



# シングルナノパーティクル計測について

<sup>®</sup>*Dylec* 東京ダイレック株式会社

# ナノ粒径計測装置 SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer)

## 【特徴】

- ①微分型電気移動度法(DMA法)と凝縮粒子計数法(CPC法)を用いた高粒径分解能計測(DMA-CPC法=SMPS)
- ②シングルナノ粒径の計測に対応(1.1 ~ 1000 nm)
- ③任意粒径パーティクルの抽出が可能



# はじめに 微分型電気移動度法(DMA法)とは -1-

## 微分型電気移動度法の概要

- ・1 nm～1 μmの粒径範囲に適用可能な粒径分布計測法。
- ・ナノ粒子の持つ「電気移動度(m<sup>2</sup> V<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>)」という物性から、粒子径に換算する評価手法。
- ・エアロゾル計測におけるナノ粒子計測法として、1970年代から使用されている。
- ・噴霧乾燥法と組合せて湿式計測に適用可能。計測対象は高分子材料、炭素、SiO<sub>2</sub>、半導体用洗浄液など。
- ・シングルナノ粒子計測法として、台湾など最先端の半導体ファウンドリでも洗浄液計測に活用されている。

### 電気移動度(Z)と移動度粒径の関係式

$$Z^* = \frac{Q_{sh} + Q_{ex}}{4\pi V \Lambda}$$

$$\Lambda = \frac{L}{\ln(r_2/r_1)}$$

$$d_e^* = \frac{neC_c}{3\mu Z^*} = \frac{4neC_c V \Lambda}{3\mu(Q_{sh} + Q_{ex})}$$

【参考文献】

飯田氏ら(2017) エアロゾル学基礎講座-計測-3.分級①:微分型移動度分析器

[https://www.jstage.jst.go.jp/article/jar/32/1/32\\_58/article/-char/ja/](https://www.jstage.jst.go.jp/article/jar/32/1/32_58/article/-char/ja/)

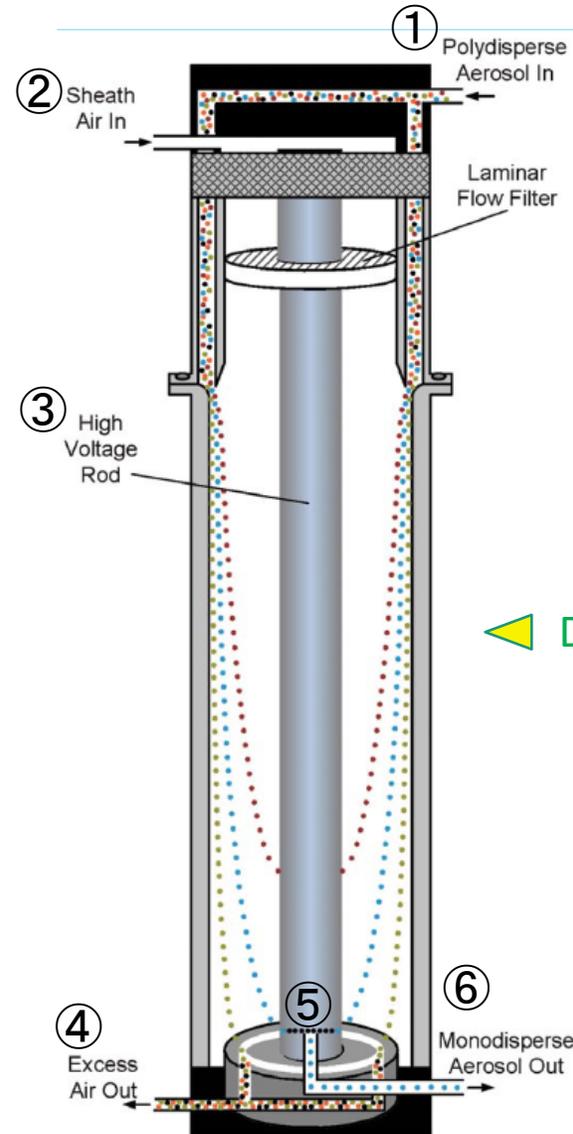
Z\*: 伝達関数の中心の電気移動度(m<sup>2</sup> V<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>)  
 Q<sub>sh</sub>: 分級部に導入されるシース流の流量(m<sup>3</sup>/s)  
 Q<sub>ex</sub>: 分級部より排気されるシース流の流量(m<sup>3</sup>/s)  
 V: 内側電極に印加する電圧(V)  
 Λ: 分級部の形状により決定される固有の定数(m)  
 L: 分級部の長さ(m)  
 r<sub>1</sub>: 分級部内側電極の外径(m)  
 r<sub>2</sub>: 分級部外側電極の内径(m)  
 d<sub>e</sub>\*: Z\*と帯電数nより算出した移動度粒径(m)  
 n: 粒子の帯電数(-)  
 e: 電気素量(1.602 × 10<sup>-19</sup> C)  
 C<sub>c</sub>: カニンガムの補正係数(-)  
 μ: 気体の粘度(Pa s)

# はじめに 微分型電気移動度法(DMA法)とは -2-

## DMA(微分型電気移動度分級器)の原理

- ①サンプル粒子(多分散)がサンプルフローとともにDMA内に導入される。  
この時、サンプル粒子は中和器を通して平衡帯電状態である必要がある。(注)
  - サンプル粒子は②シースエアと合流し、DMA下流側へ移動する。  
※サンプルフロー/シースフロー = 1 / 10 が基本設定。
  - DMA内部の③高電圧ロッドには可変電圧が印加されている。  
※負極印加が基本(-10 ~ -10,000 V)
  - 正の電荷を持ったサンプル粒子は中央にある負の高電圧ロッドに引き付けられながら移動する。この時、電荷を持たない粒子はそのまま外壁に沿って移動し、④排気ポートから排出される。また負の電荷を持った粒子はロッド電圧からの反発力を受けながら移動し外壁に付着し捕集される。
  - 高電圧ロッドに印加された電圧に応じた移動度を持つ粒子のみが、ロッド下部にある⑤スリットに導入され、⑥単分散サンプル粒子出口から取り出される。
- ③高電圧ロッドの印加電圧を変える事によって、スリットに導入される粒子の粒径を変える事ができる。
- 印加電圧は、固定して使用することもできるが、高速で変化させCPCで計数させることで粒径分布計測器(SMPS)となる。

注) 粒径が同じでも、価数が異なると移動度は変わってしまう。  
つまり、同じ粒径の粒子でも、スリットに導入される粒子と、導入されない粒子がある。  
DMAは、+1価帯電の粒子を対象とすることが基本設定となる。  
+1価帯電粒子の割合は、平衡帯電条件下では次項の通りであることが判っている。



DMA制御プラットフォーム

DMA(静電分級器)

### ◀ DMA断面図

レッド : 小径粒子  
 ブルー : 最適粒子径(+1荷電)  
 グリーン: 大径粒子  
 または無荷電粒子

# はじめに 微分型電気移動度法(DMA法)とは -3-

## DMA(微分型電気移動度分級器)の分級対象

Particle Diameter Midpoint, nm	Mobility cm <sup>2</sup> /V·s	Fraction of Total Particle Concentration That Carries This Number (-6 to +6) of Charges													
		-6	-5	-4	-3	-2	-1	0	+1	+2	+3	+4	+5	+6	
2.21	4.216E-01	0	0	0	0	0	0.0091	0.98268	0.0082	0	0	0	0	0	
2.55	3.164E-01	0	0	0	0	0	0.0105	0.98007	0.0094	0	0	0	0	0	
2.94	2.375E-01	0	0	0	0	0	0.0123	0.97691	0.0108	0	0	0	0	0	
3.40	1.783E-01	0	0	0	0	0	0.0144	0.9731	0.0125	0	0	0	0	0	
3.92	1.339E-01	0	0	0	0	0	0.0169	0.9685	0.0146	0	0	0	0	0	
4.53	1.005E-01	0	0	0	0	0	0.0200	0.96297	0.0170	0	0	0	0	0	
5.23	7.553E-02	0	0	0	0	0	0.0237	0.95634	0.0199	0	0	0	0	0	
6.04	5.675E-02	0	0	0	0	0	0.0282	0.94842	0.0234	0	0	0	0	0	
6.98	4.265E-02	0	0	0	0	0	0.0335	0.939	0.0275	0	0	0	0	0	
8.06	3.207E-02	0	0	0	0	0	0.0398	0.92787	0.0323	0	0	0	0	0	
9.31	2.412E-02	0	0	0	0	0	0.0472	0.9148	0.0380	0	0	0	0	0	
10.75	1.815E-02	0	0	0	0	0	0.0559	0.89958	0.0445	0	0	0	0	0	
12.41	1.367E-02	0	0	0	0	0	0.0659	0.88202	0.0520	0	0	0	0	0	
14.33	1.030E-02	0	0	0	0	0	0.0774	0.86198	0.0606	0	0	0	0	0	
16.55	7.767E-03	0	0	0	0	0	0.0903	0.83938	0.0703	0	0	0	0	0	
19.11	5.862E-03	0	0	0	0	0	0.1047	0.81425	0.0810	0	0	0	0	0	
22.07	4.429E-03	0	0	0	0	0.0004	0.1205	0.78618	0.0928	0.0002	0	0	0	0	
25.48	3.351E-03	0	0	0	0	0.0008	0.1375	0.75588	0.1054	0.0004	0	0	0	0	
29.43	2.539E-03	0	0	0	0	0.0015	0.1554	0.72334	0.1188	0.0009	0	0	0	0	
33.98	1.927E-03	0	0	0	0	0.0029	0.1739	0.68883	0.1327	0.0017	0	0	0	0	
39.24	1.465E-03	0	0	0	0	0.0051	0.1926	0.65272	0.1467	0.0029	0	0	0	0	
45.32	1.116E-03	0	0	0	0	0.0084	0.2109	0.61545	0.1605	0.0048	0	0	0	0	
52.33	8.532E-04	0	0	0	0	0.0131	0.2282	0.57755	0.1737	0.0075	0	0	0	0	
60.43	6.539E-04	0	0	0	0	0.0195	0.2440	0.53969	0.1857	0.0111	0	0	0	0	
69.78	5.030E-04	0	0	0	0	0.0278	0.2576	0.5026	0.1963	0.0157	0	0	0	0	
80.58	3.885E-04	0	0	0	0.0012	0.0379	0.2686	0.46539	0.2050	0.0213	0.0005	0	0	0	
93.06	3.014E-04	0	0	0	0.0026	0.0497	0.2766	0.4304	0.2115	0.0280	0.0012	0	0	0	
107.46	2.350E-04	0	0	0.0001	0.0051	0.0628	0.2812	0.39728	0.2155	0.0356	0.0023	0	0	0	
124.09	1.843E-04	0	0	0.0004	0.0091	0.0767	0.2825	0.36632	0.2169	0.0439	0.0041	0.0001	0	0	
143.30	1.454E-04	0	0	0.0010	0.0146	0.0909	0.2804	0.33774	0.2158	0.0525	0.0066	0.0004	0	0	
165.48	1.154E-04	0	0.0001	0.0023	0.0220	0.1047	0.2751	0.31172	0.2122	0.0612	0.0099	0.0008	0	0	
191.10	9.227E-05	0	0.0003	0.0044	0.0309	0.1174	0.2671	0.28841	0.2065	0.0694	0.0139	0.0015	0.0001	0	
220.67	7.428E-05	0.0001	0.0009	0.0077	0.0411	0.1285	0.2568	0.26786	0.1989	0.0768	0.0185	0.0026	0.0002	0	
254.83	6.021E-05	0.0002	0.0019	0.0125	0.0522	0.1376	0.2448	0.25006	0.1898	0.0829	0.0234	0.0043	0.0005	0	
294.27	4.914E-05	0.0005	0.0037	0.0187	0.0634	0.1443	0.2316	0.23483	0.1797	0.0873	0.0284	0.0064	0.0010	0.0001	
339.82	4.036E-05	0.0012	0.0066	0.0262	0.0742	0.1486	0.2178	0.22184	0.1690	0.0901	0.0333	0.0090	0.0017	0.0002	
392.42	3.336E-05	0.0025	0.0108	0.0348	0.0842	0.1505	0.2039	0.21058	0.1581	0.0910	0.0378	0.0120	0.0028	0.0005	
453.16	2.772E-05	0.0046	0.0162	0.0440	0.0929	0.1503	0.1904	0.20035	0.1474	0.0903	0.0417	0.0151	0.0043	0.0009	
523.30	2.315E-05	0.0079	0.0229	0.0534	0.1001	0.1481	0.1777	0.19035	0.1372	0.0893	0.0449	0.0183	0.0060	0.0016	
604.30	1.941E-05	0.0123	0.0305	0.0623	0.1056	0.1445	0.1661	0.1797	0.1278	0.0854	0.0474	0.0214	0.0080	0.0025	
697.83	1.634E-05	0.0180	0.0386	0.0705	0.1093	0.1398	0.1560	0.16748	0.1194	0.0821	0.0490	0.0242	0.0102	0.0036	
805.84	1.380E-05	0.0246	0.0469	0.0775	0.1113	0.1345	0.1475	0.15282	0.1121	0.0789	0.0499	0.0266	0.0123	0.0050	
930.57	1.169E-05	0.0319	0.0547	0.0831	0.1117	0.1289	0.1410	0.13491	0.1063	0.0763	0.0501	0.0286	0.0144	0.0064	

平衡帯電状態における  
粒径(電気移動度)別の価数毎の粒子割合

- 既定の中和器(軟X線など)を用いることで  
平衡帯電状態に調整可能

- +1価(赤枠)が計測対象

- 1価設定も可能

- 粒径分布計測(SMPS)用ソフトウェアにて  
+1価帯電粒子の計測数を全体量へ  
算出して出力可能

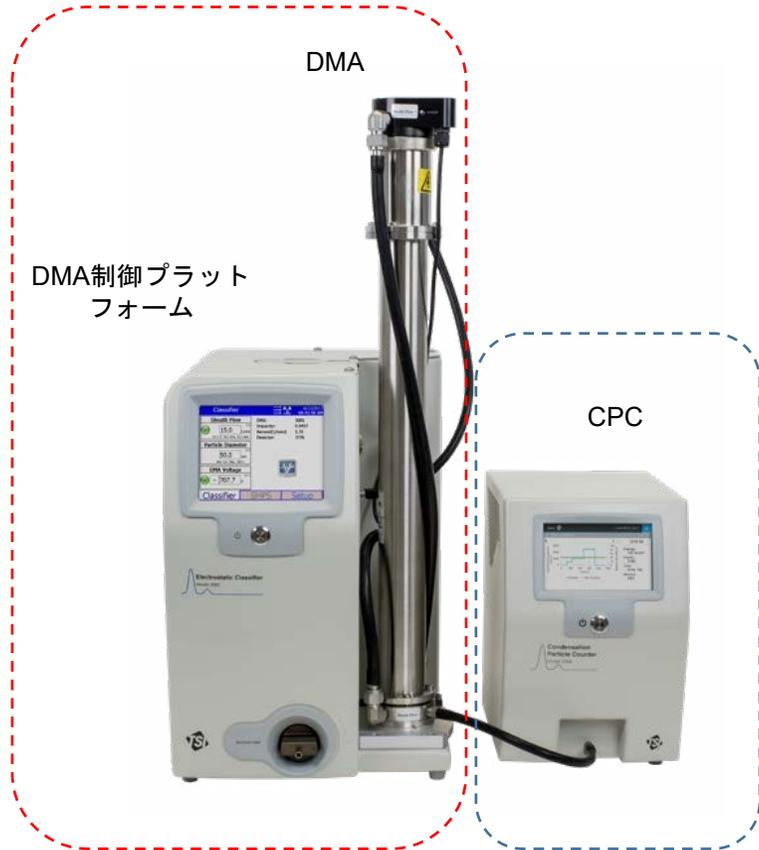
【参考】  
TSI社製静電分級器モデル3082オペレーションマニュアル(REVISION E)  
p. B-8 より引用

# はじめに 凝縮粒子計数法 (CPC法) とは

凝縮粒子カウンター (CPC) と組合せることで粒径分布計測器となる

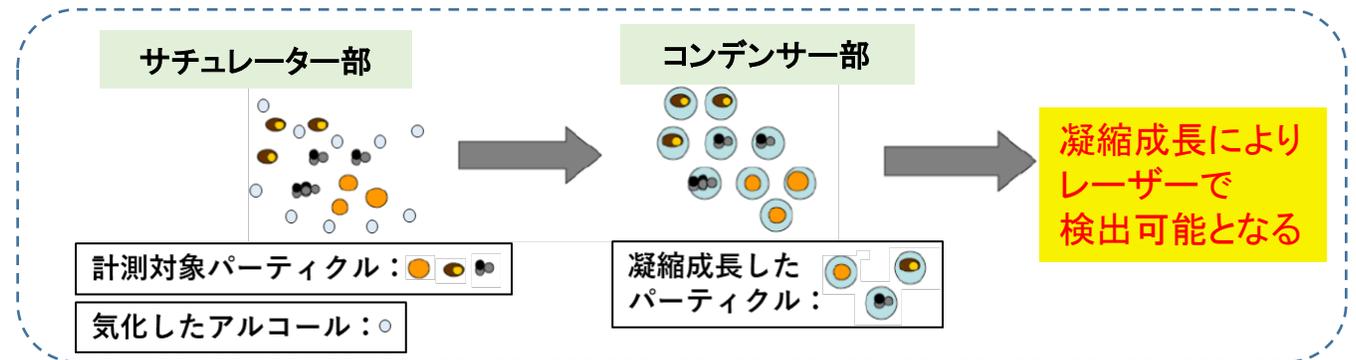
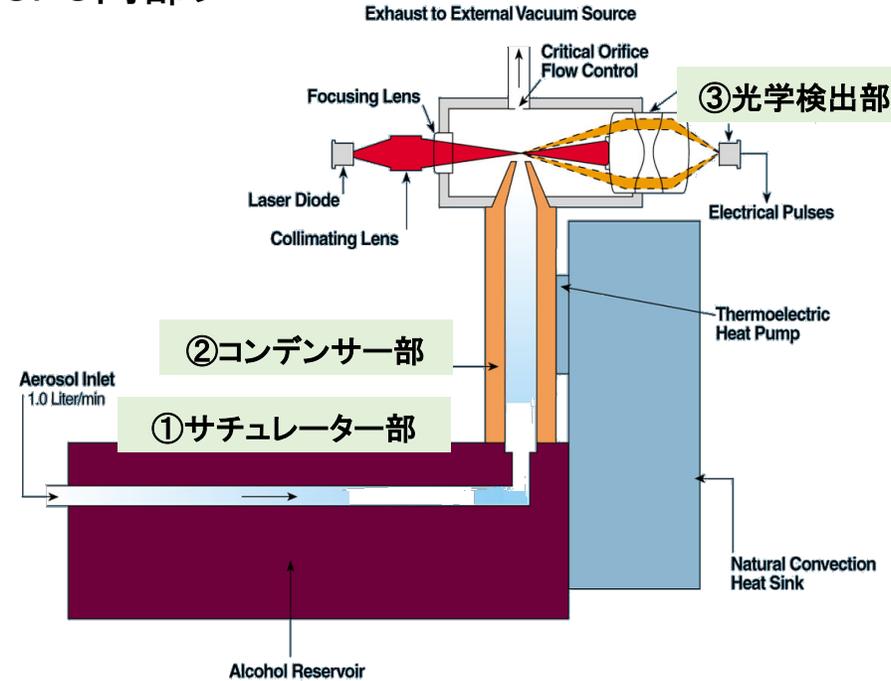
## 走査式モビリティパーティクルサイザー SMPS Model Series 3938

## CPC内部フロー



DMA (静電分級器)

CPC (凝縮粒子カウンター)

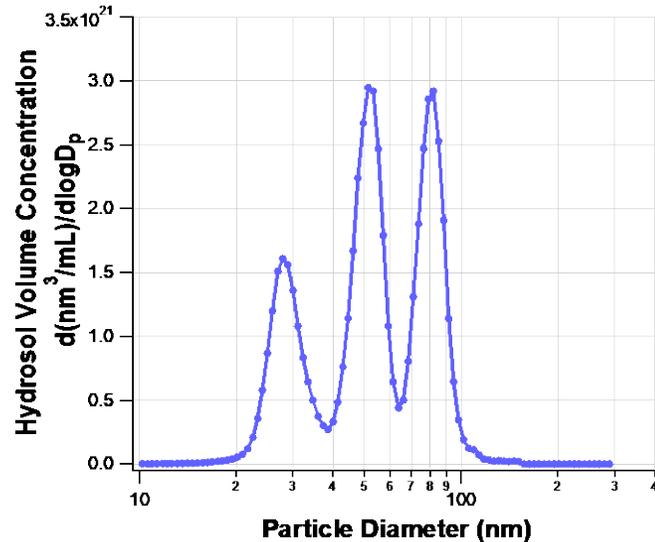


# 特徴①

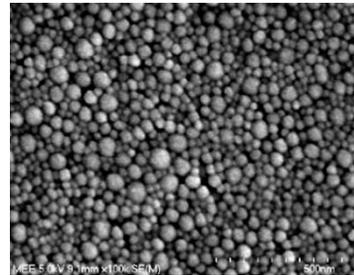
## DMA-CPC法 (SMPS) を用いた高粒径分解能計測 -1-

DMA-CPC法 (SMPS) では、試料中に含まれる多峰性パーティクルを個別に検出可能。  
 これにより、ロットごとの粒径のバラつきや凝集状態の変化など、詳細な粒径情報を確認可能。

DMA-CPC法による  
粒径情報データ

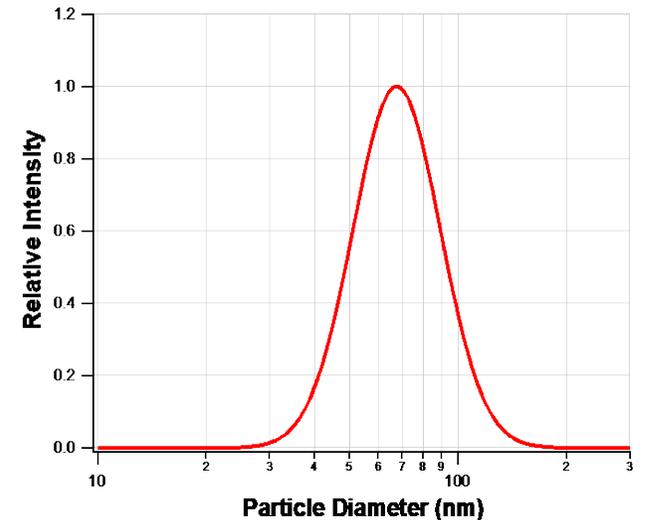


複数の粒径が混在する場合



SEMによるシリカのスラリー写真

動的光散乱測定装置 (DLS) による  
動的光散乱評価データ



粒径分解能は128チャンネル/decade

噴霧乾燥するため、ナノバブルの影響も受けない

# 特徴①

## DMA-CPC法 (SMPS) を用いた高粒径分解能計測 -2-

DMA法は29 ~ 143 nmの粒径標準粒子(PSL粒子)の値付けに用いられている

### 粒径標準

粒子標準物質製造事業者に対し、粒径校正サービスを実施

#### 校正範囲

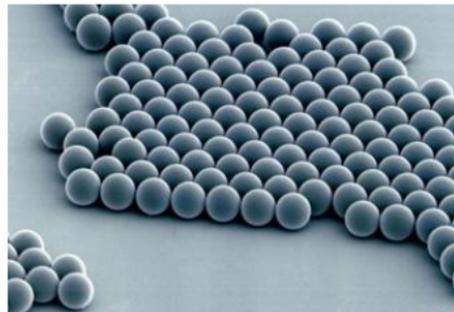
20 nm ~ 1 μm

#### 粒径測定法

- 計数ミリカン法 (絶対測定法)  
100 nm ~ 1 μm
- 電気移動度法 (相対測定法)  
20 nm ~ 300 nm

#### 粒径分布幅も校正可能

(粒径20 nm ~ 300 nmにて、2015年~)



JSR Life Sciences JSR  
MATERIALS INNOVATION

2012.7

標準粒子製品一覧表

下表の製品の粒子径は、AIST((独)産業技術総合研究所)、NIST(米国立標準技術研究所)に対して、トレーサビリティを有しています。

**STADEX /  
JSR SIZE STANDARD PARTICLES<sup>1)</sup>**

(※: 参考値)

品番	粒径平均値 μm	拡張不確かさ (k=2) μm	CV値 <sup>2)</sup> %	比重 <sup>3)</sup>	屈折率 <sup>4)</sup> n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	粒子数 <sup>5)</sup> 個/mL	固形分 <sup>6)</sup> %	粒径測定法
SC-0030-A	0.029	0.001	13.74	1.115	1.550	7.0×10 <sup>14</sup>	0.5	DMA
SC-0050-D	0.048	0.001	15.57	1.061	1.592	1.6×10 <sup>14</sup>	1	DMA
SC-0055-D	0.055	0.001	14.43	1.065	1.585	1.1×10 <sup>14</sup>	1	DMA
SC-0060-D	0.061	0.001	9.04	1.065	1.582	7.8×10 <sup>13</sup>	1	DMA
SC-0070-D	0.070	0.001	6.22	1.066	1.587	5.3×10 <sup>13</sup>	1	DMA
SC-0080-D	0.080	0.002	4.80	1.065	1.590	3.5×10 <sup>13</sup>	1	DMA
SC-0100-D	0.100	0.003	2.47	1.060	1.592	1.8×10 <sup>13</sup>	1	DMA
SC-0120-D	0.123	0.002	1.54	1.054	1.595	9.7×10 <sup>12</sup>	1	DMA
SC-0140-D	0.143	0.002	1.39	1.054	1.595	6.2×10 <sup>12</sup>	1	DMA
SC-016-S	0.152	0.007	2.46	1.069	1.592	5.1×10 <sup>12</sup>	1	TEM

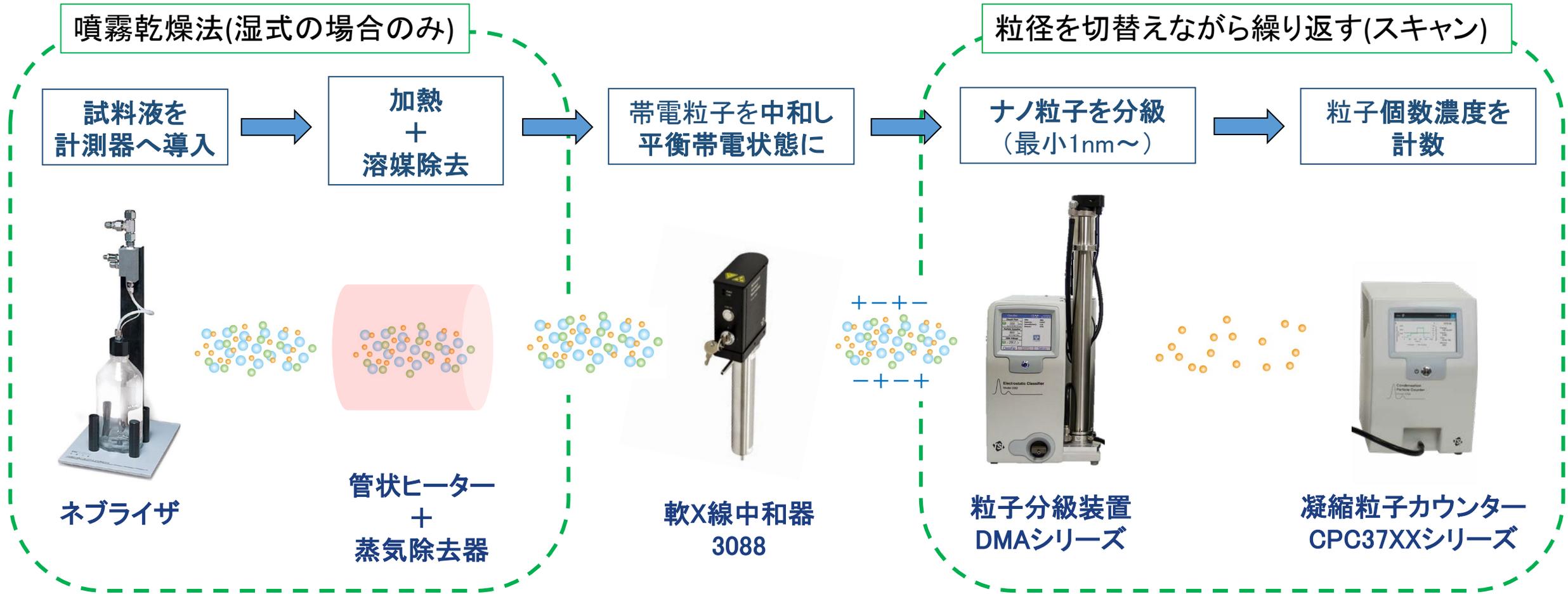
<http://www.jsrlifesciences.com>

産業技術総合研究所 桜井 博様  
コロイド実用化技術講座資料より(2015)

# 特徴①

## DMA-CPC法 (SMPS) を用いた高粒径分解能計測 -3-

DMA-CPC法 (SMPS) による湿式のナノパーティクル試料の計測フロー



## 特徴②

### シングルナノサイズの粒子計測に対応 -1-

最小1.1 nmの粒子計測に対応。

最先端半導体製造プロセスに求められるシングルナノサイズ計測が可能。

1990年以降Sub10 nmについて、2009年以降Sub3 nmについて多くの検証を経て実用化されている。

(以下、Sub 3nm文献の一部)

・ Iida, K., Stolzenburg, M. R., and McMurry, P. H., (2009)

“Effect of Working Fluid on Sub-2 nm Particle Detection with a Laminar Flow Ultrafine Condensation Particle Counter,”

Aerosol Science and Technology, 43(1): 81–96

・ Jiang, J., Chen, M., Kuang, C., Attoui, M., and McMurry, P. H., (2011)

“Electrical Mobility Spectrometer Using a Diethylene Glycol Condensation Particle Counter for Measurement of Aerosol Size Distributions Down to 1 nm,”

Aerosol Science and Technology, 45(4): 510–521

・ Jiang, J., Zhao, J., Chen, M., Eisele, F. L., Scheckman, J., Williams, B. J., Kuang, C., and McMurry, P. H., (2011)

“First Measurements of Neutral Atmospheric Cluster and 1–2 nm Particle Number Size Distributions During Nucleation Events,”

Aerosol Science and Technology, 45(4): ii–v

・ Wimmer, D., Kreissl, F., Metzger, A., Kurten, A., Curtius, J., Kupc, A., Lehtipalo, K., Riccobono, F., and the CLOUD collaboration (2011)

“Performance of an ultrafine Diethylene Glycol (DEG) based Condensation Particle Counter.”

European Aerosol Conference, Manchester, Great Britain, Sept. 4 – 9, 2011.

・ Wimmer, D., Lehtipalo, K., Franchin, A., Kangasluoma, J., Kreissl, F., Kurten, J., Petaja, T., Riccobono, F., Vanhanen, J., Kulmala, M., and Curtius, J.他 (2013)

“Performance of diethylene glycol based particle counters in the sub 3nm size range,”

Atmospheric Measurement Techniques Discussions, 6, 2151-21

## 特徴②

### シングルナノサイズの粒子計測に対応 -2-

ISOでも、シングルナノパーティクルの計測にDMA法が有効であるとの記載があり、国際的に認知されている。

ISO 15900 (2020):

Determination of particle size distribution

— Differential electrical mobility analysis for aerosol particles

以下、「1. Scope」より抜粋

“This analytical method is applicable to particle size measurements ranging from approximately **1 nm to 1 μm.**”

※ISO文中では、

DMAを「DEMC: differential electrical mobility classifier」

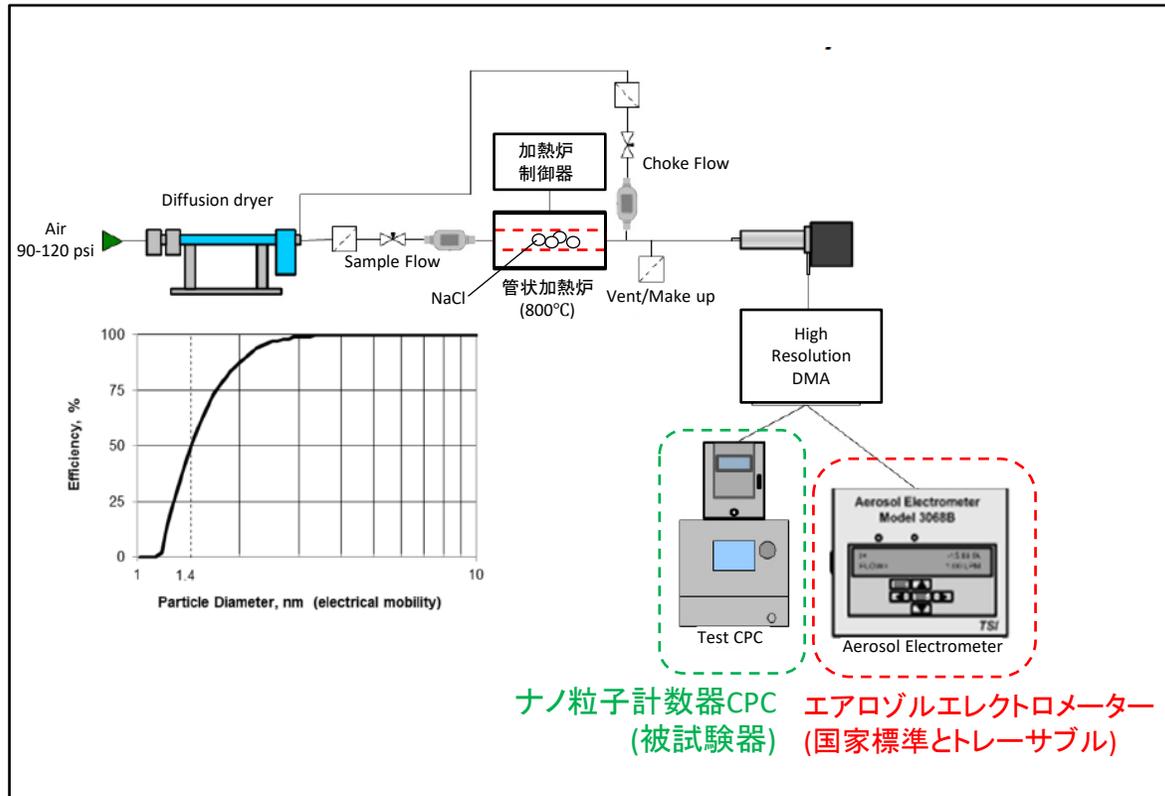
DMAを含む計測システム(SMPS)を「DMAS: differential mobility analysing system」と記載している。

## 特徴②

# シングルナノサイズの粒子計測に対応 -3-

最小1.1 nmの計測に対応。

最先端半導体製造プロセスに求められるシングルナノサイズ計測が可能。



### ◀ 検出器(1 nmCPC)の検出下限値試験フロー

- ・NaCl結晶を加熱炉で蒸発・凝縮させ多分散ナノ粒子を発生し、さらにDMAで単分散化することで、粒径別検出効率試験を実施。
- ・参照機器にはエアロゾルエレクトロメーターを使用
- ・電気移動度粒径として1.4 nmが最小検出粒径であると実験的に導出
- ・上記電気移動度粒径1.4 nmは、幾何学径と以下の関係にあることが確認されている(参照1)

$$\text{電気移動度径}(d_e) = \text{幾何学径}(d_m) + \text{ガス分子の有効直径}(D_g)$$

$$1.4 \text{ nm} = 1.1 \text{ nm} + 0.300 \text{ nm}$$

また、 $D_g = 0.300 \text{ nm}$ は1.4~3 nm (幾何学径)範囲において、1%以内の精度であることが確認された。(参照2)

(参照1) Ku, B. K., and de la Mora, J. F., 2009, "Relation between Electrical Mobility, Mass, and Size for Nanodrops 1–6.5 nm in Diameter in Air," Aerosol Science and Technology, 43(3): 241–249

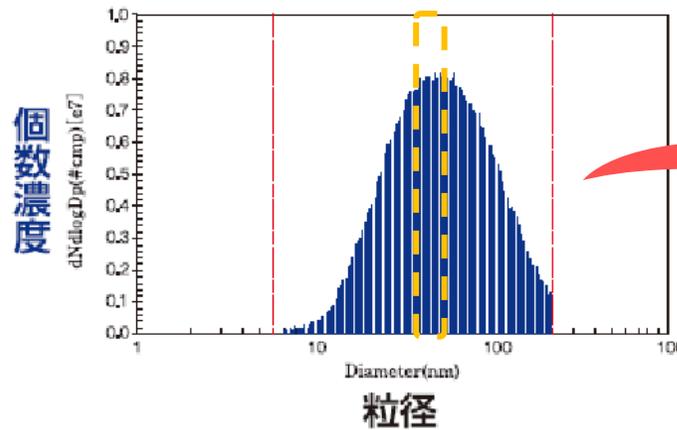
(参照2) Larriba, C., Hogan, C. J., Attoui, M., Borrajo, R., Garcia, J. F., and de la Mora, J. F., 2011, "The Mobility Volume Relationship below 3.0 nm Examined by Tandem Mobility–Mass Measurement," Aerosol Science and Technology, 45(4): 453–467

### 特徴③

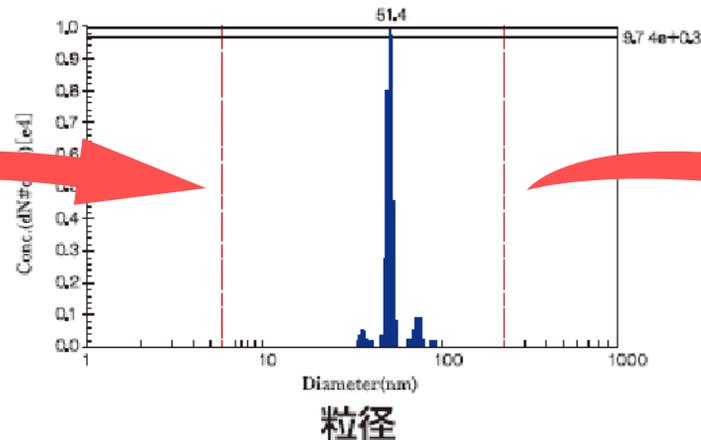
## 任意粒径パーティクルの抽出が可能 -1-

DMA法は1 nm単位で狙った粒径を抽出可能。抽出後に元素分析などで汚染原因を特定可能。

SMPSの計測結果(多分散)

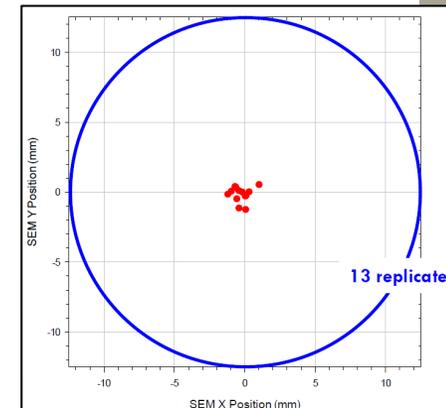
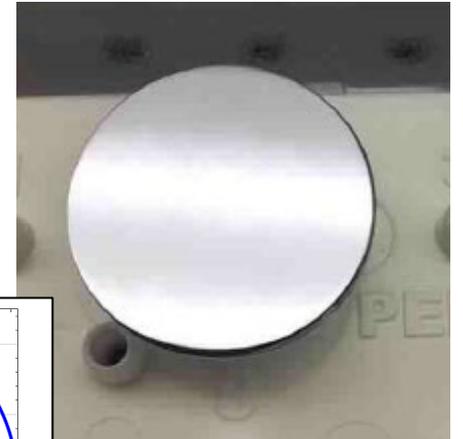


SMPSの計測結果(単分散化後)



DMAによる単分散化後のパーティクルを捕集

捕集材:  
シリコンウエハなど  
(φ25 mm)



捕集部座標(赤点):  
中心部分に集中捕集するため  
微量でも分析しやすい

SEM/EDX分析などに活用可能

### 特徴③

## 任意粒径パーティクルの抽出が可能 -2-

DMAとスポットサンプラーによるナノパーティクル試料の分級捕集フロー

噴霧乾燥法(湿式の場合のみ)

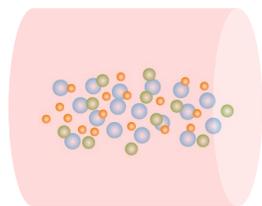
試料液を  
計測器へ導入



ネブライザ



加熱  
+  
溶媒除去



管状ヒーター  
+  
蒸気除去器



帯電粒子を中和し  
平衡帯電状態に



軟X線中和器  
3088



ナノ粒子を分級  
(最小1nm~)



粒子分級装置  
DMAシリーズ



ナノ粒子を回収  
(最小5 nm~)



ナノ粒子捕集装置  
スポットサンプラー  
シリーズ

# 超純水 / IPA 洗浄液の清浄度評価への適用 -1-

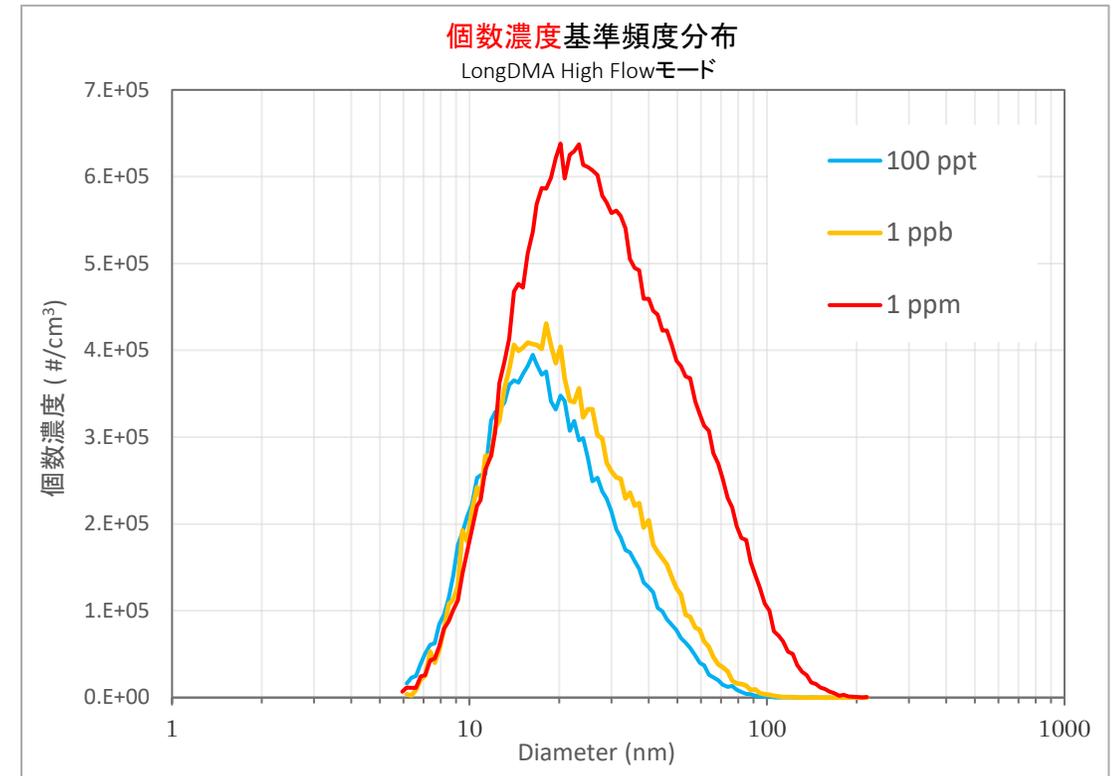
## 半導体洗浄液の粒子前駆体評価

半導体洗浄液には、乾燥残渣粒子となりうる成分(粒子前駆体: Particle Precursor)が含まれていると考えられており、近年、特に最先端の製造工程で使用される超純水やIPA中の粒子前駆体が問題視されています。

噴霧乾燥法を用いたDMA-CPC法(SMPS)による液中ナノ粒径測定は、固体粒子のほか、洗浄液中に溶存する粒子前駆体を噴霧・乾燥により粒子化し、SMPSにより粒径分布を計測します。汚染された洗浄液は、噴霧乾燥後に大きな粒子として検出されます。

東京ダイレックでは、対象となるサンプル種に応じて、噴霧乾燥装置を使い分けることを推奨しております。

超純水やIPAなどの高純度洗浄液中の粒子・粒子前駆体を計測する場合、より初期液滴径の大きな噴霧乾燥装置『脱溶媒ネブライザー APEXシリーズ』を推奨しております。



純水中のNaCl濃度ごとの粒径分布 (APEX-SMPS)

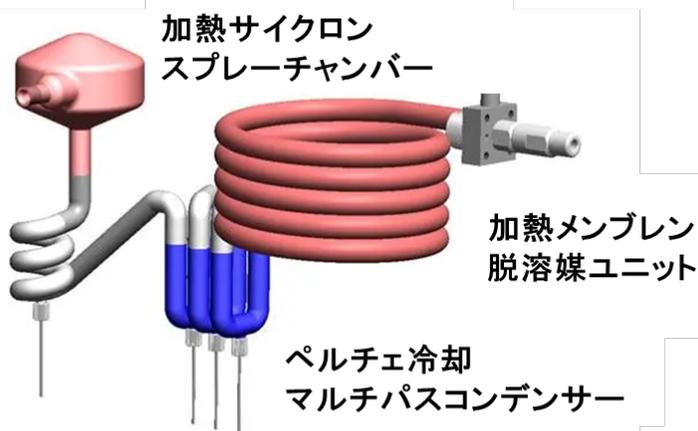
# 超純水 / IPA 洗浄液の清浄度評価への適用 -2-

## 脱溶媒ネブライザー APEXシリーズ

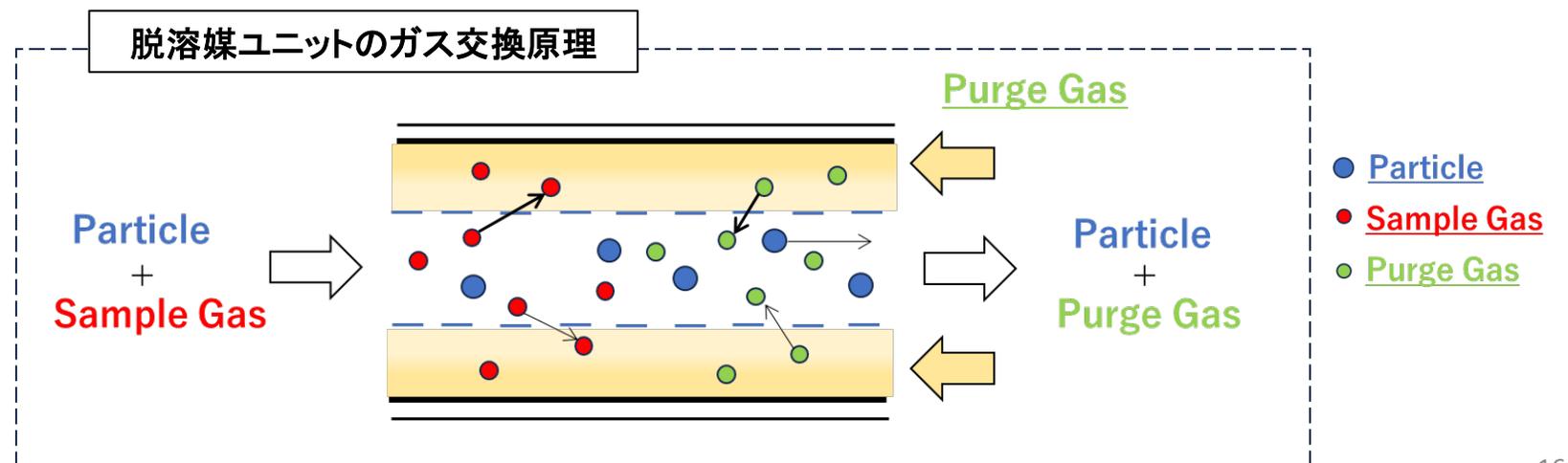


### 【脱溶媒ネブライザー APEXΩ】

- ・高性能のICP-MSサンプル導入システム
- ・サンプル経路は、石英バージョンとフッ化水素酸耐性のあるPFAバージョン
- ・PTFEメンブレン脱溶媒ユニットが搭載されており、酸化物や干渉を最小限に抑えることが可能
- ・統合されたソフトウェアで、ガスフロー、温度などを制御可能
- ・サンプル量は、0.4~0.7 mL/min

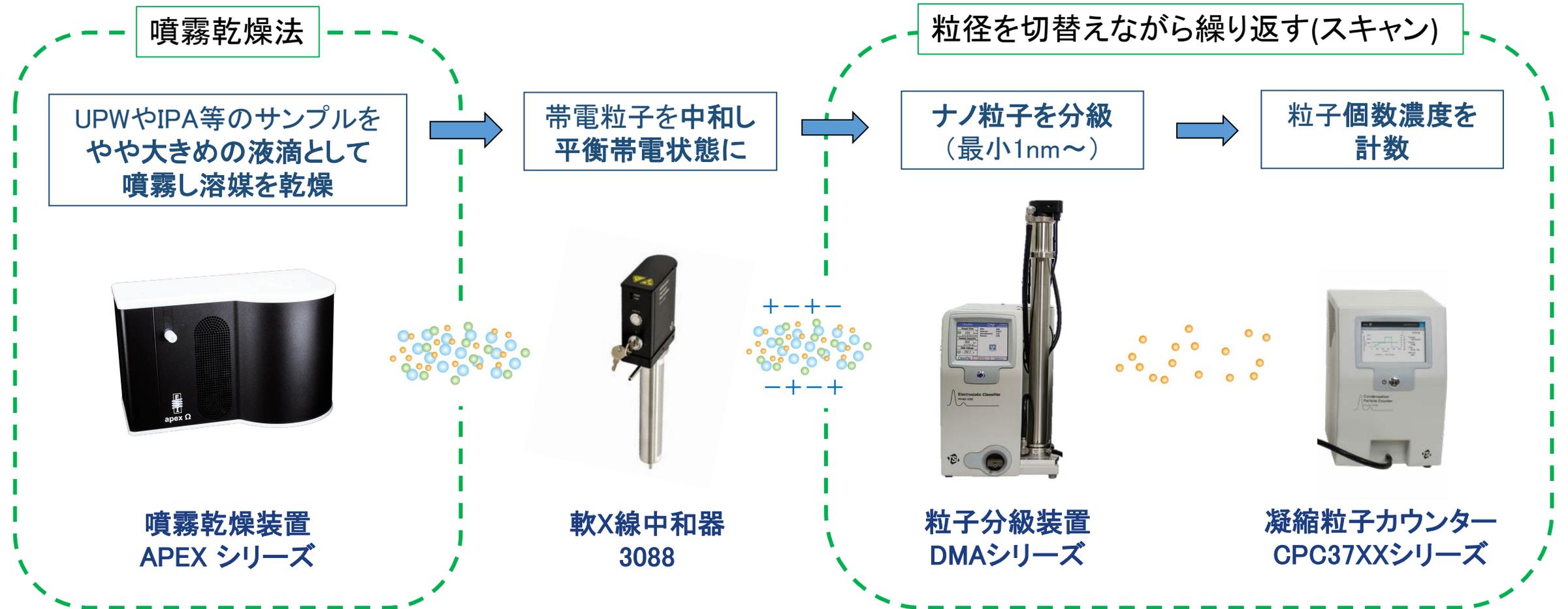


※ヒーターとクーラーの温度は設定で変更可能



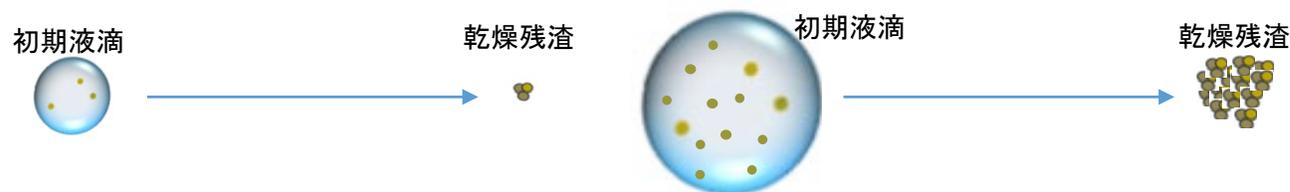
# 超純水 / IPA 洗浄液の清浄度評価への適用 -3-

APEXとDMA-CPC法(SMPS)による洗浄液サンプルの計測フロー



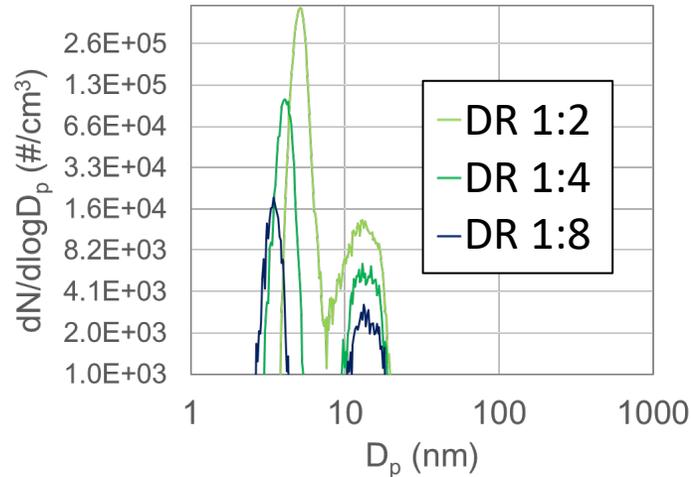
# CMPスラリー研磨剤のSub30 nm微粒管理への適用 -1-

- 前述の通り、半導体洗浄液には乾燥残渣となりうる成分(粒子前駆体)が含まれていると考えられており、コロイダルシリカの溶媒においては、超純水中の粒子前駆体物質だけではなく、微量の化学成分が含まれています。
- コロイダルシリカを噴霧乾燥-DMA-CPC法により計測する場合においては、超純水由来 & 化学成分由来の粒子前駆体による微粒子生成がノイズとなるため、計測対象微粒子と粒子前駆体とを明確に分離した計測を行う必要があります。
- その際、液滴径の大きい噴霧乾燥法を用いると、計測対象粒子と粒子前駆体を分離することが困難です。
- エレクトロスプレーは、空圧式のスプレーに加え、電気伝導を活用した電界作用を用いるため、生成される初期液滴径が市販のスプレー(ネブライザ含む)の中で最も小さく、**150 nm**程度です。
- 初期液滴径は、乾燥後の残渣粒径に影響を与えます。  
 同一サンプルを150 nmと500 nmの液滴にしたとき、後者の方が粒子前駆体成分が多く含まれます。  
 乾燥後、後者の方が大きな粒子径の乾燥残渣粒子として残存します。  
 [液滴の体積] 150 nm →  $1.77 \times 10^{-15} \text{ cm}^3$       500 nm →  $6.54 \times 10^{-14} \text{ cm}^3$  (150 nm液滴の約37倍)

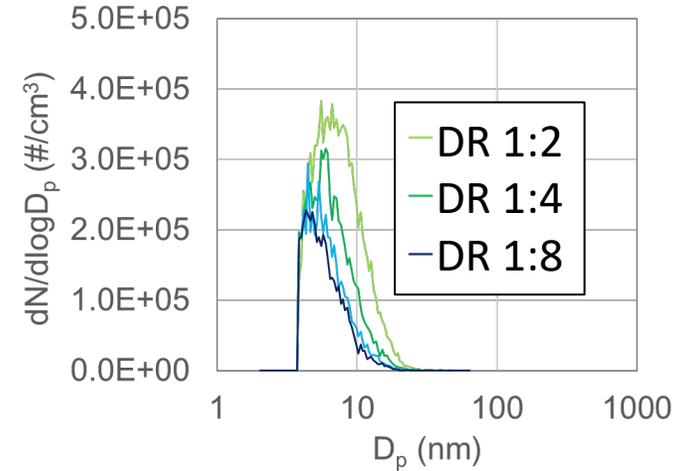


# CMPスラリー研磨剤のSub30 nm微粒管理への適用 -2-

以下は、同一のコロイダルシリカを (a)初期液滴径150 nmのエレクトロスプレー、(b)初期液滴径が300 nmのネブライザを用いてSMPSで計測したコロイダルシリカの微粒領域のデータです。



(a)初期液滴径150 nmのエレクトロスプレー+SMPS3938



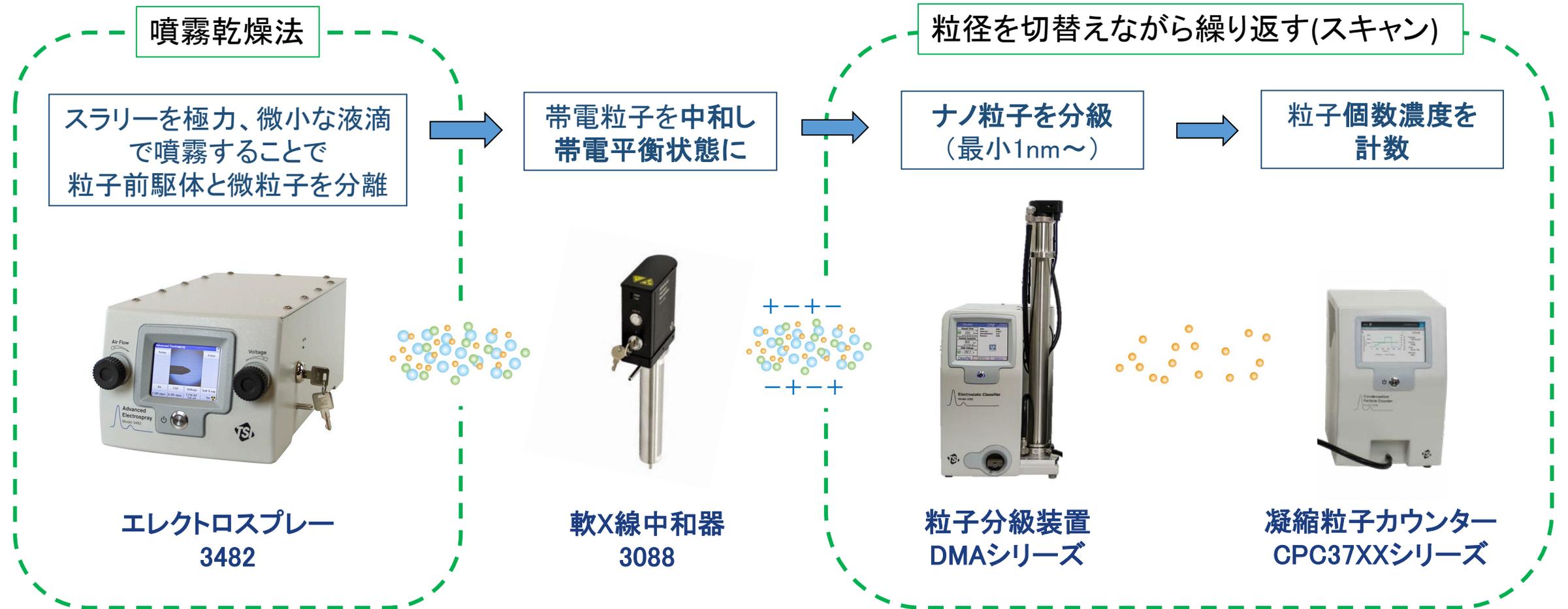
(b)初期液滴径が300 nmのネブライザ+SMPS3938

- (a)では、2峰性ピークが確認されます。10 nm以下のピークは、希釈率を上げるにより小粒径側へシフトしており、NVRであることが推察されます。一方、15 nm付近のピークは希釈率を上げてても粒径は変化せず、濃度のみ減少しており、固体粒子であることが見て取れます。
- (b)では、希釈率に応じて小粒径側にシフトする単峰性のピークのみが検出されています。(a)で観察される15 nm付近のピークは、いずれの希釈倍率でも検出されず、ノイズに隠れてしまいます。

以上の理由から、30 nm以下の微粒子管理を行う場合、初期液滴径が最も小さいエレクトロスプレーを使用することが最善です。

# CMPスラリー研磨剤のSub30 nm微粒管理への適用 -3-

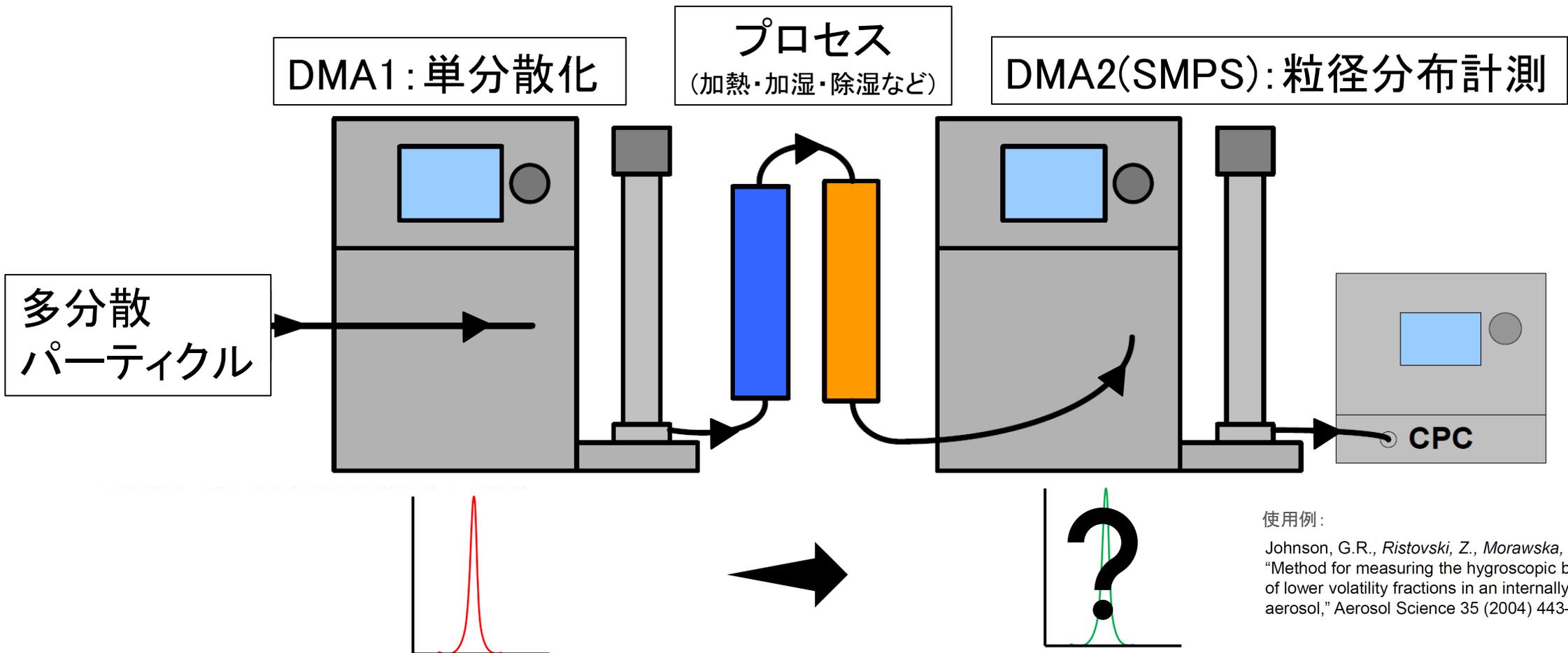
エレクトロスプレー(ES)とDMA-CPC法(SMPS)によるスラリーサンプルの計測フロー



# その他適用 -1-

## 単分散粒子の粒径変化を観察

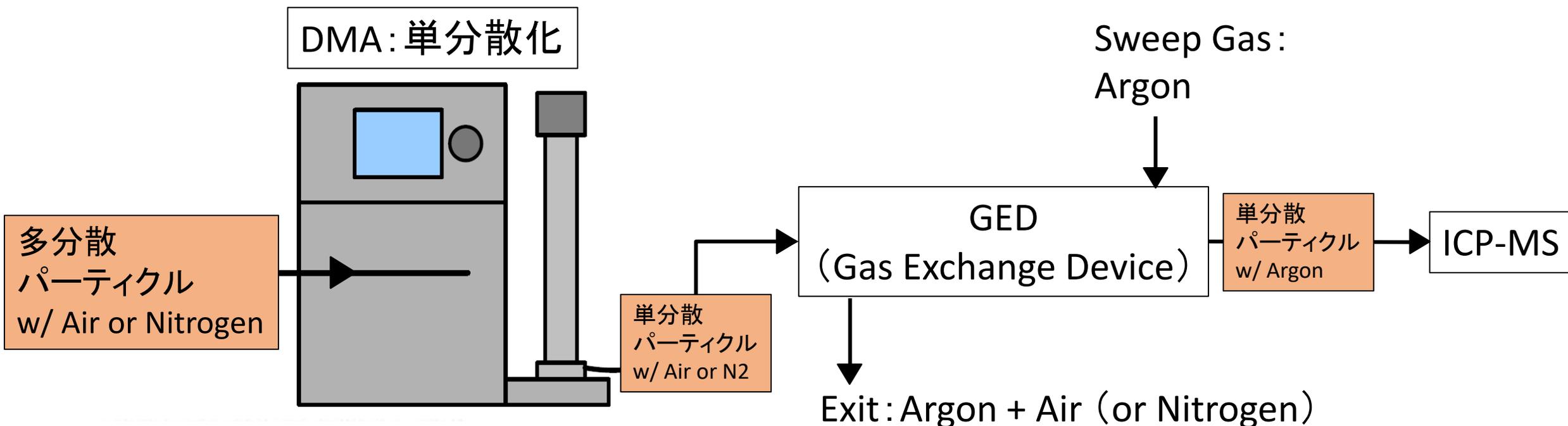
Tandem DMA: 単分散化後、プロセスを介してSMPSで計測することで、プロセスが粒径へ与える影響を調査可能



## その他適用 -2-

### 粒子の単分散化装置として、ICP-MSの前段で使用

ICP-MSへの単分散粒子導入ツールとして使用可能。金属ナノ粒子の粒径別定量に。



※粒径範囲により、GEDを使用せずDMA上流からアルゴンベースの多分散パーティクルを導入することも可能

使用例:

Sherrie Elzey et al. "Real-time size discrimination and elemental analysis of gold nanoparticles using ES-DMA coupled to ICP-MS" Anal Bioanal Chem (2013) 405:2279–2288

シングルナノパーティクル計測装置については  
東京ダイレックにご相談下さい。

 **東京ダイレック株式会社**

営業本部 TEL: 03-5367-0891 FAX: 03-5367-0892

Mail: [info@tokyo-dylec.co.jp](mailto:info@tokyo-dylec.co.jp)

HP: <https://www.t-dylec.net/>