

地球を守り 未来を創る 分析技術

2004分析展

会期：2004年9月1日(水)～9月3日(金)

会場：幕張プリンスホテル・プリンスホール

定員：各室100名(1～11室)

満室の場合は入室をお断りすることがあります。

新技術説明会

日時：2004年9月1日(水曜日)14:50～15:40

会場：幕張プリンスホテル10室

テーマ：高分子、クリーンルーム構造材、及びFPDより発生する
アウトガス分析

———高分子分析の未来と取り組む!———

JAI 日本分析工業株式会社

URL: <http://www.jai.co.jp/>

〒190-1213 東京都西多摩郡瑞穂町武蔵 208 TEL: 042-557-2331(代表) FAX: 042-557-1892

〒532-0002 大阪府大阪市淀川区東三国 5-13-8-303 TEL: 06-6393-8511 FAX: 06-6393-8525

I. キュリーポイント自動 P&T サンプラ JTD-505

1. JTD-505 の特長

一次トラップ管(PAT)を最大 15 本までの自動分析ができ、終夜運転による効率的な運用ができます。

キュリーポイント加熱方式を二次トラップ管(SAT)の加熱に採用しているため、パルス加熱による脱着ガスが瞬時にカラムに送られ、シャープなピークで検出できます。

内径 12 mm の大容量 PAT は、電子部品やペレットなどの材料を直接挿入でき、また、吸着剤を 5 ml 充填できるので、大量の大気捕集が可能です。

2 段スプリット方式を採用しているため、カラムへ送り込むガス量を最大 1/10,000 まで調整できます。

PAT は、JHS-100A の試料管と同じものなので、P&T 装置の更新の場合 PAT はそのまま流用できます。

6 個の分析ファイルと 6 個のオートファイルが登録できます。

JTD-505 は、GC の注入口を使わないので、天板上の任意の位置及び方向に装着可能で、どのメーカーの GC 及び GC/MS にも取り付けられます。

専用 PAT ケースを使えば、捕集後の PAT を汚染及び破損の危険なく搬送及び保存が可能です。

2. JTD-505 の構造

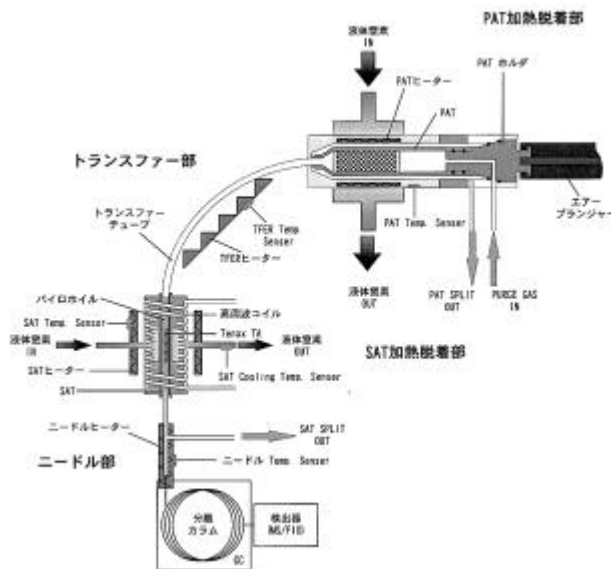


Fig. 1. JTD-505 の構造

PAT 加熱脱着部

PAT を加熱し吸着物をガス化させる部分です。

PAT の交換時に液体窒素で冷却することができます。

この冷却機能は、室温に近い温度で P&T を行いたい場合にも有効です。

スプリット機能があるので、吸着物が大量にある場合、最大 1/100 までドレインできます。

また、PAT の外壁についての汚染物質が除去され試料ガスのみが SAT に導入される構造になっています。

トランスファー部

PAT 加熱脱着部と SAT 加熱脱着部をつないでいる部分で、不活性処理パイプを使用しております。

SAT 加熱脱着部

キュリーポイント加熱は、抵抗加熱に比べて、昇温スピードが速く、パイロヒールの材質によって決まる自然定数なので、繰り返し再現性抜群です。

SAT には、テナックス TA(標準)が充填されており、液体窒素による冷却は、-150 まで冷却可能で、分析目的のほとんどを吸着させる能力があります。

SAT 加熱脱着部全体は、SAT ヒーターにより常時保温されています。

ニードル部

キャピラリーカラムと SAT を直接接続し、理想的な加熱保温ができます。

3. JTD-505 の分析の流れ

JTD-505 のコントローラとバルブユニットの電源を投入すると、コントローラの液晶画面が、Fig.3のような初期画面になります。

まず、**HOME POS.** にタッチします。

ラックの位置が HOME に動き、PAT が挿入され待機します。 **MANUAL MODE** から Fig.4 の MANUAL モニター 画面で

各所の温度やスプリットの流量が確認・変更ができます。ALARM、ラックの移動速度、エア・プランジャーの供給圧力などの初期設定は、装置の立ち上げ時に設定してありますので、特殊な条件で分析を行う場合以外は、変更の必要はありません。

次に、分析条件の設定を行います。

FILE SET. の中に、1 分析用の FILE SETTING 画面 (Fig.5) と 15 分析の順番を設定する AUTO FILE 画面 (Fig.6) があります。

それぞれ 6 個の FILE が登録できます。

各パラメータの入力をし、登録を行ってください。

試料を PAT ラックにセットしたら、Fig.3 の初期画面

AUTO MODE を選びます。

Fig.7 の自動運転モード画面で AUTO FILE の選択及びの本数を入力して **START** にタッチすれば自動 P&T 分析の開始です。

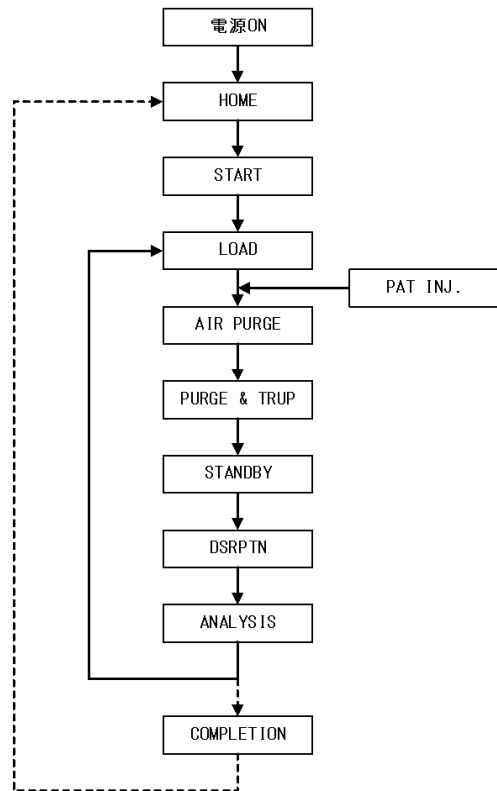


Fig.2: 分析の流れ

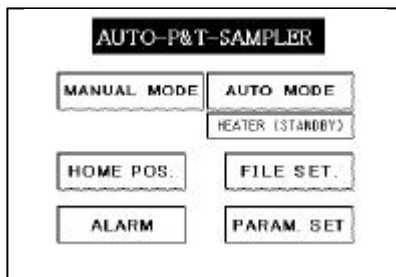


Fig.3: 初期画面

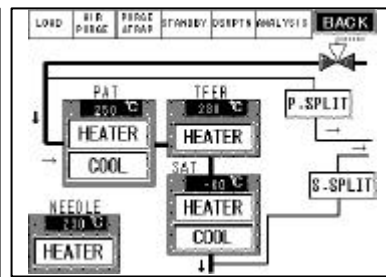


Fig.4: MANUAL モニター画面

FILE	LOAD	AIR PURGE	PURGE & TRAP	STANDBY	DSRPTN	ANALYSIS
TIME	1	10	1	3	36	
P.S. ml/min	4	4	4	4	4	4
S.S. ml/min	45	45	45	45	45	45
PAT °C	80	250	250	100	100	100
SAT °C	-80	-80	-80	-80	315	100
TFER °C	250		NEEDLE °C		230	

Fig.5: FILE SETTING 画面

TUBE No.	FILE	FILE	FILE	FILE	FILE
1	A	6	C	11	E
2	A	7	C	12	E
3	B	8	C	13	F
4	B	9	D	14	F
5	B	10	D	15	F

Fig.6: AUTO FILE 画面

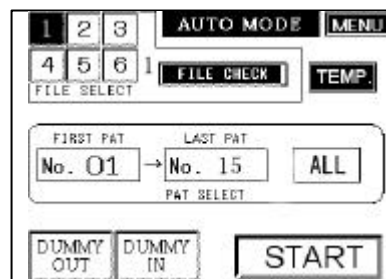


Fig.7: 自動運転モード画面



Fig.8: 終了画面

LOAD ポジション

AUTO FILE を選択 すると、
Fig.9 の自動運転モニタ画面があらわれます。

1 番目の分析 FILE が読み込まれ、各所の
加熱温度、スプリットの流量及び各所の冷却
温度を設定された値に実行します。

設定値になると、HOME ポジションの PAT を
引き抜き、選択されたラック番号までラック
が移動します。

指定のラック番号に PAT がセットされてい
れば、キャップをはずしエアブランジャーで
PAT オープンに PAT を挿入します。

このとき、PAT がセットされていないれば、
パスして次のラック番号に移動し同様の動作
を行います。

AIR PURGE ポジション

PAT の入れ替えが行われると、空気の混入がどうしても避けられないため、空気の除去を行います。

PURGE & TRUP ポジション

SAT を冷却しながら、PAT を加熱します。

PAT オープンは、PAT の交換時には、50 になっているので、250 まで加熱します。

このとき、250 で安定するのが数分かかるため PURGE & TRUP の時間を 15 分以上に設定しておきます。

STANDBY ポジション

PURGE & TRUP が終了後、SAT の加熱脱着条件及び GC/MS 分析時の温度やキャリアガス流量の安定を待ちます。

DSRPTN ポジション

キューリーポイント加熱を行い、

SAT を急速加熱し、アウトガスを
コラムに導入します。

ANALYSIS ポジション

GC の分析中の待機時間となります。

1 分析が終了しますと、次の分析 FILE
を読み込み、ふたたび LOAD から繰り返
すことになります。

すべての分析が順調に終了すると、
Fig.8 の終了画面が出て、ラックの位置
が HOME に戻り待機します。

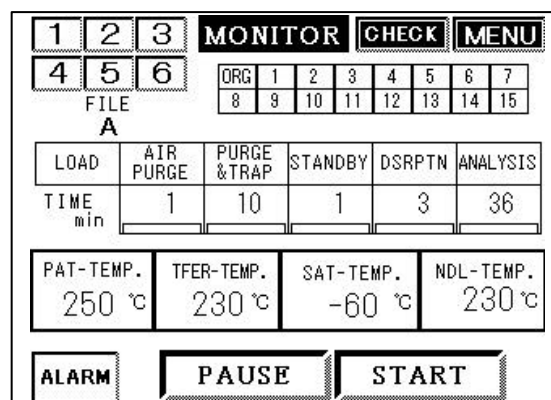


Fig.9: 自動運転モニタ画面

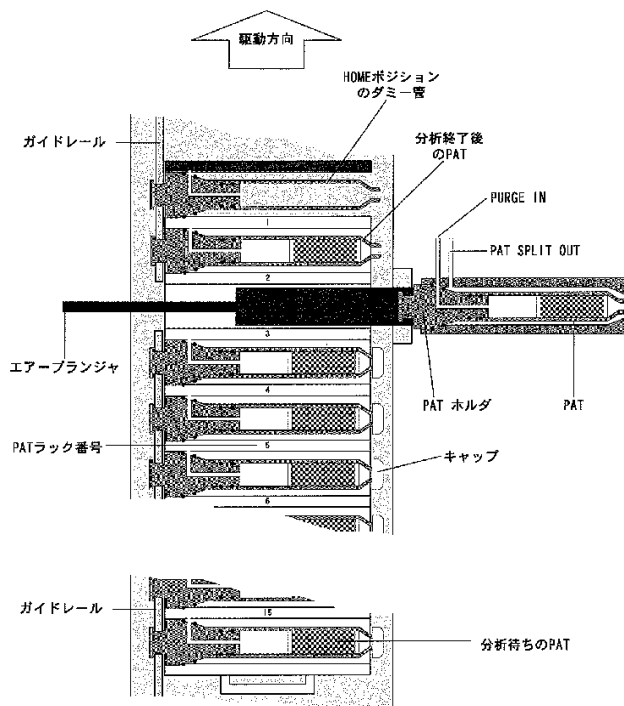


Fig.10: PAT ラック

4. PAT 及び PAT ケース

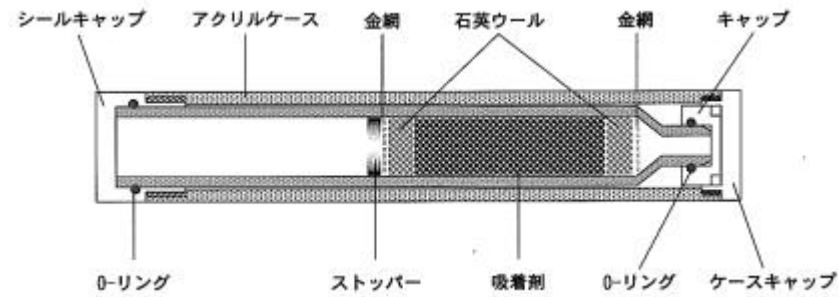


Fig.11: 新 PAT と新 PAT ケース

一次トラップ管 (PAT)

材 質: 石英 寸 法: 外径 16 mm、内径 12 mm、全長 120 mm

充填吸着剤の種類	充填容量	充填重量	メッシュサイズ
テナックス GR	5 ml	約 2.5g	35/60
テナックス TA	5 ml	約 1.3g	35/60

吸着剤は、アセトン・メタノールによる溶媒洗浄後(ソックスレー抽出法)、加熱温度 250℃、窒素パージガス 100 ml/min、3 時間焼きだし処理をしておりますが、ロッド生産のため、出荷時点では、製作後長時間経過している場合がありますので、ご購入の際は、ご使用前に必ず焼き出しを行ってください。

一次トラップ管ケース (新 PAT ケース)

PAT 焼きだし後の保存容器として、搬送用のケースとしてご利用できます。

キャップは、JTD-505 の PAT キャップとしても使用できますので、PAT ケースから取り出して、PAT ホルダを装着すれば、即 PAT ラックにセットできます。

材 質: テフロン、デルリン、バイトン、アクリル

寸 法: 外径 24 mm、全長 130 mm

5. フォトマスクからの加熱発生ガス分析

フォトマスクからの加熱発生ガスの定性と発生量を測定しました。

試料のガラス基板を 10 mm × 10 mm に切断し、試験片としました。

次に、試験片を一次トラップ管(PAT)の空管に挿入し、JTD-505 にセットし、P&T-GC/MS 分析を行いました。(Fig.12)

ピーク成分名	検出量	換算成分
Benzyl Alcohol	132 ng	C12
Caprolactone	138 ng	C12
* 印のピークの合計	244 ng	DOP
4,4'- bis (diethylamino)- Benzophenone	67 ng	DOP

表 1: 発生ガス量

定量のため標準試料を PAT に 1 μL 滴下し同一条件で分析を行いました。(Fig.13)

表 1 は、発生ガス量を、溶出位置が早い成分は C12 で換算し、溶出位置の遅い成分は DOP で換算した結果です。

* 印のピークは 128 のスペクトルが強く検出されたことから同種のポリマーではないかと考えました。

このように、JTD-505 では、PAT に直接試料を挿入して P&T-GC/MS 分析が再現性よく、簡便に行えます。

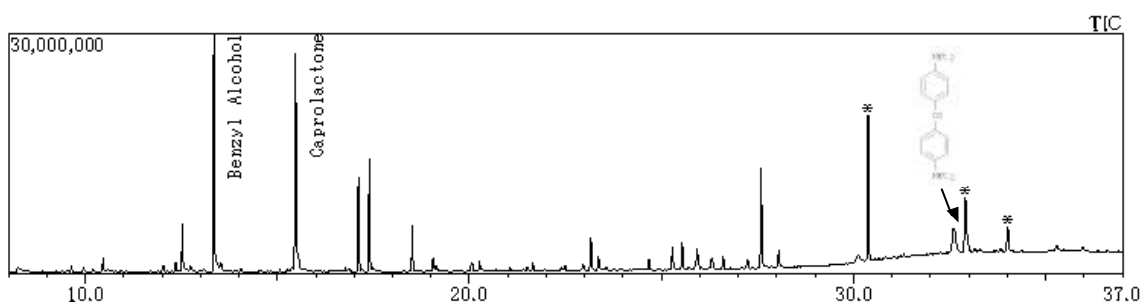


Fig.12: フォトマスクの加熱発生ガス分析

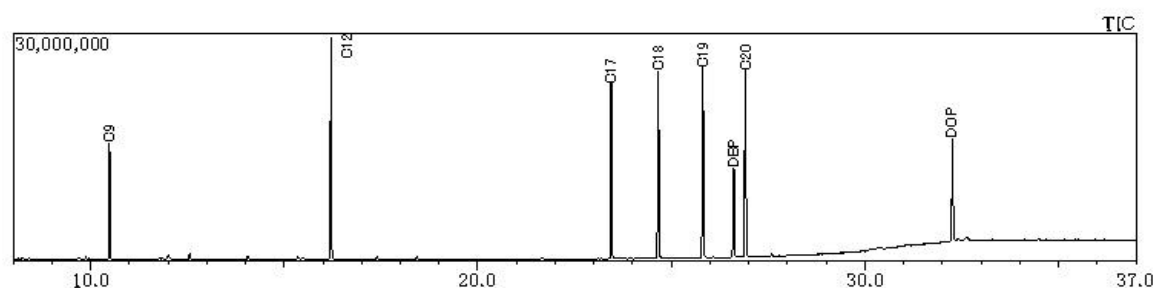


Fig.13: 標準試料の分析

CONDITION

JTD-505 : TFER HEATER: 250 , NEEDLE HEATER TEMP.: 280 , SAT HEATER TEMP.: 200
 COLUMN FLOW: 1.8 ml/min (at 35), HAED PRESSURE: 103 KPa, SAT: TENAX TA (F280, L10 mm)
 SPLIT RATE: ((30+1.8)/(5+30+1.8))*(1.8/(30+1.8)) =(31.8/36.8)*(1.8/31.8) =0.049 1/20

File	LOAD	AIR PURGE	PURGE & TRUP	STANDBY	DISORPTN	ANALYSIS
TIME (min)	-	1	15	1	3	34
PAT SPLIT (ml/min)	5	5	5	5	5	5
SAT SPLIT (ml/min)	30	30	30	30	30	30
PAT TEMP. ()	50	50	250	250	250	51
SAT TEMP. ()	-60	-60	-60	-60	1	1

GC-17A : INTERFACE TEMP.: 320 , ANALYSIS TIME: 37 min, OVEN TEMP.: 40 (3 min)~(10 /min)~320 (6 min)
 QP5050A : MASS RANGE: 33 ~ 500, EM. GAIN: 1.20 kv, SCAN TIME: 0 ~ 37 min
 COLUMN : DB-5MS: 0.25 mm × 30 m, 膜厚 0.25 μm
 標準試料: n-Paraffin (C9, C12, C17, C18, C19, C20), DBP, DOP 各 100 ng/1 μl (Hexane 溶液)

6. 室内大気分析用標準試薬(52成分)の分析

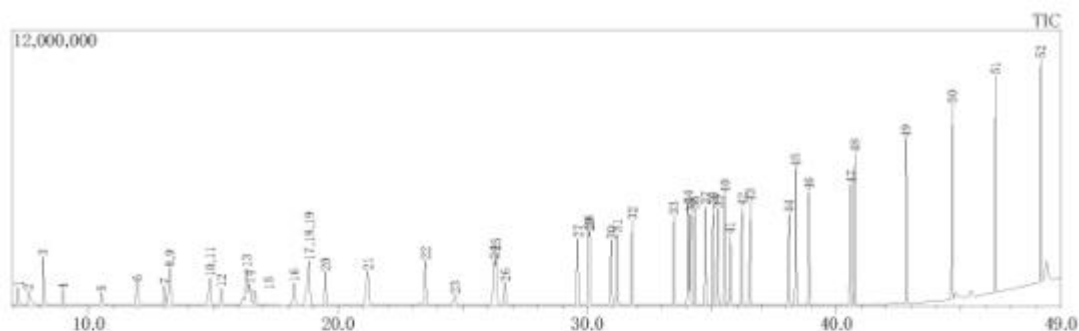


Fig.14: VOC 52 Mix を GCMS のみで測定したクロマトグラム(線速度一定モード)

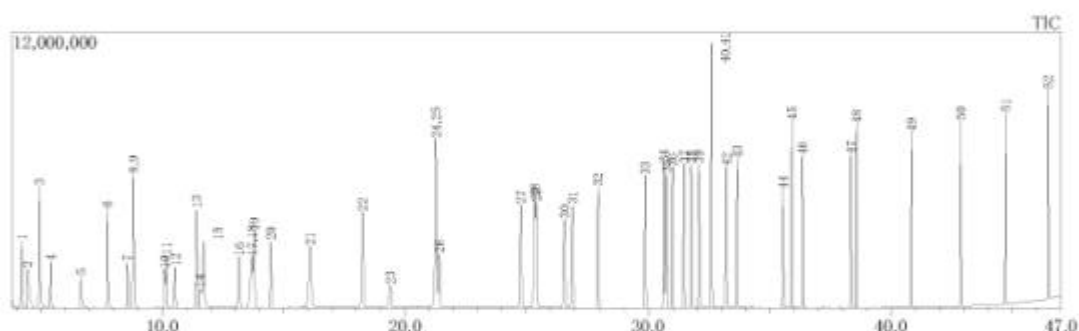


Fig.15: VOC 52 Mix を GCMS のみで測定したクロマトグラム(圧力一定モード)

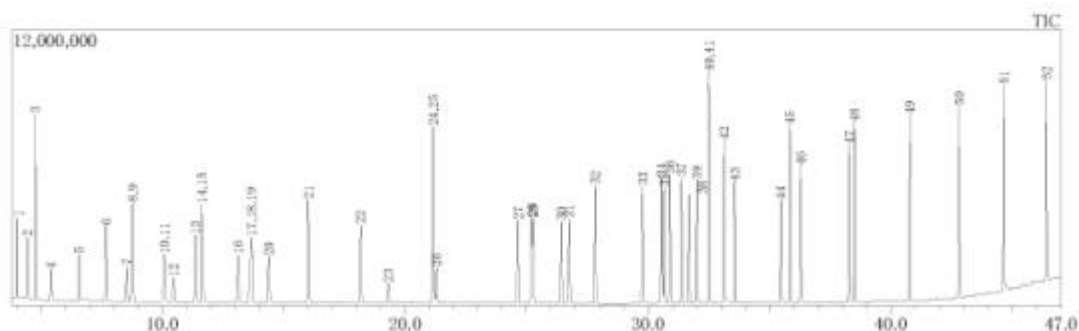


Fig.16: VOC 52 Mix を JTD+GCMS で測定したクロマトグラム(圧力一定モード)

Peak List

1 Ethanol	18 Trichloroethylene	35 4-Ethyltoluene
2 Acetone	19 Isooctane	36 1,3,5-Trimethylbenzene
3 2-Propanol	20 Heptane	37 2-Ethyltoluene
4 Methylene chloride	21 4-Methyl-2-pentanone	38 -Pinene
5 1-Propanol	22 Toluene	39 1,2,4-Trimethylbenzene
6 2-Butanone	23 Dibromochloroethane	40 Decane
7 Hexane	24 n-Butyl acetate	41 1,4-Dichlorobenzene
8 Ethyl acetate	25 Octane	42 1,2,3-Trimethylbenzene
9 Chloroform	26 Tetrachloroethene	43 Limonene
10 1,2-Dichloroethane	27 Ethylbenzene	44 Nonanal
11 2,4-Dimethylpentane	28 m-Xylene	45 Undecanal
12 1,1,1-Trichloroethane	29 p-Xylene	46 1,2,4,5-Tetramethylbenzene
13 Benzene	30 Styrene	47 Decanal
14 1-Butanol	31 o-Xylene	48 Dodecane
15 Carbon tetrachloride	32 Nonane	49 Tridecane
16 1,2-Dichloropropane	33 -Pinene	50 Tetradecane
17 Bromodichloroethane	34 3-Ethyltoluene	51 Pentadecane
		52 Hexadecane

SUPELCO 社で市販の室内大気分析用標準試薬(52 成分)、通称 VOC 52 Mix の分析を行いました。

まず、VOC 52 Mix 1 μl を GC/MS のインジェクターから注入し、線速度一定モードで分析したのが、Fig.14 です。

SUPELCO 社カタログ記載どおりのクロマトグラムを得ることができました。

次に、圧力一定モードで、カラムオープンの温度条件を同じにして測定しました。(Fig.15)

低沸点側がシャープになり各成分の溶出時間が早くなっています。

最後に、JTD-505 を接続して、P&T+GC/MS 分析を行いました。(Fig,16)

JTD-505 で自動 P&T-GC/MS 分析を行う場合、試料は、PAT (Tenax TA: 5 ml 充填品)の細口部からマイクロシリンジで注入しセットしました。

Fig. 15・16 のクロマトグラムから明らかなように、GC/MS のみの分析と JTD+GC/MS 分析ではほとんど遜色ない収率で測定できていることがわかりました。

以下に、詳細な測定条件を記載しておきます。

Fig.14: VOC 52 Mix を GC/MS のみ、線速度一定で測定したときの条件

GC-2010

線速度一定: 25.4 cm/sec, COLUMN FLOW: 1.0 ml/min, HAED PRESSER: 111.5 KPa (at 35)

TOTAL FLOW: 14.0 ml/min, セブタムパーズ: 3.0 ml/min, SPLIT RATE: 1/10, INTER FACE TEMP.: 300

ANALYSIS TIME: 55.42 min, OVEN TEMP.: 35 (5 min)~(3 /min)~100 (0 min)~(8 /min)~250 (10 min)

GC/MS-QP2010

MASS RENG: 35~350, EM.GIN: 0.94 kv, SCAN TIME: 0~55 min, イオン源温度: 200 , インターバル: 0.5 sec

Column

Equity-1: 0.25 mm × 60 m, 膜厚 1.0 μm, SERIAL NO.: 30064-01

Fig.15: VOC 52 Mix を GC/MS のみ、圧力一定で測定したときの条件

GC-2010

圧力一定: 267.8 KPa, COLUMN FLOW: 3.0 ml/min (at 35), 線速度: 44.0 cm/sec (at 35)

セブタムパーズ: 3.0 ml/min, SPLIT RATE: 1/10, INTER FACE TEMP.: 300 , ANALYSIS TIME: 55.42 min

OVEN TEMP.: 35 (5 min)~(3 /min)~100 (0 min)~(8 /min)~250 (10 min), TOTAL FLOW: 36.0 ml/min

GC/MS-QP2010

MASS RANGE: 35~350, EM. GAIN: 0.94 kv, SCAN TIME: 0~55 min, イオン源温度: 200 , インターバル: 0.5 sec

Column

Equity-1: 0.25 mm × 60 m, 膜厚 1.0 μm, SERIAL NO.: 30064-01

Fig.16: VOC 52 Mix を JTD+GCMS、圧力一定で測定したときの条件

JTD-505

TFER HEATER: 250 , NEEDLE HEATER: 250 , SAT HEATER: 200 , SAT: TENAX TA (F280, L10 mm)

COLUMN FLOW: 3.0 ml/min (at 35), HAED PRESSURE: 267 KPa, 線速度: 44.0 cm/sec (at 35)

SPLIT RATE: ((27+3)/(0+27+3))*(3/(27+3))=(30/30)*(3/30)=(1/1)*(1/10)=1/10

Method File	LOAD	AIR PURGE	PURGE & TRUP	STANDBY	DISORPTN	ANALYSIS
TIME (min)		1	15	1	1	55
PAT SPLIT (ml/min)	0	0	0	5	5	5
SAT SPLIT (ml/min)	27	27	27	27	27	5
PAT TEMP. ()	50	50	250	51	51	51
SAT TEMP. ()	-40	-40	-40	-40	1	1

GC-2010

INTERFACE TEMP.: 300 , ANALYSIS TIME: 55.42 min

OVEN TEMP.: 35 (5 min)~(3 /min)~100 (0 min)~(8 /min)~250 (10 min)

GCMS-QP2010

MASS RANGE: 35~350, EM. GAIN: 1.02 kv, SCAN TIME: 0~55 min, イオン源温度: 200 , インターバル: 0.5 sec

Column

Equity-1: 0.25 mm × 60 m, 膜厚 1.0 μm, SERIAL NO.: 30064-01

II. フラットパネル用アウトガス捕集装置 FP-9000

1. FP-9000 の特長

フラットパネル表面からの加熱発生ガス捕集ができます。

裏面から真空ポンプで吸引しながら、表面からパージガスを加圧しますので裏面のコンタミは捕集しません。

パージガスは、釣鐘形石英板により試料の上面を流れた後、中心から出口の一次トラップ管へ導かれ、効率よく試料表面のアウトガスのみ捕集されます。

パージガス出口は、保温されていますので、試料からのアウトガスが吸着しません。

パージガス入口を保温していることとプレヒートラインにより、パージガスは暖められてオープンに導入されます。

オープンは、最高 500 で連続加熱ができます。

冷却水循環装置、過昇温防止装置、ドアインターロック機構、緊急停止スイッチが標準装備されています。

オプションとして、漏水センサー、パトライト(アラーム表示灯)、廃棄ダクトなどがあり、終夜運転時の安全対策に配慮されています。

試料をセットするオープン底板には、試料の裏面ガスを効率よく吸引するための溝が彫ってあります。

オープン底板は、交換可能となっておりますので、試料のサイズに応じて吸引溝の合わせたオープン底板を用意しておけば、簡単にサイズ違いの試料の捕集ができます。(オプション)

オープン底板を昇降させる昇降機には、強力でありながら稼働音が静かな駆動モーターを採用しており、ガス漏れしにくいバルancer機能が付属しています。

2. FP-9000 石英オープンの構造

釣鐘形石英オープン温度：室温～500、出入口の保温パイプ温度：室温～300

収納可能な試料サイズ：標準 直径 200 mm × 厚さ 5 mm (オプションで最大 50 mm の厚さまで可能)

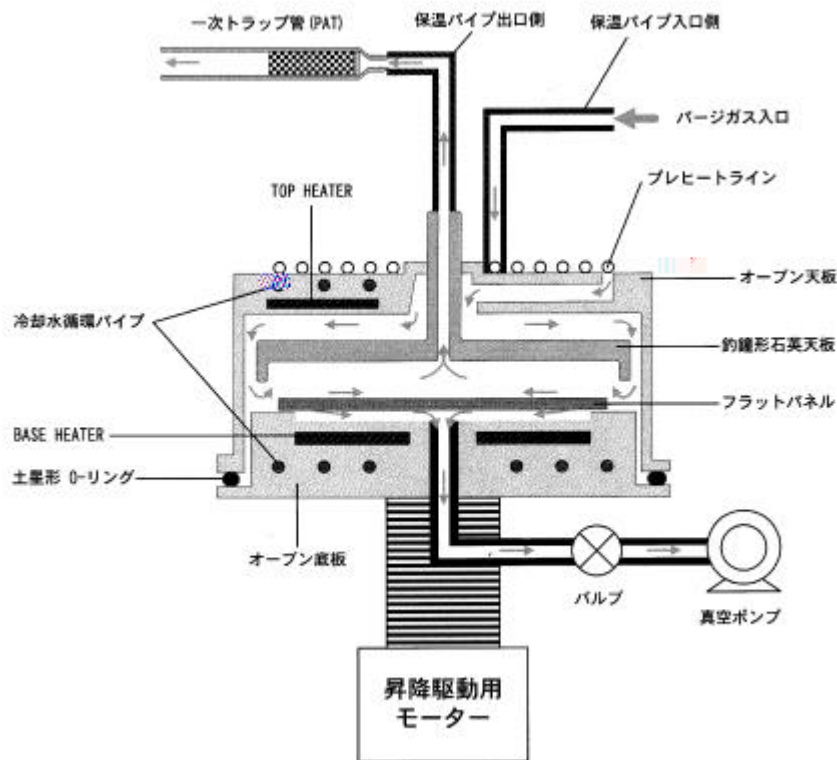


FIG.17: FP-9000 石英オープンの構造

3. TFT LCD 表面からの加熱発生ガス分析

製作工程中の処理方法が異なる

3種類のTFT LCD-A・B・Cの、表面から加熱発生する有機物を測定しました。

まず、試料を100 mm×100 mm サイズに切断し、同一の面積の試験片を作りました。

試料を、表面を上にし、FP-9000にセットし、250 で一次トラップ管(PAT)に加熱捕集しました。

捕集後のPATをJTD-505のPATラックにセットし自動P&T-GC/MS測定を行いました。

分析結果は、Fig.18・19・20のようになりました。

Fig.18のクロマトグラムに記載したように、ブチロラクトン、2-ブトキシエタノール(ブチルセロソルブ)、NMP、2-(2-ブトキシエトキシ)エタノール、ジアミノジフェニルメタン及びDOPが検出されました。

これらは、主に残留した溶剤や環境中の有機物が吸着したものではありませんかと推察されます。

検出された量が著しく異なるので、標準試料、環状Siloxane D4, 100 ng

/1µl(Hexane 溶液)を同一条件で測定し、NMPの検出量をもとめた結果、表2のようになりました。

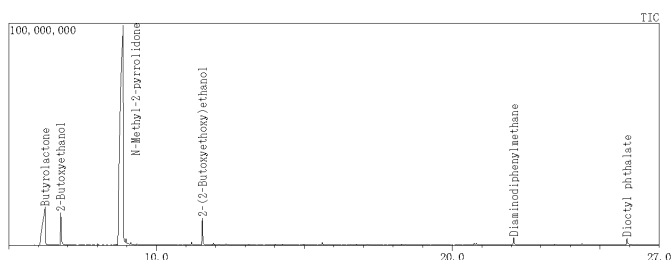


Fig.18: TET LCD-A

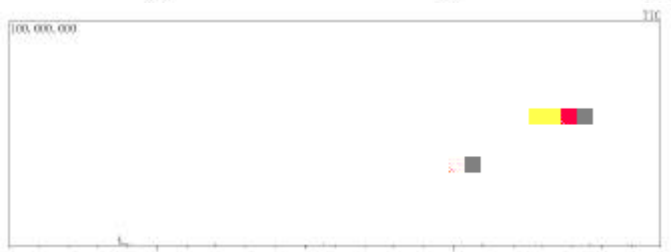


Fig.20: TET LCD-C

試料名	TFT LCD-A	TFT LCD-B	TFT LCD-C
NMPの検出量	230.6µg	31.7µg	3.9µg

表2: NMPの検出量

CONDITION

FP-9000 : Oven temp.: 250 , Purging time: 1 hour, Flow rate: 500 ml/min(N2 gas)
 JTD-505 : TFER HEATER: 250 , NEEDLE HEATER TEMP.: 280 , SAT HEATER TEMP.: 200
 COLUMN FLOW: 2.0 ml/min(at 40), HAED PRESSURE: 141 KPa, SAT: TENAX TA(F280, L10 mm)
 SPLIT RATE: ((48+2)/(50+48+2))*(2/(48+2))=(50/100)*(2/50)=(1/2)*(1/25)=1/50

File	LOAD	AIR PURGE	PURGE & TRUP	STANDBY	DISORPTN	ANALYSIS
TIME (min)	-	1	15	1	3	34
PAT SPLIT (ml/min)	50	50	50	50	50	50
SAT SPLIT (ml/min)	48	48	48	48	48	48
PAT TEMP. ()	50	50	250	250	250	51
SAT TEMP. ()	-60	-60	-60	-60	1	1

GC-17A : INTERFACE TEMP.: 280 , ANALYSIS TIME: 37 min
 OVEN TEMP.: 40 (3 min)~(10 /min)~280 (10 min)
 QP5050A : MASS RANGE: 33~500, EM. GAIN: 1.10 kv, SCAN TIME: 0~37 min
 COLUMN : DB-1MS: 0.25 mm×30 m, 膜厚 0.25µm

III. アウトガス捕集装置 HM-04

1. HM-04 の特長

試料容器 4 個のフタを同時に開閉する、ワンタッチ開閉式（パチン錠）のオープンです。

試料容器の内径 60 mm、深さ 58 mm、内容積 160 ml を標準としているので、HDD などに組み込まれる小物部品をそのまま収納して、アウトガス捕集ができます。

加熱オープンは、試料容器 4 個が同時に収納でき、最高 200 まで任意に設定できます。

パージガスは、試料容器の底部から導入され、試料容器上部の一次トラップ管に導かれる構造のため、発生したアウトガスが効率よく捕集できます。

パージガス流量は、4 系統独立した設定ができます。

加熱時間を最大 99 時間 59 分のタイマーで設定でき、加熱時間終了と同時にパージガスを止めることができます。

試料容器が汚染された場合、簡単に分解洗浄が可能で、シール用のパッキン類をはずせば最高 250 でベーキングができます。

冷却用の配管が内蔵されているので、水道水を流せば冷却にかかる時間を短縮できます。

冷却水循環装置を接続することもできます。

2. HM-04 の構造

試料容器

容器寸法：内径 60 mm、深さ 58 mm、内容積 160 ml、材質：ステンレス製・金メッキ不活性処理

シール：耐熱性 O-リング・テフロンシート、試料ステージ：アルミ製・金メッキ不活性処理

オープン

ワンタッチ開閉式：パチン錠、通常使用温度：室温～200（ベーキング時の最高温度 250）

水冷：水冷用配管内蔵、オーバーヒートプロテクター：内蔵(260)

コントローラ

圧力計・圧力調整器各 1 個、供給圧力 0.3 MPa 以上、使用圧力 0.1 MPa、温調器・タイマー各 1 個

流量計・マスフローコントローラ各 4 個(N2/He 用)、調整範囲 20～200 ml/min

ソレノイドバルブ・ガスクリーンフィルター・テフロン配管(ワンタッチ継ぎ手付き)各 4 個

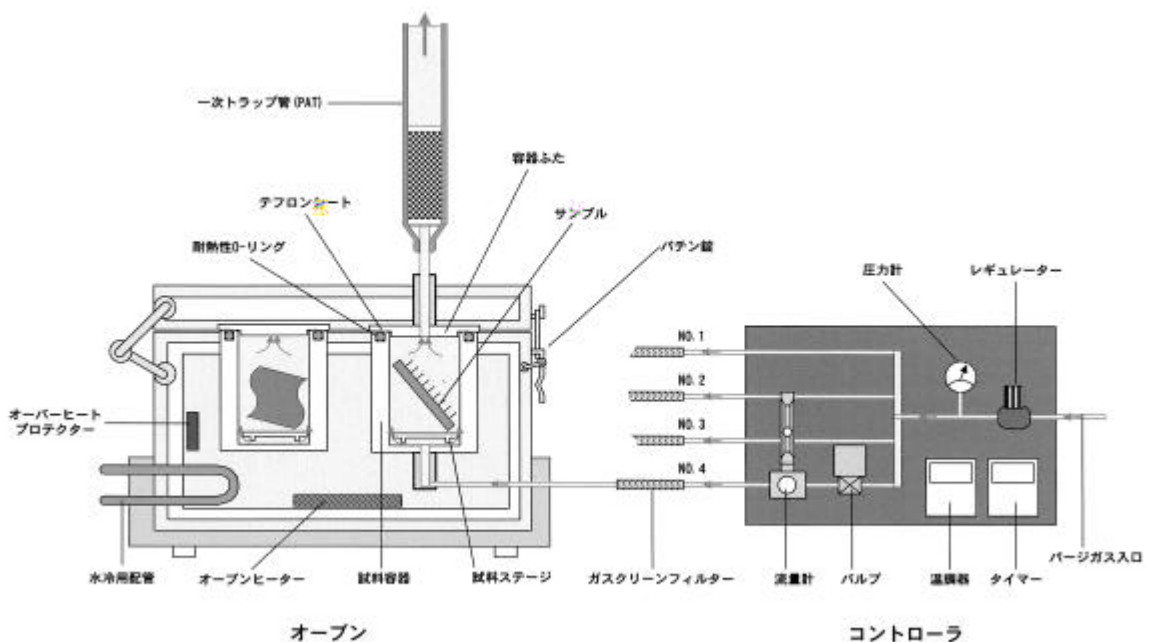


Fig.21: HM-04 の構造

3. ウエハケース包装材からの加熱発生ガス分析

ウエハケース包装材は、ポリエチレン・PET・ナイロンなどのフィルムを張り合わせた製品で、透明で袋状のものです。

Sample-A~Gの7種類のウエハケース包装材について、材質の特定ができるか、また、発生ガス量がどのくらいあるのか調べるために、アウトガス捕集装置 HM-04 と JTD-505 による P&T-GC/MS 分析を行いました。

まず、試料 100 mg を HM-04 の試料容器に入れ、室温(約 25)、1時間 50 ml/min(窒素)でパージを行い、水分や低沸点吸着物の除去を行いました。

次に、HM-04 のオープン温度を 40 、タイマーを 1 時間、パージガスを 50 ml/min(窒素)にセットし、パージガス出口に、一次トラップ管(PAT: TENAX GR 入)を取り付け、アウトガスを捕集しました。

最初に Sample-A・B・C・D の 4 検体を同時に、同一条件で捕集しました。

次に Sample-E・F・G 及び標準試料の 4 検体を同時に、同一条件で捕集しました。

定量用の標準試料(n-Paraffin C14 100 ng/1 μl Hexane 溶液)は、マイクロシリンジで 1 μl を試料容器に滴下し、PAT に捕集しました。

捕集後の PAT を JTD-505 にセットし P&T-GC/MS 分析を行いました。

その結果を Fig.22 に掲載しましたが、検出されたピークは炭化水素類ばかりでした。

但し、ピーク強度の相違がはっきり観察できます。

各 Sample の発生ガス量を C14 で換算した結果を表 3 に記載しました。

今回の試料のように

室温近い低温で、しかも長時間(1 時間以上)の捕集をする場合(試料の処理効率)

試料が細かく切断できない場合(今回の試料は、フィルムのため細かくすると管壁にくっつく)

試料からのアウトガスが微量のため試料量を大幅に増やしたい場合

試料自体の組成にバラツキがある場合は、同一条件で 4 検体測定し平均をする、あるいは、異種試料を同一条件でアウトガス捕集したい場合

などのとき、本装置 HM-04 であれば解決できます。

試料名	発生ガス量 (μg)
Sample-A	3.0
Sample-B	4.2
Sample-C	1.2
Sample-D	1.0
Sample-E	3.0
Sample-F	1.8
Sample-G	2.8

表 3: ウエハケース包装材の発生ガス量

CONDITION

HM-04 : Oven temp.: 40 , Purging time: 1 hour, Flow rate: 500 ml/min(N2 gas)

JTD-505 : TFER HEATER: 250 , NEEDLE HEATER TEMP.: 280 , SAT HEATER TEMP.: 200

COLUMN FLOW: 1.8 ml/min(at 40), HAED PRESSURE: 100 KPa, SAT: TENAX TA(F280, L 10mm)

SPLIT RATE: ((14+1.8)/(5+14+1.8))*(1.8/(5+1.8))=(15.8/20.8)*(1.8/6.8)= 1/5

File	LOAD	AIR PURGE	PURGE & TRUP	STANDBY	DISORPTN	ANALYSIS
TIME (min)	-	0	15	0	3	27
PAT SPLIT (ml/min)	5	5	5	14	14	14
SAT SPLIT (ml/min)	14	14	14	5	5	5
PAT TEMP. ()	50	50	250	51	51	51
SAT TEMP. ()	-60	-60	-60	1	1	1

GC-17A : INTERFACE TEMP.: 280 , ANALYSIS TIME: 30 min

OVEN TEMP.: 40 (3 min)~(10 /min)~280 (10 min)

QP5050A : MASS RANGE: 33~500, EM. GAIN: 1.20 kv, SCAN TIME: 0~30 min

COLUMN : DB-5MS: 0.25 mm×30 m, 膜厚 1.0 μm

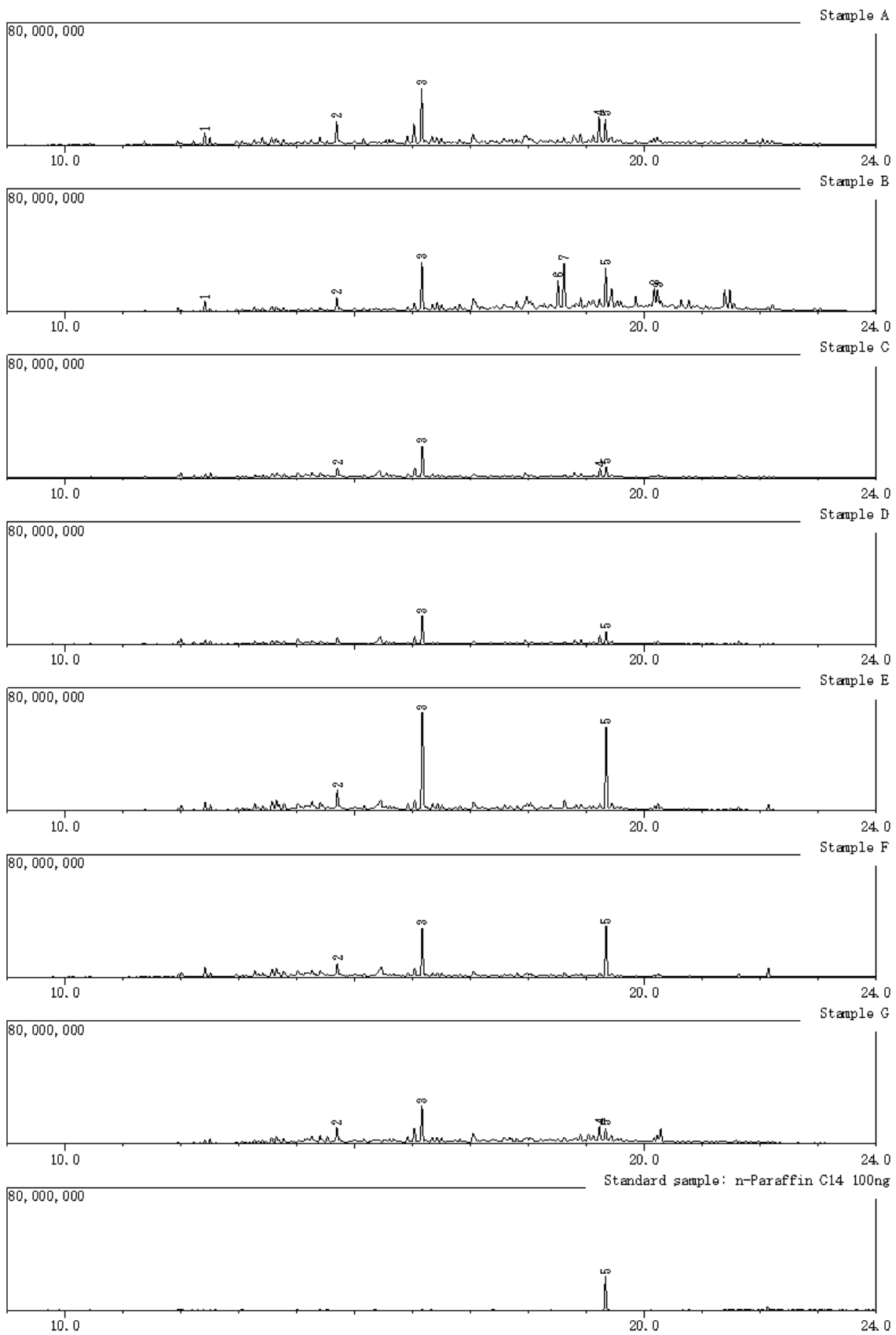


Fig.22: ウエハケース包装材料からの加熱発生ガス分析