

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-256609

(P2010-256609A)

(43) 公開日 平成22年11月11日(2010.11.11)

(51) Int.Cl. F 1 テーマコード (参考)
G03F 1/14 (2006.01) G03F 1/14 K 2H095

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2009-106322 (P2009-106322)	(71) 出願人	000002060
(22) 出願日	平成21年4月24日 (2009. 4. 24)		信越化学工業株式会社
			東京都千代田区大手町二丁目6番1号
		(74) 代理人	100101719
			弁理士 野口 恭弘
		(72) 発明者	白崎 享
			群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越
			化学工業株式会社精密機能材料研究所内
		Fターム(参考)	2H095 BA07 BC37

(54) 【発明の名称】 ペリクル

(57) 【要約】

【課題】ペリクルからの酸及びアンモニウムイオンの放出が少なく、かつ、ペリクル検出センサーによる検出性に優れたペリクルを提供すること。

【解決手段】アルマイト層を表面に有するアルミニウム製ペリクルフレーム、及び、前記ペリクルフレームに張設したペリクル膜を有し、前記アルマイト層の厚さが、4～8 μmであることを特徴とするペリクル。前記アルマイト層は、黒色染料を含むアルマイト層であることが好ましい。また、本発明のペリクルは、リソグラフィー用ペリクルであることが好ましい。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

アルマイト層を表面に有するアルミニウム製ペリクルフレーム、及び、前記ペリクルフレームに張設したペリクル膜を有し、前記アルマイト層の厚さが、4～8 μmであることを特徴とするペリクル。

【請求項 2】

前記アルマイト層が、黒色染料を含むアルマイト層である請求項 1 に記載のペリクル。

【請求項 3】

200 nm以下の紫外光露光を使用したリソグラフィー用である請求項 1 又は 2 に記載のペリクル。 10

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、ペリクルに関するものである。より詳細には、LSI、超LSIなどの半導体装置を製造する際のゴミよけとして好適に使用されるリソグラフィー用ペリクル、特に好適には、高解像度を必要とする200 nm以下の紫外光露光に使用されるリソグラフィー用ペリクルに関するものである。

【背景技術】**【0002】**

従来、LSI、超LSIなどの半導体デバイス又は液晶表示板などの製造においては、半導体ウエハ又は液晶用原板に光を照射してパターンニングするが、この場合に用いる露光原版にゴミが付着していると、このゴミが光を吸収したり、光を反射してしまうため、転写したパターンニングが変形したり、エッジががさついたりしてしまい、寸法、品質、外観などがそこなわれ、半導体装置や液晶表示板などの性能や製造歩留まりの低下を来すという問題があった。 20

このため、これらの作業は通常クリーンルームで行われるが、このクリーンルーム内でも露光原版を常に正常に保つことが難しいので、露光原版の表面にゴミよけのための露光用の光を良く通過させるペリクルを貼着する方法が行われている。

この場合、ゴミは露光原版の表面には直接付着せず、ペリクル膜上に付着するため、リソグラフィー時に焦点を露光原版のパターン上に合わせておけば、ペリクル上のゴミは転写に無関係となる利点がある。 30

【0003】

このペリクルは光を良く通過させるニトロセルロース、酢酸セルロースなどからなる透明なペリクル膜を、アルミニウム、ステンレス、ポリエチレン等からなるペリクルフレーム（「ペリクル枠」ともいう。）の上部にペリクル膜の良溶媒を塗布し、風乾して接着する（特許文献1参照）か、アクリル樹脂やエポキシ樹脂などの接着剤で接着し（特許文献2～4参照）、ペリクル枠の下部にはポリブテン樹脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂、シリコン樹脂等からなる粘着層及び粘着層を保護する離型層（セパレータ）を接着して構成されている。 40

近年、リソグラフィーの解像度は次第に高くなってきており、その解像度を実現するために徐々に波長の短い光が光源として用いられるようになってきている。具体的には紫外光（g線（436 nm）、i線（365 nm）、KrFエキシマレーザー（248 nm））と移行しており、近年ではArFエキシマレーザー（193 nm）が使用され始めた。

【先行技術文献】**【特許文献】****【0004】**

【特許文献1】特開昭58-219023号公報

【特許文献2】米国特許第4861402号明細書

【特許文献3】特公昭63-27707号公報 50

【特許文献4】特開平7 - 168345号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明が解決しようとする課題は、ペリクルからの酸及びアンモニウムイオンの放出が少なく、かつ、ペリクル検出センサーによる検出性に優れるペリクルを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記の課題は、以下の<1>に記載の手段により解決された。本発明の好ましい実施態様である<2>及び<3>とともに以下に列記する。

<1>アルマイト層を表面に有するアルミニウム製ペリクルフレーム、及び、前記ペリクルフレームに張設したペリクル膜を有し、前記アルマイト層の厚さが、4～8μmであることを特徴とするペリクル、

<2>前記アルマイト層が、黑色染料を含むアルマイト層である上記<1>に記載のペリクル、

<3>200nm以下の紫外光露光を使用したリソグラフィー用である上記<1>又は<2>に記載のペリクル。

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、ペリクルからの酸及びアンモニウムイオンの放出が少なく、かつ、ペリクル検出センサーによる検出性に優れるペリクルを提供することができた。

【発明を実施するための形態】

【0008】

本発明のペリクルは、アルマイト層を表面に有するアルミニウム製ペリクルフレーム、及び、前記ペリクルフレームに張設したペリクル膜を有し、前記アルマイト層の厚さが、4～8μmであることを特徴とする。

前記アルマイト層は、黑色染料を含むアルマイト層であることが好ましい。

また、本発明のペリクルは、リソグラフィー用ペリクルとして好適に使用することができる。

以下、本発明について詳細に説明する。

【0009】

リソグラフィー等に使用されるフォトマスク（以下、単に「マスク」ともいう。）を長期間使用すると、マスク表面に異物が析出することがある。これは空気中のガス成分が反応しマスク表面で固体になり、それがプリントされる成長性異物（ヘイズ）に成長することによる。また、マスク表面の残留イオン又は残留有機成分が反応し、異物に成長する場合もある。特にKrF、ArFといった短波長の光を使用する露光の場合、短波長の光を吸収する物質が多いため、露光中にこれらの物質が光を吸収し活性化状態になり、異物の生成が加速されることがある。このため、半導体露光工程を行う環境では、空気中のイオン濃度の制御、又は、有機成分濃度の制御により、成長性異物の発生を抑制することがなされている。

また、特にArFを使用する露光では、硫酸アンモニウムが成長性異物として生成することが多い。一方、マスク製造工程においては、一般的にマスクの洗浄工程で硫酸やアンモニアが使用されてきているが、これらの薬剤がマスク表面に残留した場合、その後の露光工程で、それらの残留物を元にして成長性異物が発生することがある。このため、マスク洗浄工程では、硫酸又はアンモニアの使用を制限する動きがあり、代わりにオゾン水による洗浄等が使用され始めている。

【0010】

一方で、ペリクルをみた場合に、一般的にペリクルフレームは、アルミニウム合金が使用されている。そしてそのアルミニウムフレームの表面は、一般的に黑色アルマイト処理

10

20

30

40

50

がなされている。しかし、アルマイト処理では一般的に硫酸が使用されるため、ペリクルフレームからは硫酸が検出される。また、アルマイト処理で硫酸以外の酸を使用した場合でも、その代替の酸がアルマイト層の中に残る。このようにアルマイト付きのフレームの場合、アルマイト層の中に硫酸等の酸が残留することになり、残留酸成分が、ペリクルがマスクに貼られた際にマスク上の成長性異物の原因になる可能性がある。

また、黒色アルマイト処理には、一般的に黒色染料としてアゾ染料が使用される。アゾ染料からは不純物としてアンモニアイオンが検出されることがある。このアンモニアイオンも、成長性異物の代表である硫酸アンモニウムの原因になる可能性が高い。このように黒色アルマイト処理がなされているペリクルフレームでは、イオンの分析をすると硫酸イオン、アンモニアイオンが検出されることになり、硫酸アンモニアの成長性異物を抑制しようという場合に問題になる。

10

【0011】

このようなイオンを減らす目的で、ペリクルフレームにアルマイト処理を施さず黒色樹脂等でコートしたフレームを使用する場合もあるが、一般的に高価なことと、また樹脂層が光劣化を起こす可能性等があり、黒色アルマイトフレームを用いつつイオンを抑制することが求められている。

【0012】

また、このようなアルマイト層の残留イオンは、通常アルマイト層内に閉じ込められているため、ペリクルフレームを超純水で洗浄することにより表面のイオンはかなり洗い流すことができる。しかし、ペリクルを製造する工程でペリクルフレームに熱がかかり、アルマイト層に割れが生じ、内部のイオンが表面に出てくることがある。

20

このようにアルマイト層内のイオンが層の割れのために表面に出てくる場合、アルマイト層を薄くすることにより、アルマイト層内に含まれるイオン量を減らすことができるため、表面に出てくるイオン量も抑制することができることを本発明者は見いだした。

イオン量を減らすには、アルマイト層を薄くすればするほどよいが、一方でアルマイト層が薄くなればなるほどフレーム表面の黒色度合いが落ち、フレームが黒色で無くなり、灰色や茶色といった色になる。ペリクルはマスクに貼って使用される場合、フレームにセンサー光が当たり、ペリクルの有無を検出することがあり、ペリクルフレームの色が黒色からあまりに異なる場合、検出が不可能になる場合がある。そのため、アルマイト層はある程度の厚みを持ち、ある程度の黒色度を保持する必要がある。

30

【0013】

本発明のペリクルに使用するペリクルフレームは、アルマイト層を表面に有するアルミニウム製ペリクルフレームであり、かつ前記アルマイト層の厚さが、4～8 μmである。

ペリクルフレームは、アルミニウム製である。なお、本発明において、「アルミニウム製」とは、純粋なアルミニウム製だけでなく、アルミニウム合金製も含まれる。

ペリクルフレームに使用されるアルミニウムとしては、特に制限はないが、純アルミニウムや、JIS A7075、JIS A6061、JIS A5052材等のアルミニウム合金が例示できる。

ペリクルフレームの大きさは、特に制限はなく、必要に応じ、適宜選択することができる。例えば、半導体リソグラフィ用ペリクル、大型液晶表示板製造リソグラフィ用ペリクル等と同様の大きさが例示できる。

40

【0014】

本発明のペリクルに使用するペリクルフレームは、アルマイト層を表面に有する。

前記アルマイト層は、黒色染料を含むアルマイト層（以下、単に「黒色アルマイト層」ともいう。）であることが好ましい。

黒色染料としては、特に制限はなく、公知のものを用いることができるが、有機染料を含むことが好ましく、アゾ染料を含むことがより好ましい。

使用できるアゾ染料として、ディーブブラック（クラリアント社製商品名）が例示できる。

前記アルマイト層の厚さは、4～8 μmである。上記範囲であると、酸及びアンモニウ

50

ムイオンの放出が少なく、かつ、センサーによる検出性に優れる。なお、ペリクルから放出される酸は、その多くがアルマイト層の形成時に使用された酸に由来し、また、ペリクルから放出されるアンモニウムイオンは、前述したように、その多くは黒色染料に由来する。

また、前記アルマイト層の厚さが4～8 μmと薄いため、前記アルマイト層の色は、一般的な黒色だけでなく、黒灰色や灰茶色であることも好ましい。

【0015】

ペリクルフレーム表面の黒色染料を含むアルマイト層の形成方法としては、特に制限はなく、公知の方法を用いることができる。

具体的には例えば、NaOHなどのアルカリ処理浴で数十秒処理した後、希硫酸水溶液中で陽極酸化を行い、次いで黒色染料による染色、封孔処理することで、表面にアルマイト層を形成する方法が挙げられる。

陽極酸化は、酸濃度、電流密度、電解液温度、通電時間などを適宜調整することにより所望のアルマイト層を形成すればよく、好ましくは、硫酸濃度10～20%、電流密度1～2 A/dm²、電解液温度15～30、通電時間10～30分の範囲で行う方法が例示できる。その際、合金の表面にはマイクロな孔（直径50～200、ピッチ500～1,500）が規則正しく多数形成される。その後、この孔を使って黒色化処理を行うことができる。

また、陽極酸化に使用される酸としては、前記硫酸以外に、例えば、硝酸や、有機酸（シュウ酸、ギ酸、酢酸等）が挙げられる。

黒色化処理は、黒色染料を溶解した液の中に浸漬することでこの孔に染料を吸着させ黒色化する方法が例示できる。染色は、好ましくは、染料濃度を3～10 g/lとして、50～65の範囲に液温を調節して染色する方法が例示できる。

続いて、この孔を塞ぐ封孔処理を施すことが好ましい。この処理には、封孔助剤6～12 g/lを加えた煮沸水を使用することが好ましい。この時、封孔によりアルマイト層表面の微細な孔が埋められ、アルマイト層は緻密になる。封孔助剤としては、特に制限はなく、酢酸ニッケル等の公知のものを用いることができる。

本発明に用いることができるペリクルフレームの表面は、アルマイト層を設ける前に、サンドブラストや化学研磨によって粗化してもよい。本発明において、ペリクルフレーム表面の粗化の方法については、従来公知の方法を採用できる。アルミニウム材に対して、ステンレス、カーボランダム、ガラスビーズ等によって表面をブラスト処理し、さらにNaOH等によって化学研磨を行い、表面を粗化する方法が好ましい。

【0016】

本発明のペリクルは、前記ペリクルフレームに張設したペリクル膜を有する。

ペリクル膜の材質としては、特に制限はなく、例えば、従来エキシマレーザー用に使用されている、非晶質フッ素ポリマー等が好適に用いられる。

非晶質フッ素ポリマーの例としては、サイトップ（旭硝子（株）製商品名）、テフロン（登録商標）AF（デュボン社製商品名）等が挙げられる。これらのポリマーは、そのペリクル膜作製時に必要に応じて溶媒に溶解して使用してもよく、例えば、フッ素系溶媒などで適宜溶解し得る。

前記ペリクルフレームへのペリクル膜を張設する方法としては、特に制限はなく、公知の方法を用いることができる。

【0017】

ペリクル膜接着用接着剤としては従来から使用されているものを使用でき、例えば、アクリル樹脂接着剤、エポキシ樹脂接着剤、シリコン樹脂接着剤、含フッ素シリコン接着剤等のフッ素ポリマー等を挙げることができるが、中でもフッ素系ポリマーが好適である。フッ素系ポリマーとしては、具体的にはフッ素系ポリマーCT69（旭硝子（株）製商品名）が挙げられる。

【0018】

本発明のペリクルは、ペリクルフレームの端面に、マスクペリクルを貼り付けるため

10

20

30

40

50

の粘着剤を有していてもよい。

粘着剤としては、両面粘着テープ、シリコン樹脂粘着剤、アクリル系粘着剤等を挙げることができる。

本発明のペリクルは、通常の方法でペリクルフレームの上端面に貼着剤層を介してペリクル膜を張設し、通常、下端面に接着剤層を形成し、この接着剤層の下端面に離型層を剥離可能に貼り付けて製造することができる。ここで、ペリクルフレーム上端面に形成される粘着剤層は、必要により溶媒で希釈してペリクルフレーム上端面に塗布し、加熱して乾燥し硬化させることにより形成することができる。この場合、接着剤の塗布方法としては、刷毛塗り、スプレー、自動ディスペンサーによる方法等が採用される。

【0019】

また、本発明のペリクルは、前記粘着層を保護するために設けられる保護用離型層を有していてもよい。保護用離型層としては、例えば、セパレータが例示できる。

保護用離型層については、特に材質を制限するものではない。例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリテトラフルオロエタン、フッ素樹脂、ポリエチレン、ポリカーボネート、塩化ビニル、ポリプロピレン等が挙げられる。

【実施例】

【0020】

以下、実施例により、具体的に本発明を例示して説明する。

【0021】

(実施例1)

アルミニウム製で外寸が149mm×122mm×5.8mm、フレーム厚さ2mmのペリクルフレームを製作した。このフレームの表面に厚みを8μmの黒色アルマイト層を形成させペリクルフレームを完成させた。

黒色アルマイト層の形成には、黒色染料としてディーブブラックMLW(クラリアント社製商品名)を用い、硫酸を用いての陽極酸化を行った。

サイトップCTX-S(旭硝子(株)製)をパーフルオロトリブチルアミンに溶解させた5%溶液をシリコンウエハ上に滴下し、スピンコート法により830rpmでウエハを回転させウエハ上に広げた。その後室温で30分間乾燥後、180℃で乾燥し均一な膜とした。これに接着剤を塗布したアルミ枠を貼り付け、膜だけを剥離しペリクル膜とした。

前記ペリクルフレームの片端面にマスク粘着剤(シリコン樹脂X-40-3122(信越化学工業(株)製)を塗布し、もう一方の片端面に膜接着剤(CT-69(旭硝子(株)製)を塗布した。その後、膜接着剤側をアルミ枠に取ったペリクル膜に貼り付け、フレームの外周の膜を切断しペリクルを完成させた。この時フレームの色は黒色であった。ペリクル検出センサーでは検出に問題がなかった。前記ペリクル検出センサーは、キーエンス社製ファイバーセンサーを使用した。

完成したペリクルを、ポリプロピレン製の袋に入れ、純水を100mL注ぎペリクルが完全に浸漬するようにした。袋を熱シールし、その後80℃で1時間加熱した。抽出水をイオンクロマトグラムDIONE X-500(ダイオネックス社製)で分析したところ、硫酸イオンを0.05ppm、アンモニアイオンを0.05ppm検出した。

【0022】

(実施例2)

アルミニウム製で外寸が149mm×122mm×5.8mm、フレーム厚さ2mmのペリクルフレームを製作した。このフレームの表面に厚みを6μmの黒色アルマイト層を形成させペリクルフレームを完成させた。

アルマイト層の形成は、厚みを6μmとした以外は、実施例1と同様に行った。

サイトップCTX-S(旭硝子(株)製)をパーフルオロトリブチルアミンに溶解させた5%溶液をシリコンウエハ上に滴下し、スピンコート法により830rpmでウエハを回転させウエハ上に広げた。その後室温で30分間乾燥後、180℃で乾燥し均一な膜とした。これに接着剤を塗布したアルミ枠を貼り付け、膜だけを剥離しペリクル膜とした。

実施例1と同様にして、ペリクルフレームの片端面にマスク粘着剤を塗布し、もう一方

10

20

30

40

50

の片端面に膜接着剤を塗布した。その後、膜接着剤側をアルミ枠に取ったペリクル膜に貼り付け、フレームの外周の膜を切断しペリクルを完成させた。この時フレームの色は黒灰色であった。また、実施例1と同様にペリクル検出センサーで作製したペリクルの検出を行ったところ、検出に問題はなかった。

完成したペリクルを、ポリプロピレン製の袋に入れ、純水を100 mL注ぎペリクルが完全に浸漬するようにした。袋を熱シールし、その後80 で1時間加熱した。実施例1と同様に、抽出水を実施例1で使用したイオンクロマトグラムで分析したところ、硫酸イオンを0.03 ppm、アンモニウムイオンを0.03 ppm検出した。

【0023】

(実施例3)

アルミニウム製で外寸が149 mm × 122 mm × 5.8 mm、フレーム厚さ2 mmのフレームを製作した。このフレームの表面に厚みを4 μmの黒色アルマイト層を形成させペリクルフレームを完成させた。

アルマイト層の形成は、厚みを4 μmとした以外は、実施例1と同様に行った。

サイトップCTX-S(旭硝子(株)製)をパーフルオロトリブチルアミンに溶解させた5%溶液をシリコンウエハ上に滴下し、スピンコート法により830 rpmでウエハを回転させウエハ上に広げた。その後室温で30分間乾燥後、180 で乾燥し均一な膜とした。これに接着剤を塗布したアルミ枠を貼り付け、膜だけを剥離しペリクル膜とした。

実施例1と同様に、ペリクルフレームの片端面にマスク粘着剤を塗布し、もう一方の片端面に膜接着剤を塗布した。その後、膜接着剤側をアルミ枠に取ったペリクル膜に貼り付け、フレームの外周の膜を切断しペリクルを完成させた。この時フレームの色は灰茶色であったが、実施例1と同様にペリクル検出センサーで作製したペリクルの検出を行ったところ、検出に問題はなかった。

完成したペリクルを、ポリプロピレン製の袋に入れ、純水を100 mL注ぎペリクルが完全に浸漬するようにした。袋を熱シールし、その後80 で1時間加熱した。実施例1と同様に、抽出水を実施例1で使用したイオンクロマトグラムで分析したところ、硫酸イオンを0.02 ppm、アンモニウムイオンを0.02 ppm検出した。

【0024】

(比較例1)

アルミニウム製で外寸が149 mm × 122 mm × 5.8 mm、フレーム厚さ2 mmのフレームを製作した。このフレームの表面に厚みを10 μmの黒色アルマイト層を形成させペリクルフレームを完成させた。

アルマイト層の形成は、厚みを10 μmとした以外は、実施例1と同様に行った。

サイトップCTX-S(旭硝子(株)製)をパーフルオロトリブチルアミンに溶解させた5%溶液をシリコンウエハ上に滴下し、スピンコート法により830 rpmでウエハを回転させウエハ上に広げた。その後室温で30分間乾燥後、180 で乾燥し均一な膜とした。これに接着剤を塗布したアルミ枠を貼り付け、膜だけを剥離しペリクル膜とした。

実施例1と同様に、ペリクルフレームの片端面にマスク粘着剤を塗布し、もう一方の片端面に膜接着剤を塗布した。その後、膜接着剤側をアルミ枠に取ったペリクル膜に貼り付け、フレームの外周の膜を切断しペリクルを完成させた。この時フレームの色は黒色であった。また、実施例1と同様にペリクル検出センサーで作製したペリクルの検出を行ったところ、検出に問題はなかった。

完成したペリクルを、ポリプロピレン製の袋に入れ、純水を100 mL注ぎペリクルが完全に浸漬するようにした。袋を熱シールし、その後80 で1時間加熱した。実施例1と同様に、抽出水を実施例1で使用したイオンクロマトグラムで分析したところ、硫酸イオンを0.15 ppm、アンモニウムイオンを0.15 ppm検出した。

【0025】

(比較例2)

アルミニウム製で外寸が149 mm × 122 mm × 5.8 mm、フレーム厚さ2 mmのフレームを製作した。このフレームの表面に厚みを2 μmの黒色アルマイト層を形成させ

10

20

30

40

50

ペリクルフレームを完成させた。

アルマイト層の形成は、厚みを $2\ \mu\text{m}$ とした以外は、実施例 1 と同様に行った。

サイトップ C T X - S (旭硝子 (株) 製) をパーフルオロトリブチルアミンに溶解させた 5 % 溶液をシリコンウエハ上に滴下し、スピンコート法により $830\ \text{rpm}$ でウエハを回転させウエハ上に広げた。その後室温で 30 分間乾燥後、 180°C で乾燥し均一な膜とした。これに接着剤を塗布したアルミ枠を貼り付け、膜だけを剥離しペリクル膜とした。

実施例 1 と同様に、ペリクルフレームの片端面にマスク粘着剤を塗布し、もう一方の片端面に膜接着剤を塗布した。その後、膜接着剤側をアルミ枠に取ったペリクル膜に貼り付け、フレームの外周の膜を切断しペリクルを完成させた。この時フレームの色は茶色であった。また、実施例 1 と同様にペリクル検出センサーで作製したペリクルの検出を行ったところ、ペリクルを検出できなかった。

完成したペリクルを、ポリプロピレン製の袋に入れ、純水を $100\ \text{mL}$ 注ぎペリクルが完全に浸漬するようにした。袋を熱シールし、その後 80°C で 1 時間加熱した。実施例 1 と同様に、抽出水を実施例 1 で使用したイオンクロマトグラムで分析したところ、硫酸イオンを $0.01\ \text{ppm}$ 、アンモニアイオンを $0.01\ \text{ppm}$ 検出した。

【0026】

【表 1】

	アルマイト層 厚み	硫酸イオン	アンモニア イオン	色調	検出 センサー
実施例 1	$8\ \mu\text{m}$	$0.05\ \text{ppm}$	$0.05\ \text{ppm}$	黒色	検出可
実施例 2	$6\ \mu\text{m}$	$0.03\ \text{ppm}$	$0.03\ \text{ppm}$	黒灰色	検出可
実施例 3	$4\ \mu\text{m}$	$0.02\ \text{ppm}$	$0.02\ \text{ppm}$	灰茶色	検出可
比較例 1	$10\ \mu\text{m}$	$0.15\ \text{ppm}$	$0.15\ \text{ppm}$	黒色	検出可
比較例 2	$2\ \mu\text{m}$	$0.01\ \text{ppm}$	$0.01\ \text{ppm}$	茶色	検出不可