



半導体製造分野における分析

イオンクロマトグラフィーアプリケーション概要集

目次

はじめに	4
半導体製造プロセス	5
半導体パッケージングプロセス	6
超純水	7
大量サンプルの直接注入	8
溶離液ジェネレーター、Dionex IonPac AS17カラムを用いた大量直接注入での イオンクロマトグラフィーによる、高純度水に含まれる微量陰イオンの測定	8
溶離液ジェネレーターでの大量直接注入による、高純度水に含まれる 微量陰イオンの測定	9
キャピラリーイオンクロマトグラフィーによる、超純水に含まれる 微量陰イオンの測定	10
2段階インクラティックイオンクロマトグラフィーを使用した、 高純度水に含まれる微量陰イオンの測定	11
大量直接注入でのイオンクロマトグラフィーを使用した、 高純度水に含まれる微量陰イオンの測定	12
大量サンプルの濃縮	13
高純度水槽およびSC2 (D-グリーン) 槽に含まれるpptレベルの遷移金属の測定	13
イオンクロマトグラフィーおよびオンラインサンプル調製を使用した、 高純度水に含まれるケイ酸の測定	14
化学試薬	15
溶媒	16
マトリックス除去および濃縮を使用した、有機溶媒に含まれる 微量陰イオンの測定	16
酸化剤	18
RFIC (Reagent-Free) システムを使用するイオンクロマトグラフィーによる、 過酸化水素に含まれる陽イオンおよびアミンの測定	18
酸	19
自動中和前処理およびイオンクロマトグラフィーを使用した、高濃度の酸に含まれる 微量陽イオンの測定	19
濃フッ化水素酸に含まれる微量陰イオンの測定	21
フッ化水素酸、フッ化アンモニウム、緩衝酸化物エッチング液に含まれる 微量陰イオンの測定	22
濃リン酸に含まれる微量陰イオンの測定	24
濃グリコール酸に含まれる微量陰イオンの測定	25
イオンクロマトグラフィーによる高硝酸マトリックスに含まれる微量陰イオンの測定	26
塩基	28

自動中和およびイオンクロマトグラフィーによる、 塩基性溶液に含まれる微量陰イオンの測定	28
遷移金属	30
イオンクロマトグラフィーを使用した電力産業の水に含まれる遷移金属の 高速高感度測定	30
イオンクロマトグラフィーによる遷移金属の測定	31
キレート化イオンクロマトグラフィーを使用した、試薬グレードの酸、 塩基、塩、有機溶媒に含まれる微量遷移金属の測定	32
めっき槽	34
汚染物質	35
強アルカリ溶液に含まれるシアン化物の測定	35
添加剤	36
酸性銅めっき浴に含まれる塩化物の測定	36
半導体エッチング浴に含まれる陰イオン性フルオロケミカル界面活性剤の測定	37
液体クロマトグラフィーによる酸性銅めっき浴に含まれる添加剤と副生成物の測定	38
酸性銅めっき浴に含まれる抑制剤の測定	39
酸性銅浴に含まれるCopper Gleam PCMまたはCopper Gleam PC	40
電解硫酸ニッケル浴に含まれるサッカリン	41
プロセスおよび環境からの汚染物質	42
品質管理分析アプリケーション	43
HPICを使用したIPC-TM-650メソッド2.3.28による、プリント基板表面の 陰イオンの測定	43
電子部品の抽出物に含まれる微量陰イオン汚染の監視	45
溶離液ジェネレーターを用いたイオンクロマトグラフィーシステムを使用した、 電子部品の抽出物に含まれる微量陰イオン汚染の監視	46
燃焼イオンクロマトグラフィーを使用したポリエチレン材料に含まれる 塩素、臭素、硫黄の測定	47

はじめに

半導体製造プロセスや完成したデバイスにとって大きな懸念となるのがイオン汚染です。少量の汚染 (ppbからppmの濃度) であっても、デバイス、ウェハー、個々の最終電子部品において、腐食や浸食、エレクトロマイグレーション、短絡の原因となるおそれがあるためです。イオンクロマトグラフィー (IC) は、半導体業界におけるさまざまなプロセス汚染物質の微量成分と主成分を迅速に測定できる効率的な分析技術です。この技術は、一般的な無機陰イオンおよび陽イオン、特定の有機添加剤、遷移金属、多価イオン、有機キレート剤を定量するうえで有用な手段です。オンラインICプロセスモニタリングを使用すれば、これらの成分をpptという低いレベルで迅速に測定でき、ただちに改善策を講じることができます。

本アプリケーションノートでは、フロントエンド (半導体ウェハーの製造) およびバックエンド (半導体パッケージングとプリント基板集積) の両方を監視するICメソッドについて説明します。



半導体製造プロセス

ウェハー洗浄

集積回路の製造で繰り返し行われる工程の1つはシリコンウェハーの洗浄で、後続するプロセス工程の準備となります。半導体表面を完全に洗浄するには、微粒子、有機膜、吸着金属イオンを除去する必要があります。半導体グレードの溶媒や化学試薬の入った液槽で浸漬を行うことが、ほとんどの洗浄手順の基本となっています。洗浄の前後に、イオンクロマトグラフィーを使用してベアウェハー上のイオン汚染を監視します。工程管理の一環として、洗浄剤投入時と洗浄プロセス中に、洗浄剤と溶液の清浄度を監視します。

フォトリソグラフィ

ウェハー上のデバイス構造のパターニングには、UV光リソグラフィを使用します。ウェハー上にレジストを堆積させ、スキャナーでマスクを通過した光をレジストに照射し、その後デベロップパートラックで現像します。この一連の工程で能動素子の最小限界寸法 (CD) が決まるため、リソグラフィ工程の管理はきわめて重要です。CD、レジストプロファイル、ラインエッジラフネスなどを測定する必要があります。信頼性の高いリソグラフィプロセスを確保するためには、クリーンルーム (CR) の空気も十分に管理されている必要があります。難分解性炭化水素による少量の汚染でも、リソグラフィプロセスに対して有害な結果をもたらす場合があります (レンズの汚染)。クリーンルームの空气中に存在する微量の酸、塩基、レジスト溶媒 (PGMEAや乳酸エチルなど) によっても、ウェハーに欠陥が生じ、悪影響が及ぶ可能性があります。

イオンクロマトグラフィーを使用すれば、レジスト剥離装置内およびレジスト現像装置内のイオン汚染物質を測定できます。イオン含有物を溶離液 (移動相) で抽出してからICシステムに注入することで、レジストに含まれる微量の陰イオンおよび陽イオンを定期的に測定できます。

エッチング

フォトリソのパターンで覆われたウェハーを酸混合エッチング液でエッチングして、レジストパターンをその下にある膜および層に転写します。エッチングの速度と深さは、酸混合エッチング液に含まれる酸の比率により異なります。酸混合エッチング液に含まれる酢酸、硝酸、リン酸、フッ化水素酸を測定するために湿式化学法を使用するのは、手間も時間もかかります。イオンクロマトグラフィーを使用すれば、この分析を迅速に正確かつ自動的に行うことができます。

イオン注入

このステップでは、イオン化した不純物原子 (ホウ素、リン、ヒ素) を露光されたウェハーに注入し、トランジスターの各種シリコン領域をドーピングして電気的に活性化させます。誤った共注入を避けるために、イオン前駆体ガスの管理が非常に重要です。

ダマシニング

ウェハー上のアクティブデバイスにおけるトランジスター間の電気接続は、ダマシニング金属化プロセス (絶縁膜 (SiO_2) など) を堆積させ、リソグラフィとエッチングを使用してパターン化する) によって実現されます。その後、金属電気めっきプロセスを使用して誘電体膜のビアとトレンチに金属を堆積させ、最後に化学機械平坦化 (CMP) によって余分な金属を除去してウェハー表面を平坦化します。通常、相互接続のために選択される金属は銅です。トランジスターのコンタクトレベルに加えて局所的な相互接続には、タングステンも使用されます。CMPプロセスでは、研磨スラリーと研磨パッドを消耗品として使用します。このプロセスの後は、粒子と汚染物質を除去しなければなりません。洗浄プロセスでは、化学洗浄液と、多くの場合ポリビニルアルコール (PVA) ブラシを使用して、サブミクロンの粒子をウェハー表面から除去します。使用したコンポーネント (スラリー、洗浄用化学品、パッド、ブラシ) は、多くの場合ICで微量汚染物質がないか分析します。



半導体パッケージングプロセス

ダイアタッチ

ダイアタッチ接着剤は、シリコンチップ（ダイ）を「パッケージ」（シリコンチップを他のデバイスまたはプリント基板に接続するコンタクトリードも含まれます）に接着するのに使用するポリマーです。パッケージリードとシリコンダイの汚染を最小限に抑えるためには、このダイアタッチ接着剤も許容可能な清浄度を満たしていなければなりません。したがって、ICを使用してこれらのダイアタッチ接着剤に含まれる塩化物、硫酸塩、ナトリウムを測定することが、軍用規格（MIL-STD-883、メソッド5011およびMIL-A-87172）により求められています。ダイアタッチ接着剤の各製造元は、ナトリウム、塩化物、フッ化物、カリウムの濃度を測定する際に、規制に準拠できるよう、Thermo Scientific™ Dionex™ ICシステムを使用しています。

リードフレーム

シリコンチップがワイヤーボンディングを介してリードフレームに接続されます。リードフレームは、集積回路をデバイスの外部に接続するためのものです。リードフレーム表面のイオン汚染物質は、超純水または超純水とイソプロピルアルコールの混合液によって抽出し、IC分析で測定します。

ワイヤーボンディング

シリコンチップとリードフレームピン間の電気接続は、サーモニック処理、サーモプレッション処理、または超音波処理によって接合されたワイヤー（通常は金）を使用して生成されます。

カプセル化

シリコンチップは、機械的保護および環境保護のため、プラスチックコーティングでカプセル化されます。汚染物質が成形材料に混入すると、成形材料から拡散して集積回路に入り、金属腐食を引き起こす場合があります。

プリント基板取り付け

プリント基板から半導体パッケージのリードへの配線は、はんだ付け用フラックスを使用したはんだ付けによって行われます。残された残渣には、損傷を引き起こすおそれのあるイオン汚染物質が含まれている場合があります。イオン含有物は通常、ダイパッケージを超純水またはアルコールと超純水の混合液に浸すか、この液をダイパッケージに噴霧することによって抽出されます。得られた溶液をICで分析して、無機ハロゲン化物および有機酸の残渣を検出します。はんだ付け用フラックスのイオン含有量は、清浄なデバイスを製造するという製造元の要求の高まりに伴い減少しています。「フラックスレス」のはんだ付けでは、有害な濃度のイオン残渣がデバイス上に残されることが分かっています。

超純水

集積回路の製造では常に超純水が使用されているため、集積回路は製造プロセスの中で何百回と超純水に曝されます。超純水に含まれる汚染物質によって正常なドーパントプロファイルが歪んだり、逆転層ができたり、短絡が発生したり、その他の回路の故障が生じたりする場合があります。半導体用の純水を達成可能なもっとも高い品質に保つことがきわめて重要です。そのために使用されているのが、イオンクロマトグラフィーです。イオンクロマトグラフィーは、国際半導体製造装置材料協会 (SEMI) によって無機陰イオン用として推奨される唯一の分析手法です。ASTMタイプII水^{*}またはSEMIグレードの超純水に含まれる微量イオンの測定に必要な感度を達成するため、以下に挙げるいくつかの方法が使用されています。

- 1) 大量サンプル (通常は1~2 mL) を直接注入する
- 2) 事前に濃縮カラムで濃縮した大量サンプル (通常は5 mL未満) を注入する

このセクションでは、以下の用途について説明します。

- 大量サンプルの直接注入
- 大量サンプルの濃縮

^{*}ASTM規格D 5127、ASTMインターナショナル。100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428。

大量サンプルの直接注入

溶離液ジェネレーター、Dionex IonPac AS17カラムを用いた大量直接注入でのイオンクロマトグラフィーによる、高純度水に含まれる微量陰イオンの測定

このアプリケーションノートでは、マイクロボア Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS17陰イオン交換カラムを使用して微量濃度の一般的な無機陰イオン、低分子量の有機酸、ならびにアクリル酸、メタクリル酸、安息香酸、フタル酸を測定するICメソッドについて説明します。これらの汚染物質は、洗浄剤、接着剤、油、離型剤、はんだ付け用フラックスなどの汚染源からもたらされる可能性があります。陰イオンによる汚染は、

超小型電子回路で腐食の原因となることが知られています。このアプリケーションノートでは、電解再生サプレッサーを用いて、サプレッサー式電気伝導度により分析対象を検出します。大量直接注入法を使用して、濃縮カラム、ロードポンプ、バルブを使用することなく、低 $\mu\text{g/L}$ レベルから $\mu\text{g/L}$ 以下レベルにおける高感度検出を達成します。

条件

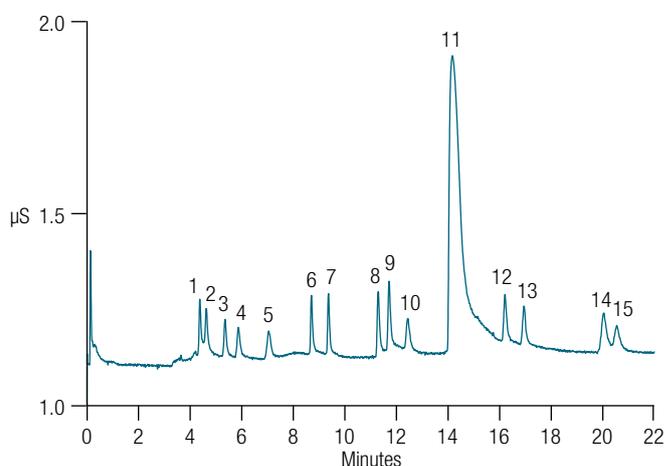
溶離液:	水酸化カリウム (溶離液ジェネレーター使用)
温度:	30°C
溶離液流量:	0.5 mL/min
検出:	サプレッサー式電気伝導度

バックグラウンド

電気伝導度:	1 μS (40 mM KOH)
システム背圧:	15.2~16.6 MPa (2,200~2,400 psi)
サンプル容量:	1 mL

ピーク:

1. フッ化物	0.61 $\mu\text{g/L}$	9. 硝酸	3.8
2. 酢酸	7.0	10. 安息香酸	7.0
3. ぎ酸	1.5	11. 炭酸	—
4. アクリル酸	3.7	12. 硫酸	2.1
5. メタクリル酸	4.2	13. シュウ酸	1.6
6. 塩化物	1.2	14. フタル酸	10.8
7. 亜硝酸	2.0	15. リン酸	3.8
8. 臭化物	3.1		



Dionex IonPac AS17カラムを使用した微量陰イオン測定



アプリケーションノートをダウンロード

溶離液ジェネレーターでの大量直接注入による、高純度水に含まれる微量陰イオンの測定

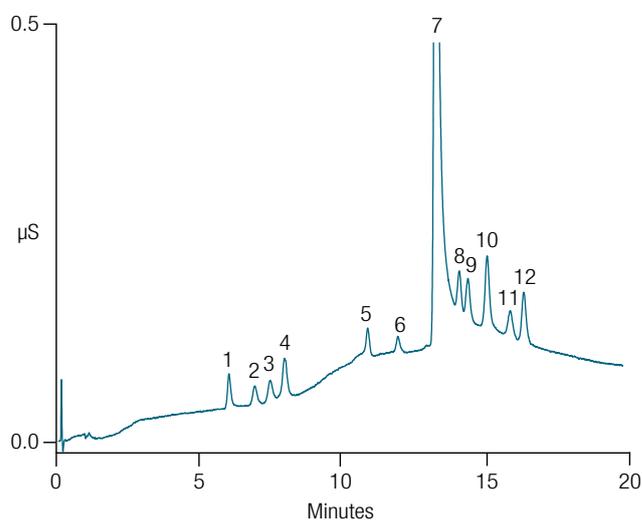
このアプリケーションノートでは、微量の陰イオン分析に Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS15-5µm (3 × 150 mm) カラムと水酸化カリウム (KOH) 溶離液ジェネレーターを使用します。溶離液ジェネレーターを使用すると、高純度で炭酸を含まない水酸化カリウム溶離液をオンラインで生成でき、ターゲットの分析対象物を微量レベルで測定するこのメソッドの性能が向上します。大量直接注入法を使用して、濃縮カラム、

サンプルロードポンプ、追加バルブを使用することなく、低µg/Lレベルからµg/L以下レベルにおける高感度検出を達成します。Dionex IonPac AS15-5µmカラムを使用すると、一般的な無機陰イオンおよび低分子量の有機酸を20分以内に分離できます。このカラムによってピーク効率が向上するため、検出下限がThermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS15-9µmカラム (4×250 mm) よりも低くなります。

条件

溶離液:	水酸化カリウム (溶離液ジェネレーター使用)
温度:	30°C
ポンプ プログラム:	表1を参照
溶離液流量:	0.7 mL/min
検出:	サプレッサー式電気伝導度
バックグラウンド	
電気伝導度:	1 µS (60 mM KOH)
システム背圧:	13.8 MPa (2,000 psi)
サンプル容量:	1 mL

ピーク:	1. フッ化物	0.32 µg/L (ppb)	7. 炭酸	—
	2. グリコール酸	0.84	8. 硫酸	0.83
	3. 酢酸	1.1	9. シュウ酸	0.82
	4. ざ酸	1.2	10. 臭化物	2.9
	5. 塩化物	0.34	11. 硝酸	0.87
	6. 亜硝酸	0.35	12. リン酸	2.9



Dionex IonPac AS15-5µm (3×150 mm) カラムを使用した微量陰イオン測定



アプリケーションノートをダウンロード

表1. ポンププログラム

Time (min)	流量 (mL/min)	A (%)	バルブ	KOH濃度 (mM)	コメント
初期	0.70	100	ロード	60.0	60 mM KOH
0.00	0.70	100	ロード	7.0	サンプルループのロード、7.0 mM KOHを5分間平衡化
5.00	0.70	100	注入	7.0	注入
10.00	0.70	100	注入	7.0	
17.00	0.70	100	注入	60.0	60 mM KOH
21.00	0.70	100	ロード	60.0	60 mM KOH

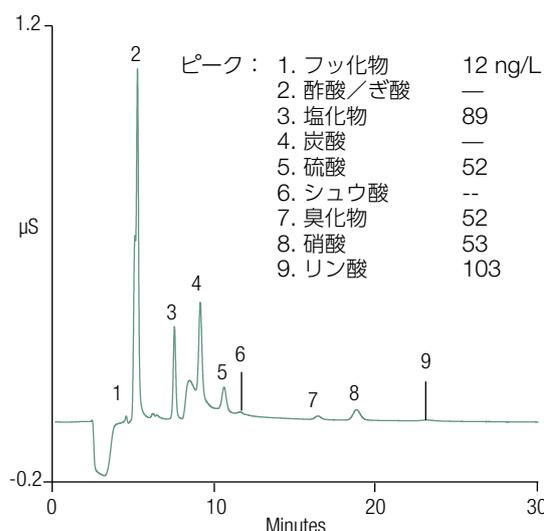
キャピラリーイオンクロマトグラフィーによる、超純水に含まれる微量陰イオンの測定

超純水 (UPW) に含まれる微量陰イオンを測定することは、電力産業およびエレクトロニクス産業にとって重要です。エレクトロニクス産業でのイオン汚染は、歩留まりを低下させ、重要な半導体やディスクドライブコンポーネントの早期故障の原因となります。

このテクニカルノートでは、微量分析用のキャピラリーIC、Thermo Scientific™ Dionex™ AS-APオートサンプラー、Thermo Scientific™ Dionex™ ICW-3000オンライン超純水製造装置の用途について説明し、超微量分析において良好な結果を達成するために必要不可欠なラボラトリー技法に関する具体的なガイダンスをご紹介します。

条件

カラム:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AG15, 0.4×50 mm Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS15, 0.4×250 mm
超純水供給:	Dionex ICW-3000オンライン超純水製造装置
溶離液:	30 mM KOH (溶離液ジェネレーター使用)
濃縮カラム:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonSwift™ MAC-100
サンプル容量:	100 µL
炭酸除去装置:	Thermo Scientific™ Dionex™ CRD-200キャピラリー炭酸除去装置
カラム温度:	30°C
流量:	10 µL/min
検出:	サプレッサー式電気伝導度



Dionex IonSwift MAC-100濃縮カラムにおける100 µLの濃縮による微量陰イオン標準液



テクニカルノートをダウンロード

2段階イソクラティックイオンクロマトグラフィーを使用した、高純度水に含まれる微量陰イオンの測定

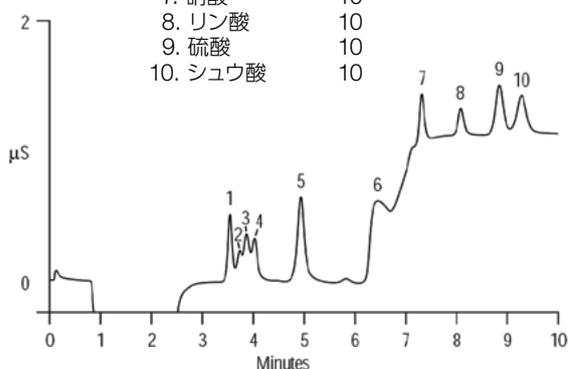
高純度水に含まれる陰イオン汚染物質を定量する信頼性の高い手法は、半導体産業にとっても発電産業にとっても必要不可欠です。陰イオンによる汚染は、超小型電子回路で金属腐食の原因となることが知られています。変化し続ける状況に素早く対応するには、微量レベルの陰イオン汚染を迅速に監視するための手法が必要です。このアプリケーションノートでは、

Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS14 (2 mm) 分離カラムでホウ酸溶離液を使用して微量陰イオンをイソクラティック方式で分離するという、迅速に行える大量直接注入法について説明します。ホウ酸塩溶離液の濃度を変化させて、分析の後の方で溶離液濃度が高くなるようにすることで、分析全体にかかる時間を短縮できます。

条件

カラム:	Dionex IonPac AS14分析用カラム、 2×250 mm (P/N 046129) Dionex IonPac AG14ガードカラム、 2×50 mm (P/N 046138)		
トラップカラム:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ ATCトラップカラム、2 mm		
溶離液A:	9 mMホウ酸/ 6.75 mM水酸化ナトリウム		
溶離液B:	40 mMホウ酸/ 30 mM水酸化ナトリウム		
ポンププログラム:			
<i>Time (min)</i>	<i>%A</i>	<i>%B</i>	<i>コメント</i>
初期	100	0	初期の溶離液の平衡化
0	100	0	サンプルループのロード
5.00	100	0	注入
8.50	100	0	
8.51	0	100	溶離液を一段階濃くする
15.00	0	100	
溶離液流量:	0.75 mL/min		
検出:	サプレッサー式電気伝導度		
バックグラウンド			
電気伝導度:	2~4 μS		
システム背圧:	17.2 MPa (2,500 psi)		
サンプル容量:	1 mL		

ピーク:	1. フッ化物	3 μg/L (ppb)
	2. グリコール酸	—
	3. 酢酸	—
	4. 乳酸	—
	5. 塩化物	10
	6. 炭酸	—
	7. 硝酸	10
	8. リン酸	10
	9. 硫酸	10
	10. シュウ酸	10



微量陰イオン標準液



アプリケーションノートをダウンロード

大量直接注入でのイオンクロマトグラフィーを使用した、高純度水に含まれる微量陰イオンの測定

ICによる微量レベル陰イオンの測定に大きな関心が集まっています。半導体プロセスで使用される高純度水について、国際半導体製造装置材料協会 (SEMI) は、0.025~0.5 µg/Lの微量イオン汚染物質を追跡するにはICを使用することを推奨しています。

ICを使用してmg/L (ppm) レベルから中程度のµg/L (ppb) レベルまでのイオンを測定するには、10~50 µLのサンプル量で十分です。より低いレベルの測定が必要な場合は、一般に濃縮法が使用されます。ただし、濃縮にはいくつかの短所があります。直接注入法と比べて、対象とするイオンの濃縮に使用する濃縮カラム、

サンプルのロードに使用するサンプルポンプなどの装置/器具が追加で必要になります。濃縮カラムと分析用カラムとの間の流路切り替えバルブも追加で必要になります。また、濃縮ステップのために時間が余分に必要になります。添加剤がある場合は、分析対象物のロード効率が低下する可能性があります。

このアプリケーションノートでは、大量かつ直接注入による微量陰イオンの測定に、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS11カラムを使用したグラジエント分離を用います。

条件

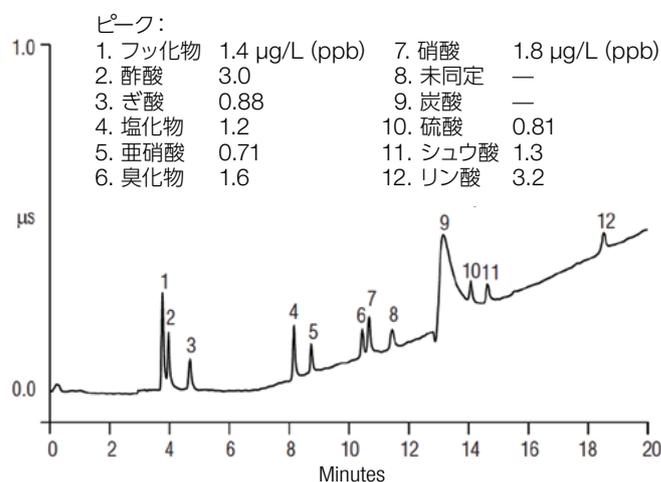
カラム: Dionex IonPac AS11分析用カラム、内径2 mm
Dionex IonPac AG11ガードカラム、内径2 mm
Dionex IonPac ATC陰イオントラップカラム、内径2 mm

溶離液: 1) 超純水
2) 5 mM NaOH
3) 100 mM NaOH
グラジエントプログラム—表1を参照

流量: 0.5 mL/min

サンプル容量: 750 µL

検出: サプレッサー式電気伝導度



微量陰イオン標準液

表1. グラジエントプログラム

Time (min)	%E1	%E2	%E3	コメント
0	0	65	35	初期38 mM NaOH
1.99	0	65	35	再生終了
2.00	90	10	0	0.5 mM NaOH開始
9.00	90	10	0	平衡終了
11.50	90	10	0	0.5~5.0 mM NaOH
15.00	0	100	0	5.0~26 mM NaOH
29.00	0	78	22	26 mM NaOHで終了
29.10	0	65	35	38 mM NaOHに上げる



アプリケーションノートをダウンロード

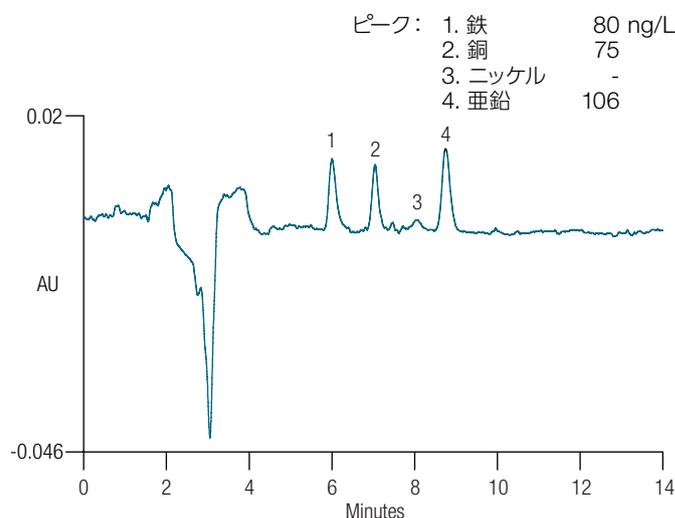
大量サンプルの濃縮

高純度水槽およびSC2 (D-クリーン) 槽に含まれるpptレベルの遷移金属の測定

半導体製造プロセスにおいて、金属原子汚染物質や伝導性粒子汚染物質は望ましくありません。半導体製造プロセスを損なう可能性があります。ウェハー表面の金属汚染を除去する際は、酸化洗浄槽および大量の超高純度洗浄水を使用します。最適な洗浄効率を得るには、洗浄液に含まれる鉄およびその他の金属の濃度を最小化する必要があります。

洗浄槽内および洗浄水に含まれる金属を監視するには、改良した分析手法が必要です。このアプリケーションノートでは、高純度水および半導体槽内の溶液に含まれる低ng/L量の遷移金属を測定する方法を説明します。

条件	
カラム:	Dionex IonPac CS5A分析用カラム、 2×250 mm (P/N 052576) Dionex IonPac CG5Aガードカラム、 2×50 mm (P/N 052836) Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ TCC-2濃縮カラム、 3×35 mm (P/N 043103)
溶離液:	PDCA
溶離液流量:	0.3 mL/min
温度:	30.0°C
ポストカラム試薬:	1 LのDionex MetPac PARポストカラム 希釈液に0.06 gのPAR
ポストカラム流量:	0.15 mL/min
濃縮カラムポンプ 流量:	2.0 mL/min
実行時間:	15分
検出:	可視光、530 nm
システムの背圧:	1,700~2,000 psi



1 mL HCl/5 mL H₂O₂/494 L H₂Oを含むSC2/バッチ (30 mL濃縮)



アプリケーションノートをダウンロード

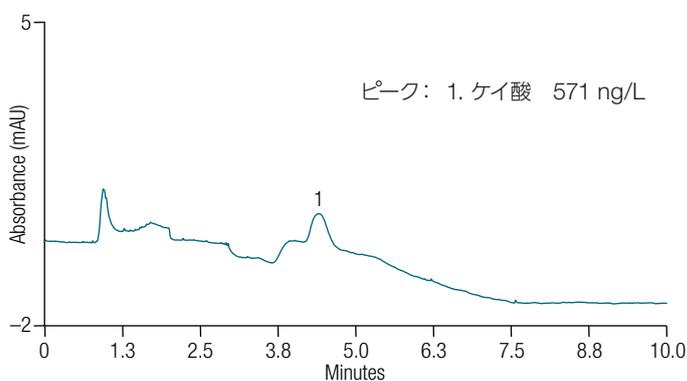
イオンクロマトグラフィーおよびオンラインサンプル調製を使用した、高純度水に含まれるケイ酸の測定

半導体製造メーカーやその他の最新エレクトロニクスコンポーネントで使用される水は、きわめて純度が高くなくてはなりません。このような水を超純水 (UHPW) と呼びます。UHPWの製造工程には、腐食性の強酸陰イオン (塩化物、硫酸など) を除去するための脱イオン化が含まれます。脱イオンカートリッジは、時間とともに能力が消耗していき、交換が必要になります。この脱イオンカートリッジが機能しなくなり始めたときに、カートリッジを通過して水を汚染する最初のイオンの1つがケイ酸イオンです。ケイ酸が通過しても、水はまだ18 M Ω -cmという高い電気抵抗率を示します。そのため、ケイ酸がカートリッジ性能劣化の優れた初期指標となります。

条件		
濃縮カラム:	Dionex IonPac AG4A-SC、4×50 mm (P/N 043175)	
カラム:	Dionex IonPac AG17ガードカラム、4×50 mm (P/N 055684) Dionex IonPac AS17分析用カラム、4×250 mm (P/N 055682)	
溶離液:	KOH (溶離液ジェネレーター使用)	
溶離液濃度:		
Time (min)	濃度 (mM)	カーブ
-20.0	50	5
-7.1	50	5
-7.0	1	5
0.0	1	5
2.0	10	6
4.0	20	4
10.0	20	5
大ループ容量:	20 mL	

このアプリケーションノートでは、最初に大量のUHPWを Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AG4A-SCカラムで濃縮してから、濃縮サンプルをThermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS17カラムで分離することにより、ケイ酸を測定します。

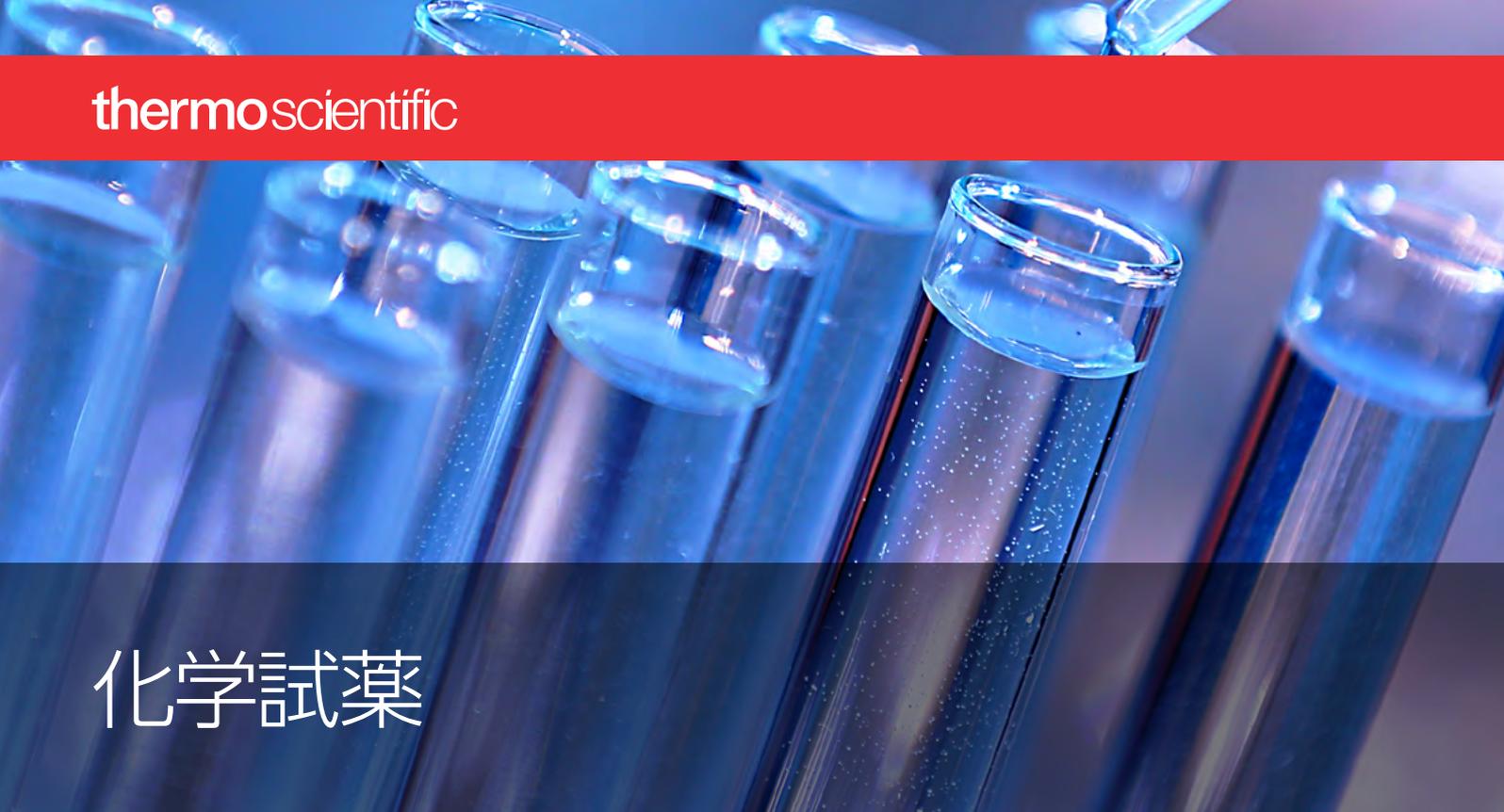
温度:	30°C
検出:	410 nmにおける可視光吸光度
ノイズ:	100 mAU以下
ポストカラム条件:	20 mMモリブデン酸ナトリウム 0.2 N硝酸 6 mMラウリル硫酸ナトリウム 反応コイル: 1,500 μ L (P/N 042630) 流量: 0.5 mL/min



超純水のクロマトグラム



アプリケーションノートをダウンロード



化学試薬

ウェハー表面の洗浄や、以降のプロセスステップに使用するウェハーの準備には、化学試薬、酸、塩基、溶媒が使用されます。これらの試薬に微量金属が含まれていると、歩留まりやデバイスの信頼性に関する問題が生じるおそれがあります。イオンクロマトグラフィーでは、化学試薬に含まれるppbレベルやpptレベルの濃度の汚染物質も測定できます。マイクロボアイオンクロマトグラフィーを使用すると、濃縮された試薬に含まれる微量イオンの検出限界が向上します。溶媒耐性のあるThermo Scientific™ Dionex™ イオン交換カラムにより、イソプロパノール、アセトン、メタノールなどの半導体プロセスに使用される溶媒に含まれる微量イオンの信頼性の高い測定が可能になります。

このセクションでは、以下の用途について説明します。

- 溶媒
- 酸化剤
- 酸
- 塩基
- 遷移金属

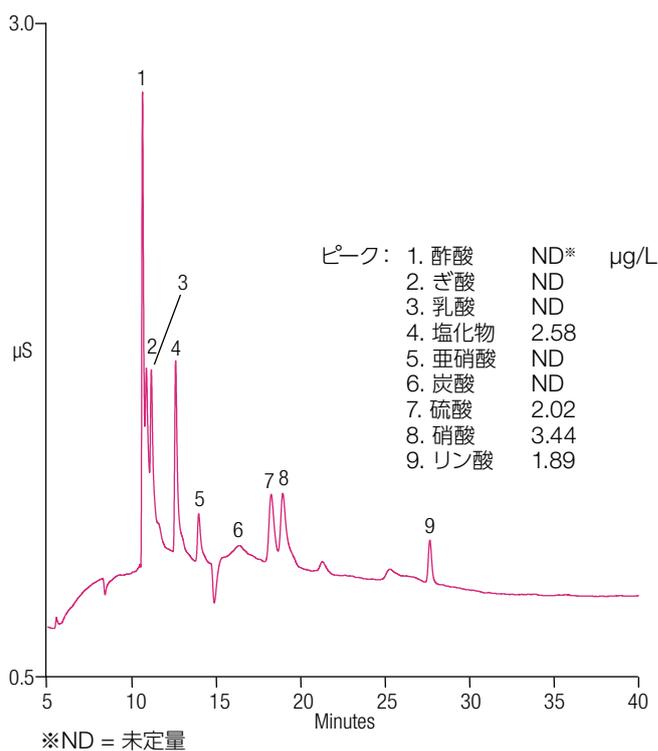
溶媒

マトリックス除去および濃縮を使用した、有機溶媒に含まれる微量陰イオンの測定

製造工程で生じる陰イオン汚染は、半導体やコンピューター部品を損なうおそれがあります。製造中に使用される溶媒に含まれる微量汚染物質は、短絡、堆積不良、腐食の原因となる場合があります。このような部品の欠陥は歩留まりを低下させ、製造コストと廃棄物の増加につながります。装置の小型化が進むにつれて、より微量な汚染も問題になるようになってきました。コンピューター産業および半導体産業は、製造の各段階における汚染を特定し、今後の汚染を防止する措置を取れるようにするために、溶媒中の微量陰イオンを測定できる分析手法を必要としています。

このアプリケーションノートでは、Dionex ICS-3000 DPデュアルポンプ、EG溶離液ジェネレーター、DC検出器/クロマトグラフィーモジュール*を最新のサプレッサー、トラップ、濃縮カラム、分析用カラムの技術とともに使用して、一貫性を向上し、検出限界を引き上げる自動化されたメソッドについて説明します。このメソッドでは、改善されたメソッド検出限界により、60%少ないサンプル注入量で、イソプロピルアルコール、メタノール、アセトン、*N*-メチル-2-ピロリドンに含まれる高ng/L濃度~低µg/L濃度の微量陰イオンを測定できます。

※Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-6000 HPIC™システムを使用の場合、同等またはよりよい結果を得られます。



塩化物、硫酸、硝酸、リン酸標準液のクロマトグラム、各2 µg/L、メタノール中





条件

サンプル調製：システム2

トラップカラム： Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac ATC-HC、9×75 mm (P/N 059604)

ポンプ2流量： 2.0 mL/min

キャリアー： 超純水

マトリックス除去： 10 mL^a

ペリスタポンプ

流量： 1.2 mL/min (AS-HV)

注入容量： 2 mL

サンプルロード

容量： 5 mL (順番に入れる)

洗浄液容量： 7 mL (フラッシュ)

AS-HVサンプル

ロードモード： プル

通常システム背圧： 約900 psi

オーバーラップ

ありの調製時間： 11分

オーバーラップ

なしの調製時間： 17分

^a NMP mg/Lストック標準液に含まれる陰イオンを測定する場合20 mL。

条件

分析：システム1

カラム： Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac AG18ガードカラム、2×50 mm (P/N 060555)

Dionex IonPac AS18分析用カラム、2×250 mm (P/N 060553)

流量： 0.25 mL/min

溶離液： 22 mM KOH -2~15分、
22~48 mM KOH 15~25分、
65 mM KOH 35~40分
(溶離液ジェネレーター使用)

カラム温度： 30°C

検出： サプレッサー式電気伝導度

炭酸除去： Dionex CRD 200、2 mm (P/N 062986)

通常バック

グラウンド： 2 μS未満

通常システム背圧： 約2,200 psi

通常ノイズ： 3 nS未満

実行時間： 33分

全分析時間： 44~50分



アプリケーションノートをダウンロード

酸化剤

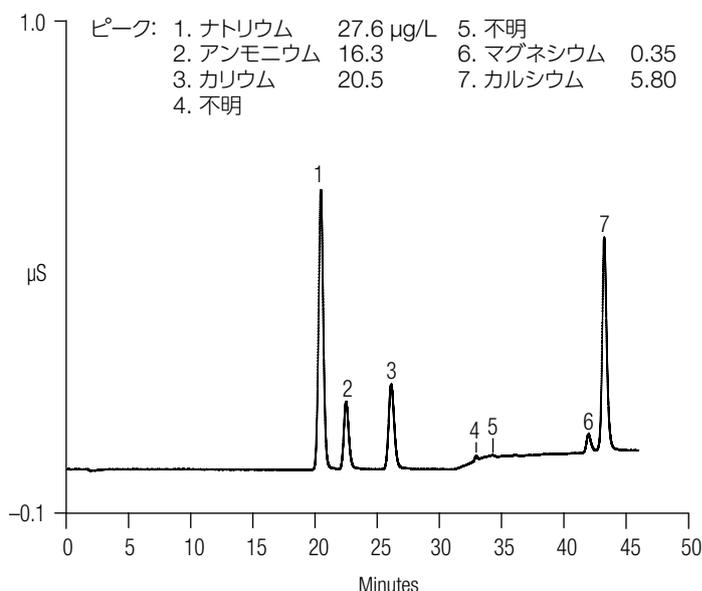
RFIC (Reagent-Free) システムを使用するイオンクロマトグラフィーによる、過酸化水素に含まれる陽イオンおよびアミンの測定

過酸化水素は、集積回路デバイスや超小型回路デバイスの製造において欠かすことのできない化学薬品です。半導体グレードの過酸化水素に許容される最大汚染濃度は、個々の無機陽イオン当たり100 ppt (ng/L) 未満という低さです。多くの半導体製造メーカーが、トリメチルアミンや関連アミンの最大許容濃度の仕様を1 ppb ($\mu\text{g/L}$) 未満としています。

このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ CS17カラムを使用して、大ループ注入により、過酸化水素に含まれる微量の陽イオンおよびアミンを測定します。従来の陽イオン交換ICカラムでは、アミンの分離に有機溶媒溶離液モディファイアが必要でしたが、Dionex IonPac CS17カラムでは必要ありません。この用途では、RFICシステムを使用して、 $\mu\text{g/L}$ 以下の濃度の陽イオンやアミンを簡単に測定できます。

条件

カラム:	Dionex IonPac CS17 4×250 mm (P/N060557)
ガード:	Dionex IonPac CG17 4×50 mm (P/N060560)
溶離液:	0.8 mM MSA 0~28.5分 0.8~4 mM MSA 28.5分~37分 4~8 mM MSA 37~50分 (溶離液ジェネレーター使用)
流量:	1 mL/min
温度:	30°C
検出:	サプレッサー式電気伝導度
注入容量:	1 mL
バックグラウンド:	1 μS 未満



過酸化水素サンプル#1のRFIC分析



アプリケーションノートをダウンロード

酸

自動中和前処理およびイオンクロマトグラフィーを使用した、高濃度の酸に含まれる微量陽イオンの測定

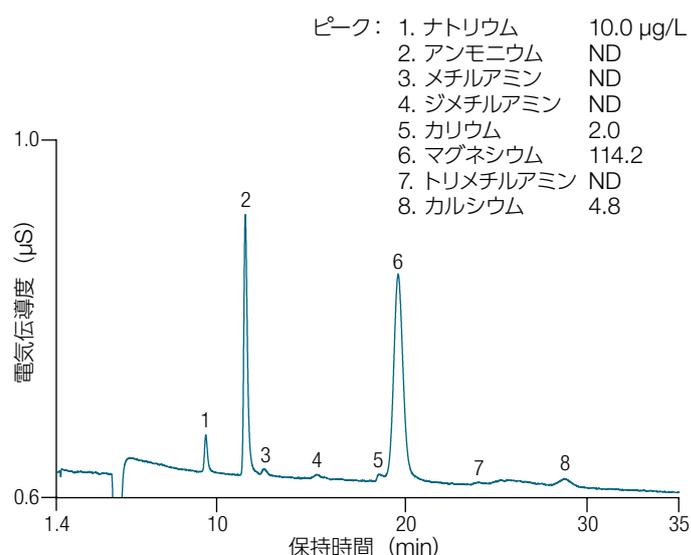
一部の陽イオンは陰イオン汚染物質と結合して不溶性成分を形成し、エレクトロニクス製造プロセスのめっきやエッチングに欠陥が生じるおそれがあるため、高濃度の酸に含まれる陽イオンを測定することは重要です。

特に $\mu\text{g/L}$ や ng/L の濃度のイオン種を特定する際は、サプレッサー式電気伝導度検出を行うイオンクロマトグラフィーが推奨される方法です。高濃度の酸サンプルを直接注入するとICカラムに過負荷がかかり、クロマトグラフィーの劣化につながり、陽イオンの定量が困難もしくは不可能になります。自動中和を行うことで、高濃度の酸を分析前に希釈する必要がなくなり、

$\mu\text{g/L}$ レベルや ng/L レベルの陽イオンを測定できるようになります。この手法により、サンプル中の強酸または強アルカリが中和されます。

このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-3000*ICシステムのデュアルポンプ、検出器、バルブを使用して、外付けのポンプやバルブの必要がない簡単な構成で、自動中和を行います。システムの構成、配管、バルブ操作、プログラムについて説明します。

*Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-6000 HPIC™システムを使用した場合、同等またはよりよい結果を得られます。



自動中和使用の10%フッ化水素酸に含まれる微量レベルの陽イオン



条件

サンプル調製：システム2

トラップカラム： Dionex IonPac CTC-1、9×24 mm
(P/N 040192)

流量： 0.5 mL/min

キャリアー： 超純水

注入容量： 100 µL

中和： Dionex CSRN II陽イオン電解再生中和デバイス、エクスターナルモード、500 mA (Thermo Scientific™ Dionex™ CERS™ 500e陽イオン電解再生サブレッサー、エクスターナルモード用 (4 mm) P/N 302663が後継モデルです)

実行時間： 自動中和と濃縮に1.4分 (実験で求める必要があります)

通常システム

背圧： 約800 psi

分析：システム1

カラム： Dionex IonPac CG16ガードカラム (5×50 mm、P/N 057574) およびDionex IonPac CS16分析用カラム (5×250 mm、P/N 079805)

流量： 1.0 mL/min

溶離液： 28 mMメタンサルホン酸
(溶離液ジェネレーター使用)

温度： 30°C

濃縮カラム： Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ TCC-U1P1、5×23 mm (P/N 063783)

検出： サブレッサー式電気伝導度

通常バック

グラウンド： 0.5 µS未満

通常システム

背圧： 約2,200 psi

通常ノイズ： 0.5 nS未満

合計実行時間： 35分

洗浄プログラム：

システム2： 濃縮なしの同条件

システム1： バイパス

注入バルブ1： 注入位置

合計実行時間： 10分



アプリケーションノートをダウンロード

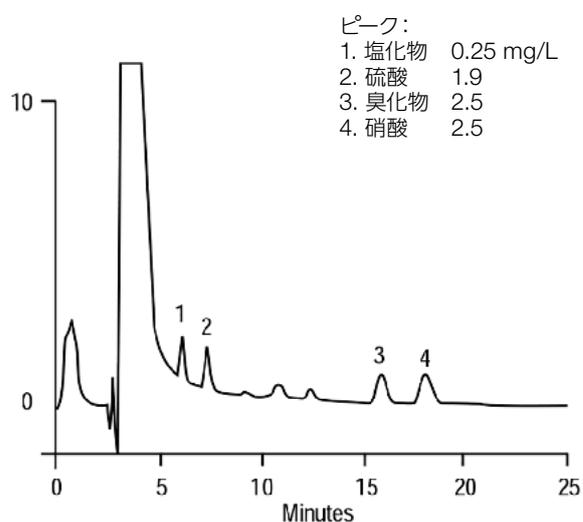
濃フッ化水素酸に含まれる微量陰イオンの測定

濃フッ化水素酸に含まれる微量陰イオンの測定は、困難な分析課題とされてきました。従来は、分析測定に先立って、手間のかかる手作業の予備濃縮法を行う必要がありました。典型的な予備濃縮手順には、決まった大量のサンプルを、容量フラスコに移して分析にかける前に、ホットプレート上で6~10時間かけて蒸発させる作業が含まれていました。また、サンプルの前処理中には、通常、クラス100のクリーンルーム環境が必要でした。

このアプリケーションノートでは、分析用分離を行う前に、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AC10濃縮カラムを使用して、マトリックス除去によって微量陰イオンを高濃度のフッ化物から分離しました。保持された対象陰イオンをDionex IonPac AC10濃縮カラムから溶出させ、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS10カラムで分離しました。この方法を使用した場合の検出限界 (MDL) は、5%フッ化水素酸に含まれるほとんどの微量陰イオンで25~50 ppbです。

条件

カラム:	Dionex IonPac AS10 (2 mm) 分析用カラム Dionex IonPac AG10 (2 mm) ガードカラム Dionex IonPac AC10 (2 mm) 濃縮カラム Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ ATC-1トラップカラム (2 mm)、必要数2			
溶離液1:	超純水			
溶離液2:	400 mM水酸化ナトリウム			
洗浄試薬:	70% v/vメタノール			
溶離液流量:	0.25 mL/min			
洗浄流量:	1.0 mL/min			
注入量:	10 mL			
検出:	サプレッサー式電気伝導度			
グラジエントプログラム:				
時間	E1	E2	V5	V6
0.0	75	25	0	0
2.5	75	25	1	0
12.0*	75	25	0	1



ICによる、5%フッ化水素酸に含まれる微量陰イオンの測定



アプリケーションノートをダウンロード



フッ化水素酸、フッ化アンモニウム、緩衝酸化物エッチング液に含まれる微量陰イオンの測定

濃フッ化水素酸 (HF) は、半導体産業およびエレクトロニクス産業で、単独でも、緩衝酸化物エッチング液 (BOE) の1成分としても、デバイス製造中に酸化被膜の除去に使用されています。このHFは高純度である必要があります。特に陰イオンの不純物が半導体を損なう可能性がある場合に当てはまります (塩化物、硝酸など)。国際半導体製造装置材料協会 (SEMI) は1997年に、HFは塩化物と硫酸塩の濃度が200 µg/L未満、硝酸とリン酸の濃度が100 µg/L未満でなくてはならないと規定しま

した。HFを陰イオン交換カラムが過負荷にならない濃度にまで希釈するだけでは、汚染陰イオンを十分な感度で測定することはできません。

このテクニカルノートでは、HFに含まれる低濃度の強酸性陰イオンを測定します。このメソッドの設計は、HF/フッ化アンモニウム混合液 (BOE) およびフッ化アンモニウムに含まれる低濃度の強酸性陰イオンも測定できるようになっています。

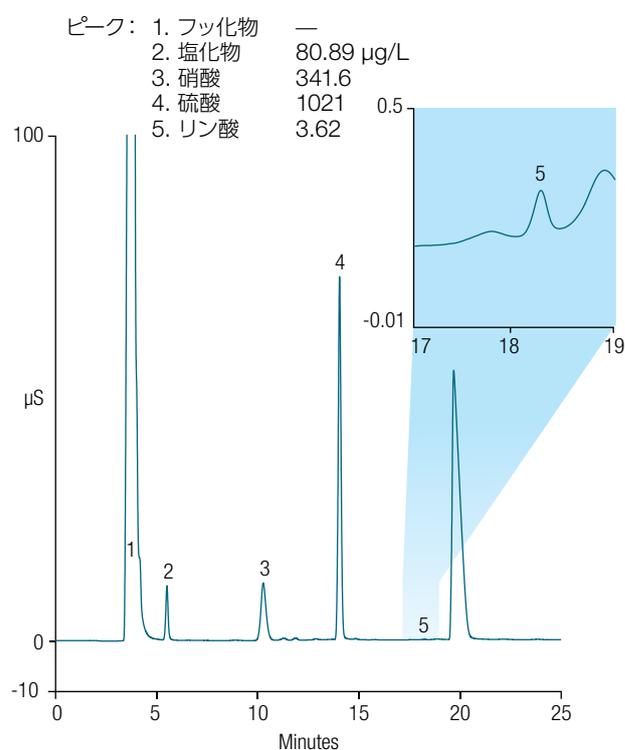
条件	
イオン排除	
カラム:	Dionex IonPac ICE-AS1, 9×250 mm (P/N 043197)
溶離液:	超純水
トラップカラム:	Dionex ATC-HC, 9×75 mm (P/N 059604)
流量:	表4を参照
イオンクロマトグラフィー	
分析用カラム:	Dionex IonPac AS11-HC, 2×250 mm (P/N 052961)
ガードカラム:	Dionex IonPac AG11-HC, 2×50 mm (P/N 052963)

濃縮カラム:	Dionex IonPac AG11-HC, 4×50 mm (P/N 053962)
溶離液:	KOH (溶離液ジェネレーター使用)
グラジエント:	表4を参照
流量:	0.38 mL/min
サンプル容量:	500 µL
カラム温度:	30°C
圧力:	約2,100 psi
検出:	サプレッサー式電気伝導度



サンプル調製、分析、ICE カラム洗浄プログラムの説明

プログラム	時間 (分)	流量ポンプ2	注入バルブ位置	10ポートバルブ位置	溶離液濃度 (mM)	備考
サンプル調製	初期	0.5	ロード	A	8	Dionex ASオートサンプラーがサンプルループにサンプルのロードを開始します。
	0	0.5	注入	A	8	サンプルを濃縮カラムにフラッシュすることにより分画収集を開始します。
	11	オフ	注入	A	8	ポンプ2の電源を切ることにより分画収集を終了します。
分析とICEカラム洗浄	初期	オフ	ロード	B	8	Dionex ASオートサンプラーが、ICEカラム洗浄のためにサンプルループに25%ギ酸のロードを開始します。
	0	0.8	注入	B	8	ICEカラム洗浄とサンプル分析を開始します。ICEカラムが、サンプルループからカラムへの25%ギ酸のフラッシュにより洗浄されます。
	7	0.8	注入	B	8	
	15	0.8	注入	B	8	
	30	0.8	注入	B	30	
	35	0.5	注入	B	30	
	40	0.5	注入	B	8	



フッ化アンモニウムに含まれる陰イオンの測定

 [テクニカルノートをダウンロード](#)



濃リン酸に含まれる微量陰イオンの測定

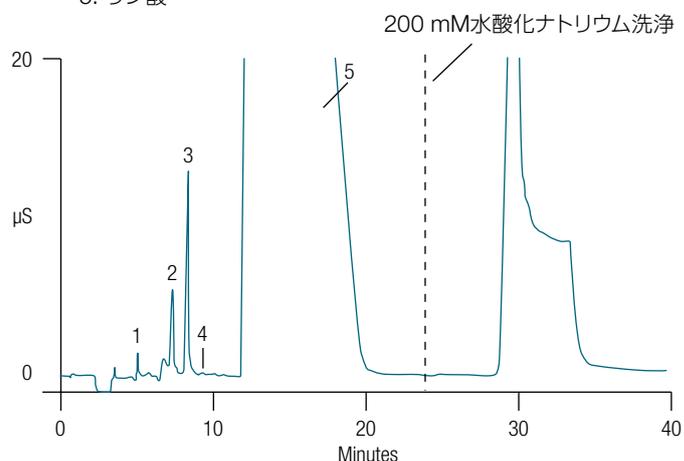
リン酸に含まれる微量陰イオンの測定は、過剰なリン酸イオンによって妨害されます。濃縮されたサンプルを希釈すれば、高濃度の干渉マトリックスイオンの問題は解決できますが、対象汚染イオンに必要な感度は得られません。この問題を克服するために、濃リン酸に含まれる微量陰イオンを測定できるように改良したメソッドが開発されました。このメソッドでは、イオン

交換分離の前に、イオン除去分離によって、微量無機陰イオンを高濃度のリン酸から分離します。

このテクニカルノートでは、85% (w/w) リン酸に含まれるmg/L以下 (ppm) レベルの塩化物、硝酸、硫酸を測定するための理論、セットアップ、分析手順について説明します。

条件	
イオン排除	
カラム:	Dionex IonPac ICE-AS6
トラップカラム:	Dionex IonPac AG10, 4 mm
溶離液:	超純水
流量:	0.50 mL/min
イオンクロマトグラフィー	
分析用カラム:	Dionex IonPac AS11-HC, 2 mm
ガードカラム:	Dionex IonPac AG11-HC, 2 mm
濃縮カラム:	Dionex IonPac AG11-HC, 4 mm
溶離液:	20 mM水酸化ナトリウム、200 mM水酸化ナトリウムまで段階的に上げていく
流量:	0.38 mL/min
サンプル容量:	200 μ L
検出:	サプレッサー式電気伝導度
システム背圧:	16.5 MPa (2,400 psi) (濃縮カラムがインラインの状態)
バックグラウンド	
電気伝導度:	2~3 μ S

ピーク:	
1. 塩化物	36 μ g/L (ppb)
2. 未同定	-
3. 硫酸	750
4. 硝酸	15
5. リン酸	-



高純度85%リン酸に含まれる微量陰イオンの測定

 [テクニカルノートをダウンロード](#)

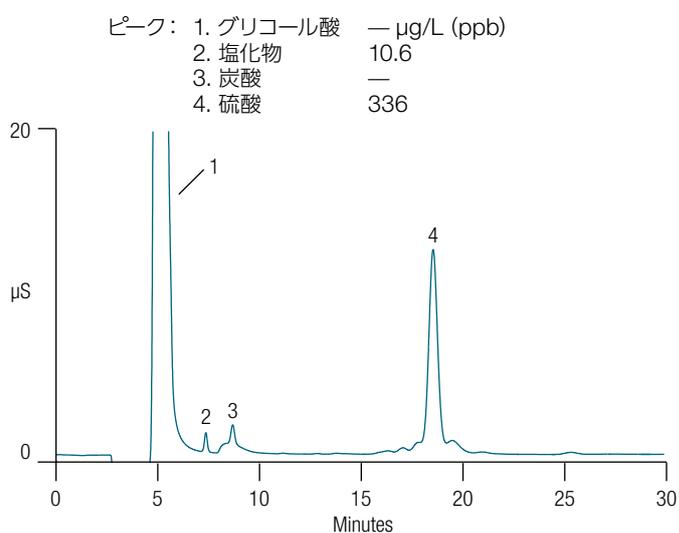
濃グリコール酸に含まれる微量陰イオンの測定

このテクニカルノートでは、グリコール酸に含まれる微量塩化物および微量硫酸の信頼性の高い測定方法を説明します。はんだ付け用フラックスに使用するグリコール酸にこれらのイオンが含まれていると、エレクトロニクス部品が腐食する可能性があります。これらのイオンの測定は、過剰なグリコール酸イオンがあると妨害されます。濃縮されたサンプルを希釈すれば、干渉マトリックスイオンの濃度を下げることができますが、対象汚染イオンに対する感度が失われます。この問題を克服するために、濃縮した弱い酸に含まれる微量陽イオンを測定できるよ

うに改良したメソッドが開発されました。このメソッドでは、イオン交換分離の前に、イオン除去分離によって、強酸の微量無機陰イオンを高濃度のグリコール酸から分離します。

このテクニカルノートでは、0.71~7.5% (v/v) グリコール酸に含まれるmg/L以下 (ppm) レベルの微量塩化物および微量硫酸を測定するための理論、セットアップ、分析手順について説明します。

条件	
イオン排除	
分析用カラム:	Dionex IonPac ICE-AS6
トラップカラム:	Dionex IonPac AG10, 4 mm
溶離液:	超純水
流量:	0.55 mL/min
イオンクロマトグラフィー	
分析用カラム:	Dionex IonPac AS9-HC, 2 mm
ガードカラム:	Dionex IonPac AG9-HC, 2 mm
濃縮カラム:	Dionex IonPac AG9-HC, 4 mm
溶離液:	8 mM炭酸ナトリウム 1.5 mM水酸化ナトリウム
流量:	0.25 mL/min
サンプル容量:	750 μ L
検出:	サプレッサー式電気伝導度
システム背圧:	13.8 MPa (2,000 psi) (濃縮カラムがインラインの状態)
バックグラウンド	
電気伝導度:	20 μ S



高純度グリコール酸に含まれる微量陰イオン



テクニカルノートをダウンロード

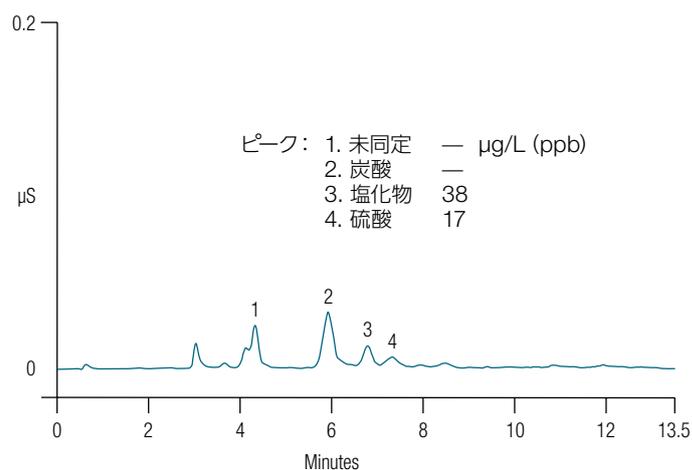
イオンクロマトグラフィーによる高硝酸マトリックスに含まれる微量陰イオンの測定

ウェハーのエッチングに使用される硝酸に塩化物汚染が生じると、半導体の歩留まりと信頼性が大きく低下するおそれがあります。従来の湿式化学法では、このような要求の厳しい微量陰イオンの測定には、感度も信頼性も不十分です。マイクロボアの Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS15カラムを使用してこのニーズに対処するために、直接注入法が開発されま

した。このアプリケーションノートでは、高濃度の硝酸イオンを含んでいる0.7% (v/v) 硝酸ならびにその他のマトリックスにおける塩化物、硫酸塩、リン酸塩を低 $\mu\text{g/L}$ (ppb) レベルまで測定するメソッドの理論的背景、セットアップ、分析手順について説明します。

条件

カラム:	Dionex IonPac AS15分析カラム、 2×250 mm Dionex IonPac AG15ガードカラム、 2×50 mm
トラップカラム:	Dionex IonPac ATC-1陰イオントラップ カラム、4 mm Dionex IonPac ATCカラム、2 mm
溶離液:	水酸化カリウム (溶離液ジェネレーター使用)
温度:	室温
ポンプ プログラム:	表1を参照
溶離液流量:	0.2 mL/min
検出:	サプレッサー式電気伝導度
バックグラウンド 電気伝導度:	1 μS (48 mM KOH)
システム背圧:	17.2 MPa (2,500 psi)
サンプル容量:	1 μL



7,000 ppm硝酸ナトリウムに含まれる微量陰イオン





表1. ポンププログラム

Time (min)	流量 (mL/min)	A (%)	注入バルブ	カラムバルブ	KOH濃度 (mM)	コメント
0.00	0.20	100	ロード	A ^{*1}	48	48 mM KOH、RDM “オン”、サンプルループのロード
4.30	0.20	100	ロード	B ^{*2}	48	RDM “オフ”
5.00	0.20	100	注入	B	48	注入
20.00	0.20	100	注入	B	48	分析分離終了
20.01	0.20	100	注入	B	100	クリーンアップステップ開始
40.00	0.20	100	注入	B	100	クリーンアップステップ終了
40.01	0.20	100	注入	B	48	平衡開始48 mM
60.00	0.20	100	注入	B	48	終了

※1 A = 注入

※2 B = ロード



アプリケーションノートをダウンロード

塩基

自動中和およびイオンクロマトグラフィーによる、塩基性溶液に含まれる微量陰イオンの測定

エレクトロニクス産業は、濃塩基に含まれる微量陰イオンを測定する分析手法を必要としています。きわめて低い濃度の陰イオンでも、電子機器における腐食、堆積不良、短絡の原因となるおそれがあります。特に $\mu\text{g/L}$ や ng/L の濃度のイオン種を特定する際は、サプレッサー式電気伝導度検出を行うイオンクロマトグラフィー (IC) が推奨される十分確立された方法です。高濃度の塩基性サンプルを直接分析することは困難です。高濃度の塩基性陰イオンによってカラムに過負荷がかかり、クロマトグラフィーと定量化の結果が不良となるためです。陰イオン分析の

前に高濃度の塩基を希釈すると、カラムにかかる過負荷の問題は軽減されますが、 $\mu\text{g/L}$ や ng/L の濃度の陰イオンを測定できなくなります。

このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Dionex™ AERS™ 500陰イオン電解再生サプレッサーを使用して、塩基性サンプルを中和する自動中和法について説明します。

条件	
カラム:	Dionex IonPac AG18-4 μm , 2 \times 30 mm Dionex IonPac AS18-4 μm , 2 \times 150 mm
グラジエント:	KOHグラジエント、23 mM KOH (-3~3.8分)、23~45 mM (3.8~5.5分)、45 mM (5.5~8分)、45~23 mM (8.0~8.1分)、23 mM (8.1~12分)
溶離液:	Dionex EGC 500 KOH溶離液ジェネレーターカートリッジ、Dionex CR-ATC 500陰イオントラップカラム (Integrion ICシステム用CR-ATC 600) および高圧脱気モジュール
流量:	0.25 mL/min
注入量:	100 μL
カラム温度:	30°C
サンプル調製	
超純水 キャリアー	Dionex AXPポンプ、1 mL/min (図3~7、9、10)、Dionex IonPac ATC-HC 500陰イオントラップカラム、9 \times 75 mm Dionex AXPポンプ、0.5 mL/min (図7および8)、Dionex IonPac ATC-HC 500陰イオントラップカラム、9 \times 75 mm

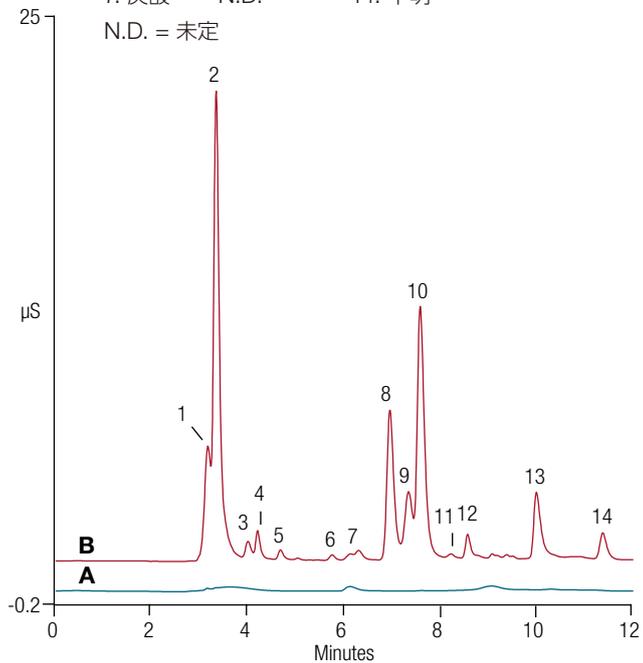
自動中和:	Dionex AERS 500陰イオン電解再生サプレッサー、4 mm、リサイクルモード (後継機はDionex ADRS 600です)
中和サブ レッサー電流:	A: アミン溶液には300 mA (図3~7、9、10) B: 強塩基溶液には490 mA (図7および8)
濃縮カラム:	Dionex UTAC-LP2、4 \times 35 mm
コンパート メント温度:	15°C
検出:	サプレッサー式電気伝導度
実行時間:	12.5分
バックグラ ウンド伝導度:	1 μS 未満
ノイズ:	約1 nS
システムの 背圧:	約3,000 psi





ピーク:	A	B	
1. 酢酸	N.D.	8. 臭化物	564 µg/L
2. ぎ酸	N.D.	9. 不明	-
3. 塩化物	23.1 µg/L	10. 硫酸	515
4. 不明	-	11. 硝酸	N.D.
5. 不明	-	12. 不明	-
6. 不明	-	13. リン酸	354
7. 炭酸	N.D.	14. 不明	-

 [アプリケーションノートをダウンロード](#)



超純水 (A) および0.1 M水酸化テトラブチルアンモニウム (TBAOH) ACSグレード溶液 (B)

遷移金属

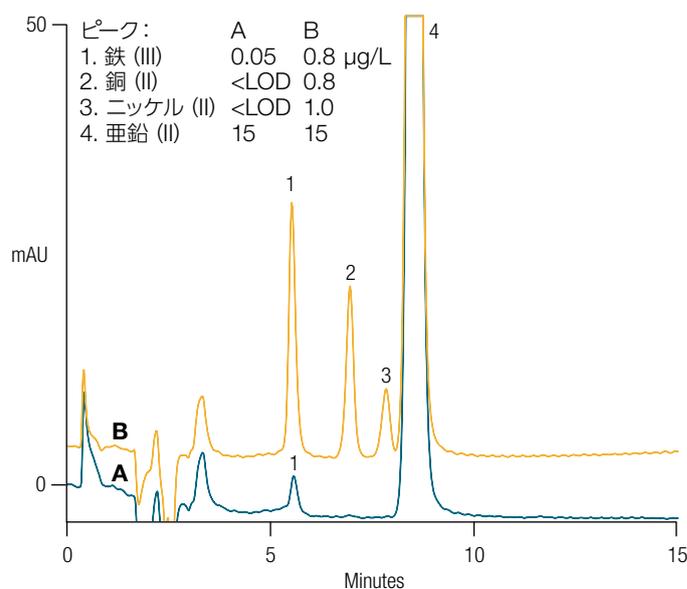
イオンクロマトグラフィーを使用した電力産業の水に含まれる遷移金属の高速高感度測定

このアプリケーションノートでは、発電所の水の分析に焦点を当てますが、ここで説明するメソッドは、遷移金属の測定が製造プロセスの重要な部分となるような、半導体製造などのその他の産業にも関連します。

このアプリケーションノートでは、沸騰水、ならびに原子力発電所の加圧水型原子炉 (PWR) の一次冷却回路に含まれる鉄 (III)、銅 (II)、ニッケル (II)、亜鉛 (II) の $\mu\text{g/L}$ 未満および低 $\mu\text{g/L}$ 濃度における測定に対して、530 nm での吸光度を検出する IC

メソッドを評価しました。ピリジン-2,6-ジカルボン酸 (PDCA) を溶離液とする Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ CS5A カラムでは、加圧水型原子炉の一次冷却代替マトリックスを構成する高濃度のホウ酸とリチウムの存在下であっても、4種のターゲット遷移金属を10分未満で分離することができました。超純水およびホウ酸/水酸化リチウムマトリックスにおけるターゲット分析では、亜鉛の添加の有無にかかわらず優れた回収率が達成されました。

条件	
カラム:	Dionex IonPac CG5A, 2×50 mm Dionex IonPac CS5A, 2×250 mm
溶離液:	7.0 mMピリジン-2,6-ジカルボン酸 (PDCA) 66 mM水酸化カリウム 5.6 mM硫酸カリウム 74 mMギ酸
流量:	0.3 mL/min
濃縮カラム:	Dionex IonPac TCC-2
容積濃度:	4.7 mL
カラム温度:	30°C
ポストカラム:	0.24 mM 4- (2-ピリジルアゾ) レゾルシノール (PAR) 1.0 M 2-ジメチルアミノエタノール 0.50 M水酸化アンモニウム 0.30 M重炭酸ナトリウム
PCR流量:	0.15 mL/min (40~60 psi)
PCRミキサー:	125 μL ニット反応コイル, 2 mm
検出:	530 nmでの吸光度
ノイズ:	約0.12 mAU/min
背圧:	2,150 psi
実行時間:	20分



PWR代替マトリックスに含まれる遷移金属のクロマトグラム (2,000 mg/L B + 3.8 mg/L Li + 15 $\mu\text{g/L}$ Zn²⁺)
微量A: PWR代替マトリックス 微量B: 0.8 $\mu\text{g/L}$ Fe³⁺、Cu²⁺、1.0 $\mu\text{g/L}$ Ni²⁺を添加したPWR代替マトリックス



アプリケーションノートをダウンロード



イオンクロマトグラフィーによる遷移金属の測定

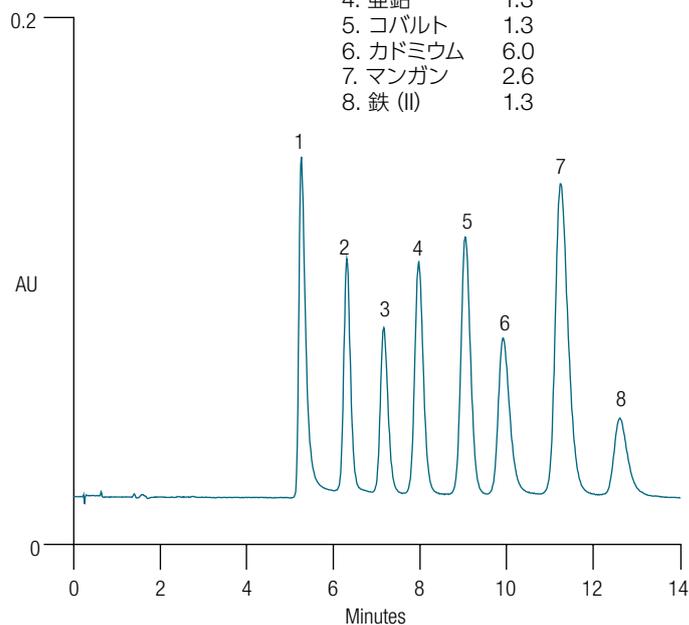
金属イオンは、複数の異なる形態で存在している場合があります。金属イオンの形態を決定する因子は、錯体形成の程度と酸化の状態です。多くのサンプルで、金属イオンは水和物の形で存在します。水和金属イオンは、有機酸、アミノ酸などの弱いリガンドによっても錯体を形成できます。これらのリガンドは、通

常、IC溶離液で使用されている錯化剤によって置き換えられます。このアプリケーションノートでは、陽イオン交換クロマトグラフィーをポストカラム反応およびUV検出とともに使用して、水和金属イオンおよび弱く結合した錯体金属イオンの総量を測定します。

条件、メソッドA

カラム:	Dionex IonPac™ CS5A分析用カラムおよびCG5Aガードカラム
溶離液:	Dionex MetPac PDCA溶離液
流量:	1.2 mL/min
注入容量:	50 µL
混合装置:	375 µLニット反応コイル
ポストカラム試薬:	0.5 mM PAR、Dionex MetPac PARポストカラム希釈液内
試薬流量:	0.7 mL/min
検出器波長:	530 nm

ピーク:	1. 鉄 (III)	1.3 mg/L
	2. 銅	1.3
	3. ニッケル	2.6
	4. 亜鉛	1.3
	5. コバルト	1.3
	6. カドミウム	6.0
	7. マンガン	2.6
	8. 鉄 (II)	1.3



Dionex IonPac CS5AカラムをPDCA、メソッドAの条件で使用した遷移金属の分離

[↓ テクニカルノートダウンロード](#)

キレート化イオンクロマトグラフィーを使用した、試薬グレードの酸、塩基、塩、有機溶媒に含まれる微量遷移金属の測定

半導体デバイスの製造で使用される濃酸に含まれる遷移金属の最大許容レベルに関するSEMI (国際半導体製造装置材料協会) による仕様は、0.1~1.0 ppbの範囲内です。通常は、分析測定に先立って、手間のかかる手作業の予備濃縮法を行う必要があります。キレート化イオンクロマトグラフィー法 (キレート化IC) は、イオンクロマトグラフィーによる分離とポストカラム誘

導体化によって、サンプルの予備濃縮ステップと微量遷移金属の直接測定を可能にします。

このアプリケーションノートでは、微量金属グレードの試薬に含まれる微量遷移金属をキレート化ICによって測定するメソッドを説明します。濃縮微量金属グレード試薬に含まれるほとんどの成分の検出限界は、ppb以下の範囲内です。

キレート化濃縮遷移金属

カラム: Dionex MetPac CC-1, Dionex TMC-1

溶離液: E1: H₂O
E2: 2.0 M酢酸アンモニウム、pH 5.4±0.1
E3: 2.0 M硝酸
E4: 0.10 M硝酸塩アンモニウム、pH 3.5±0.3

グラジエントプログラム、システム1

t (min)	%E1	%E2	%E3	E4	V5	V6	流量 (mL/min)
0.0	0	100	0	0	1	0	3.0
0.1	0	100	0	0	1	1	3.0
2.5	0	100	0	0	1	1	3.0
2.6	72	0	28	0	0	1	3.0
5.0	72	0	28	0	0	1	1.0
5.1	0	0	0	100	0	0	3.0
6.6	0	0	0	100	1	0	1.0
6.7	0	0	100	0	1	1	3.0
7.7	0	0	100	0	1	1	3.0
7.8	0	100	0	0	1	1	3.0
9.3	0	100	0	0	1	1	3.0
9.4	100	0	0	0	1	1	0.0

グラジエントプログラム、システム2

t (min)	%E1	%E2	%E3	E4	V5	V6	流量 (mL/min)
0.0	0	100	0	0	1	0	3.0
2.0	0	100	0	0	0	1	2.0
5.0	0	100	0	0	1	0	3.0
7.0	0	100	0	0	1	0	1.2
7.1	50	0	50	0	1	1	1.2
12.0	50	0	50	0	1	1	1.2
12.1	0	0	0	100	1	1	2.0
13.0	0	0	0	100	0	0	3.0
15.0	0	0	0	100	0	0	3.0
15.1*	0	0	100	0	1	0	4.0
16.0	0	0	100	0	1	0	4.0
17.0	0	0	100	0	1	0	4.0
18.0	0	100	0	0	1	0	0.0

*サンプル分析を開始

分析クロマトグラフィー — 遷移金属

カラム: Dionex IonPac CS5

溶離液: 0.0060 Mピリジン-2,6-ジカルボン酸、
0.090 M酢酸、0.040 M水酸化ナトリウム
または
0.050 Mシュウ酸、
0.095 M水酸化リチウム

溶離液流量: 1.0 mL/min

ポストカラム誘導体化

試薬: 4×10⁻⁴ M 4- (2-ピリジルアゾ) レゾルシノール
1.0 M 2-ジメチルアミノエタノール
0.50 M水酸化アンモニウム
0.30 M重炭酸ナトリウム

試薬添加: 膜反応器またはT字合流配管

試薬流量: 0.5 mL/min

反応器: 充填またはニット反応コイル

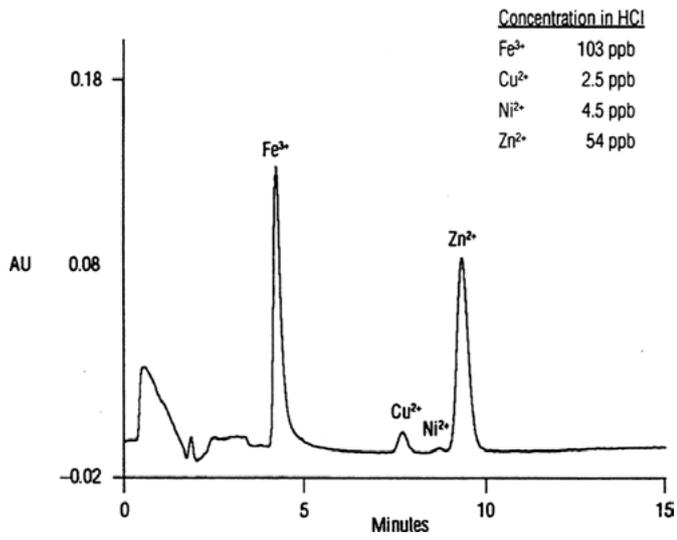
検出

検出器: 可視光吸光度、VDMまたはUDM

波長: 520または530 nm

時間定数: 1秒





 [アプリケーションノートをダウンロード](#)

塩酸に含まれる微量金属

めっき槽

銅の電気化学析出 (ECD) 用のめっき槽は、正しい特性の金属付着を確実にするために、組成が十分に管理されていて汚染物質のない状態になっている必要があります。正しい伝導性を確保し、電子移動による劣化を最小限に抑えるために、銅の厚さ、結晶の方向、粒度が最適化されている必要があります。Thermo Scientific Dionex装置を使用すれば、オンラインサンプリングまたはグラブサンプリングを通じて、添加材の濃度、めっき槽の組成、めっき槽の汚染物質を測定し、めっき堆積の品質を確保できます。

このセクションでは、以下の用途について説明します。

- 汚染物質
- 添加剤

汚染物質

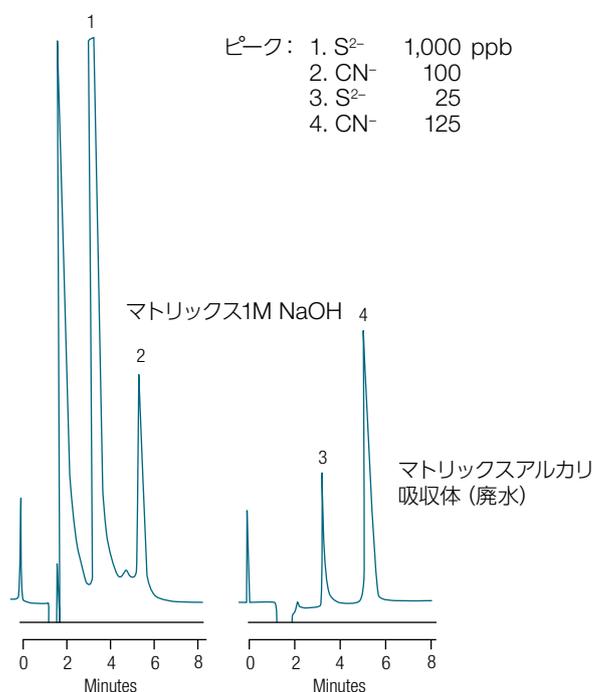
強アルカリ溶液に含まれるシアン化物の測定

水に含まれる総シアン化物は、通常、サンプルに酸を加え加熱蒸留することで、遊離したHCNガスを強アルカリ吸収溶液に捕捉することによって測定します。捕捉溶液を分析するためのほとんどのメソッドにおいて、pH上限は12.5~13です。このアプリケーションノートで説明する直接注入法では、pH 14までの範囲で溶液に含まれるシアン化物を測定できます。これに

より、吸収溶液（米国EPAメソッド335.2で指定される1.25 M NaOH溶液など）を希釈やその他の前処理なしで迅速に分析できます。また、この手法は、滴定法や分光光度法のように多くの干渉に影響されることはなく、自動分析に非常に適しています。

条件

カラム:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac AS7
溶離液:	0.5 M酢酸ナトリウム 0.1 M水酸化ナトリウム 0.5%エチレンジアミン
流量:	1 mL/min
検出器:	電気化学検出器、銀作用電極、Ag/AgCl 参照電極



強アルカリ溶液に含まれるシアン化物



アプリケーションノートをダウンロード

適用可能な新しいシアン化物測定法については、[Application Note 227](#) [Determination of Total Cyanide in Municipal Wastewater and Drinking Water Using Ion-Exclusion Chromatography with Pulsed Amperometric Detection] をダウンロードしてください。

添加剤

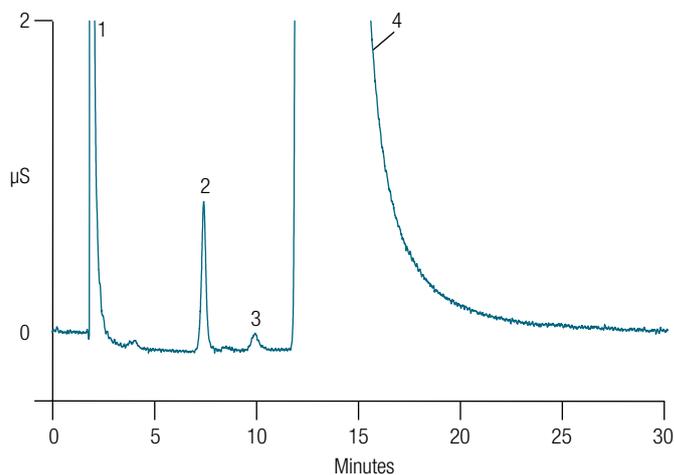
酸性銅めっき浴に含まれる塩化物の測定

酸性銅めっき浴に含まれる塩化物を測定するには、イオンクロマトグラフィーが便利な方法です。酸性銅めっき浴は、半導体ウェハーへの銅の堆積に使用されます。銅堆積の品質には塩化物の濃度が重要な役割を果たすため、塩化物の濃度を監視することが重要です。この分析に関して、ICは標準的な湿式化学法と比べ、より高速かつ高精度な手法です。

条件					
カラム:	Dionex IonPac AG15, AS15, 4 mm				
溶離液:	30 mM水酸化カリウム (溶離液ジェネレーター使用)				
流量:	1.2 mL/min				
サンプル容量:	25 µLの銅めっき浴, 1:100希釈				
検出:	サプレッサー式電気伝導度				
ポンププログラム:					
Time (min)	流量 (mL/min)	%A	バルブ	KOH 濃度 (mM)	コメント
初期	1.2	100	ロード	30	サンプルループのロード
0.00	1.2	100	注入	30	注入
30.00	1.2	100	ロード	30	取得終了
バックグラウンド					
電気伝導度:	1 µS				
システム背圧:	16.5 MPa (2,400 psi)				

このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS15カラムを使用して、銅めっき浴に含まれる塩化物を測定するためのセットアップと手順を説明します。

ピーク: 1. 未同定
2. 塩化物 0.47 mg/L
3. 炭酸 -
4. 硫酸 -



酸性銅めっき浴に含まれる塩化物の測定



アプリケーションノートをダウンロード

半導体エッチング浴に含まれる陰イオン性フルオロケミカル界面活性剤の測定

半導体の酸性エッチング溶液では、湿潤剤としてフッ素系界面活性剤を使用します。酸エッチングでは、二酸化ケイ素に微細パターンを彫り込みます。半導体デバイスの製造中に酸エッチング溶液によるウェハー表面の湿潤が不十分だと、小さな泡が形成されて空気の閉じ込めが発生する場合があります。この気泡がエッチングされる領域の一部を覆うと、レジスト表面の微細な穴に架橋ができて、デバイスに短絡が発生するおそれがあります。

少量の界面活性剤を添加すると、酸エッチング溶液の湿潤特性が向上し、空気の閉じ込めをなくすることができます。

このアプリケーションノートでは、イオンクロマトグラフィーによってエッチング浴（フッ化水素酸／フッ化アンモニウム）に含まれる低mg/L (ppm) 量の陰イオン性フッ素系界面活性剤FC-93を測定するための技術、装置、メソッドについて説明します。

条件

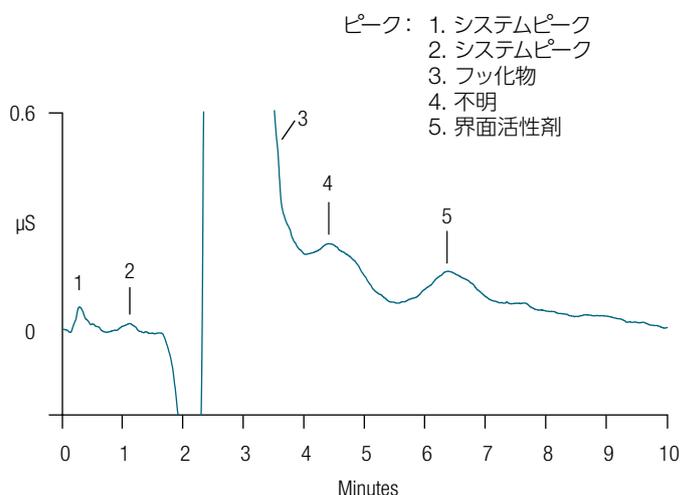
濃縮カラム:	Dionex IonPac NG1ガードカラム、 4×50 mm (P/N 39567)
分析用カラム:	OmniPac PAX-500分析用カラム、 4×250 mm (P/N 042152) OmniPac PAX-500ガードカラム、 4×50 mm (P/N 042153)
溶離液:	A: 20 mM水酸化ナトリウム B: アセトニトリル
溶離液組成:	55% A/45% B
溶離液流量:	1 mL/min
洗浄試薬:	超純水
洗浄流量:	2 mL/min
洗浄時間:	20分
合計実行時間:	30分
サンプル容量:	100 μL
検出:	サブレッサー式電気伝導度

システムの背圧: 1,500~2,000 psi (10.3~13.8 MPa)

バックグラウンド伝導度: 0.3~3 μS

ポンププログラム:

時間	%A	%B	バルブ1	バルブ2	備考
初期	55	45	ロード	注入	
0.0	55	45	ロード	ロード	サンプルループの 充填
1.1	55	45	注入	ロード	NG1へのサンプル
20.5	55	45	ロード	注入	サンプリング開始*
30.0	55	45	ロード	注入	サンプリング完了



エッチング浴に含まれる5 mg/L (ppm) 界面活性剤



アプリケーションノートをダウンロード

液体クロマトグラフィーによる酸性銅めっき浴に含まれる添加剤と副生成物の測定

半導体ウェハーへの銅の堆積には、電解銅めっきシステムが使用されます。酸性銅めっき浴の主な成分は、硫酸銅、硫酸、塩酸です。さまざまな独自の添加剤が使用され、銅堆積の品質に影響を及ぼします。めっき浴では、時間が経過するにつれて、めっきプロセスの結果として特定の副生成物が形成されていきます。

クロマトグラフィーを使用すれば、個々の添加剤および副生成物を定量測定できます。これらの成分のレベルを追跡することで、めっき浴の品質を確保できます。このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ NS1カラムを吸光度検出と一緒に使用して、酸性銅めっき浴に含まれる添加剤と副生成物を測定します。

浅い勾配のグラジエントにおけるクロマトグラフィー条件

カラム:	Dionex IonPac NS1分析用カラム、 10 µm、4×250 mm Dionex IonPac NG1ガードカラム、 10 µm、4×35 mm
溶離液流量:	2.0 mL/min
検出:	UV、246 nmまたは200~325 nm、PDA
サンプル容量:	10または500 µL
システム背圧:	13.1 MPa (1,900 psi)

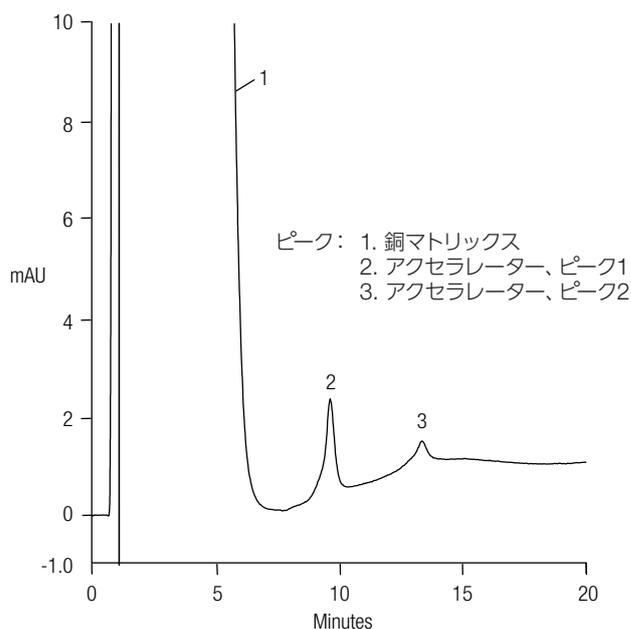
浅い勾配のグラジエントのプログラム

V = 注入バルブ

E1 = 100 mN 硫酸

E2 = アセトニトリル

Time (min)	V	% E1	% E2	説明
0 min	ロード	97.5	2.5	初期
0.1	注入	97.5	2.5	サンプル注入、 グラジエント開始
2.5	注入	95	5	
18	注入	10	90	
20	注入	97.5	2.5	グラジエント終了
22	注入	97.5	2.5	初期条件に戻る



電解前の酸性銅めっき浴の分析 (浅い勾配のグラジエント)



アプリケーションノート全体をダウンロード

酸性銅めっき浴に含まれる抑制剤の測定

半導体ウェハーへの銅の堆積には、電解銅めっきシステムが使用されます。酸性銅めっき浴の主な成分は、硫酸銅、硫酸、塩酸です。独自の抑制剤が使用され、銅堆積の品質に影響を及ぼします。

条件	
溶離液流量:	1.0 mL/min
検出:	蒸発光散乱
蒸発器温度:	80°C
ネブライザー温度:	75°C
窒素流量:	1.0 L/min
検出器出力:	10ボルトフルスケール
サンプル容量:	100 µL

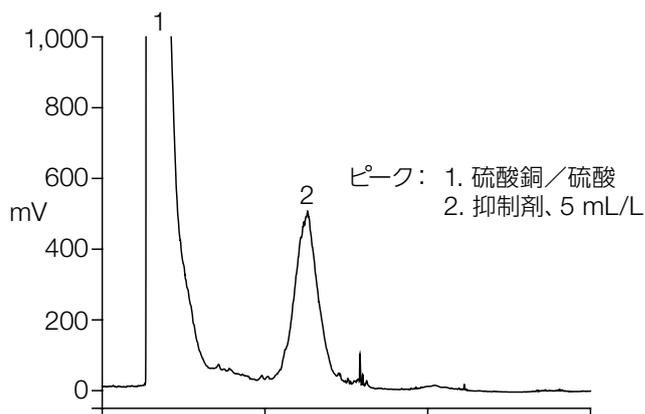
Time (min)	V	% E1	% E2	説明
-5	ロード	60	40	サンプルのロード
0	注入			データ取得開始
2	注入	60	40	40~90%アセトニトリルでのグラジエント
7	注入	10	90	グラジエント終了、90%アセトニトリルで保持
10	注入	10	90	90~40%アセトニトリルでのグラジエント
15	注入	60	40	データ取得終了

V = 注入バルブ

E1 = 超純水

E2 = アセトニトリル

このアプリケーションノートでは、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ NS1カラムを蒸発光散乱度検出器と一緒に使用して、酸性銅めっき浴に含まれる2種類の異なる独自抑制剤を測定します。



電解前の酸性銅めっき浴に含まれるEnthoneサプレッサーの測定

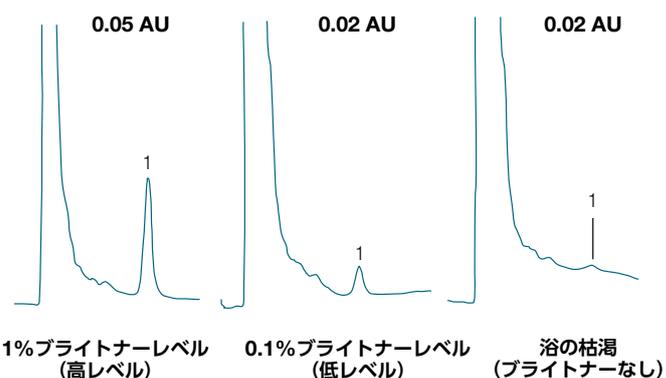


アプリケーションノートをダウンロード

酸性銅浴に含まれるCopper Gleam PCMまたはCopper Gleam PC

Copper Gleam™ PCMまたはCopper Gleam PCにおける活性度の高い主要成分は、酸性銅めっき浴で下限0.01%まで測定できます。製造元の推奨濃度範囲は0.4%~1.0%です。このアプリケーションノートでは、この測定について説明します。

条件	
カラム:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ NS1
溶離液:	10 mN H ₂ SO ₄ 10% CH ₃ CN
流量:	1 mL/min
サンプル容量:	50 µL
検出:	UV/Vis、254 nm



イオンクロマトグラフィーによる、酸性銅めっき浴に含まれるブライトナーの測定



アプリケーションノートをダウンロード

電解硫酸ニッケル浴に含まれるサッカリン

サッカリンは、電解ニッケル堆積の引張強度を低下させ、濃度が高くなると圧縮応力を引き起こす可能性があります。クラスIIニッケルブライトナーが存在しないと、サッカリンからめっきに硫黄が導入される可能性があり、引張強度が大きく、硬度が高く、延性が比較的低い堆積が生成されます。他のニッケルブライトナーが存在しない状態でサッカリンがあると、曇った比較的光沢のないめっきが生成されます。

条件

カラム: Thermo Scientific™ OmniPac™ PAX-500

溶離液: A. 30 mM硫酸、5%アセトニトリル
B. 30 mM硫酸、25%アセトニトリル

流量: 1 mL/min

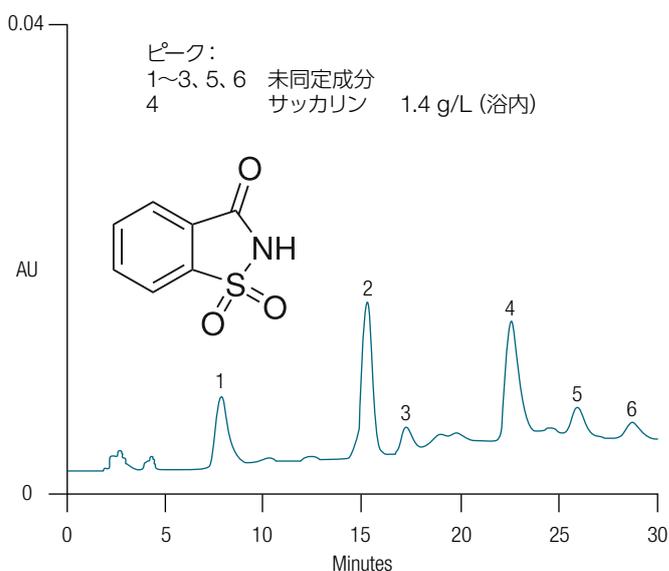
注入容量: 25 μ L

検出: UV, 225 nm

グラジエントプログラム:

Time	%A	%B
0.0	100	0
20.0	0	100
30.0	0	100

このアプリケーションノートでは、イオンクロマトグラフィーシステムへの直接注入を使用して、硫酸ニッケル浴溶液に含まれるサッカリンを測定します。



稼働中の電解硫酸ニッケル浴に含まれるサッカリン



アプリケーションノートをダウンロード

プロセスおよび環境からの汚染物質

電子デバイスの製造メーカーは、一般に、めっき、マスキング、はんだ付け、すすぎ、エッチング、洗浄などを含む一連の化学的作業および機械的作業を行います。各作業が、それを行う環境と併せて、デバイスまたはアセンブリに何らかの影響を及ぼします。プロセスや製造環境が異なることによって、それらに固有の化学的な特徴がデバイスに残ります。犯罪科学捜査で犯人の追跡に指紋が使用されるのと同じように、製造プロセスや

現場故障をトラブルシューティングして、根本原因を理解し、是正措置を取る際には、分析技術を使用できます。イオン汚染は、製造中に電気デバイスに接触した材料（手袋など）にも見られます。こうした製造用の消耗品から汚染が製品に運ばれることがあるため、消耗品に汚染がないかの検査も必要になる場合があります。

品質管理分析アプリケーション

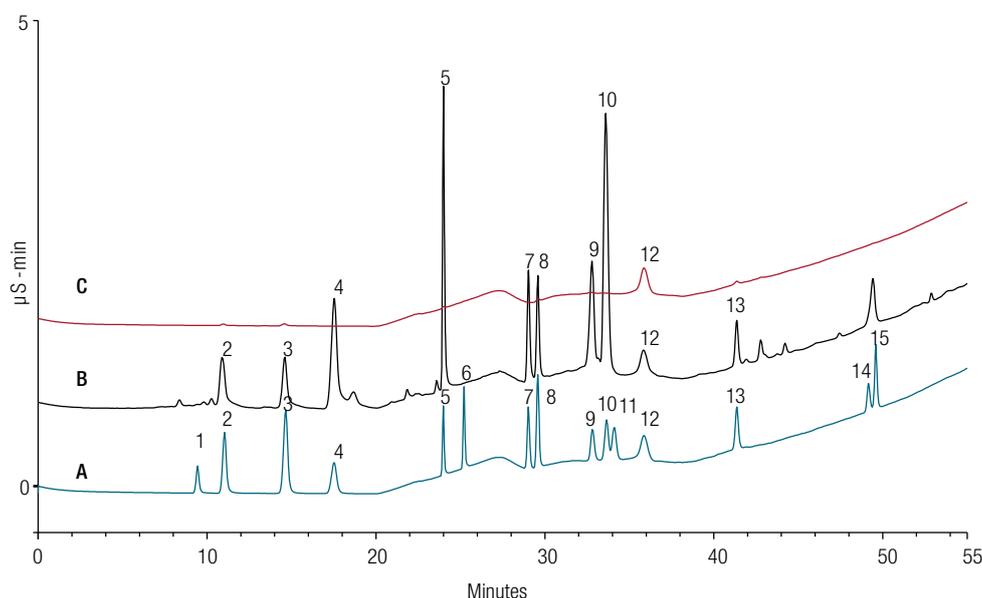
HPICを使用したIPC-TM-650メソッド2.3.28による、プリント基板表面の陰イオンの測定

プリント基板産業では、プリント基板表面のイオン清浄性と、試験中や現場での腐食、電気化学的移動、樹枝状成長、リーク電流、短絡などとの関係に以前から関心が集まってきました。清浄性評価に関する初期の方法には、溶剤抽出物抵抗 (ROSE) があります。この方法では、検査対象の表面に溶剤を流した後、溶剤の伝導率を測定します。この手法の主な短所は、測定された伝導率を生成した特定のイオン種を検出できないことです。

イオン清浄性の評価には、イオンクロマトグラフィー (IC) が重要な技術になっています。個々のイオンを検出するこの技術により、汚染源のトラブルシューティングが迅速に行えるようになり、各イオン種の有害な影響について予測しやすくなります。

このアプリケーションノートでは、IPC-TM-650メソッド2.3.28に記載されている抽出手順に従って、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS11-HC-4μmカラムおよびThermo Scientific™ Dionex™ ICS-5000+ HPIC™システム※を使用して、PCB表面の抽出可能な陰イオン汚染物質を、無機陰イオンおよび弱い有機酸も含めて測定するICメソッドについて説明します。

※Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-6000 HPIC™システムを使用した場合、同等またはよりよい結果を得られます。



(A) 14種類の陰イオン標準液の混合液、(B) PCBアセンブリB、(C) PCBブランクBにおけるDionex IonPac AS11-HC-4 μmカラム上のPCBアセンブリBとPCBブランクBの分離

ピーク	標準液	PCBアセンブリA mg/L	PCBブランクA
1. フッ化物	0.250	—	—
2. 酢酸	2.50	3.08	0.0993
3. ぎ酸	2.50	1.99	0.112
4. メタンスルホン酸	2.50	8.42	—
5. 塩化物	0.750	2.76	0.123
6. 亜硝酸	1.25	—	—
7. 臭化物	2.50	4.43	—
8. 硝酸	2.50	2.83	0.147
9. アジピン酸	2.50	9.64	—
10. コハク酸	2.50	19.2	—
11. リンゴ酸	2.50	—	—
12. 炭酸	N/A	N/A	N/A
13. 硫酸	1.25	1.27	0.118
14. フタル酸	2.50	—	—
15. リン酸	3.75	—	—
"—" = < LOQ			
N/A. = 該当なし			





条件		
カラム:	Dionex IonPac AG11-HC-4 μ mガード カラム、2×50 mm (P/N 078036) Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m 分析用カラム、2×250 mm (P/N 078035)	
溶離液A:	KOH (溶離液ジェネレーター使用)	
溶離液B:	メタノール (CH ₃ OH)	
グラジエント:		
Time (min)	KOH (mM)	
-5.00	1	
0.00	1	
17.00	1	
24.00	15	
35.30	15	
54.60	60	
54.61	1	
55.00	1	
ポンプ_1:	マルチステップグラジエント	
Time (min)	B (%)	カーブ
-5.00	0	5
0.00	0	5
22.00	0	5
24.00	10	5
39.30	12	5
51.00	10	5
54.60	0	5
55.00	0	5

ポンプ_1流量:	0.38 mL/min
ポンプ_2:	サプレッサー用の水を供給
ポンプ_2流量:	0.76 mL/min
注入量:	5 μ L
温度:	40°C (カラムコンパートメント)、 25°C (検出器コンパートメント)
システムの背圧:	約4,000 psi (1 mM KOH/0% CH ₃ OH)、 約4,900 psi (22 mM KOH/12% CH ₃ OH)
検出:	サプレッサー式電気伝導度
バックグラウンド	
伝導度:	約0.5 μ S
実行時間:	60分

 **アプリケーションノートをダウンロード**

電子部品の抽出物に含まれる微量陰イオン汚染の監視

電子部品のイオン汚染を分析する際に選択されるメソッドは、イオンクロマトグラフィーです。湿気が存在すると、一部の陰イオン（特に塩化物と硫酸）は低濃度の無機酸を形成し、腐食を発生させます。イオンクロマトグラフィーは、プリント基板、半導体ウェハー、ディスクドライブ部品におけるイオン汚染の測定に活用されてきました。

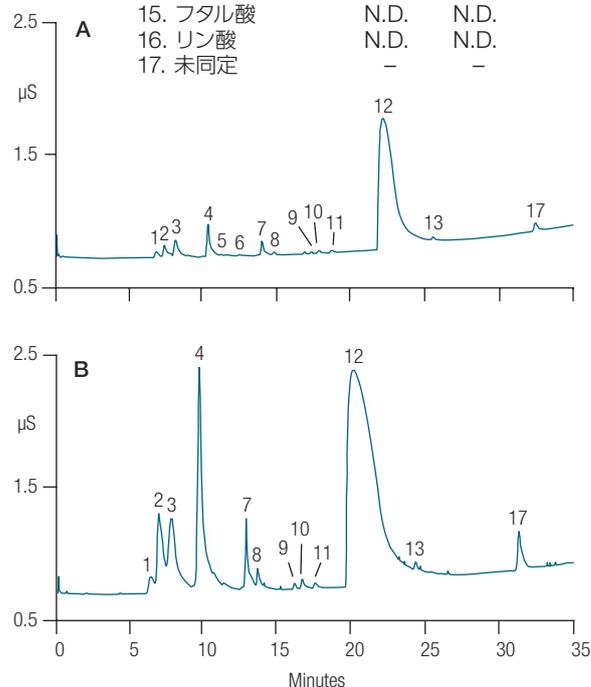
最新のディスクドライブはヘッドとディスクの隙間が非常に小さいため、部品の清浄性がドライブの性能と信頼性にきわめて重

要です。陰イオンは、ドライブ部品に発生する可能性のある汚染物質の1つです。製造に入る前にドライブ部品の包括的な陰イオン分析を行うと、腐食やヘッドとディスクの隙間の不具合の発生を大幅に減らすことができます。

このアプリケーションノートでは、大量直接注入または濃縮を使用した、ディスクドライブ部品の抽出物に含まれる微量陰イオンの測定について説明します。

条件	
溶離液:	水酸化カリウム (溶離液ジェネレーター使用)
温度:	30°C
溶離液流量:	0.5 mL/min
検出:	サプレッサー式電気伝導度
バックグラウンド	
電気伝導度:	1 μ S (40 mM KOH)
システム背圧:	15.2~16.6 MPa (2,200~2,400 psi)
サンプル容量:	直接注入法に1 mL、または濃縮法に5 mL

ピーク:	A	B
	μ g/L	μ g/L
1. 未同定	-	-
2. フッ化物	1.2	2.2
3. 酢酸	4.7	6.7
4. ぎ酸	4.6	8.8
5. アクリル酸	0.31	-
6. メタクリル酸	0.15	-
7. 塩化物	1.1	1.4
8. 亜硝酸	0.10	0.85
9. 臭化物	0.14	0.24
10. 硝酸	0.21	0.29
11. 安息香酸	0.56	0.83
12. 炭酸	-	-
13. 硫酸	0.27	0.22
14. シュウ酸	N.D.	N.D.
15. フタル酸	N.D.	N.D.
16. リン酸	N.D.	N.D.
17. 未同定	-	-



ディスクドライブの隙間からの超純水抽出物の分析
(A) 1 mL直接注入、(B) 5mL濃縮

[↓ アプリケーションノートをダウンロード](#)

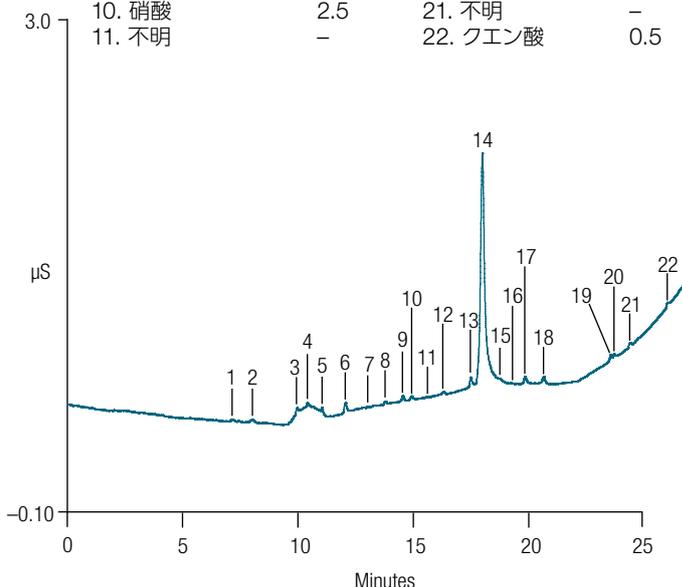
溶離液ジェネレーターを用いたイオンクロマトグラフィシステムを使用した、電子部品の抽出物に含まれる微量陰イオン汚染の監視

電子部品の陰イオン汚染レベルを低く維持すれば、部品の故障発生を減らすことができます。AN153でのICメソッドにより、1 mL直接注入または5 mLサンプル濃縮の後で、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS17カラムにおける14種類の無機陰イオンと有機酸の分離が実証されました。このアプリケーションノートでは、AN153で使用されたプログラムとよく似

ているものの、より高速な水酸化物グラジエントプログラムで、異なる組み合わせの14種類の陰イオンを分離します。AN153で測定した陰イオンとの違いは、亜硝酸とフタル酸が2-エチルヘキサン酸とクエン酸に置き換わったことです。2-エチルヘキサン酸は、ディスクドライブ産業でよく使用される接着剤の副生成物です。

条件	
カラム:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS17, 4×250 mm
ガード:	Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AG17, 4×50 mm
溶離液:	KOH (溶離液ジェネレーター使用)
グラジエント:	
Time (min)	濃度 (mM)
-7.0	0.3
0.0	0.3
7.0	0.3
20.0	15
25.0	40
26.9	40
27.0	0.3
流量:	1 mL/min
温度:	30°C
サンプル	
ループ:	25 µL
検出:	サプレッサー式電気伝導度

ピーク:	濃度	物質名	濃度
1.	1.0 µg/L	フッ化物	12. 安息香酸
2.	5.0	酢酸	13. 不明
3.	3.0	ギ酸	14. 炭酸
4.	5.0	アクリル酸	15. 不明
5.	5.0	メタクリル酸	16. 不明
6.	0.75	塩化物	17. 硫酸
7.	-	不明	18. シュウ酸
8.	10.0	2-エチルヘキサン酸	19. リン酸
9.	3.0	臭化物	20. 不明
10.	2.5	硝酸	21. 不明
11.	-	不明	22. クエン酸



陰イオンと有機酸標準液の低濃度混合液の分離



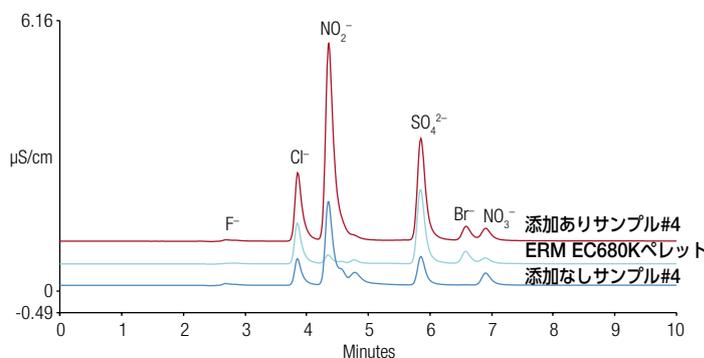
アプリケーションノートをダウンロード

燃焼イオンクロマトグラフィーを使用したポリエチレン材料に含まれる塩素、臭素、硫黄の測定

ポリエチレン (PE) は、エチレンの重合 (炭化水素単量体を長い直鎖状につなげるプロセス) により生成される熱可塑性プラスチックです。ポリエチレンは、梱包材 (ビニール袋、プラスチックフィルム、ボトルなどの容器など) に幅広く使用されています。プラスチック材料は、プラスチックポリマーのみで構成されているというわけではありません。多くの場合、ハロゲンおよび硫黄を含む化合物が、可塑剤、難燃剤、熱安定剤として添加されます。プラスチック/ポリマーの普及とそれに伴う環境への影響を考えると、ポリエチレン材料を廃棄またはリサイクルする際には、ハロゲンと硫黄の含有量を知ることが重要です。

燃焼イオンクロマトグラフィー (CIC) が、さまざまな難しいサンプルにおけるハロゲンと硫黄の測定に使用できることが実証されています。このアプリケーションノートでは、CICシステムがプラスチックサンプルに含まれるハロゲンと硫黄の定性分析および定量分析の自動化に使用できることを紹介します。プリント基板に含まれるハロゲンの測定にも同様のメソッドを使用でき、特定有害物質使用規制 (RoHS)、WEEE (廃電気電子機器指令) などの各種規制によって課される制限に準拠できます。

条件	
カラム:	Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m、 分析用カラム、2 \times 250 mm Dionex IonPac AG11-HC-4 μ m、 ガードカラム、2 \times 50 mm
溶離液:	25 mM KOH (溶離液ジェネレーター使用)
流量:	0.38 mL/min
サンプルループ:	100 μ L
カラム温度:	30 $^{\circ}$ C
コンパートメント 温度:	15 $^{\circ}$ C
検出:	サプレッサー式電気伝導度
システムの背圧:	約4,050 psi
バックグラウンド 伝導度:	約0.1~0.2 μ S/cm
ノイズ:	0.2~0.4 nS/cmピーク間
実行時間:	10分



添加なしサンプル4、ERM EC680Kペレット、ERMペレットを添加したサンプル4のクロマトグラム



アプリケーションノートをダウンロード

革新的な分析技術

Thermo Scientific™ Dionex™イオンクロマトグラフィーシステムは、自動溶離液生成 (EG)、高圧 (HPIC)、キャピラリー対応、4 μmカラムなどの革新的な機能を備えており、イオンクロマトグラフィー分析の最先端を行く製品です。サーモフィッシャーサイエンティフィックの各システムでは、使いやすいThermo Scientific™ Chromeleon™クロマトグラフィーデータシステム (CDS) ソフトウェアが使用されています。

Thermo Scientific Dionexイオンクロマトグラフィーシステム



Thermo Scientific™
Dionex™ Integrion™
HPIC™ システム



Thermo Scientific™
Dionex™ ICS-4000
キャピラリーICシステム



Thermo Scientific™ Dionex™
ICS-6000 HPIC™システム



燃焼イオンクロマトグラフィーシステム



Thermo Scientific™
Dionex™ Integral
プロセス分析システム

詳細はこちらをご覧ください thermofisher.com/IC

© 2021 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.
All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.
実際の販売価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。
価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。
標準販売条件はこちらをご覧ください。 thermofisher.com/jp-tc IC244_A21020B

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL: 0120-753-670 FAX: 0120-753-671

Analyze.jp@thermofisher.com

facebook.com/ThermoFisherJapan

@ThermoFisherJP

thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC