

クリーンルーム中の大気分析

電子デバイスなどを製造するクリーンルームにおいては、空気中の無機系微粒子の制御のほか最近ではクリーンルーム構成材、デバイス製造装置及び人体から発生する有機系化合物も制御の対象としなければならないとされている。

当社の特許である二段トラップ方式ヘッドスペースサンプラ装置(p&T)を使えば、容易にクリーンルーム中の大気を捕集することができ、しかもその中に含まれる有機化合物の組成分析が可能であることが判明したので以下報告する。

試料

試料： 電子デバイスを製造するクリーンルーム（同一工場の A 室及び B 室）で大気 15 リットルをエアースンプラ AL-410 を使用して吸着剤に吸引捕集

捕集条件： 石英製吸着管(内容積 10ml に 2.5g の吸着材 Tenax TA を充填したもの)に吸引速度 1L/min で 15 分間大気中の有機物を捕集

分析方法

クリーンルーム内での大気捕集の写真を図1に示す。この状態で大気中の有機物を捕集した後、吸着管を取り外してそれに栓をしてから分析室に持ち帰り、有機物の組成分析を行う。

吸着管を JHS-100A のサンプルヒータ部(250 で加熱)、に取りつけパージガスを流しながら、捕集したガスを気化させて二次トラップ管(-40 に設定)に導きガスを再捕集した後、キューリーポイント加熱法により二次吸着管を急速加熱(255 , 20 秒間)することによって、再捕集したガスをパルス状に気化させ、そのガスを GC/MS に導き組成分析を行う。

更に高感度分析を行うにはスプリットレス導入法があるが、感度的には 15 リットルの大気をサンプリングしておけば 1/5 のスプリットを行っても満足なクロマトグラムが得られる。

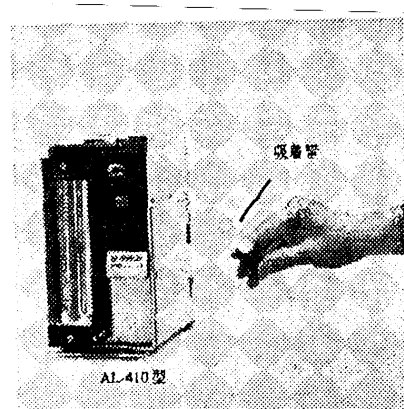


図1 大気捕集用エアースンプラと吸着管

分析条件

P&T: キューリーポイントヘッドスペースサンプラ JHS-100A
一次脱着温度： 250 ,10 分間 二次吸着管温度： - 40
二次脱着管温度： 255 , 20 秒間

GC/MS 島津 QP-5000 , EI,70e カラム : DB-1 , 0.25mmx30m , 0.25 μ
スプリット比 : 1/5 カラム温度 : 40(3) - 300 , 10 /min

クリーンルームA の大気分析

クリーンルームAで捕集した大気のカロマトグラムを図2に示す。

保持時間4分から12分に出ている多数のピークは、通常大気中に存在する芳香族及びパラフィン化合物である。また、メトキシアセトン、ジクロロフルオロメタン (Freon21) 及び酢酸などはクリーンルーム内で使用中の溶媒蒸気を検出したものである。

保持時間15.6分のジメチルシリコンオリゴマー (n=5) はクリーンルーム施工時に使用したコーキング材より揮発したものと推定される。分子量444の有機シリコン化合物は、その化学構造を決定することができなかった。

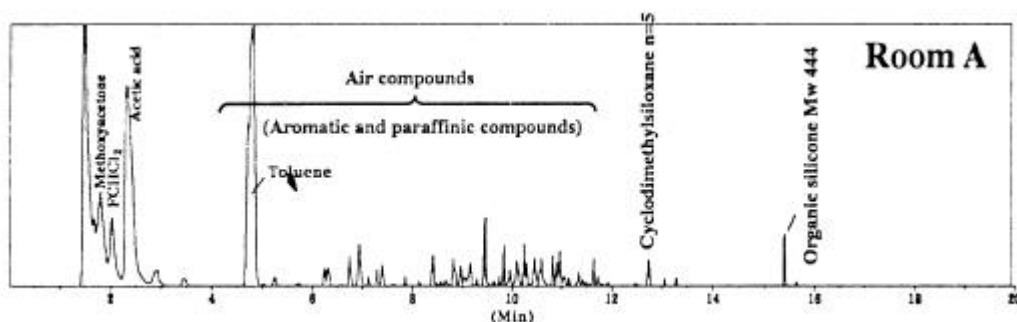


図2 クリーンルームAでの大気のカロマトグラム

クリーンルームBの大気分析

同様に、クリーンルームBで捕集した大気のカロマトグラムを図3に示す。クリーンルームAの大気成分と異なる点は、メトキシアセトンは検出されずパーフルオロオクタン酸及びトリメチルシラノールが検出され、これらは製造工程で使用されていたものと推定される。

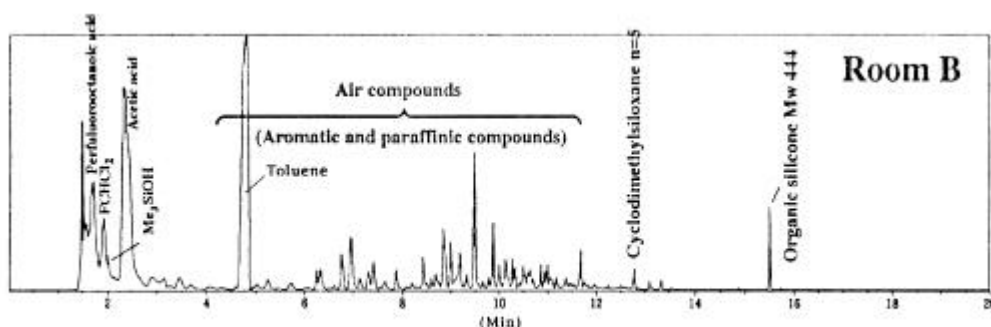


図3 クリーンルームBでの大気のカロマトグラム

参考までにクリーンルームでの大気分析について付言すると、図2及び図3で検出されている酢酸と上列では検出されていないがエタノールが検出されることが多い。これらの化合物はクリーンルーム内で揮発する人数に比例するといわれている。

結論

二段トラップ方式ヘッドスペースサンプリング装置を使えば、容易にクリーンルーム中の大気を捕集することができ、しかもその中に含まれる有機化合物の組成分析が可能であることが判明した。

この装置を使用することによって、クリーンルーム構成材、デバイス製造装置及び人体から発生する有機系化合物などを制御する諸情報が得られるものと期待される。