

2021 年 11 月，第 86 期



## 第 1 页

使用 ICP-MS 满足法规限值和行业需求

## 第 2-3 页

使用 ICP-MS 分析大麻和火麻样品的 AOAC 方法

## 第 4 页

安捷伦虚拟研讨会：ICP-MS 在半导体应用领域的性能现状

## 第 5 页

单颗粒 ICP-MS 在先进半导体工艺中的应用

## 第 6 页

使用 IC-ICP-MS 分析饮用水中的痕量 Cr(VI)

## 第 7 页

消耗品速报：半导体消耗品和易于安装的 ICP-MS 备件

## 第 8 页

安捷伦视频资源和最新的 ICP-MS 出版物

# 使用 ICP-MS 满足法规限值和行业需求

在本期内容中，我们将介绍通过 ICP-MS 实现的两项法规进展。在第一篇文章中，我们将介绍一种新的 AOAC 方法，该方法已发布用于大麻和火麻产品中的重金属分析。第二篇文章将介绍一种离子色谱 (IC) ICP-MS 方法，该方法可作为 HPLC-ICP-MS 的替代方法，用于饮用水中痕量六价铬 (Cr(VI)) 的常规分析。

在使用 ICP-MS 的众多行业中，半导体产品开发和生产的要求最为苛刻。随着半导体技术的不断进步，对杂质的控制要求也更加严格。与此同时，ICP-MS 技术的不断发展使低浓度痕量元素分析成为可能。在最近的行业网络研讨会和虚拟研讨会中讨论了 ICP-MS 在半导体领域的应用历史和性能现状。



图 1. 使用配备 I-AS 集成自动进样器的 Agilent 7900 ICP-MS 进行超痕量分析

# 使用 ICP-MS 分析大麻和火麻样品的行业标准方法步骤

Jenny Nelson 和 Craig Jones, 安捷伦科技有限公司; Sam Heckle 和 Leanne Anderson, CEM 公司, 美国

## 大麻行业要求

消遣和药用大麻类产品供应量和消费量的迅速增加，导致愈发需要可靠的分析方法来确保产品质量和安全。然而，由于行业内缺乏官方方法，大麻和火麻产品中金属的分析受到阻碍。2021 年 8 月，AOAC 采纳了一种新开发的 ICP-MS 方法，用于分析各种大麻类产品中的重金属，并将其作为初版状态的官方分析方法<sup>[1]</sup>。接下来，将对新方法的重现性和性能进行长达两年的跟踪，如果满足要求，将推荐该新方法作为最终的官方分析方法。

新的 ICP-MS 方法可测定使用微波消解进行前处理的各种大麻类产品中的砷 (As)、镉 (Cd)、汞 (Hg) 和铅 (Pb)。在进行适当的验证之后，也可以将其他元素添加到方法中。该方法适用于广泛的大麻和火麻类样品类型，如表 1 所示。在开发新方法时，主要是为了创建一种符合 AOAC 标准方法性能要求 (SMPR) 的可靠且易于使用的方法。

最近的一次网络研讨会<sup>[2]</sup>中介绍了这种新方法，同时还强调了快速、可靠的样品前处理方法对于不同基质样品的重要性。拥有一种适用于所有样品类型的样品前处理方法对于高通量大麻检测实验室尤其重要。

## 样品前处理的“现场”演示

在本次网络研讨会中，来自 CEM 公司的 Sam Heckle 演示了 MARS 6 微波消解系统如何一次性消解多达 24 或 40 个大麻和火麻混合样品。对于包含“油类”样品的批次，Sam 建议使用 24 位转盘。样品消解方法可确保对各种类型的大麻和火麻样品实现完全消解，同时还解决了目标分析物的化学稳定性问题。

表 1. 使用新的 AOAC ICP-MS 方法可以分析的大麻和火麻类样品类型

样品类别	样品
吸入	火麻花
	大麻素 (CBD) 电子烟油
	火麻分离提取物
口服	全谱软胶囊
	全谱酊剂
	分离酊剂
	CBD 咖啡渣
	火麻仁酱
	火麻籽油
	CBD 牛肉干
	CBD 硬糖
局部制剂	CBD 菠萝饮料
	全谱软膏
	镇痛霜
	CBD 软膏
	CBD 局部涂抹油
生产	火麻皂
	火麻生物质和废弃火麻生物质
	毛状体
	CBD 粗提物、馏分和分离物

“四大” AOAC 分析物 As、Cd、Hg、Pb 中的 Hg 在 HNO<sub>3</sub> 单独存在的条件下并不稳定。因此，样品消解物应包含 HCl，以形成稳定的 Hg 配合物。但是，来自 HCl 的氯离子可以与多种分析物（包括 As）结合，从而在 ICP-MS 谱图中产生多原子离子重叠。因此，ICP-MS 必须具备一种简单、可靠的方法，能够在碰撞/反应池 (CRC) 中使用氦 (He) 模式解决这些谱图重叠问题。

## 使用 ICP-MS 分析大麻和火麻

在 Agilent 7850 ICP-MS 上进行了 AOAC 方法开发, 网络研讨会所述的工作中也使用了相同类型的仪器。

### 7850 ICP-MS 功能确保数据准确性

7850 ORS<sup>4</sup> CRC 在 He 碰撞模式下运行, 通过动能歧视 (KED) 减少常见的多原子干扰。He KED 可以使用相同的池条件对不同样品类型中的多种元素进行定量分析, 从而简化方法开发和常规操作。

7850 还使用 ICP-MS MassHunter 软件 (5.1 版或更高版本) 中的自动“半质量校正”功能解决了双电荷稀土元素 (REEs) 的潜在重叠问题。该校正算法能够确保在存在 REEs 的情况下准确分析 As、Se 和 Zn<sup>[4]</sup>。

为了对复杂多变的样品基质进行常规分析, 7850 配备了超高基质进样 (UHMI) 气溶胶稀释系统。在 UHMI-4 下运行 7850 可提供稳定的等离子体条件, 确保内标 (ISTD) 信号在持续近 24 小时的分析过程中保持稳定, 如图 1 所示。应用简报<sup>[3]</sup>中提供了关于 7850 ICP-MS 操作条件和微波消解程序的详细信息。

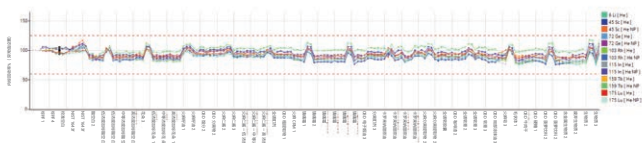


图 1. 近 24 小时内的 ISTD 回收率

除了定量分析外, 7850 还可以使用快速扫描数据提供 IntelliQuant 半定量结果。IntelliQuant 结果基于 He 模式下的两秒全质谱图扫描。IntelliQuant 数据可显示为元素周期表热力图, 如图 2 所示的软胶囊样品的热力图。热力图中较深的颜色清楚地表明, 软胶囊样品中 Hg 和 Pb 的浓度相对较高。

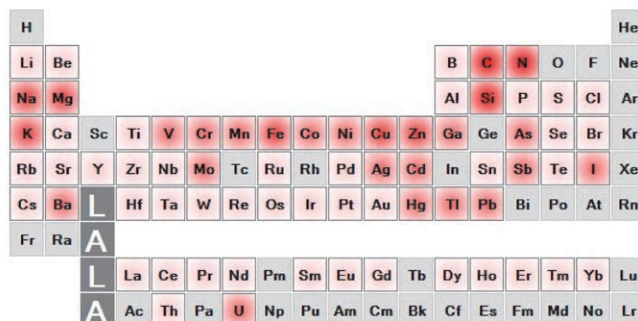


图 2. 软胶囊样品的 ICP-MS IntelliQuant 热力图结果

正如 Jenny Nelson 在最近一次网络研讨会<sup>[2]</sup>中所述, He 模式 IntelliQuant 数据使得可以利用同位素模板进行元素确认。在几种法规方法中都建议使用确证结果, 因为这样可以对定量结果进行独立校验。质谱峰与 IntelliQuant 模板之间的良好匹配, 确认了软胶囊样品中存在 Hg 和 Pb (图 3)。

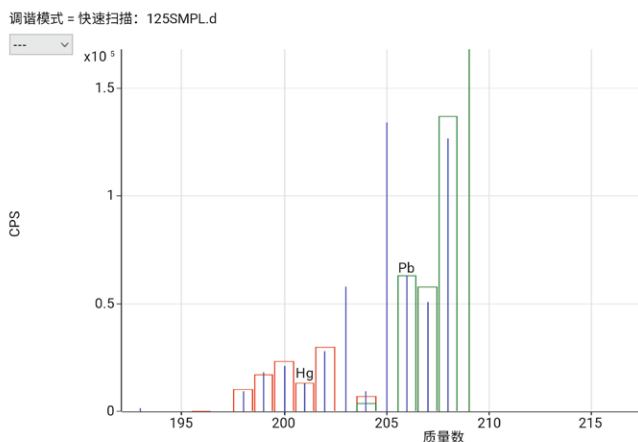


图 3. IntelliQuant 同位素模板确认存在 Hg 和 Pb ( $m/z$  203 和 205 处的 TI 未标记)。  $m/z$  209 处的峰为 Bi ISTD

## 更多信息

1. AOAC Expert Review Panel (ERP) for Chemical Contaminants in Cannabis Methods, August, 2021  
<https://www.aoac.org/news/august-2021-analytical-methods-week-highlights/>
2. 网络研讨会链接: <https://cem.com/en/heavy-metals-in-cannabis-efforts-towards-an-official-aoac-method>
3. J. Nelson 等, 安捷伦出版物 5994-4080EN
4. Tetsuo Kubota, 安捷伦出版物 5994-1435ZHCN

安捷伦产品和解决方案旨在帮助实验室进行大麻质量控制和安全检测 (在国家/地区法律允许的情况下使用)。

# 安捷伦虚拟研讨会: ICP-MS 在半导体应用领域的性能进展现状

Abe Gutierrez, Bert Woods, Emmett Soffey 和 Yan Cheung, 安捷伦科技有限公司

## 半导体行业现状与发展趋势

最近, 由于消费类电子产品等需求激增, 加之疫情期间供应链和生产中断, 导致芯片短缺, 使半导体成为了热门话题。

半导体制造商也在不断努力提高产量, 同时开发尺寸更小、晶体管密度更大、速度更快且功率要求更低的先进电子器件。

几十年来, ICP-MS 一直是半导体制造商和高纯度化学品供应商的重要工具。在 2021 年 9 月的虚拟研讨会上, 安捷伦 ICP-MS 专家介绍了安捷伦 ICP-MS 如何通过关键创新持续满足半导体行业不断变化的分析需求。



通过[安捷伦半导体虚拟研讨会 \(on24\)](#) 可观看 3 小时研讨会录像, 该研讨会包括以下内容:

- 追求低检测限: 使用 ICP-MS/MS 进行超痕量分析 (从网络研讨会视频的约 4 分钟时开始)
- ICP-MS 和 ICP-MS/MS 在半导体行业中的应用历史 (从约 45 分钟时开始)
- 非传统元素的痕量分析 (从约 92 分钟时开始)
- 使用 ICP-MS/MS 测量纳米颗粒 (NPs) 并进行多元元素 NP 分析 (从约 119 分钟时开始)
- 问答环节 (从约 131 分钟时开始)

- “追求低检测限”。通过视频链接, 应用专家 Bert Woods 为痕量元素分析实验室控制背景污染水平和优化条件以获得低检测限提供了实用技巧



- “ICP-MS 在半导体行业中的应用历史”。Bert 与安捷伦应用专家 Yan Cheung 以及产品专家 Abe Gutierrez 和 Emmett Sophie 一起进行了圆桌讨论。行业专家们针对重要的硬件进展发表了深刻、有趣的观点, 这些进展使 ICP-MS 能够持续满足极具挑战的半导体应用需求
- “使用 ICP-MS/MS 对非传统 ICP-MS 元素和纳米颗粒进行痕量分析”。Abe 和 Bert 展示了 ICP-MS/MS 如何改进对难分析元素 Si、P、S 和 Cl 的检测, 并实现对极小粒径 NPs 的分析

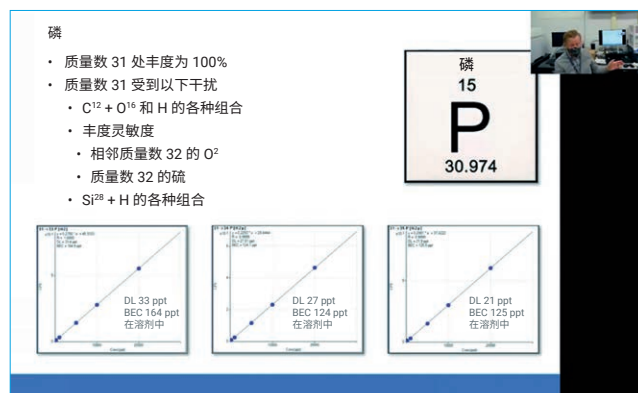
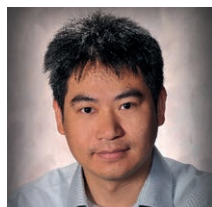


图 1. 磷的校准结果, 使用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 分析有机溶剂中的磷时, DL 为 30 ppt

# 单颗粒 ICP-MS 在先进半导体工艺中的应用

网络研讨会综述，Ed McCurdy 和 Jenny Nelson，安捷伦科技有限公司

## 使用 ICP-MS 进行单颗粒分析



Charlie (Qilin) Chan 博士 (PMP) 是美国明尼苏达州圣保罗 3M Corporate Research Analytical Laboratory 元素分析技术部的高级研究专家和企业负责人。

Charlie 最近参加了一场精彩的网络研讨会，介绍了他如何将单颗粒 ICP-MS (spICP-MS) 应用于与先进半导体工艺相关的应用。在该网络研讨会中，他深入介绍了 spICP-MS 如何帮助研究超滤和化学机械平坦化过程。

## 超滤

超滤是生产用于半导体制造的超纯水和高纯度制程化学品的关键过程。Charlie 展示了 spICP-MS 数据，说明了滤膜和颗粒的表面电荷对均匀颗粒保留效率的显著影响。虽然二氧化硅和金纳米颗粒的体积排阻保留特性与膜孔径一致，但膜-颗粒相互作用会极大地影响整体保留特性<sup>[1]</sup>。

各种滤膜对 SiO <sub>2</sub> 20 nm 的保留特性				尼龙-C 滤膜对各种金颗粒的保留特性			
滤膜类型	起泡点 (psi)	电荷量	保留效率	颗粒类型	粒径 (nm)	表面改性	保留效率
尼龙-A	30	+	25%	Au (BPEI)	20	BPEI	50%
尼龙-B	30	++	96%	Au (磺辛酸)	20	磺辛酸	81%
尼龙-C	30	+++	99%	Au (未修饰)	20	无	85%

即使是孔径相同的滤膜，保留效率也会因滤膜类型不同而存在显著差异  
 即使是颗粒粒径相同，保留效率也会因颗粒类型不同而存在显著差异

BPEI 磺辛酸

© 3M 2021, 保留所有权利。 3M

图 1. 研讨会幻灯片，显示了不同滤膜类型和颗粒涂层下 SiO<sub>2</sub> 颗粒保留效率的变化。© 3M。经授权转载

## 化学机械平坦化 (CMP)

CMP 是半导体芯片制造的一个重要步骤。将含有二氧化硅、氧化铝或二氧化铈的 CMP 浆液置于旋转垫上，然后将硅片压在旋转垫表面上。CMP 能够精确去除一定量的材料，并在芯片加工步骤之间对晶圆表面进行平滑处理。



图 2. 研讨会幻灯片，显示了 CMP 过程中的关键变量。© 3M。经授权转载

在该网络研讨会中，Charlie 介绍了他如何使用 spICP-MS 来证明晶圆加工过程导致二氧化铈粒径发生了微小但具有统计学意义的变化<sup>[2]</sup>。

这些 spICP-MS 结果有助于更好地了解二氧化铈颗粒对 CMP 旋转垫类型和条件（例如浆液流速和晶圆压力）的响应。

如需获取网络研讨会录像，请访问：[半导体和专用化学品行业](#)

## 参考文献

- Q. Chan, M. Entezarian, J. Zhou, R. Osterloh, Q. Huang, M. Ellefson, B. Mader, Y. Liu, M. Swierczek, *J. Memb. Sci.* 599, **2020**, 117822
- L. Zazzera, Q. Chan, J. Stomberg, A. Simpson, C. Loesch, D. LeHuu, D. Muradian, U.R.K. Lagudu, B. Mader, *ECS J. Solid State Sci. Technol.* 10, **2021**, 34009

# 使用离子色谱 (IC)-ICP-MS 测定饮用水中的六价铬

Yan Cheung, 安捷伦科技有限公司; Jayesh Gandhi 和 Amy Furreness, 瑞士万通公司; Lori Allen, Matthew Natschke, Hannah Tangen 和 Chris LeValley, 威斯康星大学, 美国帕克赛德

## 铬的法规限值

定义铬 (Cr) 的法规限值可能存在一定的困难, 因为不同化学形式的铬健康风险差异较大。Cr(III) 是一种必需的微量营养元素, 不会引发严重的健康问题, 而 Cr(VI) 则具有毒性和致癌性<sup>[1]</sup>, 因此应受到严格监管。

然而, 在样品采集之前以及采集和保存过程中, 很容易发生 Cr(III) 和 Cr(VI) 形态之间的 pH 依赖性相互转化。另一个问题在于, 针对 Cr(VI) 形态的特异性分析方法并未在常规检测实验室中得到广泛应用。针对 Cr(VI) 的法规包括加利福尼亚州环境健康危害评估办公室 (OEHHA) 公共卫生目标, 其中规定了饮用水中 Cr(VI) 的最大浓度限值为 0.02 µg/L。

## 使用 IC-ICP-MS 测定 Cr(VI)

ICP-MS 是一种元素分析技术, 通常用于定量总浓度。不过, ICP-MS 可以轻松联用色谱仪器 (最常见的是 HPLC), 在色谱中分离了不同的化学形式后再引入 ICP-MS 进行分析, 从而提供各个形态的分析结果。HPLC 系统通常使用不锈钢组件, 因此在测量痕量 Cr 形态时需要用惰性材料替换这些组件, 从而增加了系统成本。

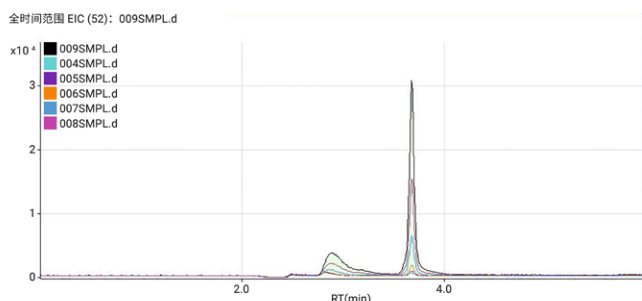


图 1. 使用 IC-ICP-MS 获得的 0.01–1 ppb Cr(VI) 标样的叠加色谱图 (为清晰显示, 已去掉 10 ppb 高浓度标样)

将离子色谱 (IC) 与 ICP-MS 联用是一种简单经济的替代方法。最近出版的安捷伦应用简报展示了一种用于分析饮用水中痕量 Cr(VI) 的新方法的性能<sup>[2]</sup>。新方法使用配备 Metrosep ASUPP4 250/4.0 色谱柱的 Metrohm 940 Professional IC, 并与 Agilent 7800 ICP-MS 联用。

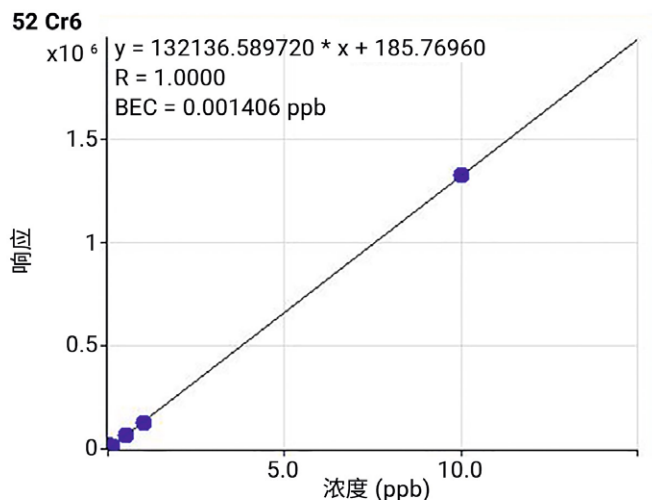


图 2. 使用 IC-ICP-MS 对 0.01–10 ppb Cr(VI) 进行校准

图 1 和图 2 分别显示了低浓度 Cr(VI) 标样的叠加色谱图和 Cr(VI) 的校准曲线。按照 EPA 方法 218.7 中的指导原则进行方法验证。方法性能测试得到的方法检测限 (MDL) 为 0.003 µg/L。最低报告限值 (MRL) 经确认为 0.020 µg/L, 满足加利福尼亚州 OEHHA 公共卫生目标的要求。

## 参考文献

1. L. M. Calder, in: J. O. Nriagu and E. Nieboer, Eds., Chromium in the Natural and Human Environments, Wiley and Sons, New York, 1988, 215–229.
2. Yan Cheung 等, 安捷伦出版物 5994-4295EN

# 消耗品速报：半导体应用专用消耗品和易于安装的 ICP-MS 备件

Gareth Pearson, 安捷伦科技有限公司

## 半导体应用专用备件

安捷伦与半导体行业的用户密切合作，为要求极为苛刻的应用开发和优化 ICP-MS 系统和消耗品。根据分析人员的反馈，安捷伦开发了广受欢迎的镀镍采样锥的铂尖版本以及无 O 形圈炬管中心管，并将它们加入了 PFA 惰性样品引入工具包。

安捷伦铂尖镀镍采样锥专门设计用于腐蚀性化学品的常规分析，包括浓  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HF}$ 、 $9.8\% \text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $1\% \text{H}_3\text{PO}_4$  和  $\text{NH}_4\text{OH}$ ，以及  $\text{HF}$  消解的  $\text{Si}$ 。我们在安捷伦 ICP-MS 系统上对新型铂尖锥进行了测试，发现：

- 铜基座能够耐受腐蚀性酸基质的侵蚀，大大延长了采样锥寿命
- 减少了清洗需求，从而尽可能降低过度清洗造成损坏的风险

如需了解更多信息，请访问 <https://explore.agilent.com/semi-con>

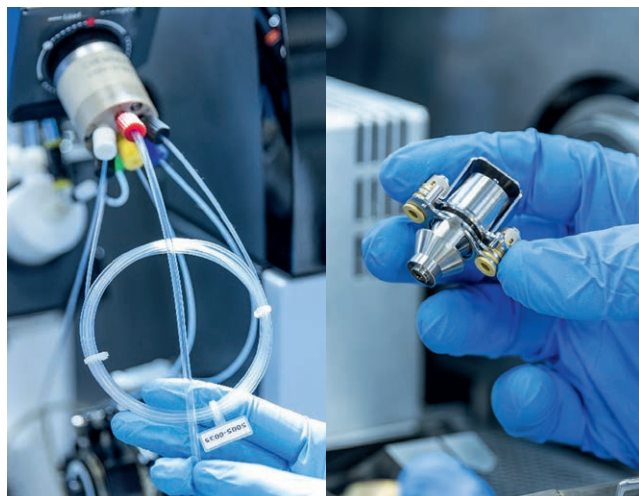
ICP-MS 实验室开展半导体应用时往往需要极低的背景水平，而分析含有  $\text{HF}$  或其他腐蚀性化学物质的样品，通常会使用惰性进样系统。安捷伦 ICP-MS 惰性工具包现包含一个无 O 形圈炬管，有助于更轻松地从石英外管中取下中心管进行维护。如需了解更多信息，请下载宣传单页 [5994-3839ZH-CN](#)。

## 用于 ISIS 3 的易安装免切割样品定量环

安捷伦 ICP-MS 期刊第 85 期中有一篇文章介绍了 [易安装蠕动泵管](#)，这种泵管经过预切割并具有扩口端，可实现轻松、一致且无泄漏的安装。易安装消耗品系列经不断扩展，现推出用于安捷伦集成进样系统 (ISIS-3) 不连续进样装置的预切割样品定量环。

体积固定的预切割 ISIS 3 定量环可确保方法一致，样品加载、采集和清洗步骤的时间也一致，从而实现快速简单的设置。无需任何定量环切割和组装步骤，也无需在方法设置过程中进行手动信号计时。

[了解更多信息或在线订购](#)



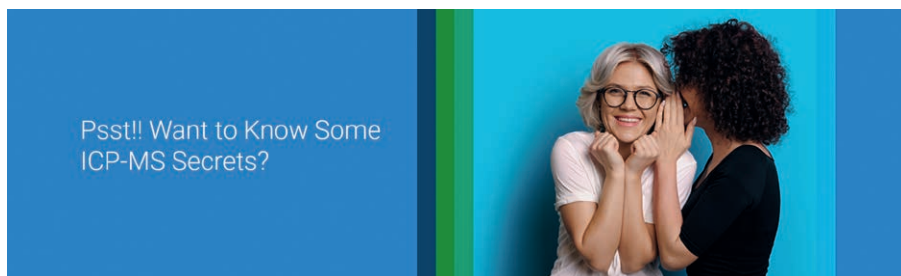
## 免维护、易安装的 x-透镜

安捷伦 ICP-MS 系统的透镜位于插板阀的前方，透镜的清洁过程简单且快速。根据样品类型的不同，大多数常规实验室在分析数千份样品后会对 x-提取透镜和 Omega 透镜组件进行清洁。

如果实验室想要实现全天候常规运行，安捷伦现提供一种替代方案——一体式 x-透镜。易安装透镜组件对于日常应用而言经济高效，这意味着它可以被视为消耗品。无需清洁透镜，只需简单更换即可让您的 ICP-MS 恢复理想性能。

[在线查找适用于您的 ICP-MS 型号的易安装 x-透镜组件](#)

## 揭秘 ICP-MS：如何提高 ICP-MS 分析的准确度并尽可能减少耗时且低效的活动



观看由安捷伦 ICP-MS 专家 Glenn Woods 主讲的四个视频短片。Glenn 通过简单易懂、幽默风趣的语言以及类比解释了四个重要的 ICP-MS 功能，这些功能简化了 Agilent 7850 ICP-MS 的常规分析：

- 应对样品中的化学不稳定性问题
- 如何在不使用液体稀释剂的情况下稀释 ICP-MS 样品
- 无需重新运行样品即可确认结果的秘诀
- 如何从实验室外进行 ICP-MS 分析

链接：<https://explore.agilent.com/7850-icp-ms-tips-videos>

**重大新闻：**安捷伦承诺到 2050 年实现温室气体净零排放。[了解更多信息](#)

### 最新的安捷伦 ICP-MS 出版物

- **应用简报：**根据 AOAC ICP-MS 方法测定大麻和火麻产品中的重金属，[5994-4080EN](#)
- **应用简报：**使用 ICP-MS/MS 在热等离子体条件下进行超纯级制程化学品分析，[5994-4025EN](#)
- **应用简报：**通过元素指纹图谱法使用 ICP-MS 和统计建模对大米进行真伪鉴别，[5994-4043ZHCN](#)
- **应用简报（已更新）：**USP <232>/<233> 和 ICH Q3D 元素杂质分析，[5991-8149EN](#)
- **应用简报（已更新）：**玩具材料中三价铬和六价铬的测定，[5991-2878CHCN](#)
- **应用简报：**确定婴儿食品中重金属含量的合规性，[5994-3714EN](#)
- **技术概述：**使用氢气池气体解决 REE<sup>2+</sup> 对砷和硒的重叠干扰，[5994-4071EN](#)
- **技术宣传网页：**控制 ICP-MS 中的空间电荷效应的重要性，[5994-3967EN](#)

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，2021  
2021 年 10 月 28 日，中国出版  
5994-4222ZHCN  
DE44490.5375115741