

利用 spICP-MS 分析有机溶剂中的 15 nm 铁纳米颗粒

借助 Agilent 8900 ICP-MS/MS 的优异灵敏度和低背景

作者

Donna Hsu¹
Yoshinori Shimamura¹
Katsuo Mizobuchi¹
Brian Liao¹
Kuo-Lin Wang²
Chiu-Hun Su³
Ching Heng Hsu⁴

¹ 安捷伦科技有限公司
² Shiny Chemical Industrial
Co., Ltd., 中国台湾
³ 中国台湾工业技术研究院
⁴ BASF Taiwan Ltd.

监测工艺化学品中的金属纳米颗粒

在半导体器件制造中，即使工艺试剂中存在微量杂质，也可能影响产品良率和可靠性。人们日益认识到，金属纳米颗粒 (NPs)，尤其是 Fe NPs，可能导致晶圆表面出现缺陷。单颗粒 ICP-MS (spICP-MS) 是一种功能强大的工具，正越来越多地用于表征各类样品（包括半导体工艺化学品）中的 NPs 含量。

使用 spICP-MS 测量 15 nm Fe NPs

Agilent 8900 ICP-MS/MS（半导体配置）配备带 1.5 mm 内径中心管的石英炬管。采用氧气作为反应池气体，消除 m/z 56 处 ArO 和 C₂O₂ 对 ⁵⁶Fe 的干扰。使用 Agilent SPS 4 自动进样器，因此可使用大容量样品瓶（100 至 500 mL）进行长期稳定性测试。样品采用安捷伦 PFA 雾化器配合 SPS 4 采样针工具包（部件号 G3139-68000）进行自吸取进样。使用 Agilent ICP-MS MassHunter 软件的可选单纳米颗粒应用模块进行数据分析。

表 1. 用于 spICP-MS 方法的 8900 ICP-MS/MS 操作参数

参数	设置	参数	设置
RF 功率 (W)	1200	动能歧视电压 (V)	-8.0
采样深度 (mm)	16	反应池气体 (O ₂) 流速 (mL/min)	0.38 (25%)
雾化气流速 (L/min)	0.75	驻留时间 (μs)	100
补偿气流速 (L/min)	0.5	扫描模式	单四极杆模式
*可选气体 (O ₂) 流速 (L/min)	0.12 (12%)	监测质量数	56 (Fe)
雾化室温度 (°C)	-2	数据采集时间 (s)	60
轴向加速电压 (V)	2		

* 通过添加氧气（50%，Ar 混合气）防止碳沉积在锥上，实现了有机溶剂的直接引入。

采用 spICP-MS 方法测量了加标 15 nm Fe₂O₃ NPs (Sigma Aldrich) 的异丙醇 (IPA)、丙二醇甲醚乙酸酯 (PGMEA) 和丙二醇单甲醚 (PGME)。图 1 显示了各样品中 Fe NPs 的信号分布 (上图) 和粒径分布图 (下图)。NP 信号与背景信号明显分离。此外, 在所有加标样品中, 实测平均粒径约为 15 nm, 与 Fe NP 的标称直径 (15 nm) 一致。

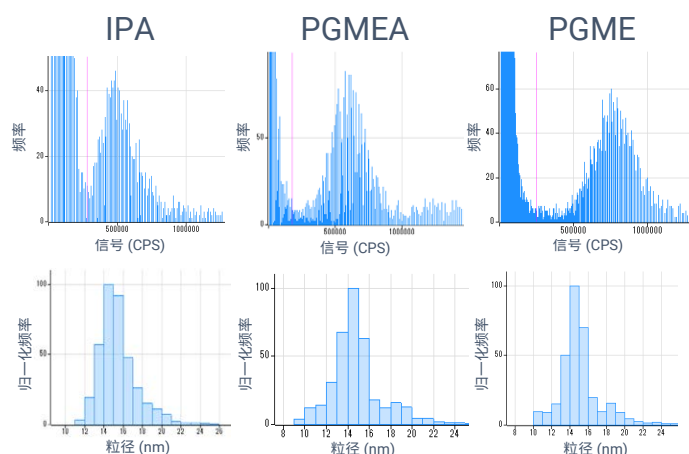


图 1. IPA、PGMEA 和 PGME 溶液中 15 nm Fe NPs 的信号分布 (上图) 和粒径分布 (下图)

15 nm 与 30 nm 颗粒的粒径比

表 2 显示了直径为 30 nm 的单个颗粒和直径为 15 nm 的单个颗粒的平均信号强度, 以及两者的强度比值 (30 nm/15 nm)。由于信号强度与颗粒直径的立方成正比, 15 nm 和 30 nm NPs 的信号强度比理论值应为 8。实测比值为 8.44, 考虑到标称直径的准确度, 该结果可接受。

表 2. 单个颗粒的平均信号强度及强度比值

平均单个颗粒信号强度 (cps)		比值 (30 nm/15 nm)
30 nm	15 nm	
5216482	617736	8.44

长期稳定性测试

图 2 显示了两种溶剂中 15 nm Fe NPs 在 10 小时内的检出颗粒数 (代表颗粒数浓度) 和粒径的稳定性。检出颗粒数和粒径在 10 小时内均保持恒定, 如 %RSD 所示。

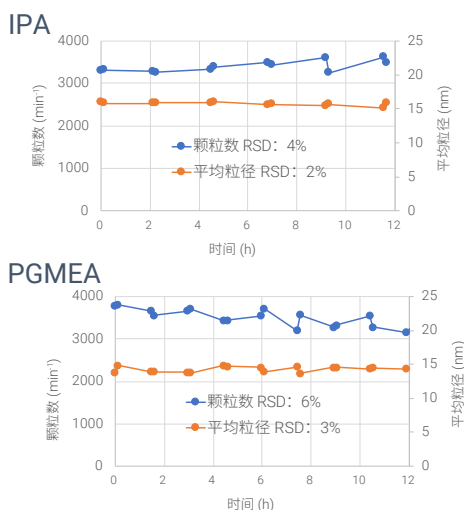


图 2. 15 nm Fe NPs 在 IPA 和 PGMEA 中超过 10 小时的长期稳定性

图 3 显示了样品前处理当天和六个月后, IPA 中 30 nm Fe NPs 的粒径分布图。六个月后, 仍可清晰观察到 30 nm Fe NPs 的信号, 且粒径分布形状与新鲜溶液几乎相同。结果表明, Fe NPs 在 IPA 中可长期稳定存在, 说明其不会溶解于溶剂中或发生沉淀。

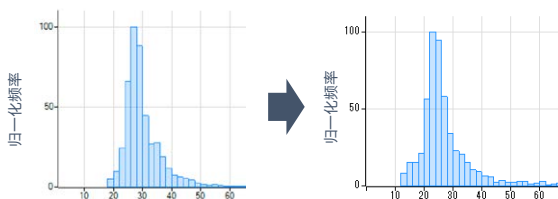


图 3. 30 nm Fe NPs 在 IPA 中样品前处理当天 (左) 和六个月后 (右) 的粒径分布

高纯度溶剂中的单颗粒

8900 spICP-MS 方法满足了半导体行业在高纯度溶剂中监测低浓度小尺寸颗粒的新兴需求。

www.agilent.com

本文中的信息、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, 2020
2020 年 3 月 4 日, 中国出版
5994-1747ZHCN
DE.8940046296

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

 **Agilent**
Trusted Answers