

最近の無塵無菌化技術

Recent Technology for Dust-free and Aseptic Environment

近年、半導体の分野では空気中の粉塵濃度が $0.1\mu\text{m}$ の粒子で100個/ ft^3 以下で、かつ温度変化のない超清浄化の空気が不可欠となっている。一方、生化学・医学の分野では未知の遺伝子や危険な病原体を取り扱う際の拡散防止に無塵無菌化を応用した技術が重要な課題となっている。

本稿はこれらのニーズに対応し、従来の $0.3\mu\text{m}$ の集塵技術に対し、 $0.1\mu\text{m}$ 粒子で99.99%以上の集塵効率特性のフィルタ、空気を $\pm 0.5\sim 0.1^\circ\text{C}$ に制御するクリーンベンチ、並びに超清浄空間の確保に設備費及び維持費を低減させた自立門形構造のクリーントンネルモジュールなどの開発状況、更に人体に有害な生物材料を封じ込める安全キャビネットの開発に当たっての細菌試験技術などについて述べる。

小山 文夫* Fumio Koyama
八木 克人** Katsuhito Yagi
大井 慶一郎** Keiichirô Ooi
吉田 昭一** Shôichi Yoshida

1 緒言

近年、半導体の分野、及び遺伝子工学、バイオテクノロジーなどの生化学分野は著しい伸びを示している。両分野共に最高度の空気清浄技術を求めているが、半導体の分野では「品質向上」のため、生化学の分野では「安全性」のためにとそれぞれ目的を別にしている。

半導体の分野では、集積回路の集積度の著しい向上により、製造プロセスの環境は極限を追究する段階になりつつあり、空気中の粉塵粒子が $0.1\mu\text{m}$ で100個/ ft^3 以下の超清浄化、すなわちクリーンルームなどの清浄化空気を表わすのに、 1ft^3 中の特定粒子径の粉塵数を示した米国連邦規格が用いられ、その関係は図1に示すとおりである。また、温度に対しては $\pm 0.5\sim \pm 0.1^\circ\text{C}$ という精密な温度制御を行なうことが不可欠となってきている。これと共に設備費は高騰の一途をたどっており、設備費が安価で高度な作業環境を得られる装置が要望されている。

一方、生化学の分野では、がん細胞の研究をはじめ人体に有用な新薬の開発に未知の遺伝子の組換え実験を取り扱う遺伝子工学、また、最高度に危険な国際伝染病の病原体を取り扱う予防衛生医学界では、これらの微生物材料の拡散を防止するとともに研究者への感染を防止すること(バイオハザード対策装置)が最も重要な課題のひとつとなっている。

本稿では、このように近年急激に要望の高まってきた高度な空気清浄、すなわち無塵無菌化技術を用いた一部装置の開発状況結果について述べる。

2 半導体工場における無塵無菌装置の高度化

2.1 $0.1\mu\text{m}$ HEPAフィルタ

無塵無菌の空気を作り出すためにはHEPAフィルタ(High Efficiency Particulate Airfilter: 超高性能フィルタ)が主に使用され、その性能は最も重要である。緒言で述べた $0.1\mu\text{m}$ の粒子が100個/ ft^3 以下の空気を得るためには、 $0.1\mu\text{m}$ に対し99.99%以上の集塵効率をもつフィルタが必要である。

2.1.1 従来のHEPAフィルタ

HEPAフィルタは、ガラス繊維(直径約 $0.5\mu\text{m}$)を基材として、厚さ 0.34mm の沱紙状にしたものである。圧力損失が大きいため、 $2\sim 3\text{cm/s}$ の低風速で浮遊粉塵を99.97%以上の効率

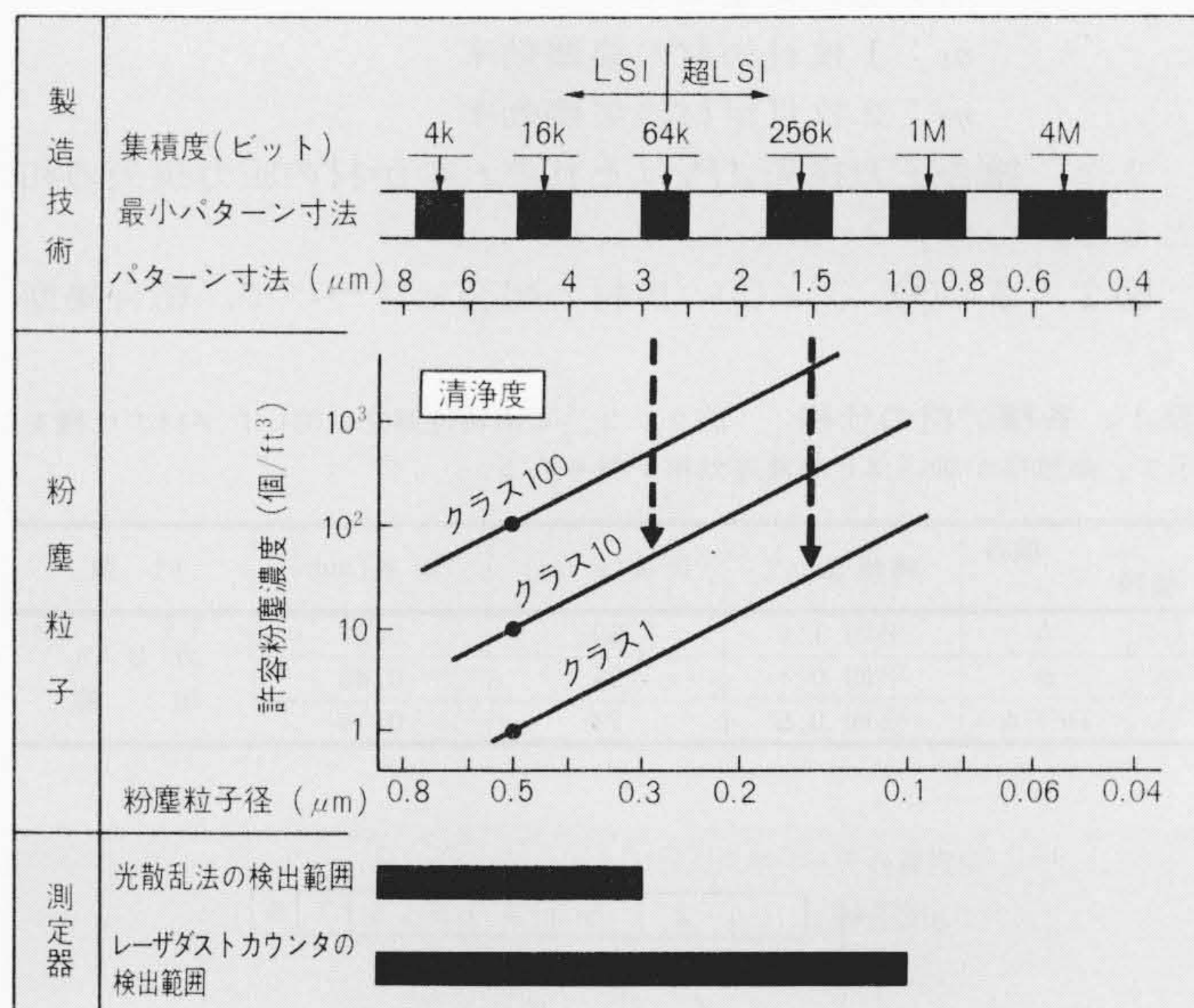


図1 LSI進歩に問題となる粒子 集積度の向上とともに、パターン寸法が小さくなると同時にその欠陥に与える粒子径も小さくなる。一般には、パターン寸法の $\frac{1}{10}$ の粒子まで除去することが必要で、例えば256kビットの場合は、 $0.15\mu\text{m}$ の粒子で10個/ ft^3 以下の超清浄な空気が不可欠になっている。

で捕集を行なうものである。

従来から、HEPAフィルタは $0.3\mu\text{m}$ の粒子が最も捕集しにくいとされ、これは粒子の慣性による衝突分離効果と、ブラウン運動による付着効果の谷間にあるという理論¹⁾からきたものと考えられる。

しかし、これは粒子径 $0.3\mu\text{m}$ 以下の低濃度の微粒子を正確に計測する方法がなかったための推測にすぎず、近年開発されたレーザ光線利用のダストカウンタを用いた測定結果によると、従来の定説に反しHEPAフィルタの集塵効率は、少なくとも $0.1\mu\text{m}$ までは粒子径に比例して低下し、 $0.3\mu\text{m}$ で99.970~99.995%以上あったものが、 $0.1\mu\text{m}$ では99.91~99.98%の集塵効率に低下することが分かった。

フィルタの集塵効率特性を向上させる方法としては、

(1) 沱材の密度を大きくすること。

* 日立産機エンジニアリング株式会社中条事業所 ** 日立製作所中条工場

- (2) 厚さを厚くすること。
 (3) ガラス繊維径を細くすること。
 (4) 汙材を2枚重ねにすること。
 などが考えられる。

圧力損失、加工性、経済性などを考慮し、上記(4)の方式を採用した0.1 μ m HEPAフィルタの開発を行なった。

2.1.2 各種フィルタと0.1 μ m HEPAフィルタの特性

効果的な汙材の2枚重ね方法を得るために表1に示す汙材の集塵効率、及び圧力損失特性を、図2、3の①、②、③に示す。粉塵濃度の測定には、レーザ光を光源とした検知感度0.1 μ mのダストカウンタを用いる。

図2の③に示すHEPAフィルタの集塵効率特性には、ばらつきが見られる。日立製作所仕様のH-220~1500のHEPAフィルタは、0.3 μ mで99.99%以上のものである。

汙材を2枚重ねしたときの総合集塵効率 η_T は、それぞれの汙材の集塵効率に関係し次のようになる。

$$\eta_T = 1 - \{(1 - \eta_1)(1 - \eta_2)\} \dots\dots\dots (1)$$

ここに η_T : 総合集塵効率

η_1 : 1枚目汙材の集塵効率

η_2 : 2枚目汙材の集塵効率

また、総合圧力損失 ΔP_T はそれぞれの汙材の圧力損失の和となる。

図2、3の①、②、③の汙材の組合せについて、総合集塵

表1 各種汙材の仕様 図2、3、4の特性測定に用いた汙材の仕様を示す。繊維径が細いほど高集塵効率を得られる。

種類	項目	繊維径(μ)	密度(g/m ²)	厚さ(mm)	材質
①	A	平均 1.0	80	0.33	ガラス 繊維
②	B	平均 0.7	95	0.45	
③	HEPA	平均 0.5	73	0.34	

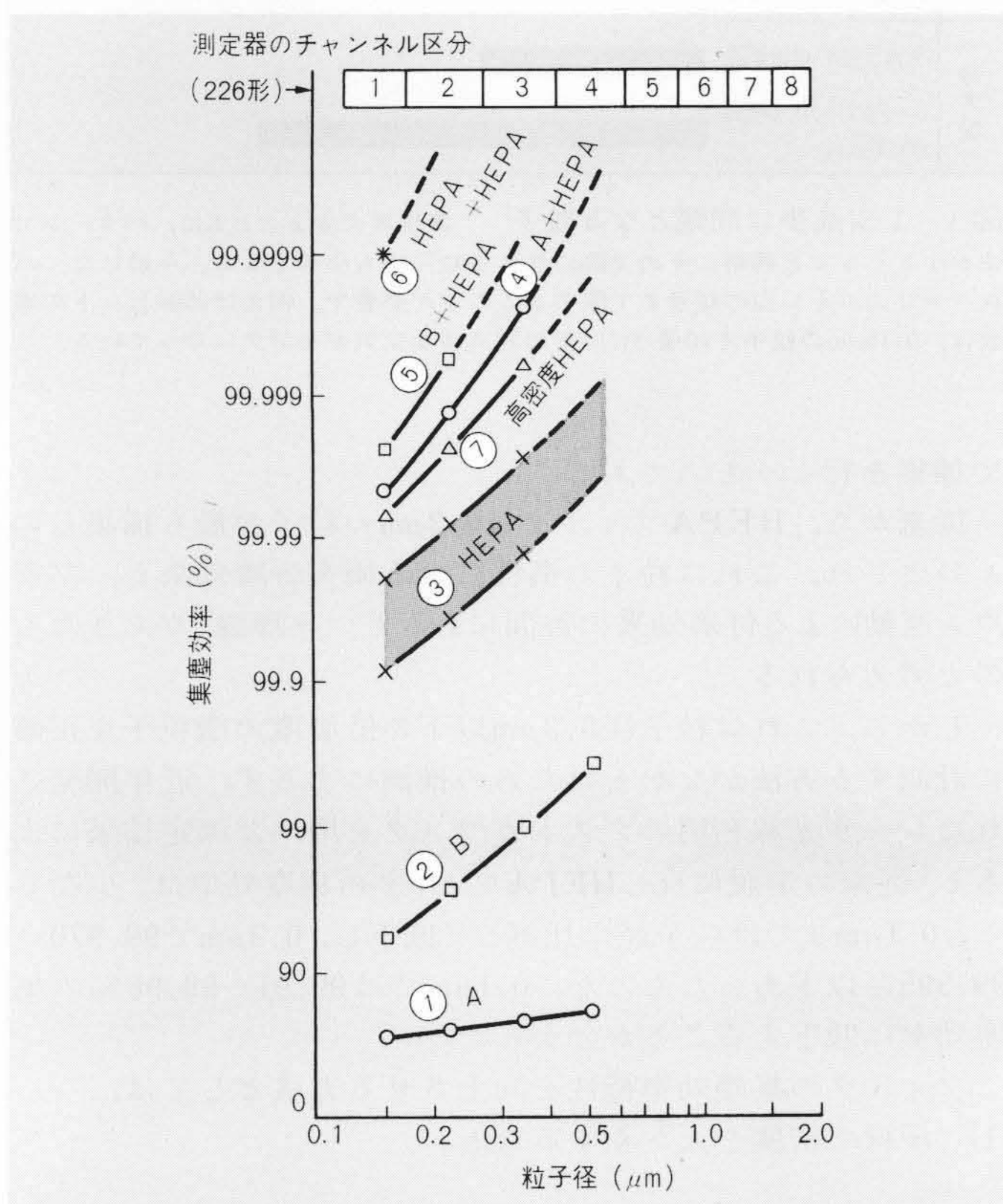


図2 集塵効率特性 ①、②、③及び⑦は1枚の汙材の、④、⑤、⑥は2枚重ね汙材の特性を示す。

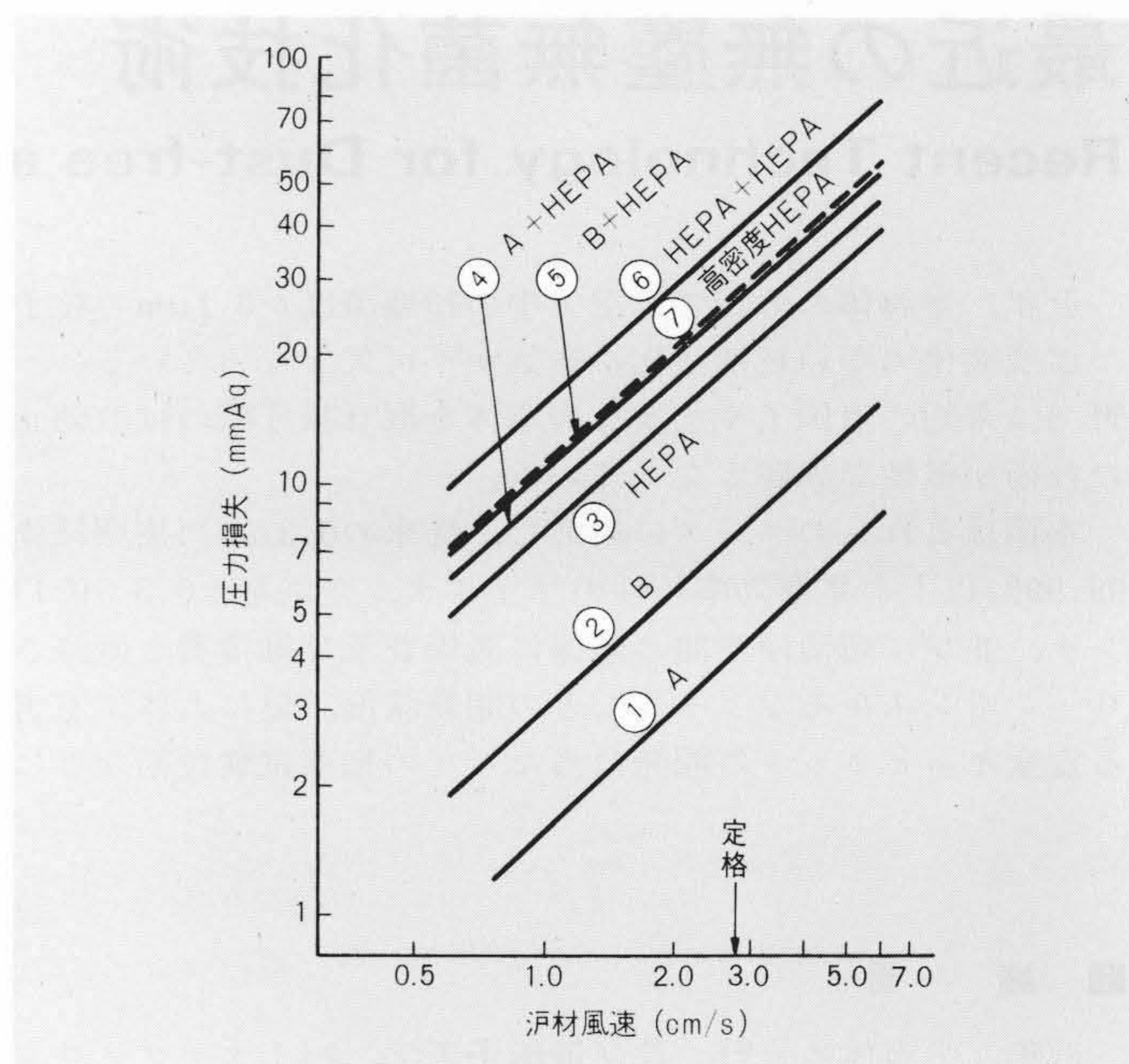


図3 圧力損失特性 番号は図3と同じである。圧力損失は低いほど望ましい。

表2 2枚重ねフィルタの特性算出値 図3、4の①、②、③の特性により(1)式(本文参照)で算出したものである。

組合せフィルタの種類 (一次側+二次側)	総合集塵効率 η_T (%)	総合圧力損失 ΔP_T (mmAq)
④ A+HEPA	99.9942	24
⑤ B+HEPA	99.9986	28
⑥ HEPA+HEPA	99.9999以上	40

効率及び圧力損失を算出し表2に示す。

また、これらの集塵効率及び圧力損失特性は、図2、3の④、⑤、⑥に示す。計算値と測定値はほぼ一致した結果が得られている。

0.1 μ m粒子で99.99%以上の集塵効率をもち、かつ圧力損失の少ないものは図2、3中の④であり、これは汙材AとHEPAフィルタの組合せによるものである。更に高効率を得るには、一次側汙材の集塵効率の高いものを選べばよいが、圧力損失が大きくなって実用性に欠けることになる。

一方、汙材の密度を高くしたものについての特性は、図2、3中の⑦に示している。これは④の2枚重ねフィルタよりも圧力損失が大きく、集塵効率も低いので実用性に欠けている。

2枚重ね汙材を実際に用いるには、図4に示すような枠に組み込んで用いるが、加工技術、外形寸法などは従来のものと変わることがない。

表3は0.1 μ m HEPAフィルタと従来の0.3 μ m HEPAフィルタを比較したものである。圧力損失は約10%大きくなっているが、クリーンベンチ、クリーンルームなどの従来のHEPAフィルタの代わりに入れ換えても支障のない圧力損失で、互換性をもったものである。

2.2 精密温度制御装置付クリーンベンチ

半導体は高集積化を図るため、回路パターン幅を2 μ m~0.5 μ mと微細化している。このため露光工程では、温度変化によるマスク、ウェーハ、装置などの膨張、収縮、反りなどが不良の原因となり、超清浄度の管理以外に、精密な温度管理が必要となってきた。

このようなニーズを満たすために、次の各項目が特に必要

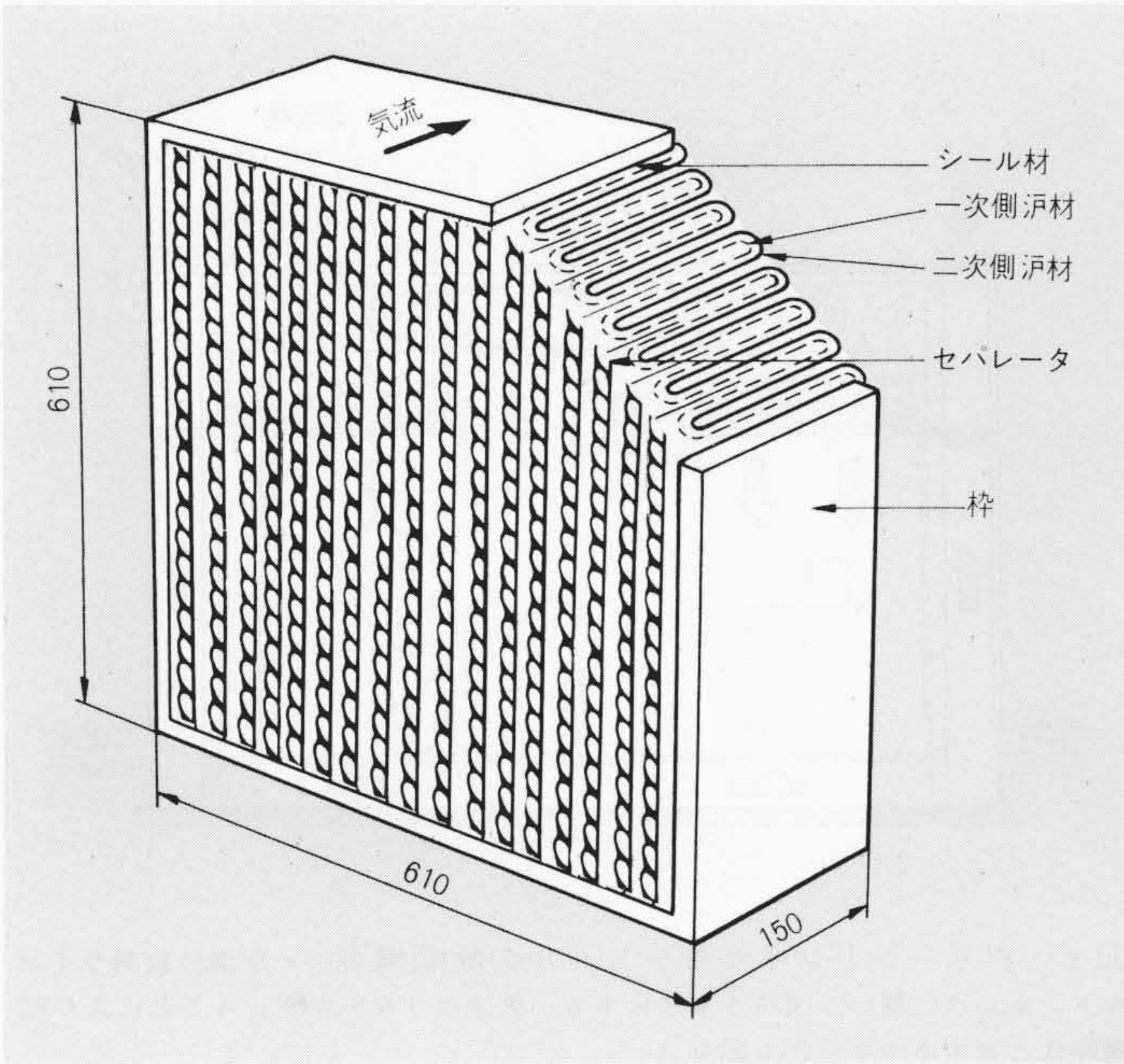


図4 0.1μm HEPAフィルタの構造 2枚重ね濾材をジグザグ状に折って空気の通過面積を大きくとり、枠に組み込んだものである。セパレータは濾材間に空気を均一に通過させる目的で設けている。この構造は従来と同じである。寸法はH-600形の例を示す。

- とされる。
- (1) 0.1μmの粒子で100個/ft³以下とする。
 - (2) 温度精度は定点で±0.1℃、温度分布は±0.5℃以内とする。
 - (3) 半導体生産ライン組込み可能な、開放形のクリーンベンチタイプとすることで作業性を良くする。
 - (4) 外乱に対する応答が迅速であること。
 - (5) 必要作業空間に対し、設置スペースを極力小さくする。
- 以上の点を考慮し完成した精密温度制御装置付クリーンベンチの外観を図5に、仕様を表4に示す。

2.2.1 精密温度制御方式

温度制御の系統を図6に示す。温度制御は吹出口部の温度

表3 0.1μm HEPAフィルタの比較 従来のHEPAフィルタと0.1μm HEPAフィルタの特性を比較して示す。

種 類	項 目	集 塵 効 率 (%)		圧 力 損 失 (mmAq)
		0.1μm	0.3μm	
HEPAフィルタ		99.96	99.99以上	20~25
0.1μm HEPAフィルタ		99.99以上	99.999以上	23~28

表4 精密温度制御装置付クリーンベンチの仕様 一例として、PCV-2200NUM-TB形クリーンベンチの仕様を示す。

項 目	仕 様
形 式	PCV-2200NUM-TB
寸法(幅×奥行×高さ)	2,200×1,900×2,150(mm)
集塵要素	HEPAフィルタ
集塵効率	0.1μm粒子で99.99%以上
温度精度(定点)	±0.1℃
温度分布	±0.5℃以内
周囲温度	20~27℃ 50%RH
温度設定範囲	20~30℃
制御方式	PID動作によりサイリスタを制御
風 量	64m ³ /min

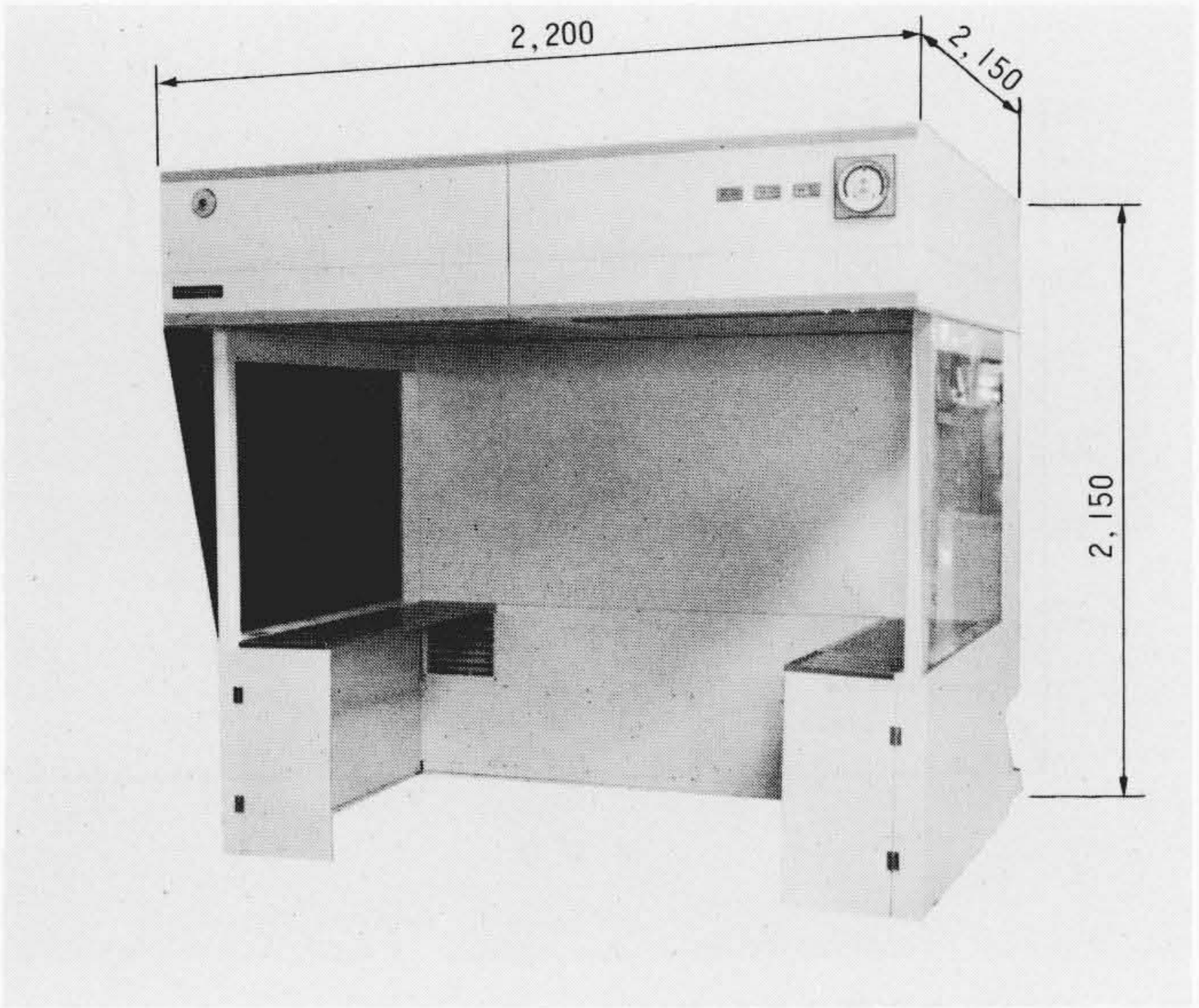


図5 精密温度制御装置付クリーンベンチの外観 装置幅2,200mmのPCV-2200NUM-TB形の外観を示す。ライン形クリーンベンチに組み込めるように、外観を統一している。

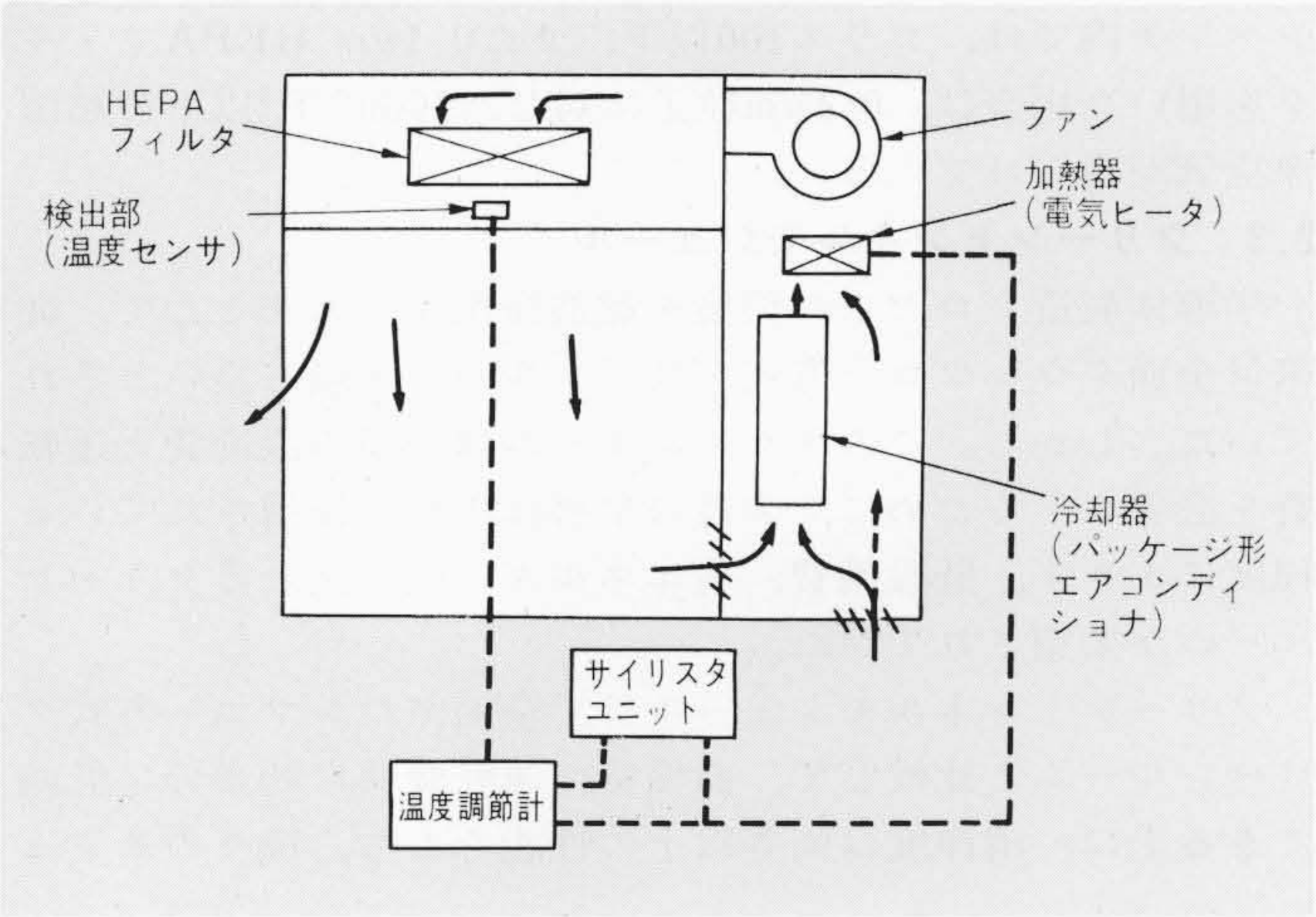


図6 温度制御の系統図 温度制御は、PID動作による再熱方式を採用している。

を検出部で感知し、冷却器で冷却した空気を加熱器の電流を制御して、設定温度まで加熱する再熱方式である。検出部の温度センサには応答性の良いニッケル測温抵抗体を用い、加熱器の電流制御には、精密温度制御が可能なPID(比例・積分・微分)動作方式を採用することにより、所定の温度精度を得ることができる。設定値変更に対する制御特性を図7に示す。

2.2.2 温度分布の改善

冷却器は本体を薄くできるため、パッケージ形エアコンディショナを用いた。この場合、作業空間の清浄度を保つための必要な風量に比べ、パッケージ形エアコンディショナの処理風量が少ないことから、冷却できない空気をバイパスさせる必要がある。この冷却空気とバイパス空気を拡散フードで混合させることにより所定の温度分布を得ることができた。

2.2.3 清浄度及び温度精度の向上

温度精度の向上及び省エネルギーの点から、気流循環方式を採ることとしたが、普通のクリーンベンチの方式のままでは、図8(a)に示すように汚染空気が作業空間内に流入し、必要な温度精度及び清浄度が得られなくなる。このため、同図(b)に示すように作業面両端に気流調整用パンチング板、しゃ

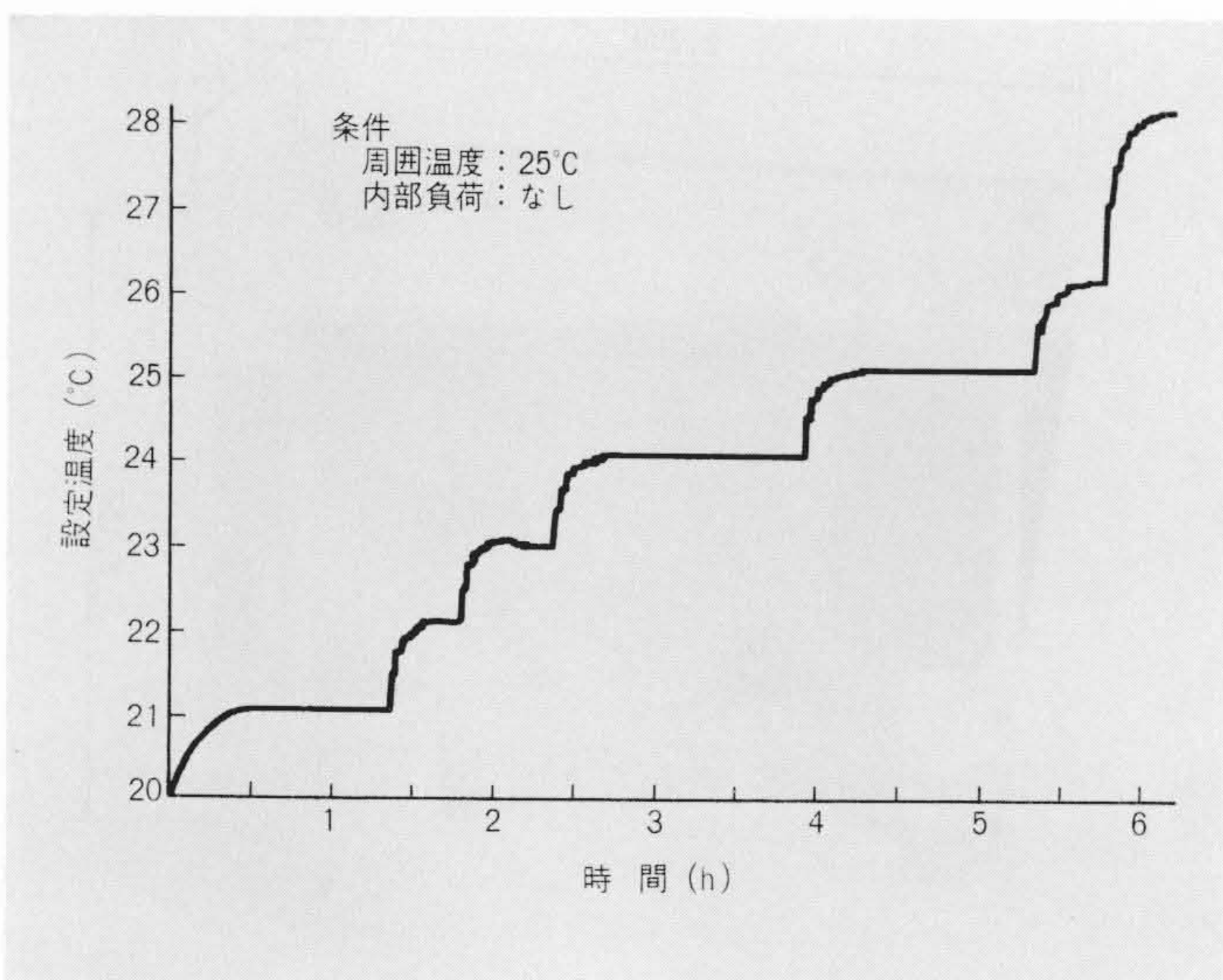


図7 設定温度変更時の制御特性 設定温度を変更した場合、安定するまでの時間を検出部で測定した。約20分で設定値で安定する。

へい板を設けることにより清浄空気が作業空間を層流で流れるようにし、汚染空気の流入を防止した。その結果、クリーンベンチ内では、クラス100以下、また $0.1\mu\text{m}$ HEPAフィルタを用いた場合は、 $0.1\mu\text{m}$ 粒子に対し、 $100\text{個}/\text{ft}^3$ 以下の超清浄空気が得られている。

2.3 クリーントンネルモジュール

半導体製造プロセスの環境を超清浄化する方法として、従来は全面ダウフロー方式クリーンルームが最も良いとされていた。しかし、このクリーンルームは多額の設備費と運転費を必要とするために、少数の半導体工場で使用されている程度にすぎず、低設備費、省エネルギー化を図れるクリーンルームが要望されていた。

クリーントンネルモジュールは、全面ダウフロー方式クリーンルームと比較して、設備費、運転費共に約半分に低減できる上に、清浄度は同等以上の性能をもち、種々のモジュ

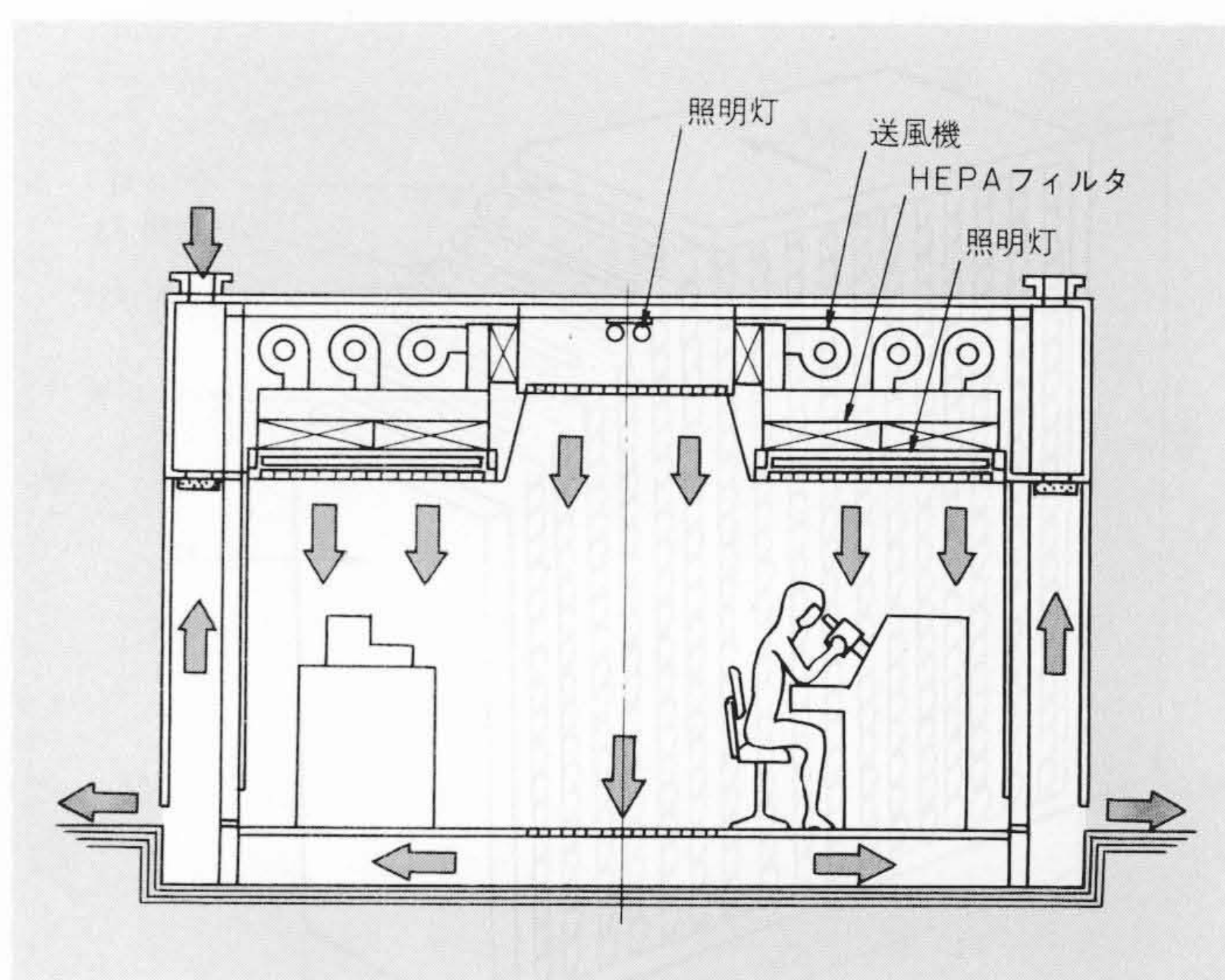


図9 クリーントンネルモジュールの断面構造 半導体製造ラインをトンネル状に覆い、環境を清浄化する。気流はリターンさせることにより超清浄化と省エネルギー化を図る。

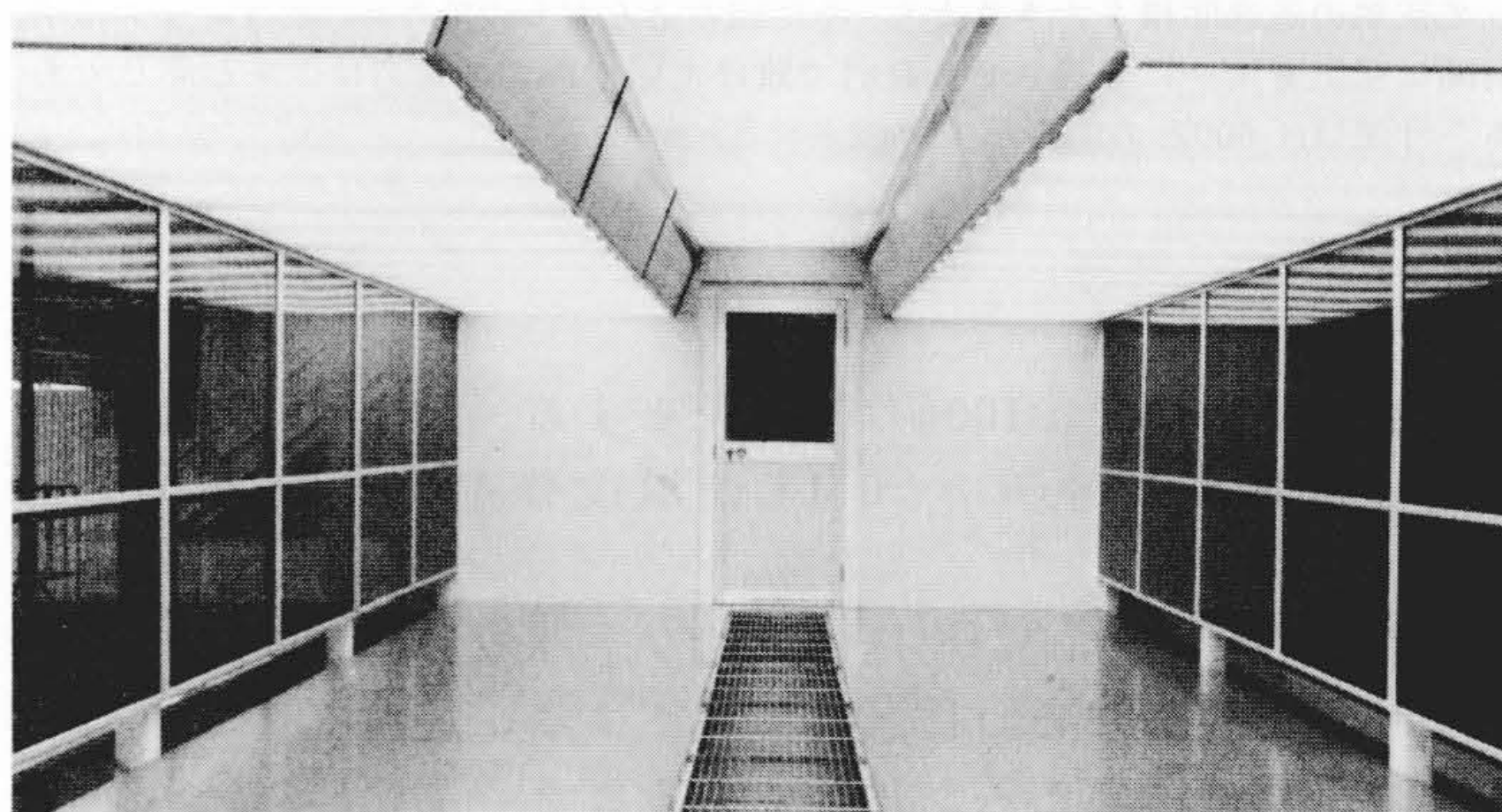


図10 クリーントンネルモジュールの内部 天井全面から清浄空気が吹き出され、室内を超清浄化する。両側面は、作業者の心理を和らげるために透明になっている。

ールの組合せにより自由にラインが組めることを特長として開発したシステムである。

2.3.1 構造

クリーントンネルモジュールの断面構造を図9、10に示す。半導体製造ライン上に自立門形構造のトンネルを形成し、製造ライン上の天井部に送風機、HEPAフィルタ、照明灯などを内蔵し、中央部は作業者が通行できるように天井を高くしている。

清浄空気は天井部全面から吹き出され、トンネル内は層流ダウフローとなる。床面まで下降した気流は、床中央及び両側面下部から排気される。気流方式は、排気を外部へ放出するオールフレッシュ方式と、図9に示すように循環するリターン方式の2方式がある。オールフレッシュ方式は、クリーントンネル外の区域まである程度清浄化する場合に適し、リターン方式は、クリーントンネル内の超清浄化及び省エネルギー化を図る場合に適している。

2.3.2 清浄化性能

超LSIなどの製造プロセスに使用する場合には、 $0.1\mu\text{m}$ の粉塵濃度が問題になる。クリーントンネルモジュールのHEPAフィルタの種類、及び気流方式別の粉塵濃度変化特性を図11に示す。オールフレッシュ方式、リターン方式共に運転開始後数分で定常値に近い値になり、10分ではほぼ定常値となる。

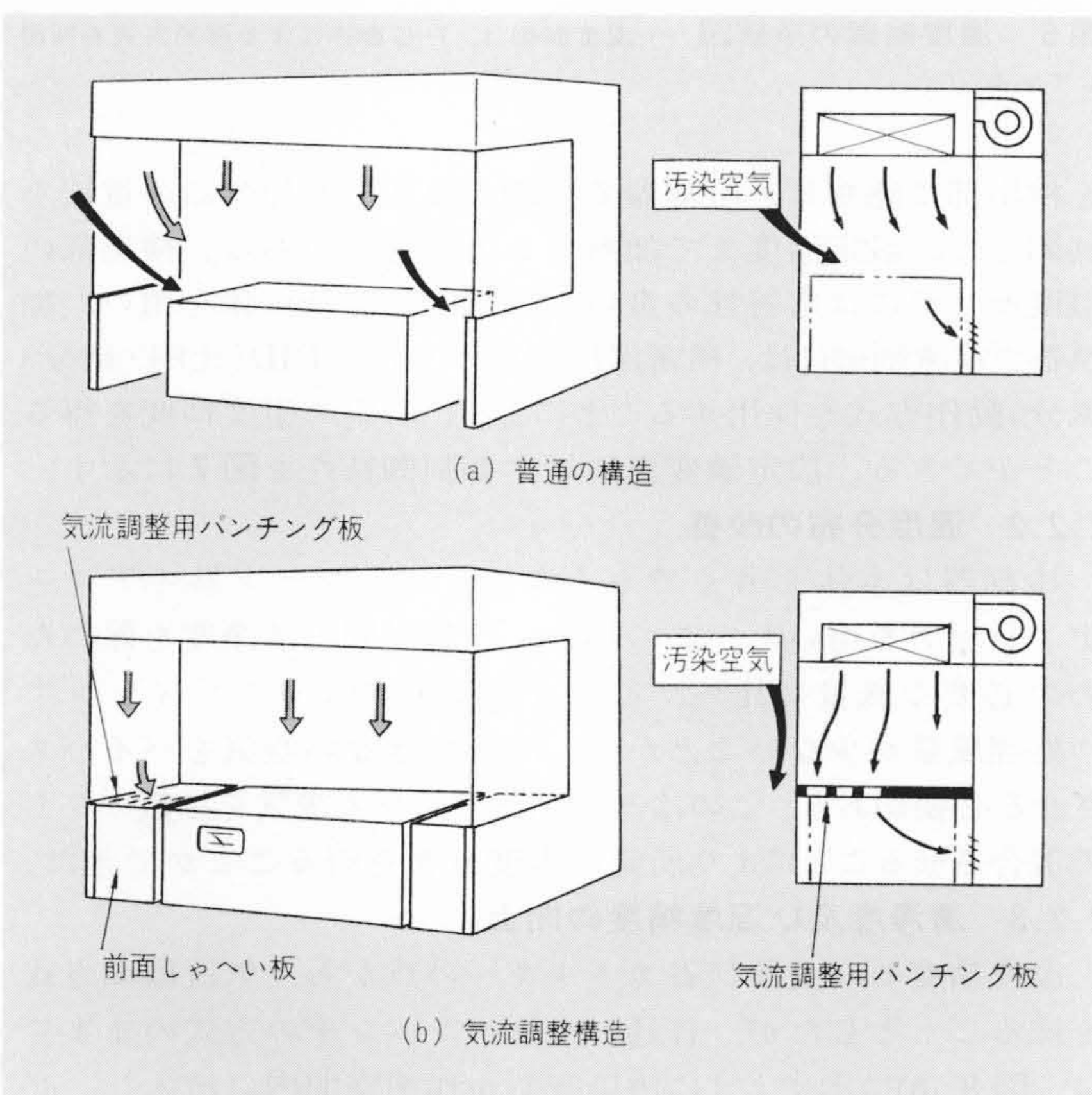


図8 クリーンベンチの構造と気流の比較 気流調整用パンチング板と前面しゃへい板で、汚染空気の流入を防止している。

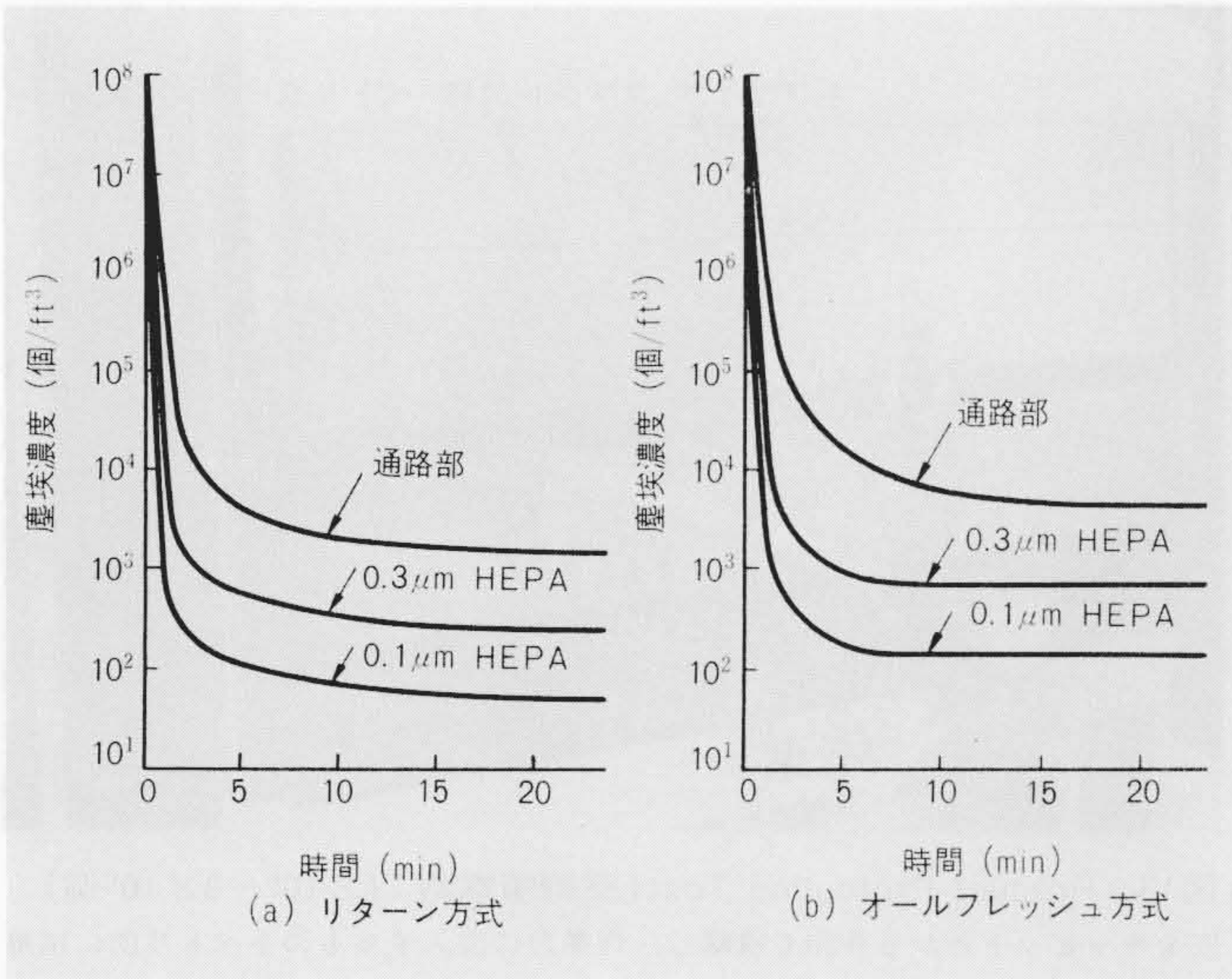


図11 粉塵濃度変化特性 クリーントネルの運転開始後の0.1μm粒径の粉塵濃度の変化を示す。約10分で清浄化されることが分かる。

また気流方式別では、リターン方式の場合、0.1μm用HEPAフィルタを使用すれば、0.1μm粉塵濃度が100個/ft³以下の超清浄化が可能で、非常に優れている。

以上の事柄から、クリーントネルモジュールは、半導体製造プロセスの環境清浄化装置として、広く利用されると考える。

3 バイオハザード対策用安全キャビネットの開発

3.1 概 要^{2)~4)}

バイオハザード対策は、(1)実験で扱う生物材料の危険度分類を行ない、この危険度に応じて実験内容を区分し規制を図る生物的隔離、(2)生物的隔離の程度に応じた実験設備を整え、生物材料の拡散防止を図る物理的隔離、の二つの隔離手段によって達成される。本稿では、物理的隔離としてのバイオハザード対策設備の中で、重要な装置である安全キャビネットについて述べる。

安全キャビネットに関する基準は、国内では文部省及び科学技術庁から指針の形で部分的に触れられているだけで、まだ十分とは言えない状態である。この面では米国が進んでおり、NIH(National Institutes of Health：米国国立衛生研究所)やNSF(National Sanitation Foundation：米国衛生機材財団)から基準、規格が出されている。これらをまとめたものが表5であり、安全キャビネットはクラスI、II、IIIの3種類に分類される。日立製作所ではこれに基づき、それぞれSCV-EC I、SCV-ECII、GB-ECIIIとして製品開発を行なった。いずれもHEPAフィルタを備え、これで汙過した後空気を排出することにより作業台内を負圧に保ち、実験操作中に発生するエアロゾルの拡散防止に重点を置いた。とりわけクラスIIは、作業開口部をもち流入気流による研究者の保護と下向き清浄気流による実験材料の雑菌汚染防止とを同時に行なうことができるため、最も使いやすく利用範囲の広いものである。一方、この二つの気流が同時に形成されるため、エアロゾルの拡散防止という点では、クラスI、IIIよりも原理的に難しくなっており、NSF規格では実際に枯草菌芽胞を噴霧しその性能確認を行なう細菌試験が最も重要な項目となっている。国内では、NSF規格が知られてから間がなく、この細菌試験を実施したところはない。そこで日立製作所では、国内で初めて細菌試験を実施し、NSF規格を満足する結果を得たので、以下この点を中心に説明する。

表5 安全キャビネットのクラス分類 扱う微生物材料の危険度と実験用途により、クラス分類がなされている。実験中に発生するエアロゾルの拡散を防止するためのものである。

クラス	構 造	危険度	目的及び規格
I		1~3	●研究者の保護 ●NIHガイドライン
II タイプA		1~3	●研究者の保護 ●実験試料の保護 (発がん性化学物質、放射性化学物質の使用は、危険性や除去方法について解決策があれば可。 ●NSF規格
II タイプB		1~3	●研究者の保護 ●実験試料の保護 (発がん性化学物質、放射性化学物質の使用は、危険性や除去方法について解決策があれば可。 ●NSF規格
III		4	●研究者の保護 ●実験試料の保護 ●NIHガイドライン

注：略語説明 NIH(National Institutes of Health：米国国立衛生研究所)
NSF(National Sanitation Foundation：米国衛生機材財団)

3.2 細菌試験方法

クラスII安全キャビネットの細菌試験項目は表6に示すとおり3種類あり、噴霧した細菌が矢印のほうに拡散しないことを確認するものである。それぞれの試験装置を図12~14に示す。枯草菌芽胞の噴霧はネブライザを用いて行なう。Personnel Protection Testでは、ステンレス棒の周り4箇所にAGI(All Glass Impinger)サンプラを配置し、更に周囲4箇所にスリットサンプラを配置して安全キャビネット内から漏れ出る芽胞をサンプリングする。AGIサンプラは、捕集液として無菌精製水を入れたガラス製のインピンジャーである。サンプリング空気を捕集液に衝突させ芽胞をとらえた後、フィルタで捕集液の汉過を行ない、このフィルタを培養して発生

表6 細菌試験項目と目的 矢印の方向に枯草菌芽胞を噴霧し、拡散の有無について試験する。

No.	試験項目	目 的	略 図
①	Personnel Protection Test	実験者の感染防止	
②	Product Protection Test	安全キャビネット内への雑菌混入防止	
③	Cross Contamination Test	安全キャビネット内での交互汚染防止	

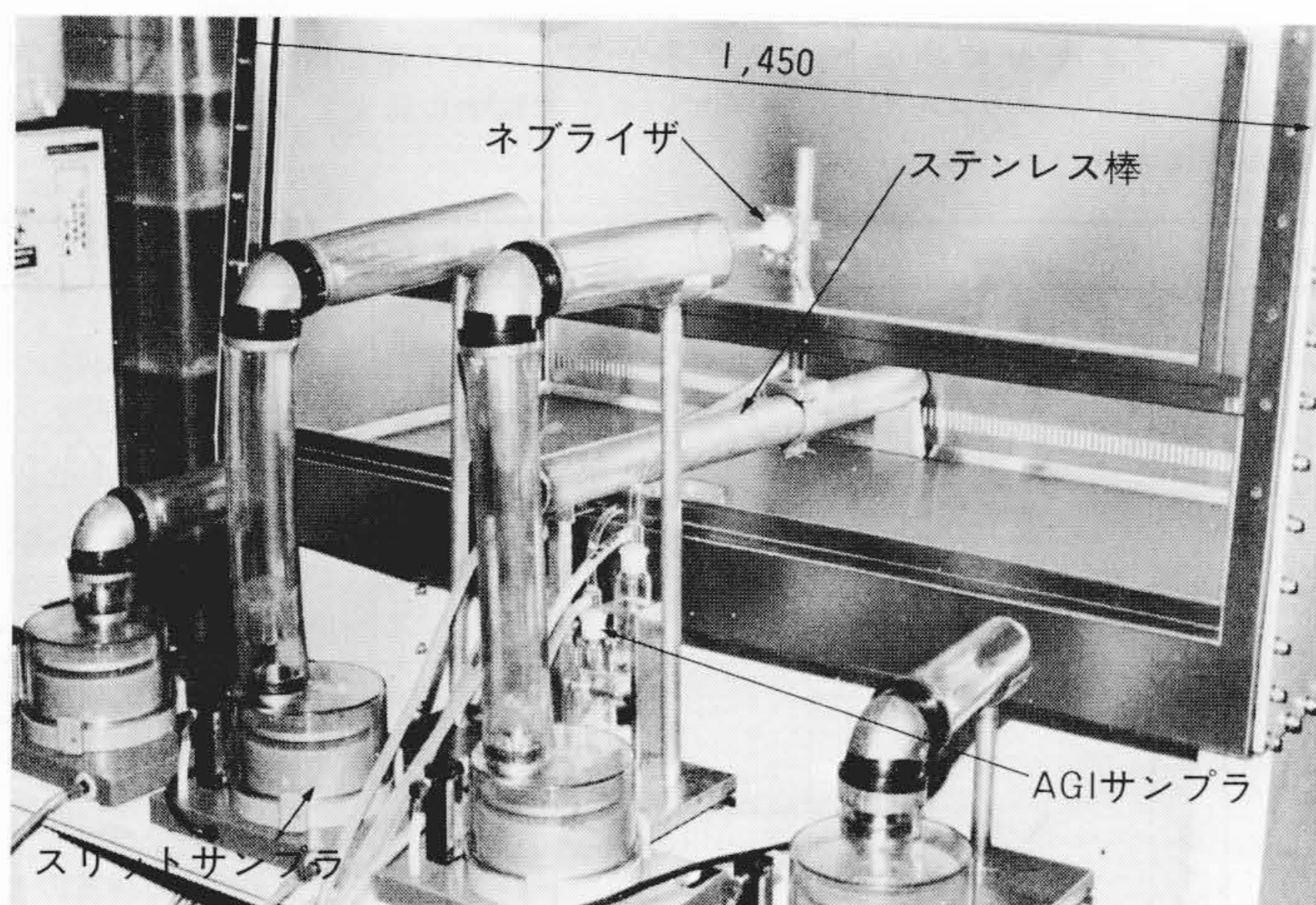


図12 Personnel Protection Test (芽胞噴霧数: $1 \times 10^8 \sim 8 \times 10^8$ 個)
安全キャビネットからネブライザで芽胞を噴霧し、外部へ漏れ出るものを2種のサンブラで捕集する。

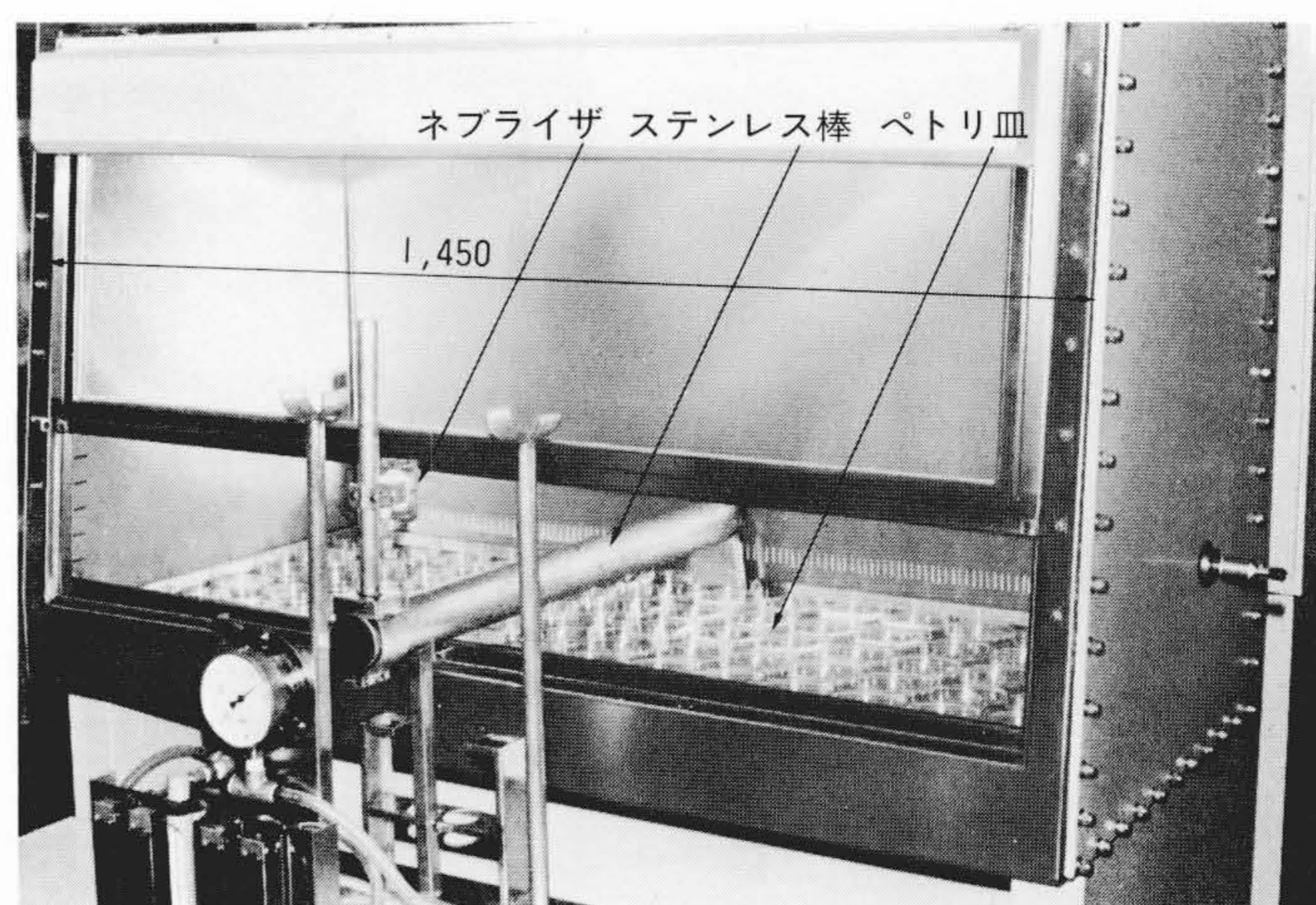


図13 Product Protection Test (芽胞噴霧数: $1 \times 10^6 \sim 8 \times 10^6$ 個)
安全キャビネット外から芽胞を噴霧し、作業台に混入するものをペトリ皿に捕集する。

するコロニー数を計数する。また、スリットサンブラは回転するペトリ皿にスリットを通して直接空気を吹き付けるもので、ペトリ皿を培養して結果を得る。スリットサンブラは、浮遊菌数の時間的変化をとらえられる特長があり、主として雰囲気が適当であるか否かの判定用に設けてある。Product Protection Testでは、安全キャビネット外にネブライザをセットし、作業台に敷き詰めたペトリ皿で芽胞の捕集を行なう。Cross Contamination Testでは、作業台の左側面にネブライザをセットし、右側面に向けて噴霧を行ない拡散距離を測定する。

3.3 試験結果

特にPersonnel Protection Testでは、AGIサンブラからの合計コロニー数は0個で、NSF規格値の20個以下に対して極めて良好な結果を得た。なお、流入風速は0.6 m/s、作業台内風速は0.32 m/sである。また、前面開口部分と排気部分を密閉し、フロンガスR12を充填して行なう本体気密試験でも、検出感度 1×10^{-6} cc/sで検出が認められず良好な結果を得た。

3.4 その他開発時の留意事項

安全キャビネットは、病原体を扱うための装置であるので、特に保守性、滅菌作業性及び信頼性について次の点に留意した。

- (1) 高静圧の送風機を採用し、HEPAフィルタの目詰まりによる気流風速の減少率を小さくした。
- (2) 送風機、殺菌灯などの機能上やむを得ないものを除き電気部品は本体外に配置し、生物材料からの汚染を避けた。
- (3) 本体を気密構造とした上、送風機により正圧となる部分に点検口を設けることを避け、リークのポテンシャルを排除するようにした。
- (4) 作業台の清拭が容易なように、コーナー部分に丸みをつけ滑らかな面を確保した。
- (5) 作業台全面にわたり $40 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ 以上の紫外線が照射されるようにするとともに、ホルムアルデヒドガスによる本体の滅菌を容易とした。

4 結 言

以上、最近の無塵無菌化技術を用いた $0.1 \mu\text{m}$ HEPAフィルタ、精密温度制御装置付クリーンベンチ、クリーントンネルモジュール、バイオハザード対策装置などの開発状況を取り上げて紹介した。超清浄空気環境は、産業、科学の発展と

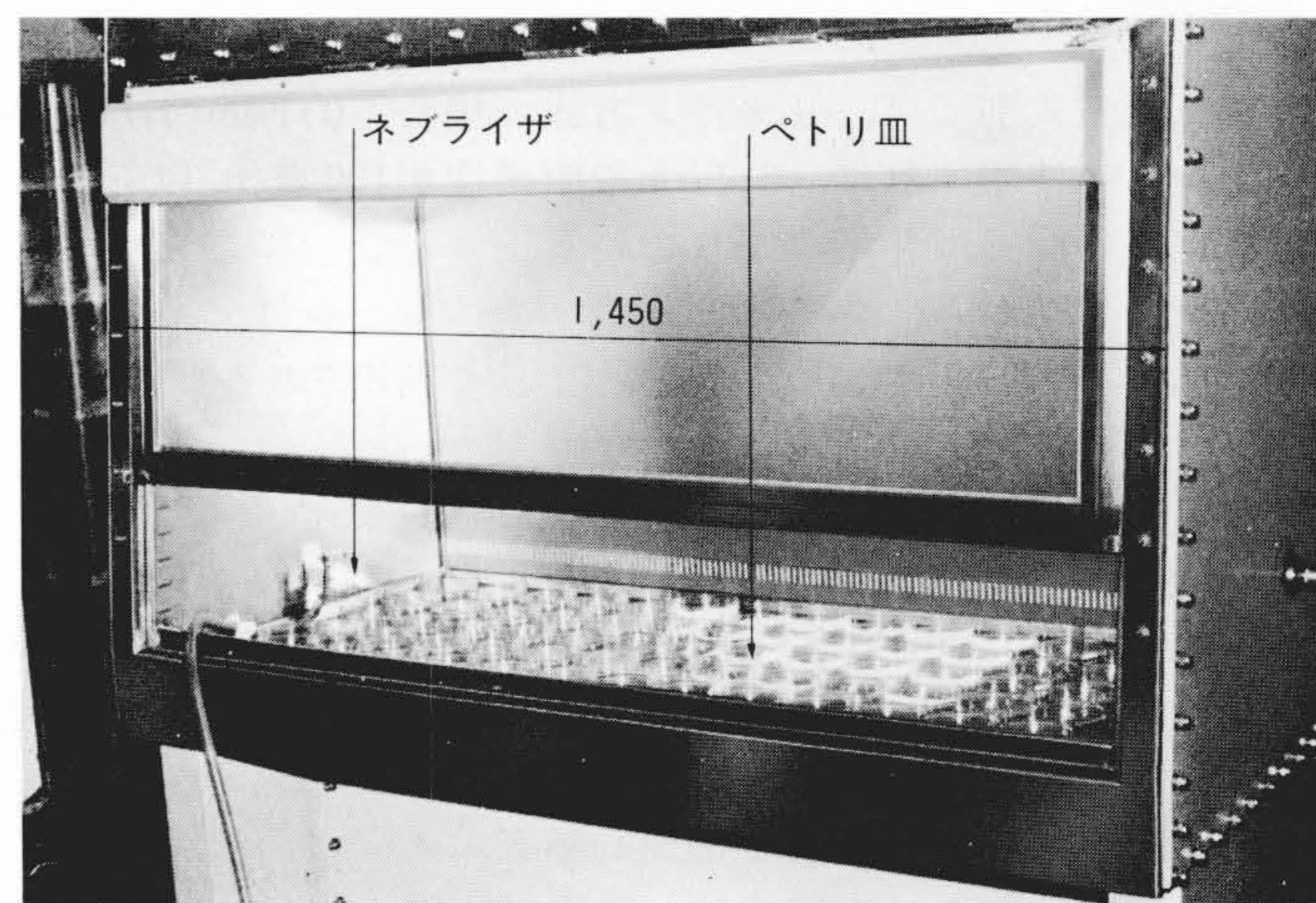


図14 Cross Contamination Test (芽胞噴霧数: $1 \times 10^4 \sim 8 \times 10^4$ 個)
作業台の左側面から芽胞を噴霧し、ペトリ皿に捕集する。これにより拡散距離を調べる。

ともに、多岐の分野(電機・精密・製薬・食品工業、医学、農・林・漁業など)での必要性が高まっており、更に超高度化が必要とされ、それに加えてますます多様化の一途をたどるものと思われる。

一方、設備計画に際しては、使用目的を明確にした上で、必要最小規模の設備を経済的に選定することであり、そのためにはユーザーとメーカーとが一体となって慎重に計画することが肝要である。

今後とも、ユーザー各位の助言を得て多様化する超無塵無菌装置の新技术の開発、コスト低減に対応してゆく考えである。

終わりに、本技術の開発に御助言、御協力をいただいた関係各位に対し、深く謝意を表わす次第である。

参考文献

- 1) 小野、外：半導体工場環境清浄化、サイエンスフォーラム(昭55-12)
- 2) National Sanitation Foundation: Std. No. 49, Class II (Laminar Flow) Biohazard Cabinetry (June 1976)
- 3) 国立予防衛生研究所：バイオハザード資料集(1976. 9)
- 4) 文部省告示第42号：大学等の研究機関等における組換えDNA実験指針(昭54-3)