

使用配备外部气体控制模块的 Agilent 4200 MP-AES 测定异丙醇中的痕量元素

应用简报

半导体和石化

作者

Kim Young-Jin
安捷伦科技公司
韩国



前言

异丙醇 (IPA) 是半导体行业最常用的有机溶剂之一。在硅片的生产过程中，经表面清洁处理后，需将硅片干燥，此步骤中经常使用 IPA。由于 IPA 直接与硅片接触，因此其纯度至关重要。此步骤中，任何污染都可能影响最终产品的整体性能。

与火焰原子吸收光谱 (FAAS) 等技术相比，等离子体类检测仪具有出色的多元素分析能力，灵敏度更高，因此广泛用于半导体行业。不过有机基质的分析需要稳定的等离子体。微波等离子体原子发射光谱 (MP-AES) 采用磁耦合微波能量生成稳定的等离子体，非常适合用于分析有机溶剂。Agilent 4200 MP-AES 采用先进的微波腔和炬管，能够处理各种样品，与 FAAS 相比，其检测限更低，工作范围更宽。使用 MP-AES 可轻松测定 IPA 中的主要元素 (Ca、K、Na、Mg)，仅需少量的样品前处理操作。



Agilent Technologies

4200 仪器中，用于生成等离子体的氮气可通过氮气发生器直接从空气中获得。无需使用其他技术采用的有害气体或昂贵气体，降低了运行成本，极大地提高了实验室安全性。该仪器操作简单，即使是没有使用经验的新手也能快速掌握。即插即用炬管和直观的 MP Expert 软件使仪器设置和方法开发非常轻松，最大程度减少了培训工作量。

本应用简报介绍了使用配备外部气体控制模块 (EGCM) 的 Agilent 4200 MP-AES 直接测定未稀释的高纯度 IPA。

实验部分

仪器



图 1. Agilent 4200 MP-AES 的外部气体控制模块 (EGCM) 附件

使用 Agilent 4200 MP-AES 进行所有元素的分析测定。为了直接分析 IPA 中未稀释的 Na、K、Mg 和 Ca，该仪器配备了安捷伦有机物分析套件，包括 EGCM、OneNeb 惰性雾化器、耐腐蚀溶剂管线和双通道雾化室。

EGCM (如图 1) 将空气注入等离子体，有效避免了炬管发生碳沉积，同时可防止有机样品分析造成的等离子体不稳定，并减少了由碳引起的背景发射。MP Expert 软件可根据不同的波长自动选择 EGCM 设置，同时支持手动微调。

OneNeb 惰性喷雾器非常适用于 IPA 等有机溶剂的分析。与其他雾化器相比，OneNeb 惰性雾化器可提供较高的雾化效率和较窄的小液滴分布范围。

借助 MP Expert 软件，采用快速顺序分析模式和帕尔帖冷却电荷耦合检测器 (CCD) 的 4200 MP-AES 仪器可确保轻松并准确地校正背景和光谱干扰。有机基质导致的背景发射采用自动背景校正模式进行校正。

仪器运行参数和方法条件列于表 1 和表 2 中。

表 1. Agilent 4200 MP-AES 操作条件

| 参数 | 值 |
|------------|--------------|
| 样品管 | 橙/绿耐溶剂腐蚀型 |
| 废液管 | 蓝/蓝耐溶剂腐蚀型 |
| 读取时间 (s) | 3 |
| 重复次数 | 3 |
| 样品提升延迟 (s) | 10 |
| 稳定延迟时间 (s) | 10 |
| 冲洗时间 (s) | 10 (快速泵: 开启) |
| 泵速 (rpm) | 7 |

表 2. MP-AES 方法条件: 分析物波长、背景校正、雾化器流速和 EGCM 自动设置列表

| 元素 | 波长 (nm) | 背景校正 | 雾化器流速 (L/min) | EGCM 设置 |
|----|---------|------|---------------|---------|
| Na | 588.995 | 自动 | 0.6 | 高 |
| K | 766.491 | 自动 | 0.6 | 高 |
| Mg | 285.213 | 自动 | 0.6 | 低 |
| Ca | 393.366 | 自动 | 0.6 | 中 |

样品与样品前处理

电子级 IPA (纯度 99.9%) 购自 Dongwoo Fine-Chem 有限公司 (韩国), 未进行前处理直接用于分析。对 IPA 加标 106.5 ppb 多元素标样, 测试方法稳定性。

结果与讨论

线性动态范围

采用 10 ppb、50 ppb、100 ppb 和 200 ppb 的一系列标样进行校准, 测定 Na、K、Mg 和 Ca 的线性动态范围 (LDR)。在校准范围内, 所有元素都具有极好的线性, 相关系数均大于 0.999。Na、K、Mg 和 Ca 的校准曲线如图 2 所示。

方法检测限

通过分析 7 个浓度为 106.5 ppb 的样品来测定方法检测限 (MDL)。得到这 7 个样品 (6 个自由度) 的 99% 置信区间的 t 值为 3.14, 所有元素的 MDL 均小于 5 ppb。结果如表 3 所示。

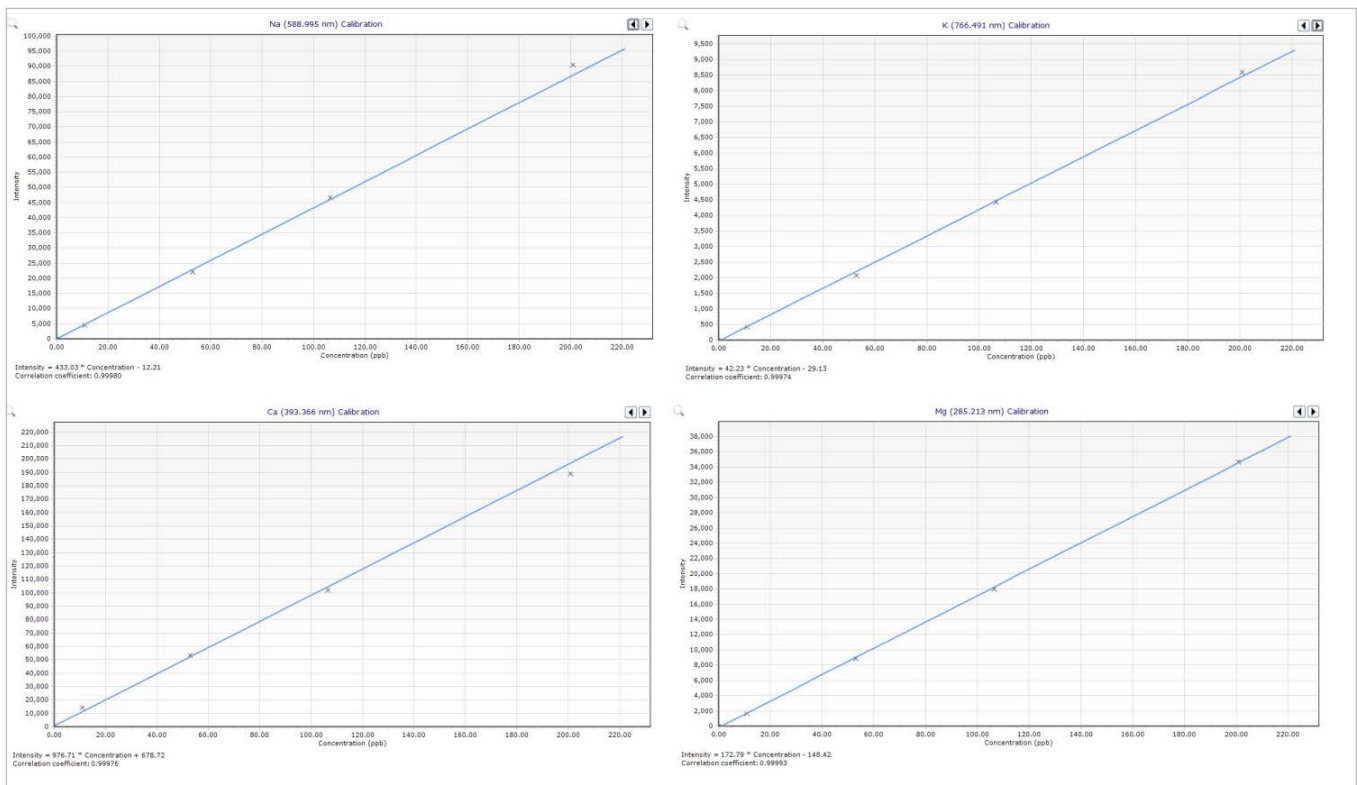


图 2. Na 588.995、K 766.491、Ca 393.366 和 Mg 285.213 的校准曲线

加标回收率

为测试该方法的回收率，样品加标 106.5 ppb 后三个小时以上再进行重复分析。实验期间，各元素的平均加标回收率均在 97% 至 102% 之间。加标回收率结果见表 3。

表 3. IPA 中 Na、K、Mg 和 Ca 的 MDL、106.5 ppb 加标回收率及长期稳定性

| 元素 (ppb) | 波长 (nm) | MDL (ppb) | 加标回收率 (%) | 长期稳定性 (%RSD) |
|----------|---------|-----------|-----------|--------------|
| Na | 588.995 | 2.5 | 100 | 1.4 |
| K | 766.491 | 3.0 | 97 | 1.4 |
| Mg | 285.213 | 2.8 | 102 | 1.6 |
| Ca | 393.366 | 3.8 | 97 | 0.9 |

长期稳定性

Na、K、Mg 和 Ca 的长期稳定性通过在 IPA 中加标 106.5 ppb 测定而得。各元素的稳定性曲线见图 3，%RSD 则列于表 3 中。由表可知，各元素的稳定性极佳（3 小时以上的 %RSD 小于 2%）。

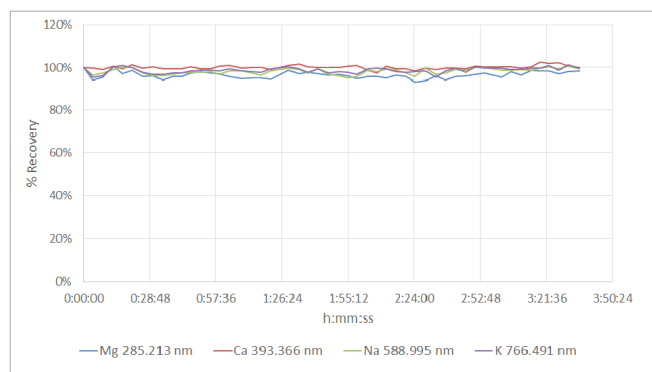


图 3. IPA 中 Na、K、Mg 和 Ca 的长期稳定性曲线

结论

配备 EGCM 附件的 Agilent 4200 MP-AES 可成功测定未稀释的异丙醇中 ppb 级的 Na、K、Mg 和 Ca。各元素的方法检测限均小于 5 ppb，得到出色的加标回收率 (97%-102%)，长期稳定性小于 2% RSD。该方法非常适合 IPA 中这 4 种关键元素的常规分析。

4200 MP-AES 具有以下几大优势：

- 性能和样品通量均比 FAAS 更高
- 简便易用，通过 MP Expert 软件和即插即用炬管简化了方法开发和炬管校准，最大程度减少了操作培训工作量
- 安全性更高，无需使用有害或昂贵的气体（如乙炔或氩气）
- 安全的无人操作提高了分析效率

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2015
2015 年 7 月 17 日，中国出版
出版号：5991-6021CHCN