

●クリーンルーム構成材料から発生する アミン類の CE/MS 分析

TN178

Evaluation of amines emitted from cleanroom constituent materials by CE/MS

【概要】

半導体製造のクリーンルームにおいては、分子状汚染物質の各分類ごとの評価は、トラブル種ごとの問題点発見や対策を考える上で重要です。このうち塩基性物質としてアンモニアやアミン類が知られていますが、アミン類を評価するためには、イオンクロマトグラフやLC、GC/MSなど様々な装置を用いる煩雑な分析が必要でした。

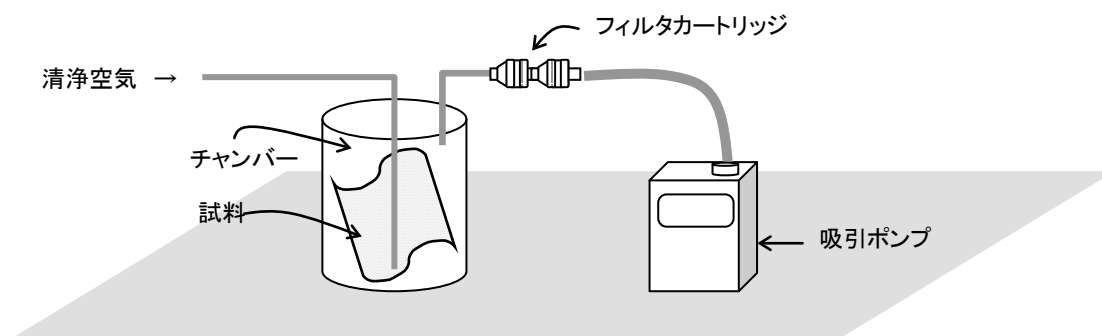
キャピラリー電気泳動/質量分析計 (CE/MS : Capillary electrophoresis/mass spectrometer) は、極性成分を高い分離能で定量可能なキャピラリー電気泳動(CE)と、高感度な質量分析計(MS)を組み合わせた分離定量装置です。CE/MSでは、従来いくつもの装置を組みあわせて行っていたアミン類を一斉に分離・検出でき、エレクトロスプレーイオン化法(ESI)を採用することで、各成分の分子量情報($[M+H]^+$)が得られるなど、今までの手法では得られない新たな情報を得ることができます。

今回、CE/MSの特徴を生かす試料の前処理方法を開発し、気体中のアミン類をフィルタカートリッジにより高い効率で捕集し、定量する技術を確認しました。ここでは、フィルタカートリッジとCE/MSを用いて、クリーンルーム構成材料からのアウトガス中の総アミンの定量を行った例を紹介いたします。

【方法】

1. 試料の処理

試料をチャンバーに入れ、乾燥空気を室温で24時間通気し、発生したガスをフィルタカートリッジに捕集しました。サンプリングの終わったカートリッジからフィルタを取り出し、吸着成分を溶出し、この溶出液をCE/MSに供試しました。



2. 測定結果

3種類の試料について、CE/MSにより得られたトータルイオンエレクトロフェログラム(TIE)を図1~3に示します。またテトラメチルアンモニウムを基準物質として得られたピークを定量し、試料単位面積あたりの発生量として求めた値を総アミン量として表に示しました。

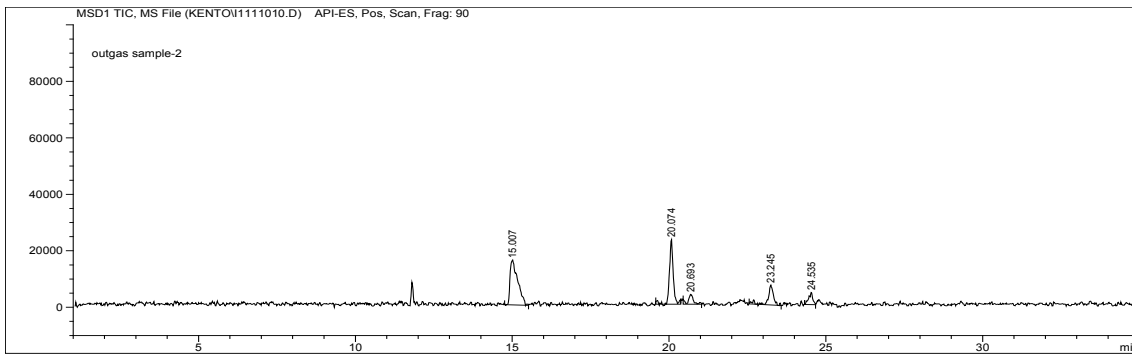


図1 試料:シート A の総アミンの TIE

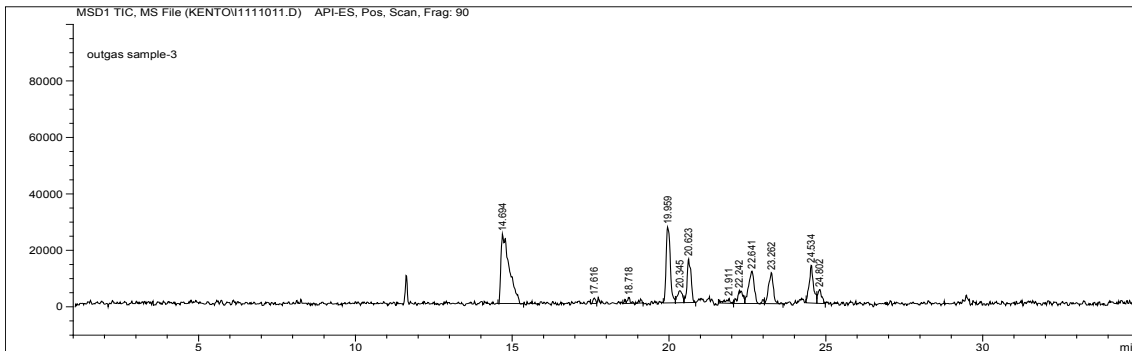


図2 試料:シート B の総アミンの TIE

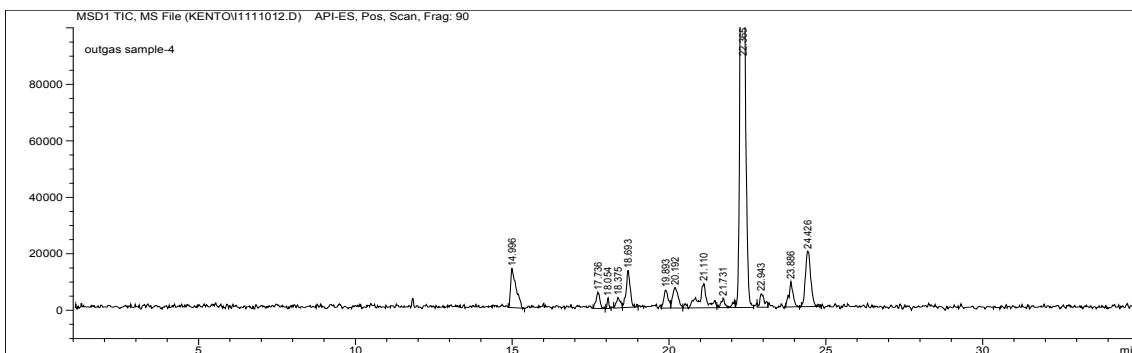


図3 試料:シート C の総アミンの TIE

表. クリーンルーム構成材料からの総アミン量

試料	[単位:ng/cm ²]	
	総アミン量	
シート A	1.9	
シート B	5.6	
シート C	12	

3. 解説

本法では分子量 50 以上のアミン類を定量することができ、定量下限は 0.1ng と極めて高感度な方法です。また未知のアミン類の検出にも適用でき、通常、質量電荷比(m/z)が 50~250 の成分を対象に測定を行います。TIE の各ピークのマススペクトルから、未知アミンの分子量情報の獲得に役立ちます。また、未知アミンの量は、CE/MS の測定において安定な物質であるテトラメチルアンモニウムを基準物質として求め、定量下限 10ng までの測定が可能です。