導体分野以外への適用も始まっている。アルコールの使用量が少ないため、防爆構造でない装置が多い。参考のため、図8にNEO 乾燥機（マランゴニ乾燥の進化型）の写真を示す。

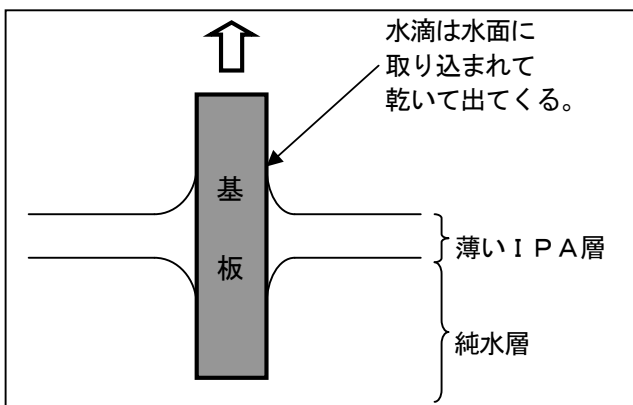


図7 マランゴニ乾燥図

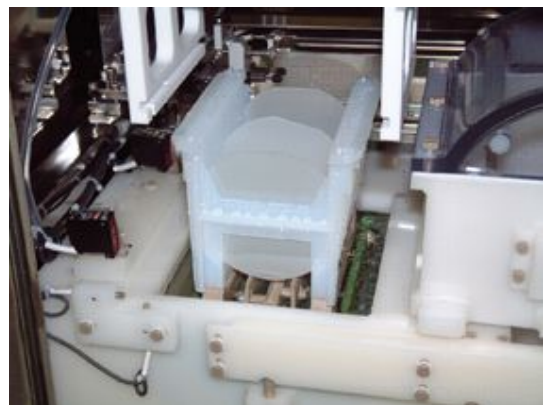


図8 NEO 乾燥機（マランゴニ乾燥の進化型）

2. 9 エアブロー水切り

エアブロー水切りとは、圧縮空気または窒素ガス等を濡れている洗浄ワークに強く吹き当てて、洗浄溶媒を吹き飛ばす乾燥方法である。吹き付ける気体の流速を高める為、細口のスリット状ノズルを用いる場合をエアナイフ水切りと称する。乾燥を促す為に、吹き付ける気体を加温する場合もあるが、水切り途中で洗浄溶媒が乾

いて染みを作るので、高い乾燥品質が求められる場合は加温しない。液晶やPDPテレビ用基板の湿式枚葉洗浄では、しばしばエアナイフ水切りが行われる（図9に、PDP基板を液きり中のエアナイフ乾燥機写真を示す）。その他の工業分野では、部品の温風乾燥前の液きり処理としての適用が多い。



図9 エアナイフ乾燥機

2. 10 スピン乾燥

スピン乾燥とは、濡れている洗浄ワークに遠心力を加え、洗浄溶媒を振り落とす水系洗浄における乾燥方法である。遠心力は一方向にしか作用しないので、平滑な板状基板の乾燥にのみ適合する乾燥方法である。また、重量バランスに十分配慮しないと洗浄ワークを高速で回せないため、多品種少量生産の乾燥には向かない。しかし、その乾燥品質は高く、乾燥処理時間も1~2分程度と短い利点がある。遠心力を加える直前に洗浄ワークへ純水をシャワーして洗うリンスースピンドライヤーもよく使われる。枚葉式磁気ディスク基板洗浄装置や、枚葉式ウエハ洗浄装置では、基板1枚をクランプし、そのまま円周方向に高速回転させるリンスースピンドライヤーがよく使われる。又、バッチ式の磁気ディスク基板やウエハ洗浄装置では、洗浄カセットごと処理するスピンドライヤーが用いられている（図10の磁気ディスク基板用バッチ式スピン乾燥機写真参照）。



図10 バッチ式スピン乾燥機

2. 1 1 絞りロール乾燥

絞りロール乾燥とは、スポンジなどの吸水素材で出来たローラーで板状の洗浄ワークを挟みながら送り、洗浄溶媒を吸い取って乾かす乾燥方法である。コンベヤの途中に吸水スポンジローラーを上下に挟んで取り付け、その間に洗浄ワークを通す簡単な構造なので、プリント基板やガラス基板などの液きりに使われている。吸水スポンジが汚れば洗浄ワークも汚れてしまうのが欠点である。

3. 乾燥品質の評価

洗浄ワークが乾燥したかどうかを、乾燥品質と言う。最近は真空成膜も普通に行われるようになり、目視や重量計測などの簡易な評価では、乾燥したかを判断できなくなっている。真空成膜するために減圧すると、僅かに残った洗浄ワーク上の洗浄溶媒吸着分子が蒸発して所定の真空圧になるのに時間を要したり、成膜中に蒸発した部分に膜が付かなくてピンホールになったりする。代表的な水系洗浄後の残留水評価方法を表1に示す。乾燥自体は単純な物理現象なので、あらかじめこれらの評価方法を用いて乾燥装置の条件を設定すれば、乾燥品質は安定する。問題は、洗浄品質に乾燥が関わっていることである。例えば洗浄ワークの染みは、洗浄不良でも不適切な乾燥でも発生する。微細な塵埃を洗う精密洗浄では、乾燥機の発塵で汚してしまっていることも少なくない。

評価・分析方法	得られる情報		
	定量可否	計数情報	分析機能
[1]目視検査	×	×	有無を検査する粗検査法。
[2]叩き試験	×	×	有無を検査する粗検査法。
[3]洗浄前後重量比較	○	相対値	残留汚れ込みで計測される。
[4]乾燥剤重量計測	○	絶対値	水分のみ計測出来る。
[5]真空到達時間測定	×	×	微量残水も検出出来る。
[6]赤外線吸収水分計	○	絶対値	水分のみ計測出来る。

表1 代表的な洗浄後残留水の評価方法

4. 乾燥に起因する洗浄品質低下

乾燥で起こる代表的な洗浄品質問題は、染み、洗浄ワークが金属の場合の錆び、洗浄ワークがガラスの場合の「やけ」、シリコンウエハのウォーターマーク（水染み）である。

4. 1 染みの発生を防ぐ方法

洗浄ワークに残る洗浄溶媒には、当然に洗い落とした汚れが含まれている。このまま蒸発させれば、汚れは洗浄ワーク上に残り、染みになる。そこで、蒸発乾燥をする前に「液きり」をして、洗浄溶媒を洗浄ワークから払い落としておけば、染みは出にくくなる。

4. 2 錆を防ぐ方法

金属の錆は、水と酸素が同時に存在する条件で形成され、温度が高ければ進行が早い。即ち、水と酸素が同時に存在する時間を短くし、低温で乾燥させれば良い。

- ① 有機溶剤で洗って乾かす。水が無いので錆びにくい。
- ② 水系洗浄では、徹底した液きりを施してから乾燥させる。板物はスピン乾燥など室温での液きりだけで乾かす。それでも洗浄ワーク表面には水分子が吸着残留しているので、後工程で支障なければ直ぐに防錆油に漬けて空気を遮断する。酸素の供給源は空気である。
- ③ 後工程で支障なければ、水系洗浄の最終洗浄槽に低濃度の界面活性剤を入れる。或いは、洗剤を完全に濯ぎ落とさないで乾かす。界面活性剤は炭化水素に親水基を持たせた分子構造であり、このまま乾かせば乾燥中も洗浄ワークに防錆皮膜として残り、空気を遮断して錆を防ぐ。
- ④ 水系洗浄でも蒸気乾燥を施せば、乾燥中は空気が無い（乾燥槽内は溶剤蒸気に満たされている）ので、錆びにくい。
- ⑤ 乾燥槽に窒素ガスを入れて、酸素の供給源たる空気を排除する。

⑥

4. 3 ガラスのやけを防ぐ

ガラスの「青やけ」とは、硝子表面が水溶液に接して化学的に浸蝕され、表面層から金属イオンが溶出して、表面にゲル層が生成し、表面層の屈折率が低下して干渉色を呈する現象である。ガラスの「白やけ」とは、硝子表面と水滴、空気との化学反応によって生ずる塩類等の反応生成物が表面に析出、付着する現象である。いずれの形成にも水と空気が関わり、温度が高ければ進行が早くなる。水系洗浄をした場合は、エアナイフやスピン乾燥で室温にて手早く液きりするか、乾燥雰囲気に入らない蒸気乾燥にて乾かすことで、乾燥時のやけの進行を抑える。

4. 4 シリコンウエハのウォーター マークを防ぐ

シリコンウエハは珪素の単結晶で、水と酸素が共存する環境では、珪酸になる。金属が錆びるプロセスと同じである。ウエハに水滴があると、その境目が空気中の酸素と反応して珪酸塩になり、水滴の輪郭をしたウォーターマークが出来る。そこで、空気の無い雰囲気中で乾かす IPA 蒸気乾燥（乾燥槽内は IPA 蒸気で満たされている）や、マランゴニ乾燥槽やスピン乾燥槽に窒素ガスを送る事で空気を遮断し、ウォーターマークの形成を防いでいる。