

## ●クリーンルーム空気中の全リン(P)定量

TN200

### Determination of total phosphorus in clean room air

#### [概要]

近年、電子デバイスの微細化に伴い、分子状汚染物質（Airborne Molecular Contaminants: AMCs）がデバイスの品質に影響を及ぼすことが懸念されています。AMCs は、クリーンルーム構成部材等から発生することが知られており、発生源の把握およびその成分評価は非常に重要です。リンは、その化合物が主に難燃剤（リン酸エステル類）として使用されている元素で、無機化合物の場合はドーパントに、リン酸エステル類などは凝縮性有機化合物に分類されています。

現在、ドーパント（無機リン）と有機リンは、サンプリング方法および測定法が異なることから、別々に評価しています。しかし、リン酸エステル類は加水分解や熱分解により無機リンとなる可能性があるため、クリーンルーム空気中のリンの定量は、有機リン化合物を含めた全リンであることが理想的です。

このような観点から、従来の無機リン定量法を改良し、高感度な全リン定量法を確立しました。

#### [手法]

測定には、高分解能誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-HRMS）を使用します。質量分解能を高めることにより、リンに干渉する分子イオンと質量分離することができます。また、リン酸エステル類は難水溶性のため、水系吸収液のインピンジャー法によるサンプリングでは、サンプリング器具（インピンジャー）への付着ロスにより過小評価してしまいますが、当社で開発した独自の前処理方法を用いることにより、高い回収率を得ることができるようになりました。

この結果、全リンを  $1.6\text{ng}/\text{m}^3$  の定量下限で、高感度に定量可能となりました。

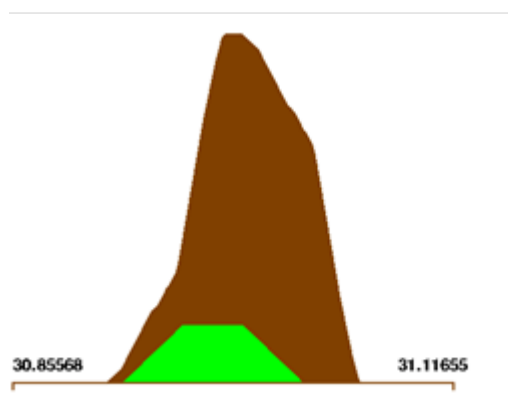


Fig.1 低分解能条件での分子イオン干渉

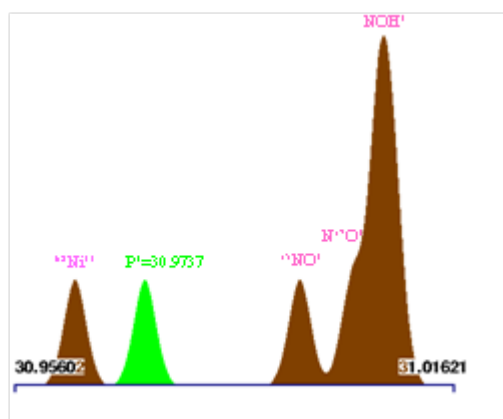
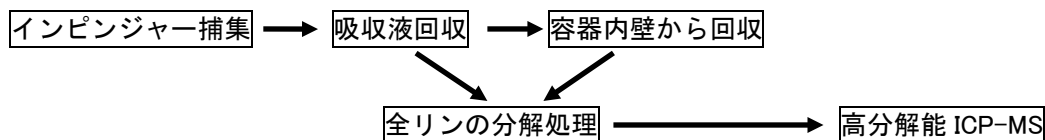


Fig.2 中分解能条件でのリン測定例

《前処理方法》



[事 例]

1) 分解処理を行った場合および行わない場合のリン酸エステル類の回収率を表 1 に示します。

表 1 分解有無によるリン酸エステル類の回収率

試料名	分解処理なし 回収率 (%)	分解処理あり 回収率 (%)
Triethyl phosphate (TEP)	104	107
Tris(2-chloroethyl) phosphate (TCEP)	98	83
Tri-n-butyl phosphate (TBP)	34	95
Triphenyl phosphate (TPP)	17	93
Tritolyl phosphate (TCP)	15	71

分解処理により、難水溶性リン酸エステル類も高い回収率で測定可能となりました。

2) インピンジャー法を使用した濃度既知の気中 TBP の回収試験結果を表 2 に示します。

表 2 インピンジャー捕集法による TBP の回収試験結果

回収条件	回収率 (%)
吸収液を分解処理	27
吸収液 + 容器内壁回収液 → 分解処理	80

インピンジャー法の場合、難水溶性リン酸エステル類は器壁に吸着されてしまいますが、適切な回収操作を加えることにより良好な結果が得られました。

3) 本法の定量下限および併行精度を表 3 に示します。

表 3 インピンジャー捕集法による空气中全リン(P)の定量下限および併行精度

定量下限 ( $Ave_{(BL)} + 3\sqrt{V_{BL}}$ )	1.6 ng/m <sup>3</sup>	(採気量 2.5 m <sup>3</sup> として)
併行精度 (RSD, n=5)	3.2 %	(平均濃度 8.1 ng/m <sup>3</sup> )