

## ●クリーンルーム空気中の微量物質の分析

TN045

### Evaluation Methods for Trace Impurities in Clean Room Air

#### [概要]

半導体製造におけるクリーンルーム空気の品質レベルの測定ニーズには、下記のものがあります。

- |                     |  |
|---------------------|--|
| 1. 清浄度クラス           | パーティクル数  |
| 2. ガス状イオン成分（酸性、塩基性） | SO <sub>x</sub> 、NO <sub>x</sub> 、H <sub>2</sub> S、HCl、HF、NH <sub>3</sub> 、有機ガス など |
| 3. アルカリ金属           | 固体塩類：Na塩、K塩、Ca塩、Mg塩 など   |
| 4. 重金属              | 酸化物：Fe、Cu、Al、B、In、Ga など  |
| 5. 温度、湿度            | (20～25℃) × (40～50%RH)内での設定と変動  |
| 6. 静電気              | ウェーハ帯電 5V以下 などの基準  |

当社では上記のうち、最も直接的に製品歩留、性能に影響すると考えられている上記2～4の汚染物質を超微量域で高精度に調査する方法を継続的に開発してまいりました。これまでに国内はもちろん、海外においても多くの評価経験を有しており、その測定、解析、評価技術は関連業界で高く評価されております。

なお、評価条件（評価場所、成分名、評価予定日、準備日など）や管理清浄度、使用化学物質などの情報のご提供を頂きますと、より効果的な検討ができます。

#### [方法]

##### 1. 各種捕集法とその分析下限

当社では目的に応じて Table 1 に示す各種捕集方法を準備しています。これらは様々な形態で大気中に存在している数多くの化学物質を分析対象とし、可能な限り多くの情報が得られるよう試験条件を設定しています。

Table 1 Sampling methods and determination limit

捕集方法	溶液吸収法	吸着剤捕集法	
対象	ガス 主要環境汚染ガス	—	
	粒子 エアロゾル	エアロゾル	
	その他 —	有機ガス	
標準捕集時間 (hr)	24	1、または 24	
標準分析下限値 (例)	Al	1 ng/m <sup>3</sup>	—
	B	1	—
	Ca	1	—
	Cu	1	—
	Fe	1	—
	K	1	—
	Mg	1	—
	Na	1	—
	その他の金属	1	—
	asNO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	10	例 フタル酸エステル類、リン酸エステル類、シロキサン化合物、ケトン類、アルコール類、脂肪族や芳香炭化水素類など
	asSO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	10	
	Cl <sup>-</sup>	10	
	F <sup>-</sup>	10	
	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	20	
NH <sub>3</sub>	20		
有機物	—	0.1～0.01 μg/m <sup>3</sup> GC-MS で同定も可能	

別途、場合によっては、表に示す下限値以下で、ご報告することもできます。

## 2. 各捕集方法の特徴

- 溶液吸収法 : ガス状および粒子状で存在する汚染物質を捕集瓶中の溶液に吸収し、この吸収液を用いて目的成分を定量する方法です。本法で、金属成分、酸性物質、塩基性物質、一部の有機物質を高感度で定量することが可能です。
- 吸着剤捕集法 : 有機化合物を捕集対象とします。吸着剤によって捕集した有機成分は、熱脱着または溶剤脱着により脱離したのち GC-MS 法にて分析します。主要有機物の同定、指定成分の定量を行うことができます。

## 3. 留意事項

仕様の検討にあたっては、次の点に留意をお願いいたします。

- (1) 各方法とも、測定目的に対応するように捕集速度や時間を変更することなども可能ですので、定量下限との関連などを御相談下さい。
- (2) 状況によっては捕集場所、装置設置場所などによる外乱、また成分ごとの捕集率が完全ではないなどといった事を考慮に入れる必要があります。そのため、測定結果は絶対値としてではなく、時系列的に、生産状況と比較判断することに重点をおいて利用されることをおすすめします。

### [事 例] 半導体製造用クリーンルーム

精密電子機器の製造プロセス環境、研究室内クリーンルーム、清浄実験室などの巾広い清浄環境の評価が対象です。クリーンルーム空気の測定結果から、汚染状況変動の把握、異常時解析、トラブル時の汚染物質濃度変化の把握、汚染物質の発生源の特定、汚染対策の効果確認などが可能です。

Table 2に、あるクリーンルームでの評価結果の例を示します。外気中に高濃度で存在していた各種無機金属成分は、クリーンルーム内では $1\text{ng}/\text{m}^3$ 程度まで清浄化されている一方、ホウ素 (B) は外気に比べて汚染が高いことが把握され、この発生原因はULPAフィルターであると推定されました。酸性物質も外気に比べて低減している一方、アンモニア濃度は大きな違いが認められませんでした。近年、クリーンルーム内でのフタル酸エステルやシロキサン化合物などの汚染も問題になっており、これらの汚染物質はケミカルフィルターを設置することで低減できることが確認できました。

以上の例にあるように、評価データから多くの興味ある知見が得られます。

Table 2 Examples of analytical results

成分	外気	クリーンルーム内	成分	ULPA 下	ケミカルフィルター下
Al	190 $\text{ng}/\text{m}^3$	<1 $\text{ng}/\text{m}^3$	Dibutyl phthalate (DBP)	0.32 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.02 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
B	17	130	Di-2-ethylhexyl phthalate (DOP)	0.09	<0.02
Ca	450	2.5	Hexamethylcyclotrisiloxane (D3)	0.06	0.01
Cu	4	<1	Octamethylcyclotetrasiloxane (D4)	0.04	<0.01
Fe	230	<1	Decamethylcyclopentasiloxane (D5)	0.01	<0.01
K	170	<1	Dodecamethylcyclohexasiloxane (D6)	0.02	<0.01
Mg	110	<1			
Na	510	<1			
Pb	17	<1			
Zn	46	<1			
$\text{NO}_3^-$	8.6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.94 $\mu\text{g}/\text{m}^3$			
$\text{SO}_4^{2-}$	21	<0.01			
$\text{Cl}^-$	1.6	<0.01			
$\text{F}^-$	<0.1	<0.01			
$\text{PO}_4^{3-}$	<0.1	<0.05			
$\text{NH}_3$	3.5	2.7			