

# クリーンルーム中の極微量有機物分析及び 電子デバイスから発生する揮発性成分分析

日本分析工業(株)

大栗直毅

## 1. 緒言

半導体、ハードディスク、液晶ディスプレイ等を製造する産業においては、クリーンルーム(CR)中の微粒子のはかに、近年、大気中に存在する微量有機ガス (VOC)成分の種類とその含有量によって、製造する商品が汚染されその性能を左右するとの報告がなされている。

VOC 成分の中で、有機物濃度はその工程で使用されている有機薬品、作業に従事する人数、クリーンルーム構成材、空気循環システムなど、多くの要因の影響を受けていると考えられる。

一方、VOC 成分を分析する方法としては、CR 中の大気を吸着管に捕集した後、その吸着管をパーミアントラップ装置(p&T)内で気化させ、そのガスを GC/MS に導き VOC 成分を分析する方法が一般的である。

ところが、大気捕集に使用されている市販の吸着管は、内径が 2mm 程度と細いうえに、充填剤を充填しているためサンプリング時の大気の通気度が悪く、せいぜい、50~100ml/min の速度でサンプリングが行なわれているのが現状である。これに対して当社の特許である二段トラップ法の P&T に使用される吸着管は内径 12mm と太いため、サンプリング時の大気の通気度がよく、1,000~3,000ml/min の速度でサンプリングができることから、短時間で多量の大気捕集が可能となり、時々刻々のサンプリングにも対応できるようになった。

また、前述の二段トラップ法の P&T に後述する専用の付属品を付けることによって、電子デバイスに使用される部品から発生する VOC 成分の分析が可能となった。

## 2. CR 中の大気分析

### 2-1 CR 中の大気分析用分析システム

Fig.1 に本稿に使用した大気分析用分析システムの構成図を示す。

大気捕集に使用する一次吸着管の寸法は、12mmφx110mm で 2.5g の TenaxGR を充填したものである。エアサンプラ AL-410 もしくは AL-430 に一次吸着管を接続し、内蔵電池または AC100V を使用して、吸引速度 1,000ml/min で一次吸着管に大気中の VOC を 10 分間捕集する。(参考までに、屋外で水分を含む大気を捕集した場合は、水分を除去する目的で、大気を捕集後 3 分間乾燥したヘリウムを流し乾燥させる必要がある。)

VOC を捕集した一次吸着管を P&T-GC/MS のある実験室に持ち帰り、

JHS-100/100A 型の試料管ヒーター部にセットして、250 で 10 分間の加熱をして、VOC を脱着させそのガスを二次吸着管で再捕集(フォーカシング)した後、キューリポイント加熱によって急速再脱着(255 で 20 秒間の加熱)を行い、八方バルブを経由して GC に導き、VOC の組成分析を行う。

GC/MS の側定条件(クリーンルーム関係のデータ)

GC/MS:島津製作所製 QPS000 型(EI);

カラム:30mx0.25mm,0.25 μ m,DB-1

カラム温度:50 (3minhold)-300 ,10 /min.

スプリット比:スプリットレス ~ 1/10

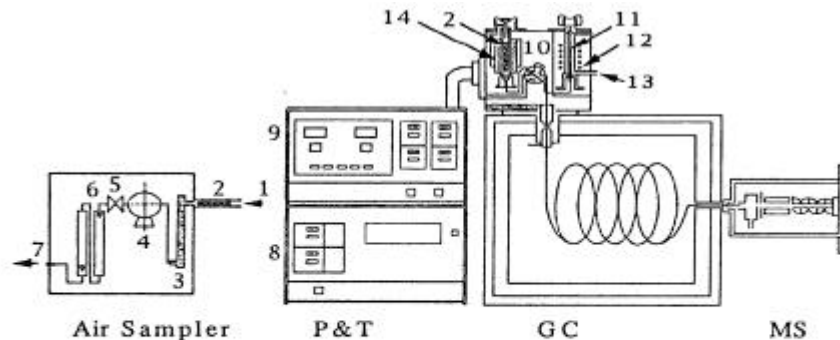


Fig. 1 大気分析用分析システムの構成図

1: Sampling air inlet; 2: primary adsorption tube; 3: desiccant; 4: diaphragm pump; 5: valve; 6: flow meters; 7: sampling gas outlet; 8: rf power supply; 9: controller for P&T; 10: 8-port valve; 11: secondary adsorption tube; 12: rf coil; 13: liquid nitrogen inlet; 14: Sample heater;

## 2-2 大気の捕集量の検討

当社の製造する P&T(JHS-100/100A)には、二次吸着管部に捕集効率のよいクライオフォーカス法及び脱着のための加熱には定評のあるキューリーポイント加熱法が採用されているため高感度の測定が可能であり、スプリットレス導入法で気化させたガスを GC に導入すれば、CR 中の大気を 100ml 採取するだけで VOC 成分の分析が可能である。

ところが、広大な容積をようする CR 中の大気を 100ml 採取するだけでは、局所のサンプリングとなり、CR 中の VOC 成分を反映したサンプリングではないものと考え、サンプリングにはその 10 倍の量、すなわち 1,000 ml もしくはそれ以上の大気を捕集して、1/10 ~ 1/50 のスプリットレス導入による分析が適切なサンプリング法及び分析法であると考えている。

## 2-3 VOC 成分の内部標準法による定量分析

大気中に最も多量に含有されている有機物はトルエンであり、その含有量は時刻及び季節によって変動するが、日中のその濃度は 10～20ppb とされている。

このトルエンを内部標準として使用すれば、クロマトグラム上に出現した VOC ピークの量を容易に算出することができる。正確な定量分析を行うには、トルエンの標準溶液を作成して、その都度、大気中のトルエンの量を次の方法で求めることが肝要である。

大気 10L の重量は 13g であることから、トルエンの 100ppm アセトン溶液を作製して、それ内 1.6  $\mu$ l を 50 程度に加熱した密閉ガラス容器(例えば内容積 500ml のもの)に注入して気化させた後、そのガラス容器にパージガスを 100ml/min で通気して、出てくるガスを一次吸着管(Tenax を充填したもの)に導きトルエン及びアセトンを捕集する。5 分間程度通気を続ければ大多数のアセトンを除去することができる。アセトンを除去した状態の一次吸着管を FID-GC を付属した JHS-100/100A 型に移し、トルエンのピーク面積を求めておけば、正確な定量分析が行えるようになる。

## 2-4 屋外大気の実例

東京郊外、瑞穂町の新青梅街道より 30m 離れた地点で、20L の大気を一次吸着管に捕集した後、得られたクロマトグラムを Fig.2 に示す。

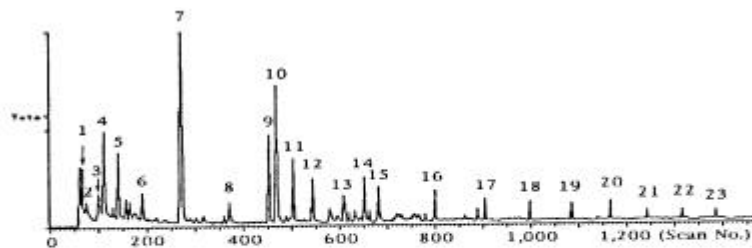


Fig. 2 新青梅街道沿いの大気中のVOC分析

1: Acetaldehyde; 2: Acetone; 3: Isopentane; 4: n-Pentane; 5: Benzene; 6: n-Hexane; 7: Toluene; 8: n-Octane; 9: Ethylbenzene; 10: m- and p-Xylene; 11: o-Xylene; 12: n-Nonane; 13: n-Decane; 14: Unknown; 15: n-Undecane; 16: n-Dodecane; 17: n-Tridecane; 18: n-Tetradecane; 19: n-Pentadecane; 20: n-Hexadecane; 21: n-Heptadecane; 22: n-Octadecane; 23: n-Nonadecane;

最も大きいピークとしては、トルエンが検出されている。また、多数の脂肪族系炭化水素が検出されているのは、街道を往来する大型自動車の排気ガスに起因するもので、これらのピークはCR中の大気分析では、ほとんど検出されないことのないピークである。前述の定量分析法でトルエンの量を求めたところ、20ppbであった。

## 2-5 ハードディスク製造用 CR 中の大気分析

ハードディスク製造工程で、液体潤滑剤を塗布する前の段階の CR 中でそれぞれ大気を 15L 採取して得られたクロマトグラムを Fig.3 に示す。Room A 及び Room B の関係は、棟が異なるが同一製造工程である。

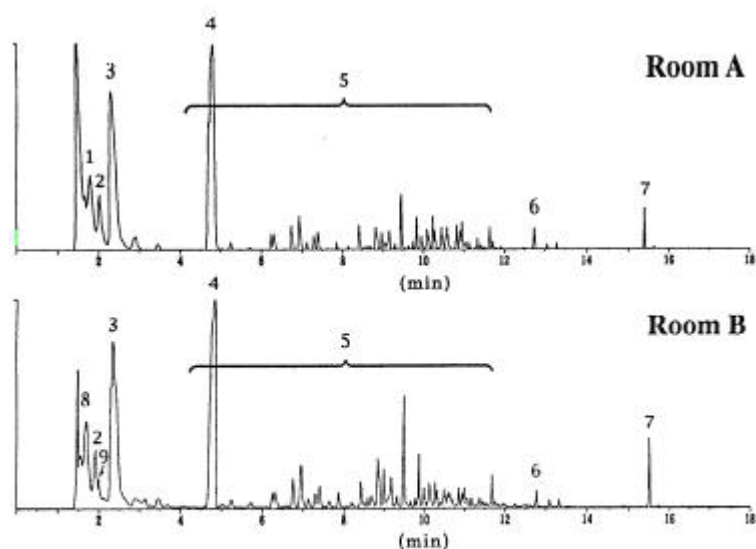


Fig. 3 ハードディスク工場における CR 中の VOC 分析

1: Methoxyacetone; 2: Fluorodichloromethane; 3: Acetic acid; 4: Toluene; 5: Air components (aromatic and paraffinic compounds); 6: Cyclodimethylsiloxane n=5; 7: Organic silicone, Mw 444; 8: Perfluorooctanoic acid; Trimethylsilanol;

トルエンが最大ピーク(約 10ppb)として検出されており、保持時間 4 分以前には、ディスク洗浄に使用される溶媒として、メトオキシアセトン、CFC1<sub>3</sub>、パーフルオロオクタン酸などのピークが観察される。これらのピークの含有量は、トルエンピーク面積との比較から、いずれも数 ppb レベルであることが分かった。

なお、酢酸ピークが大きなピークとして検出されているが、酢酸は人体の汗から発散されるものとされている。

環状シロキサンの 5 量体及びもう一つのシリコン化合物が検出されているが、これらは、CR 構成材であるシーリング材から発生したものと推察される。

## 2-6 液晶ディスプレイ製造用 CR 中の大気分析

液晶ディスプレイを製造する CR 中の 2 個所でそれぞれ 20L の大気のサンプリングを行い、この分析法によって得られたクロマトグラムを Fig.4 に示す。この CR は、

循環空調方式の CR で、数台の大型軸流ファン及びシロッコファンにより空気を循環させる方式のものである。

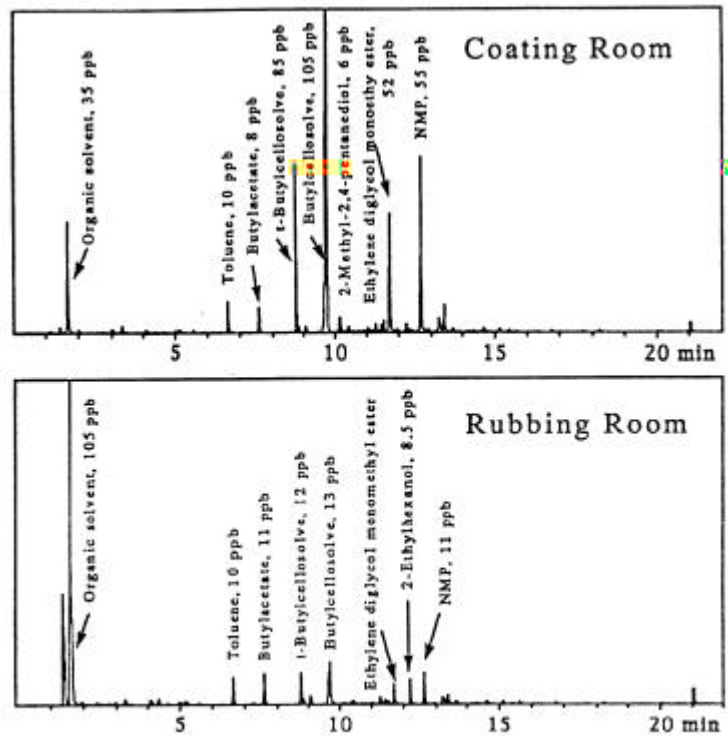


Fig. 4 液晶ディスプレイ製造工程で使用されるクリーンルーム中の大気分析

上図のクロマトグラムは、ポリイミドの希薄溶液をディスプレイ面に塗布するコーティングルームでサンプリングが行い得られたものである。大気中に常に含まれているトルエンのピークよりも大きなピーク多数得られ、溶媒であるブチルセロソルブ及び N-メチルピロリドン(NMP)の含有量は、それぞれ 190ppb とう 55ppb と高濃度で検出されている。

下図は、上述のコーティングルームから数えて 2 番目の部屋に位置するラビングルーム(液晶を配向させる工程)で採取した大気のクロマトグラムを示している。このクロマトグラムとコーティングルームで得られたものとをピークの強弱を度外視して比較すると、ほぼ同一のクロマトグラムであることがよく分かる。

このことは、コーティングルームで発生したブチルセロソルブ、NMP などの有機溶

媒の一部がラビングルームに混入していること、また逆に、保持時間 1.8 分の有機溶媒は、ラビングルームからコーティングルームへ混入していることを示している。

### 2-7 液晶ディスプレイ製造用 CR 中の各工程における大気分析

2-6 で述べた液晶ディスプレイ製造に使用される CR 中の各工程における大気をいずれも同一感度で測定し、それらの VOC クロマトグラムを Fig.5 に示す。

最上図のクロマトグラムは、コーティングルームより得られたものであるが、Fig. 4 の上図と異なる理由は、製造するディスプレイの種類が異なることによる。なお、Total IVOC amt. は、全イオン電流値(インテグレートによる全面積値)を表わす。

ラビングルームより得られたクロマトグラム(上から 2 番目)は、コーティングルームより得られたものと類似しており、それらの全イオン電流値から計算すると、コーティングルームで発生した VOC の約 14%がラビングルームに混入していたことが分かる。

ところが、ラビングルームの次の工程であるシーリングとプリンティングルーム(上から 3 番目)では、コーティングルームで発生したブチルセロソルブ、NMP などは検出されておらず、ラビングルームで発生したアセトン及び IPA(イソプロピルアルコール)が検出されている。

ブレンディングルーム(液晶を調合する工程)のクロマトグラム(上から 4 番目)では、VOC はほとんど検出されず、この面では理想的な環境が保たれていることが分かる。

最下部のクロマトグラムは液晶をディスプレイに注入後、液晶中に含まれる気泡を加熱によって脱気する工程で大気を採取して得られたも

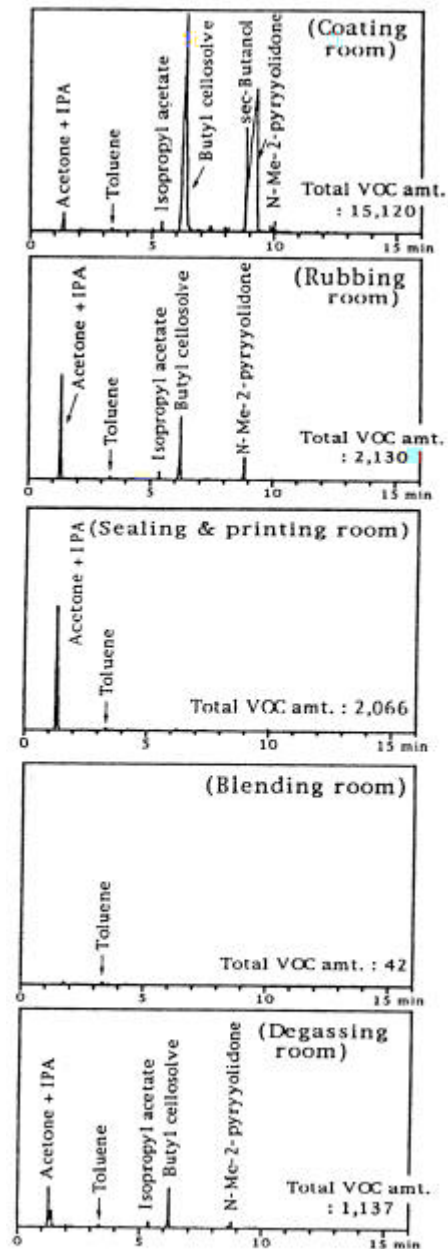


Fig. 5 液晶ディスプレイ製造工程における VOC クロマトグラム

のである。

このクロマトグラムは、ラビングルームで得られたものと相似しているが、CRの循環系からこれらのVOCは混入したもののか、脱気工程で発生したものであるかについては、不明である。

#### 2-8 液晶ディスプレイ製造工場におけるVOCの変化

液晶ディスプレイ製造工場では、多品種のディスプレイを昼夜3交代制で製造を行っている。このことから、製造するディスプレイの種類、空調制御の方法などによって大気中に存在するVOCの種類及び量が異なってくる。

2-7で理想的な環境が保たれていることが分かったプレンディングルームで、午前10時と午後3時に同一地点で大気を採取して得られたクロマトグラムをFig.6に示す。

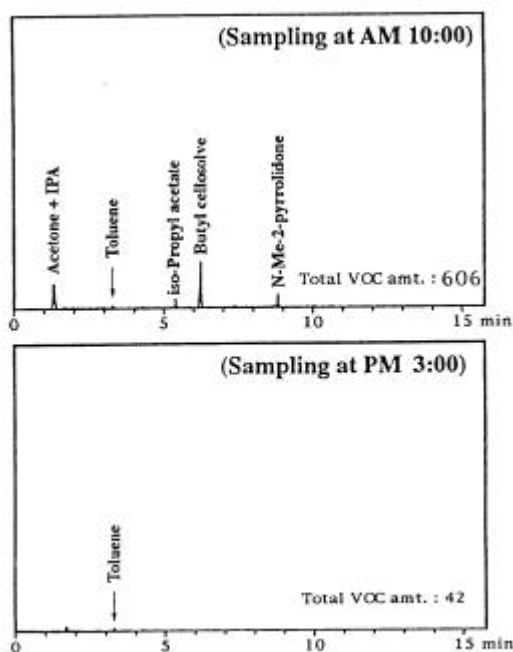


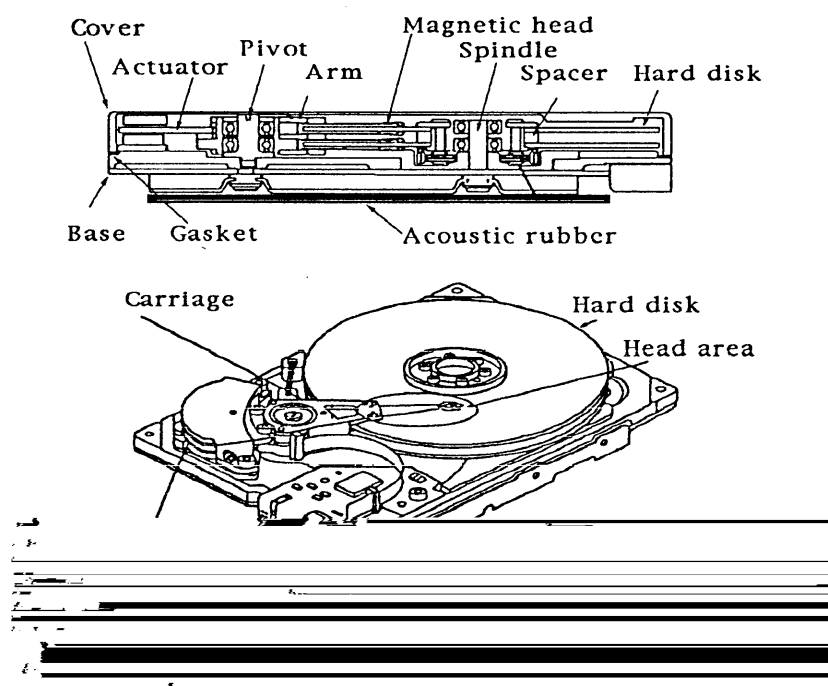
Fig. 6 午前10時と午後3時に大気を採取して得られたクロマトグラム

下図の午後3時に大気を採現して得られたクロマトグラム(Fig.5の上から4番目と同一)に対して、上図の午前10時に大気を採取時のクロマトグラムとでは、VOCの量が、大幅に変動していることがよく分かる。

### 3.ハードディスクドライブ及びそれに関連する部品から発生する VOC 分析

#### 3-1 ハードディスクドライブの構造とそれに関連する VOC 測定装置

3.5"ハードディスクドライブ(HDD)の断面図とその内部の横観図を Fig.7 に示す。



HDD 及びその内部に収納される部品から発生する VOC を測定するには、GC/MS のほかに当社製の次の分析装置が必要である。分析装置の名称、対象試料の概略を Table 1 にまとめた。

1 の P&T 装置は、高分子材料から発生する VOC 分析に定評のある装置で、この装置の試料管に収納できる小物部品、たとえば、ピボットとか切断可能なガスケット材、防音材磁気ヘッド部などの VOC 測定が可能である。

2~6 は、それぞれの試料に対応した専用の固体サンプラー(脱ガス装置)を付属したものであり、3 の 3.5"HD 用 VOC 測定装置を除き、当社の特許である 2 段トラップ法で分析すると精度よくしかも再現性よい分析結果が得られる。

HDD 関連する専用の固体サンプラーのほかに、親水性試料中の VOC 捕集に通した液体サンプラー AQ-200 型及びシリコンウェハを加熱してウェハ上に存在する VOC を捕集する専用装置 SW-8 型などがすでに市販されている。



番号	必要な装置#	名称	対象試料
1	JHS-100/A	P&T 装置	JHS-100A 型の試料管(内径 12 × 110mm) 収納可能な試料、試料の最高設定温度 350
2	O-HDD+JHS-100/A	HD 運転時の VOC 測定装置	稼働中の HDD、試料温度:通常は HD の常温下に設置
3	HD-3.5+JHS-100/A	3.5"HD 用 VOC 測定装置	3.5"または 2.5"の HD1 枚 ~ 10 枚 直径 98 × 20mm に収納可能な試料 試料の最高設定温度 200
4	HD-5.25+JHS-100/A	5.25"Hd 用 VOC 測定装置	5.25", 3.5"または 2.5"の HD1 枚 ~ 10 枚 直径 150 × 20mm に収納可能な試料 試料の最高設定温度 200
5	HDD-200+JHS-100/A	3.5"HDD 及び同用のケース・カバー用 VOC 測定装置	3.5"用 HDD{150 (W) × 30 (H) × 110mm}1 個 直径 200x20mm に収納可能な試料 試料の最高設定温度 200
6	HDD-500+JHS-100/A	5.25"HDD 及び同ケースカバー用 VOC 測定装置	5.25"用 HDD{205(W) × 145(H) × 35 mm}1 個

#そのほかに高周波誘導加熱用の電源が必要です。

### 3-2 VOC を捕集する装置(O-HDD 型)

HD 運転時の VOC 測定装置の構成のうち VOC を捕集する装置(O-HDD 型)を Fig 8 に示す。

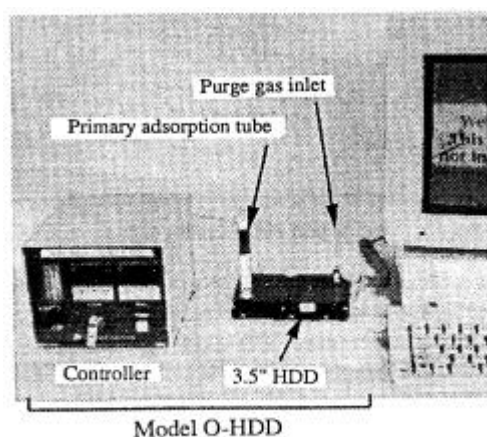


Fig. 8 VOC を捕集する装置 (O-HDD型)

HDD カバーに一次吸着管とパージガス入口を接続するための孔あけ加工をして、それらを接続する。パージガスの流量は、200ml/min に設定し。コンピューターの電源を投入すると、HDD の温度は自動的に約 65 まで上昇するが、実験目的に応じて適宜 HDD をヒーターによって加熱することもできる。

パージガスの流量を 200ml/min に設定した場合、3 分間のサンプリングで発生するガスの定性定量分析が可能であることから、VOC の種類と量の経時変化を求めることができる。

### 3-3 HD 運転時の VOC 測定装置を使用して VOC 発生原因材料の探求

O-HDD を使用して 3.5" HDD (1.2Gb) に電源投入時から 60 分間に発生した VOC を測定したクロマトグラムを、Fig.9 の上部に示す。

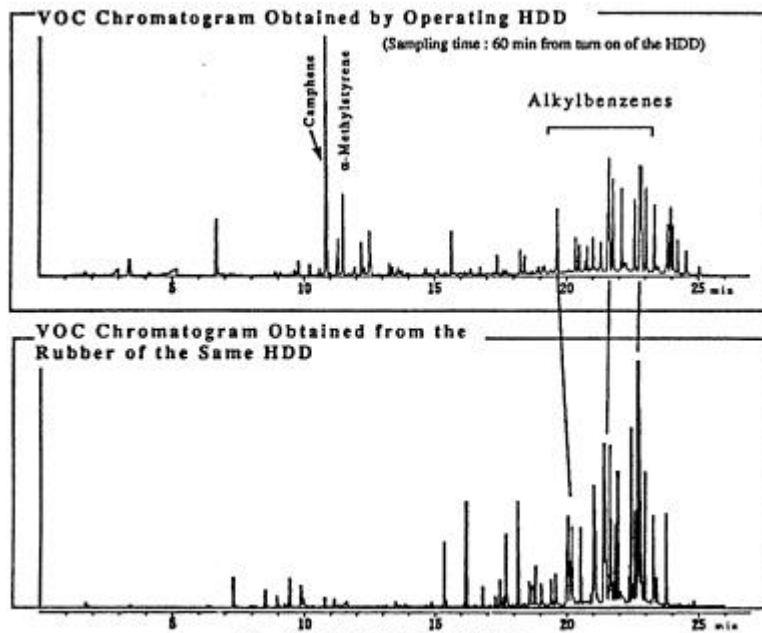


Fig. 9 VOC発生原因材料の探求

Camphen, -Methystyrene 及び多数のアルキルベンゼン系化合物が検出された。これらの化合物の内アルキルベンゼン系化合物がどの材料から発生したのかを追跡する目的で、HDD 内部に組み込まれた部品を JHS-100A 型の試料管に入れ検討を行ったところ、ガスケットとして使用されていたゴムから、アルキルベンゼン系化合物を検出することができた。そのクロマトグラムを Fig.9 の下部に示す。

このクロマトグラムと上部のものは、異なった GC/MS で測定を行ったために保持時間が相違しているが、MS スペクトル上では、全く同一の化合物が発生していることが分かった。

### 3-4 3.5"HD 用及び 5.25"HD 用 VOC 測定装置

3.5"HD 用及び 5.25"HD 用 VOC 測定装置の構成のうち VOC を捕集する装置

HD-3.5"用及び HD-5.25"型を Fig. 9 に示す。

HD-3.5"型の場合は、内容積が小さいためオープンを開閉時に空気中の水分がオープン内にそれほど浸入しないため、HD-3.5"型と JHS-100/A とを保温パイプで接続して VOC を測定することができる。

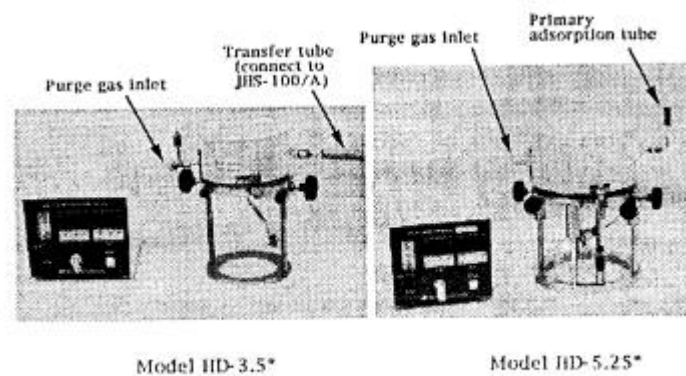


Fig. 9 HD-3.5" 及び HD-5.25" 型

ところが、HD-5.25"-型とか HDD-200 型の場合は、内容積が大きいので湿度の高い実験室でオープンの開閉を行うと、多量の水分が JHS-100/A 内部の吸着管内で結露してパージガスが流れなくなるため、VOC を一次吸着管にトラップ(同時に水分をパージングによって除去)した後、一次吸着管を JHS-100/A に移し測定を行ったほうがよい。

### 3-5 3.5"HD HD 型による分析例

3.5"HD1 枚から発生した VOC の分析例を Fig.10 に示す。

このクロマトグラムは、HDD に組み込む前の新しい HD を 200 で 30 分間加熱して得られたものである。

潤滑剤の主成分としては、パラフィン系化合物が使用されており、潤滑剤の揮発を抑制するピペロナルが添加されている。

2-エチルヘキシルアルコールは、潤滑剤を塗布する段階で使用された溶媒が潤滑層に残存したものと推定される。

酢酸及びメトキシベンズアルデヒドの由来については、不明である。

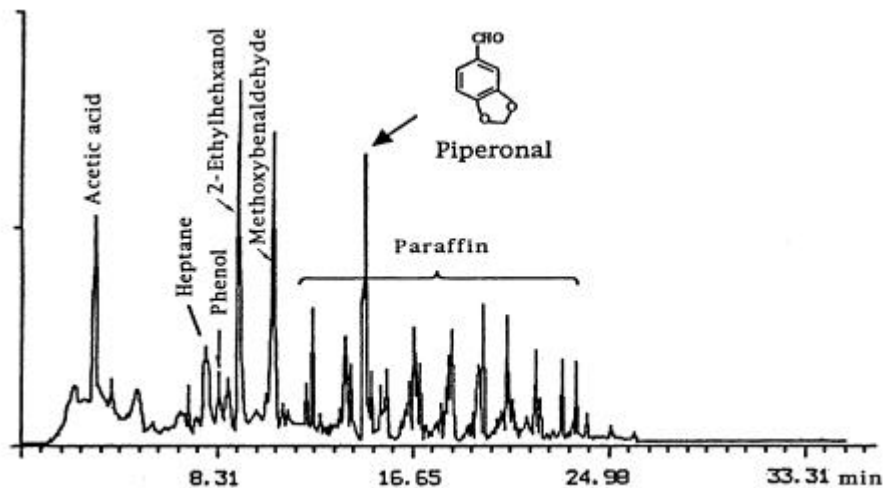


Fig. 10 3.5" HD 1枚から発生した VOC の分析例

### 3-6 3.5" HDD 及び同用のケース・カバー用 VOC 測定装置

HDD 及び同用のケース・カバー用 VOC 測定装置の構成のうち VOC を捕集する装置 HDD-200 型を Fig.11 に示す。

この装置には、HDD の出し入れに便利な引き出し機構が付いている。また、この引き出しを撤去すれば、オープン内容積が広くなり、直径 200 mm x 高さ 40 mm のスペースが確保できるので、大容積の試料から発生する VOC をトラップすることができる。

HDD-200 の内容積は、大きく 3.5" HDD 1個の容積を差し引いても約 600ml の容積がある。オープンを開閉時、自動的に大気 600ml が導入されたことになり、大気中のトルエンをクロマトグラムの内部標準として使用すれば、定量分析をするうえで便利である。

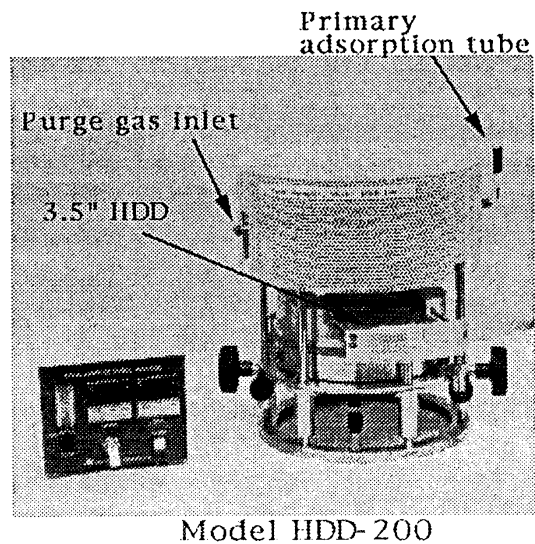


Fig. 11 VOC を捕集する装置 HDD-200 型

### 3-7 HDD-200 型による電着塗装をした HDD ベースの分析例

カチオン電着塗装法によって黒色塗装した HDD ベースの VOC クロマトグラムを Fig.12 に示す。このクロマトグラムは、160 で 30 分間 HDD ベースを加熱して得られたものである。

カラムは、TC-5HT,0.32 x 30m,40 (3min)~300 ,10 /min,二次吸着管には、石英ウール/f-250 を使用した。スプリット比は、1/30・カラム流量は 2ml/min で測定した。

上部のクロマトグラムは VOC の発生量が最も少なかったものに対して、下部のクロマトグラムは VOC 量の多い代表的なものをそれぞれ示している。

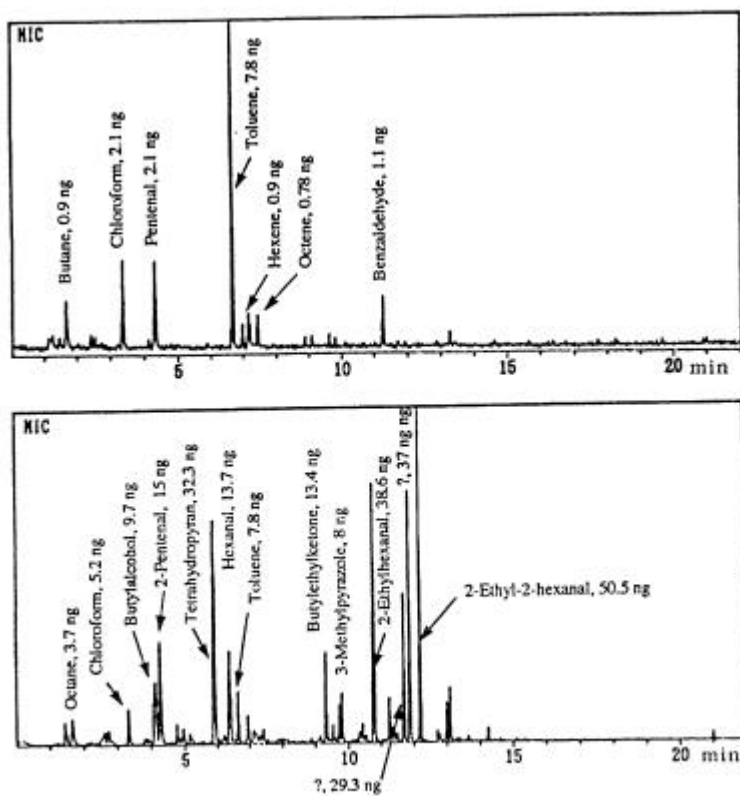


Fig. 12 カチオン電着塗装法によって黒色塗装した HDD ベースの VOC クロマトグラム

前述のトルエン内部標準法で VOC 量を求めると、上部のベースは 16.5ng(トルエンも VOC として計算)に対して、下部のものは 310ng と VOC 発生量が約 16 倍多いことが分かった。

### 3-8 HDD-200 型によるクロメート処理をした HDD ベースの分析例

3-7 と同一条件で、クロメート処理を行った HDD ベース(白色)について、同様に VOC 発生量の多いものと少ないもののクロマトグラムを Fig.13 に示す。

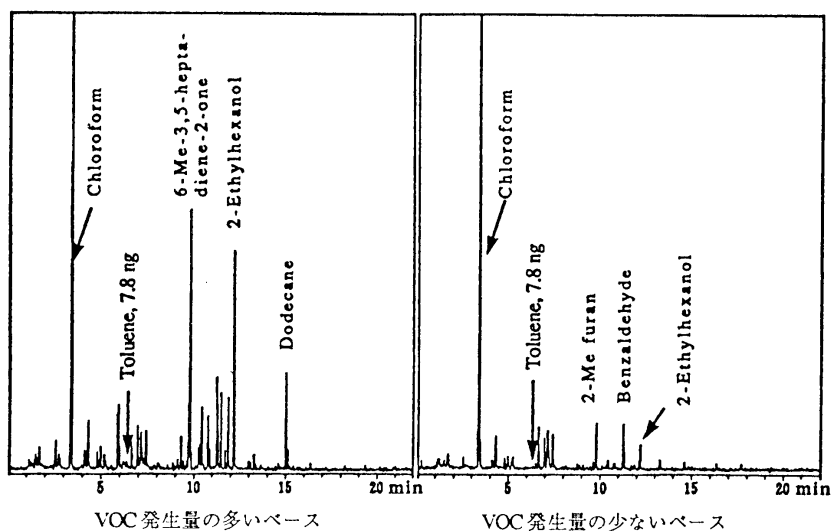


Fig. 13 クロメート処理を行った HDD ベースの VOC クロマトグラム

トルエン内部標準法で VOC 量を求めると、VOC 発生量の多いベースは 600ng に対して、VOC 発生量の少ないベースは 156ng と VOC 発生量が約 3.8 倍多いことが分かった。

この HDD ベースで、最も多量に発生したガスはクロロホルムであることから、洗浄工程後、十分に熱処理を行えば、VOC 発生量を低減可能なことが判明した。

## シリコンウェハ用固体サンプラの開発

近年、電子回路の高集積化に伴いシリコンウェハなどの電子工業材料の高純度化が求められている。ウェハ表面に存在する金属不純物は、デバイス製造において悪影響を与えることがよく知られている。ところが、ウェハ表面に存在する有機物も同様に悪影響を与える可能性が大であるとされながらも、手軽に有機物の組成分析を行う適当な手段がなく、その分析が行われていないのが現状である。

この度、シリコンウェハ中の有機物を容易に吸着管に補集できる固体サンプラ SW-8 “型を開発いたしました。有機物を捕集した吸着管を、パージアンドトラップ方式のヘッドスペースサンプラ(JHS 100/100A 型) GC/MS に移して、有機物の組成分析を行うことができます。

この一連の分析技術は、当社の特許及び特許申請中の技術によるものです。

### 試料

試料：市販の 8”シリコンウェハをヘリウム気流中で 500 でベーキングしたものを使用

### 分析方法

一連の分析手順を図 1 に示す。

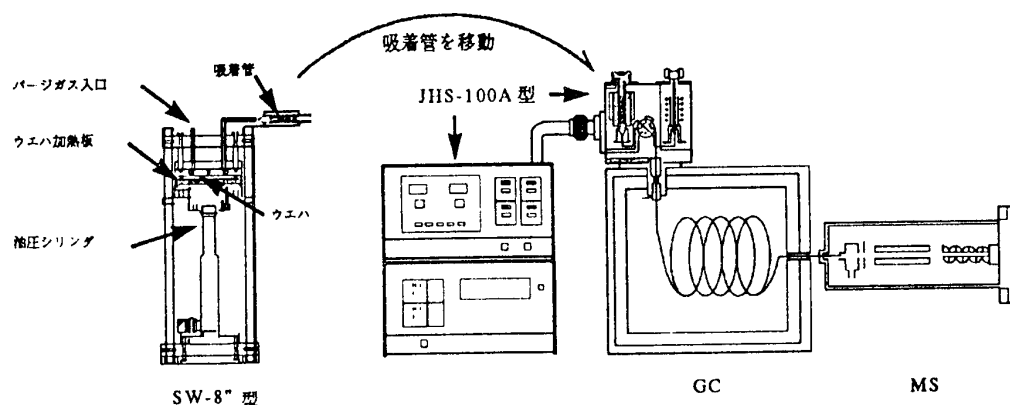


図 1 シリコンウェハ中の有機物分析装置のフローダイアグラム

8”または 5.25”のウェハを油圧シリンダで持ち上げ、上図のようにウェハ加熱板に押しつけ、ウェハの片面より発生する揮発性ガスをパージガスによって吸着管まで導きそこでガスを冷却捕集します。

ガス捕集した吸着管をヘッドスペースサンプラ JHS-100/100A-GC/MS に移動させてガスの組成分析を行います。

## 分析条件

ウェハ加熱温度: 400  
捕集条件: 石英製吸着管(内容積 10ml に 2.5g の吸着剤 TenaxTA を充填したもの)にパージガス流量 150ml/min で 30 分間揮発性物質を室温で捕集  
JHS-100A: キュ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 ,15 分間 二次吸着管(石英ウール)温度: 50  
二次脱着管温度:255 25 秒間  
GC/MS: 島津 QP-5000,EI.70eV カラム:DB-1,0.25mmx30m,0.2 μ  
スプリットレス導入 カラム温度:40(3)-300 , 10 /min

## SW-8”のバックグラウンド及び測定感度

市販の 8”-ウェハを 500 で 2 時間空炊きしたものを SW-8”にセットして、バックグラウンドを測定する目的で、400 で 30 分間パージを行い揮発した化合物の測定を行った。そのクロマトグラムを図 2 に示す。保持時間 4.5 分までに出ているピークは、スプリットレス導入によるベースラインの変動である。MS のイオン電流値を 2,000,000 に設定して測定したにもかかわらず、保持時間 4.5 分以後ではピークは検出されなかった。

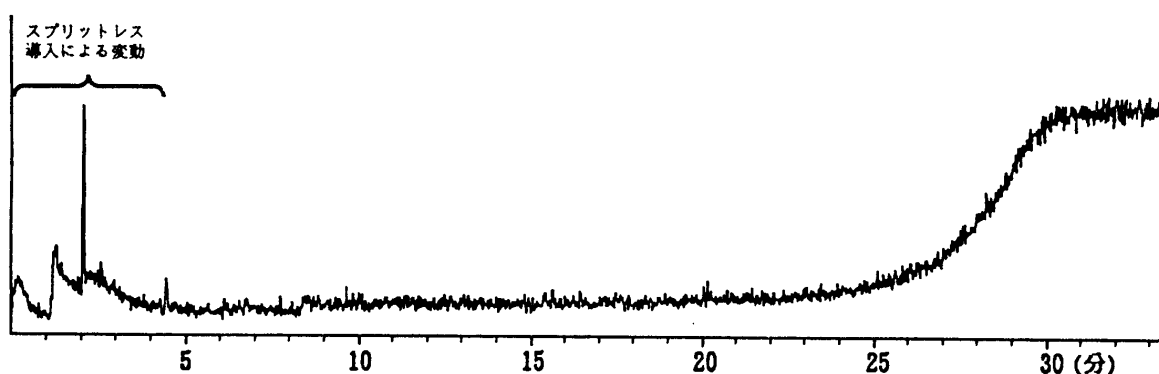


図 2 SW-8”の 400°C におけるバックグラウンド

図 3 は、ベーキング済みのウェハにジメチルフタレート(DMP), C21~C25 の n パラフィン各 10 ng をクロロホルム溶液にして滴下し、クロロホルムを揮発させた後、そのウェハを 400 で 30 分間パージを行い得られたクロマトグラムである。なお、このクロマトグラムは、MS のイオン電流値を 3,777,000 に設定し、スプリット比を 1/5 にして測定を行った。

カラム条件は、100 — 300 , 100 /min である。

n-パラフィンは、400 の高温下でも分解されることがなく検出されているが、DMP は一부분解し無水フタル酸になることが判明した。

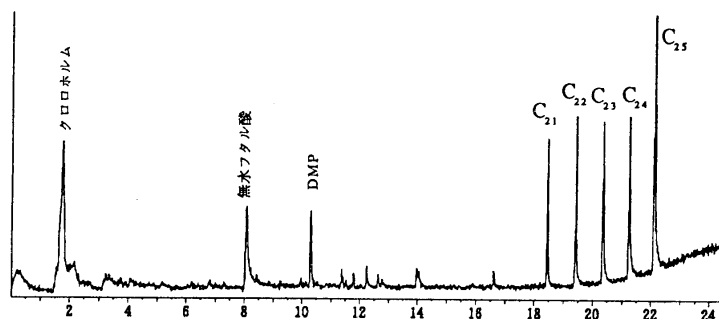


図 3 標準試料各 10 ng のクロマトグラム

シリコンウェハは表面が活性なため、ウェハに存在する有機物の組成分析を行うには、その有機物の物性に通じた温度で加熱抽出を行うことが重要である。

用いた標準試料の中で検出感度の最も高い n-ペンタコサンで検出可能な量を算出すると、20pg の試料量でも検出できることが分かった。



## シリコンウェハ中の有機物分析

当社の開発した二段トラップ方式のパーミアンドトラップ装置(p&T)は、高分子中の揮発性成分(OC)分析はもちろん、液体中のVOC及び大気中の極微量有機物分析に新しい分析手法として認知されるに至っている。また、P&T用の附属品として最近開発したハードディスク用及びシリコンウェハ用固体サンプラは、高度化する電子デバイスの分野に適合したものであり、その活躍が期待される商品である。

本報では、シリコンウェハ中の有機物分析の一例を報告する。

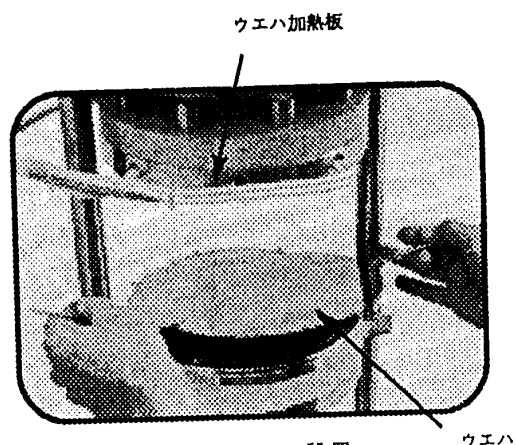


図1 ウェハの設置

一連の分析手法については、当社テクニカルニュース 95-3 で述べたが、図1はウェハをSW-8に設置する様子を示したものである。

！  
ウェハを設置した後、それを油圧シリンダで加熱板まで容易に持ち上げ、ウェハの使用面だけをシールすることができる。

### 試料

試料：8"シリコンウェハー1枚

市販のものを長期間キャリアー中保存したもので、IC製造ラインでは使用不可とされているものをそのまま使用

### 分析条件

ウェハ加熱温度：400

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)にパーズガス流量150ml/minで30分間揮発性物質を室温で捕集。

JHS-100A：キュ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：250，15分間 二次吸着管温度：-50

二次脱着管温度：255，25秒間

GC/MS 島津QP-5000，EI,70e

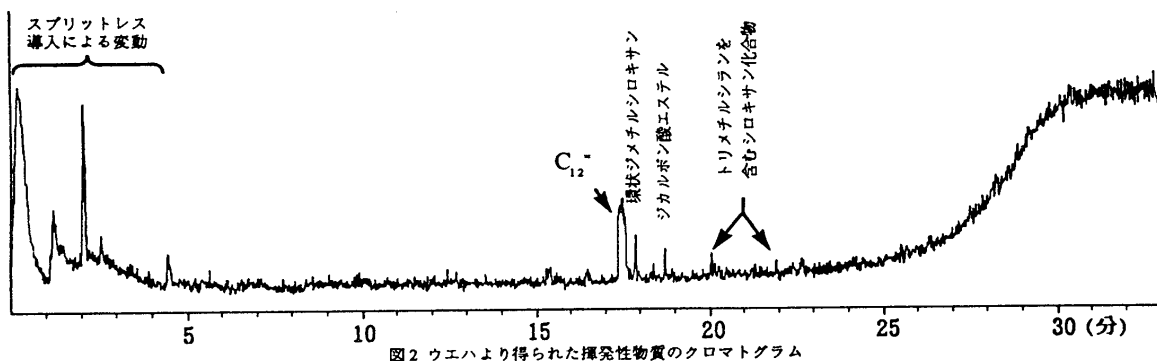
カラム：DB-1，0.25mm x 30m，0.25μ

スプリットレス導入

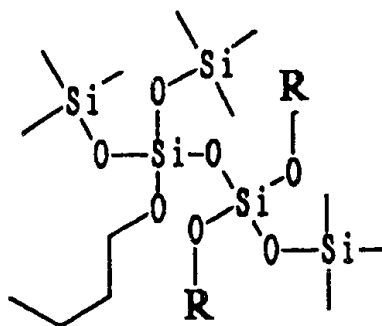
カラム温度：40(3) - 300，10 /min

## ウェハ中に含まれる揮発性成分のクロマトグラム

図2は ウェハを 400 で 30 分間パーズングを行い得られたクロマトグラムである。



検出されたピークのうち C12 (1-Dodecene), 環状ジメチルシロキサン(n=6)及びジカルボン酸エステルは, ウェハキヤリヤーなどのプラスチック製品より揮発したものが検出されたものと考えられる。トリメチルシロキサンを含むシロキサン化合物は, 分子量が 485 及び 548 と大きなもので, 次のような化学構造をしているものと推定される。



次に, このウェハを 400 で 2 時間のベーキングを行った後, それをポリエチレン製の袋に入れ, ウェハが 24 時間室温で放置してどの程度ウェハが汚放されるものかについて実験を行った。

その汚染されたウェハを SW-8” にセットしてスプリットレス法により測定し, 得られたクロマトグラムを

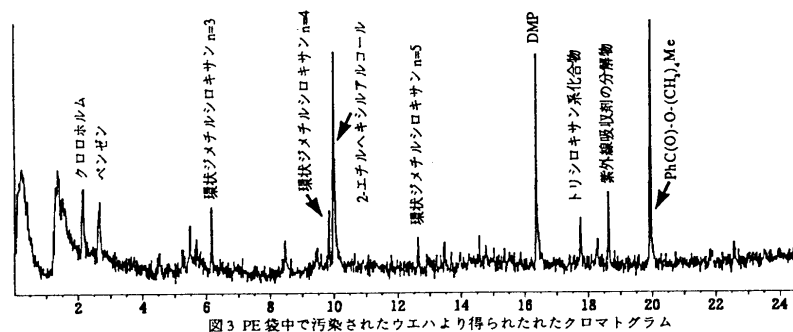


図3に示す。

化学実験室内で使用されているクロホルムが検出されたほか, ポリ袋のスリップ剤(環状ジメチルシロキサン), フタル酸エステル(DMP)とその分解物及び紫外線吸収剤の分解物などが検出された。

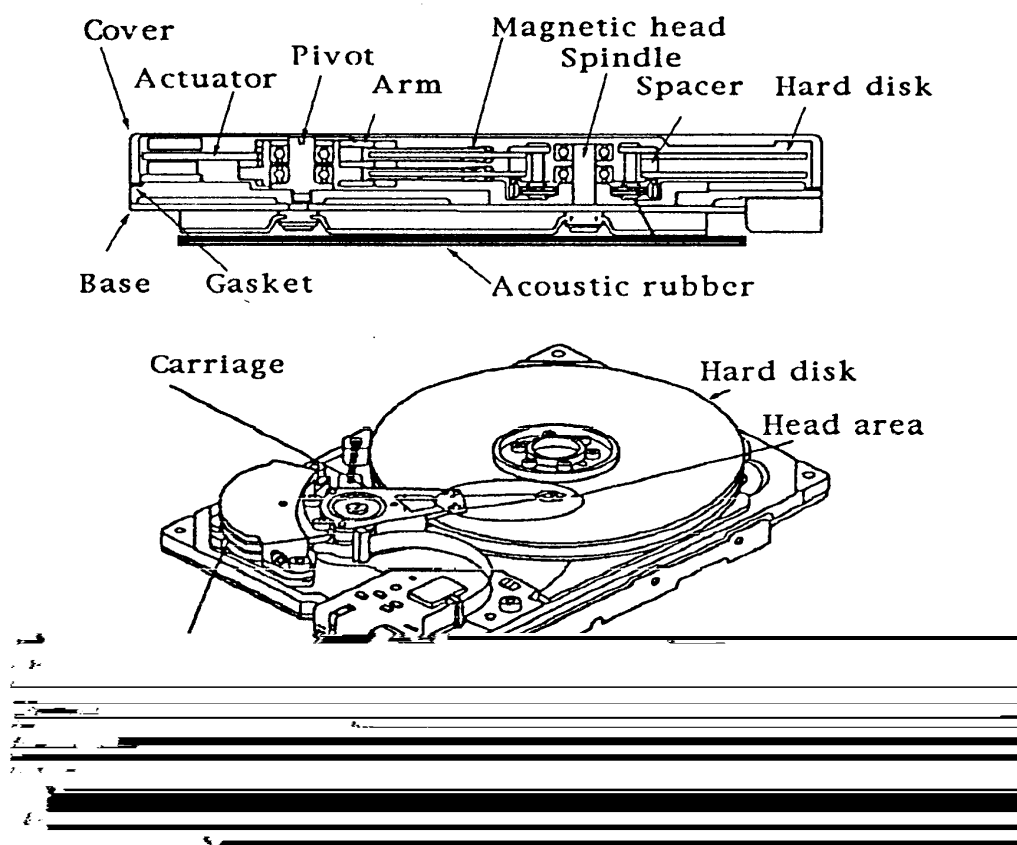
保持時間 17.8 分のトリシロキサン化合物の由来については不明であるが, 汚染されたウェハを 400 で加熱した際合成されたものとも考えられる。

## 電子デバイスから発生するアウトガス分析

日本分析工業㈱ 大栗直毅

### 1 ハードディスクドライブの構造とそれに関連する VOC 測定装置

3.5"ハードディスクドライブ (HDD) の断面図とその内部の横観図を Fig. 1 に示す。



HDD 及びその内部に収納される部品から発生する VOC を測定するには、GC/MS のほかに当社製の次の分析装置が必要である。当社のカatalogなどを参照願いたい。

### 2 溶媒抽出法と当社法によるハードディスク上の有機物分析

常法により 3.5"HD を溶媒抽出法によって得られた抽出物のクロマトグラムを Fig 2 に、また同一試料を当社法 (HD-3.5"+JHS-100A-GC/MS) によって得られたクロマトグラムを Fig.3 に示す。当社法での分析条件を次に示す。

熱抽出温度:180 ,30min      パージガスの流量:60ml/min  
MS(HP5973,EI,70eV)は同一機種であるが、カラム条件が異なる。  
JHS-100A のオープン温度:200      吸着剤:石英ウール、-60  
カラム:PTE-5,内径 0.25mmX30m.40 (3 分間保持)-280 ,10 /min