

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

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、マスクング、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

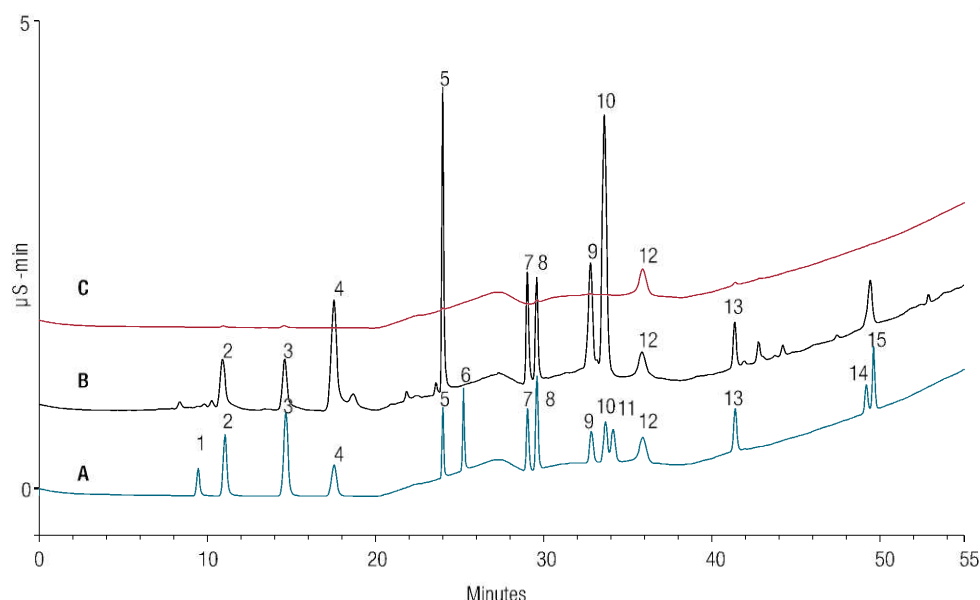
HPICを使用したIPC-TM-650メソッド2.3.28による、プリント基板表面の陰イオンの測定

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 (CH₃OH)

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% CH₃OH)、
約4,900 psi (22 mM KOH/12%
CH₃OH)

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

代理店

ダイオテック東京株式会社

東京都台東区東上野 6-2-1

TEL 03 - 3842 - 4882

<https://www.diotec.co.jp>

Mail: info@diotec.co.jp

DIO

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。

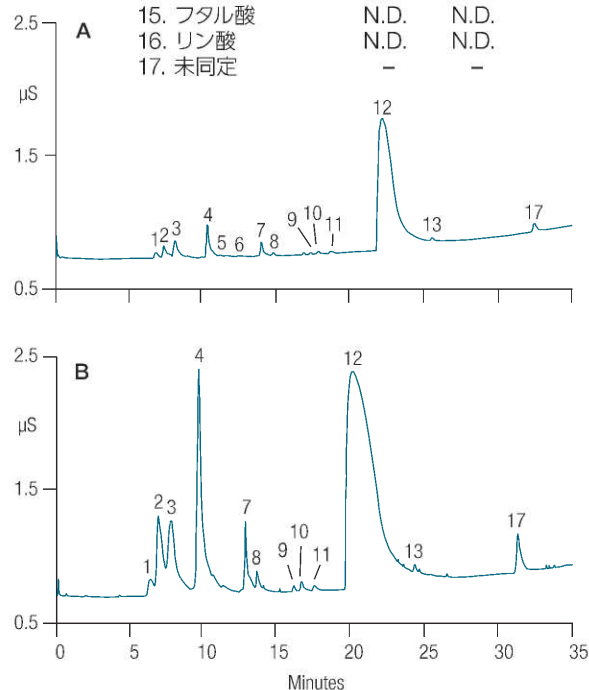
最新のディスクドライブはヘッドとディスクの隙間が非常に小さいため、部品の清浄性がドライブの性能と信頼性にきわめて重

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 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:	直接注入法に1 mL、または濃縮法に 5 mL

ピーク:	A µg/L	B µg/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

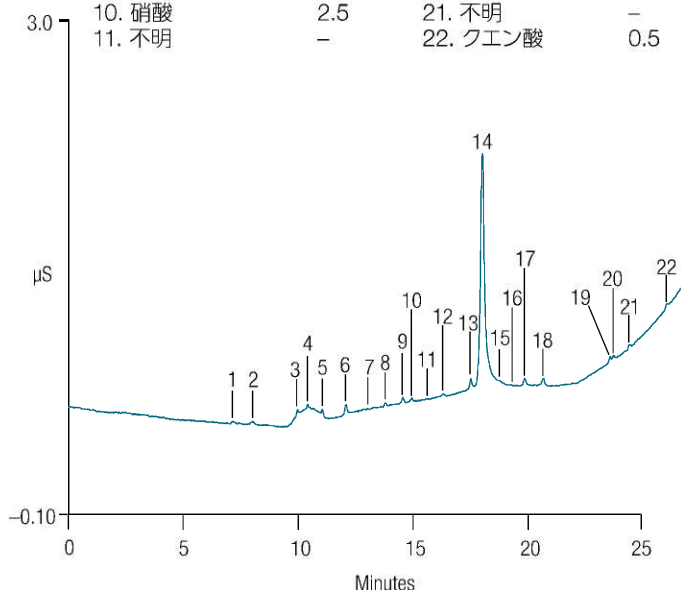
溶離液ジェネレーターを用いたイオンクロマトグラフィシステムを使用した、電子部品の抽出物に含まれる微量陰イオン汚染の監視

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:	サブレッサー式電気伝導度

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



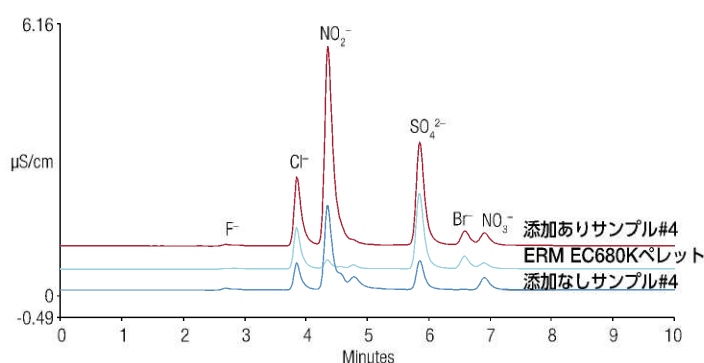
アプリケーションノートをダウンロード

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_A2102OB

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

代理店

ダイオテック東京株式会社

東京都台東区東上野 6-2-1

TEL 03 - 3842 - 4882

<https://www.diotec.co.jp>

Mail: info@diotec.co.jp

DIO

ThermoFisher
SCIENTIFIC