

应用资料

电感耦合等离子体质谱

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

动态反应池-ICP-MS 分析半导体级 盐酸中杂质

引言

盐酸（HCl）广泛应用于半导体工业。目前，半导体器件正设计的更小线宽，因此更易于受到低水平杂质影响。在更多的关键工艺，为达到其所需性能和质量，必须连续监测HCl中的杂质水平。半导体标准SEMI C27 0708¹规定了不同等级HCl中各金属从ppt到0.1ppm的最高污染限量。

电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）因其具有快速同时测定各类工艺中化学品的超痕量（ng/L或ppt）组分能力，使其成为质量控制的传统地不可缺少的分析工具。然而，应该指出，在传统的等离子体条件下，氩离子与基质相结合将产生多原子干扰。常见的HCl中观测到的Cl基体干扰，有如 $^{37}\text{Cl}^1\text{H}_2$ 对 ^{39}K 的干扰， $^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}$ 对 ^{51}V 的干扰， $^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}^1\text{H}$ 对 ^{52}Cr 的干扰， $^{37}\text{Cl}^{16}\text{O}$ 对 ^{53}Cr 的干扰， $^{37}\text{Cl}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ 对 ^{69}Ga 的干扰， $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$ 对 ^{75}As 的干扰。虽然冷等离子体已被证明可有效地减少氩的干扰，但其比热等离子体更容易受到基体抑制。

此外，由于冷等离子体的等离子体能量更低，使其更易形成在热等离子体中不存在的多原子干扰。使用多极杆和低反应性气体的碰撞池被证明对减少多原子干扰有用。该技术通过使用能量歧视来消除副产物。但由于能量歧视大大降低灵敏度，使其分析ng/L含量时发生问题。而且其低质量数离子灵敏度损失更大。

另一种池技术是动态反应池（DRCTM），它使用四级杆，通过调节四级杆中的RF和DC电压产生质量带宽消除副产物。这种设计的优点之一就是其被称为动态质量带宽（DBT）的能力，即可以使特定离子通过反应池，而

其他离子被排除在反应池之外。由于具有这种能力，在动态反应池中，即使使用反应活性非常强的气体，比如 NH_3 和 O_2 ，不需要的副产物离子也不会反应池中产生。

这篇应用将证明动态反应池具有的这种能力，通过一次分析，在热等离子体条件下，动态反应池可以轻松地消除各类干扰，从而实现对HCl中的超痕量的杂质分析

实验条件

Table 1. Instrumental parameters and sample introduction components 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

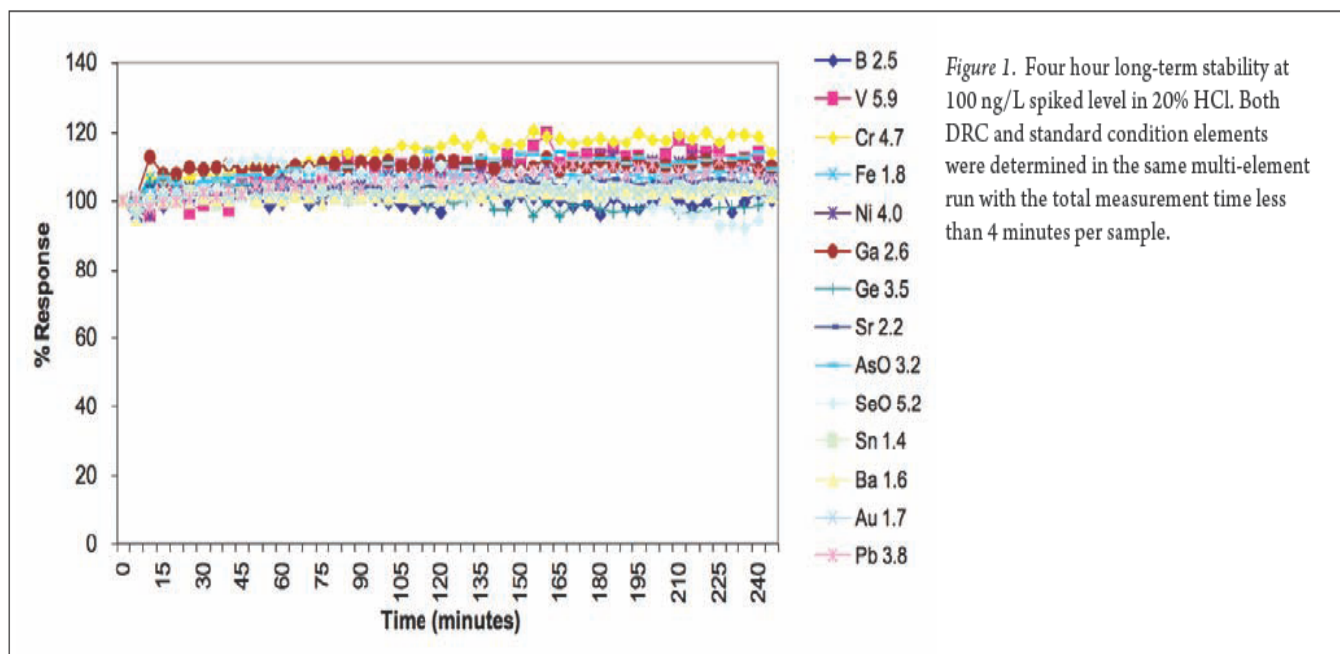


Table 2. DLs and BECs, spike recoveries at 25 ng/L level and 4 hr long-term stability results at 100 ng/L level for all analytes in 20% HCl.

Analytes	<i>m/z</i>	Mode	BEC ng/L	DL ng/L	Recovery %	Stability %
Li	7	Standard	0.7	0.1	102	2.2
Be	9	Standard	2.5	1.5	103	3.2
B	11	Standard	6.3	4.1	117	2.5
Na	23	Standard	0.7	0.4	102	1.8
Mg	24	Standard	N.D.	0.5	101	1.9
Al	27	DRC	2.0	1.2	115	4.5
K	39	DRC	20.6	4.9	109	4.3
Ca	40	DRC	2.5	1.0	106	3.3
Ti	48	DRC	4.7	3.0	97	6.6
V	51	DRC	N.D.	10.0	112	5.9
Cr	52	DRC	3.6	2.8	105	4.7
Mn	55	DRC	1.7	0.6	98	2.5
Fe	56	DRC	13.2	2.1	96	1.8
Co	59	DRC	1.1	0.3	111	4.3
Ni	60	DRC	5.3	0.8	114	4.0
Cu	63	DRC	5.3	2.2	109	4.5
Zn	66	DRC	10.1	1.7	118	3.0
Ga	69	DRC	2.6	1.1	102	2.6
Ge	74	Standard	3.3	1.5	91	3.5
Sr	88	Standard	2.5	1.4	109	2.2
AsO	91	DRC	7.2	2.6	89	3.2
SeO	96	DRC	6.1	2.6	92	5.2
Mo	98	Standard	1.8	0.9	103	2.0
Ag	107	Standard	0.6	0.4	102	1.7
Cd	111	Standard	1.8	1.3	101	2.0
Sn	120	Standard	1.8	1.0	112	1.4
Sb	121	Standard	1.5	0.3	121	1.3
Ba	138	Standard	0.3	0.2	106	1.6
Au	197	Standard	1.2	0.9	113	1.7
Pb	208	DRC	0.2	0.1	109	3.8

N.D. = Not Detected; Standard = Standard mode; DRC = DRC mode.

结果

通过标准加入法，对20%的盐酸进行了定量分析，结果见表2。

其中，检出限（DL）为三倍20%的盐酸信号标准偏差所对应的浓度；背景等效浓度（BEC）为20%的盐酸信号所对应的浓度；加标回收率由20%的盐酸中加标25 ng/L计算得到；对20%的盐酸加标100 ng/L后测定四小时长期稳定性。从图1可以清楚地看到，ELAN DRC II ICP-MS具有长时间准确分析半导体行业要求的盐酸中的所有各元素的能力。

结论

ELAN DRC II ICP-MS可以稳定地用于20% 盐酸中含量在 ng/L 的超痕量杂质日常分析。由于该仪器可以实现标准模式和动态反应池模式自动切换，使其可以在热等离子体条件下仅用简单一次分析实现对20%的盐酸中各杂质元素无干扰分析。

参考文献

1. SEMI Standard C27-0708, SEMI Standards, <http://www.semi.org/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。

008757_01_CN