



应用资料

ICP-MS

作者:

Jianmin Chen, Ph.D.
Wilson You

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT 06484 USA

翻译:
姚继军

PerkinElmer, Inc. 大中华区

利用动态反应池电感耦合等离子体质谱仪分析硝酸中不纯物

前言

在半导体工业中，硝酸被广泛地使用。半导体设备现阶段被设计更精确及对于低水平不纯物含量要求更敏感。在许多关键性的制程中，硝酸中的不纯物需要被监控，以期质量能达到一定水平。

SEMI Standard C35-07081 具体列出硝酸中金属元素浓度最大值及硝酸等级。

电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS) 由于它能同时迅速地检测在各种制程化学品中超微量水平 (ng/L或parts-per-trillion)的分析物, 故传统上为质量管理不可缺少的分析工具。

然而, 在常规等离子情况下指出氩离子会与样品基质成份结合产生多原子谱线干扰 (polyatomic interferences)。常见的干扰如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}$ 与 ^{39}K 、 ^{40}Ar 与 ^{40}Ca 、 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$ 与 ^{56}Fe 。

冷等离子体可有效减少以氩离子为基础之干扰效应, 它比热等离子体更易于抑制基质效应干扰。另外, 由于较低等离子体能量, 其它在热等离子体中并未产生之多原子谱线干扰会因此产生。碰撞池(Collision cells)使用多极杆及低反应气体证明对于减低多原子谱线干扰是有帮助的。这种方法需要使用动能甄别去除不需要的副产物。然而, 当分析ng/L水平时, 动能甄别导致灵敏度损失是个问题。此外灵敏度损失对于较轻之分析元素更显重要。

动态反应池 (DRC™)是采用RF及直流电压的四极杆质量过滤器之另一校正技术。此技术设计的优点为在特定质量范围内的离子能顺利通过动态反应池, 其余在范围外的离子会被喷射掉。此过程即为Dynamic Bandpass Tuning (DBT)。由于此性能, 不受欢迎的副产品离子不会在动态反应池中形成, 即使使用反应力强的气体, 如 NH_3 和 O_2 。此篇应用主要在展示DRC能易于移除干扰, 以利采用热等离子体条件分析硝酸中微量水平之不纯物。

实验条件

一般而言, 硝酸浓度大约为70%, 建议至少作两倍的稀释。(Tampure-AA 10, TAMA Chemicals, Japan)
标准液采用10 mg/L复合型标准品 (PerkinElmer Pure, PerkinElmer, Inc., Shelton, CT USA).

仪器为 ELAN®DRC™ II (PerkinElmerSCIEX, Concord, Ontario, Canada). 仪器参数及样品导入条件详列于Table I.

Table 1. 仪器参数及样品导入条件 for ELAN DRC II ICP-MS.

Spray chamber	Quartz	Nebulizer	PFA-100
Torch	Quartz-High efficiency	Plasma gas	16 L/min
Torch injector	Pt	Auxiliary gas	1.5 L/min
Sampler cone	Pt	RF power	1600 W
Skimmer cone	Pt	Integration time	1 sec/mass

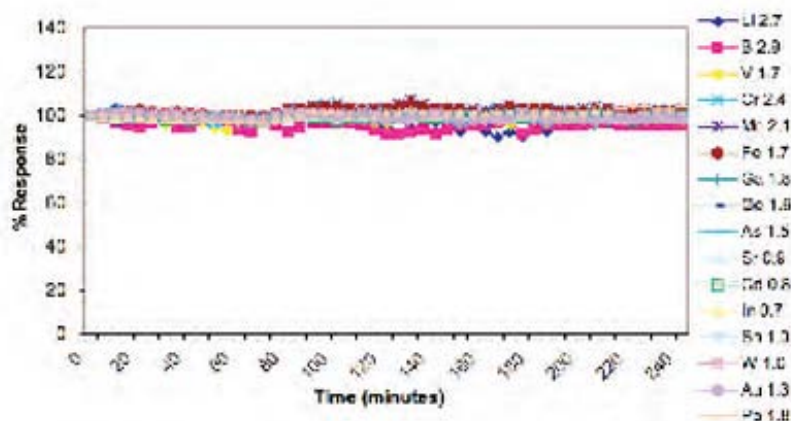


Figure 1. 4小时长时间稳定度测试(28% 硝酸、100ng/L 添加) DRC 及 standard条件在相同复合元素分析, 每一样品分析时间少于4分钟

**Table 2. 在10% 硝酸下之DLs 及 BECs值, 在10 ng/L水平下回收率
及在100ng/L水平、28%硝酸下4小时长时间稳定度测试结果**

Analytes	m/z	Mode	BEC ng/L	DL ng/L	Recovery %	Stability %
Li	7	Standard	0.9	0.4	114	2.7
Be	9	Standard	1.2	0.2	103	2.8
B	11	Standard	39.6	2.6	92	2.9
Na	23	Standard	0.8	0.1	105	2.1
Mg	24	Standard	0.5	0.4	104	1.9
Al	27	DRC	0.7	0.2	103	3.7
K	39	DRC	6.8	0.1	109	2.5
Ca	40	DRC	3.4	0.8	112	2.6
Ti	48	DRC	3.7	0.4	97	4.4
V	51	DRC	0.8	0.2	103	1.7
Cr	52	DRC	1.9	0.3	104	2.4
Mn	55	DRC	0.4	0.1	102	2.1
Fe	56	DRC	2.8	0.4	101	1.7
Co	59	DRC	0.1	0.1	95	2.1
Ni	60	DRC	1.4	1.0	102	2.8
Cu	65	DRC	4.0	0.4	104	2.1
Zn	66	DRC	2.2	0.8	97	2.3
Ga	69	Standard	3.7	0.4	105	1.8
Ge	74	Standard	2.1	0.7	98	1.6
As	75	Standard	9.9	2.9	102	1.5
Sr	88	Standard	0.3	0.2	104	0.9
Mo	95	Standard	1.8	0.4	101	1.4
Ag	109	Standard	1.0	0.2	102	0.8
Cd	114	Standard	0.16	0.02	100	0.8
In	115	Standard	0.18	0.02	101	0.7
Sn	118	Standard	1.4	0.3	99	1.0
Sb	121	Standard	0.3	0.2	99	1.0
Ba	138	Standard	0.3	0.2	103	0.9
W	184	Standard	0.13	0.04	102	1.0
Au	197	Standard	0.23	0.04	101	1.3
Tl	205	Standard	0.08	0.15	104	1.3
Pb	208	DRC	0.12	0.09	102	1.8
Bi	209	Standard	0.09	0.09	104	1.4

实验结果

硝酸样品采用additions calibrations法进行定量分析；
分析结果汇整列于Table 2. 检出限 (DLs) 乃利用10%硝酸之3倍标准偏差值及分析物灵敏度比值计算而得。
Background Equivalent

Concentrations (BECs) 则由10%硝酸之讯号强度及分析物灵敏度比值计算而得。添加回收率则在28%硝酸、10 ng/L 水平下计算而得。此外，添加100 ng/L于28%硝酸中且不经任何清洗进行连续4小时长时间稳定度测试。Figure 1 显示ELAN DRC II ICP-MS 在半导体应用硝酸基质元素分析之准确度具有极佳结果。

结论

ELAN DRC II ICP-MS 相当适合使用于硝酸中超微量不纯物之例行性定量分析。Standard mode 及DRC mode 藉由计算机程控切换，单一样品分析采用热电浆条件进行所有元素分析，所需花费分析时间少于4分钟。

参考文献

SEMI Standard C35-0708,
SEMI Standards,
<http://www.semiorg/en/index.htm>

PerkinElmer, Inc.

大中华区总部
地址：上海张江高科园区李冰路67弄4号
邮编：201203
电话：(021) 3876 9510
传真：(021) 387 91316
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问 www.perkinelmer.com.cn/ContactUs

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利，恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。