

# TECHNICAL NEWS

## 分析技術報

### 一次トラップ管焼きだし装置とトラップ管の有効保存期間

半導体工業等におけるクリーンルームでは、空気中の雰囲気汚染物質によって、製品性能や製造収率が左右されることから、今や、雰囲気汚染物質の分析が必要不可欠となっている。

当社の特許申請中の雰囲気汚染物質の分析方法は、一次トラップ管をエアーサンプラーに装着して大気を吸引捕集した後、その一次トラップ管を P&T 装置に移して雰囲気汚染物質の定性定量分析を行う方法である。分析終了後、次に大気捕集を行う前に、十分に一次トラップ管を焼きだしを行いクリーンなものにしておく必要がある。本報では、当社製品一次トラップ管焼きだし装置（BO-6 型）を使って適正な焼きだし温度と、焼きだし後一次トラップ管の保存が何日間有効であるかについて検討を行い、いくつかの興味ある結果が得られたので報告する。

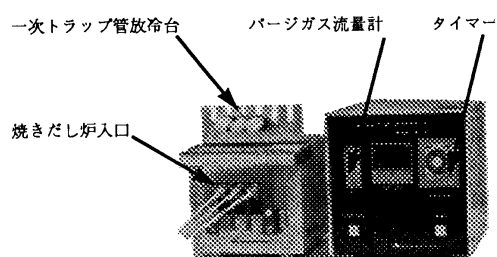


図 1 BO-6 型外見図

同時に 6 本の一次トラップ管にパージガスを流しながら、最高温度 350 で最長 12 時間焼きだすことができます。この装置を導入することによって、低ノイズ化が期待され、より正確な分析が可能となります。

#### 一次トラップ管

一次トラップ管は、内径 12 長さ 100mm の JHS - 100A 型の試料管に TenaxTA (40 - 60mesh) 2.5g を充填したものを使用

#### 分析条件

書焼きだし条件： ヘリウムを一次トラップ管 1 本当たり 50ml / min になるようにセットして、250 で 3 時間の焼きだしを行った。

焼きだし後の条件： 焼きだし終了後、一次トラップ管を焼きだし口より取り出し、それを放冷台に移してパージガスを流しながら室温になるまで放冷し両端にシールをしてから、冷蔵庫に保管した。

JHS-100A： 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 (TenaxTA) 捕集温度：-40

二次吸着管脱着温度：255 ，25 秒間

GC / MS： HP - 5972 , EI , 10 - 550m / z カラム：DB - 1 , 0.25 mm x15m,0.25 μ

スプリット比：1 / 50 カラム温度：50 - 250 ，20 / min

## 焼きだし温度

当社が市販している全種類の Tenax は、特殊処理によって Tenax 中に含まれる低分子化合物を除去したものであることから、比較的容易に焼きだしを行うことができる。

焼きだし温度は、基本的には前回分析に供した試料中で最も高分子な分子の沸点もしくはその沸点から 50 低い温度で行うことが望ましい。

また、Tenax GR は最高仕様温度は 350 と記されているが、現実的には 300 を越える温度下では極微量ではあるが Tenax の分解物が検出される。

一次トラップ管には 2.5 g という多量の Tenax が充填されていることから、250 , 3 時間の焼きだしで、Tenax を分解させることなく、繰返し使用ができることが判明した。

また、一次トラップ管の両末端の塞栓(チューブキャップ、PTFRE とバイトン O - リングでできている。)は、十分に焼きだしを行ったものを出荷しているが、購入後 1 年を経過したスリーブについては、200 で 3 時間の再焼きだしを行うことが望ましい。

## 一次トラップ管焼きだし後の有効保存期間

一次トラップ管を合計 12 本準備し 250 で 3 時間の焼きだし、その管の両末端をシールキャップで塞ぎ、室内で遮光状態で保存したものを、一週間、二週間及び一カ月経過した時点で、各々 4 本の一次トラップ管を取り出し、トラップ管内のガスのクロマトグラムを得た。図 2 に代表的なクロマトグラムを示す。

それぞれ 4 回の繰返し分析で得られたクロマトグラムは、ほぼ同一のものであった。

焼きだし後、二週間経過したものからは、微量ペンズアルデヒドが検出されたものの、そのほかの有機物は全く検出されなかった。

焼きだし後、一カ月経過したものからは、ペンズアルデヒドの量が増加し、アセトフェノン、安息香酸等の Tenax 分解物と推定される芳香族化合物が検出されているが、それらの総重量は約 3.5 ng と比較的微量であることが判明した。

これらの結果から、室内保存の場合は、最長二週間が妥当な保存期間であるといえる。

保存期間をより延長するには、冷蔵庫内に一次トラップ管を保存することを推奨する。

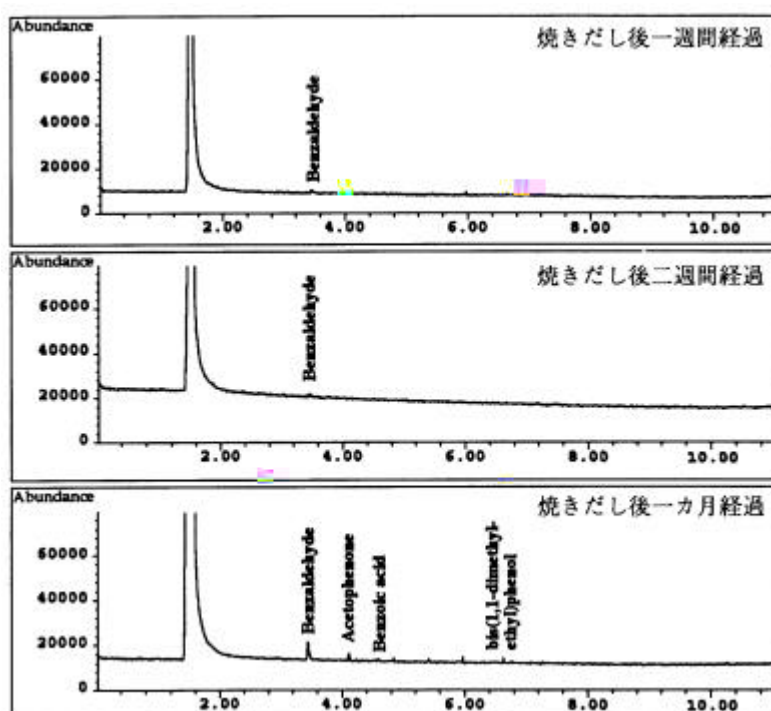


図2 一次トラップ管焼きだし後のクロマトグラム

1997年6月4日印刷