ПРЕГЛЕД НА

ПРИЛОЖЕНИЯТА НА NEXION 5000 – МУЛТИКВАДРУПОЛЕН ICP-MS



NEXION 5000 ICP-MS – първата и единствена четириквадруполна ICP-MS система в индустрията

PerkinElmer
For the Better



Добре дошли в прегледа на приложенията на мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000 на PerkinElmer.

Многократно награждаваният* NexION 5000 е първата и единствена четириквадруполна ICP-MS система, създадена да премахва най-сложните интерференции и да отговаря на най-трудните приложения, които изискват детекция на ултраследово ниво. Комбинацията от тандемния четириквадруполен дизайн и редица собствени технологии извежда производителността отвъд традиционните тройноквадруполни и високоразделителните ICP-MS: изключително ниски еквивалентни концентрации на фона и отлични граници на откриване, ключови за точни и повторяеми резултати.

*NEXION 5000 ICP-MS Е ГОРДИЯТ ПОБЕДИТЕЛ В ДВЕ ПРЕСТИЖНИ НАГРАДИ ЗА ПЪРВО МЯСТО ОТ УВАЖАВАНИ ОРГАНИЗАЦИИ:

- **Wiley Analytical Science Award 2021**
- **The Analytical Scientist Innovation Award 2020**

Този преглед предлага подбрани примери за приложения в различни пазарни сегменти (вижте съдържанието по-долу) с възможност за изтегляне на пълните приложни бележки.

Но преди да се потопим в приложенията, нека започнем с кратък преглед на това, което прави NexION 5000 ICP-MS идеалното аналитично решение за лаборатории, извършващи многоелементни анализи, изискващи детекция на ултраследово ниво.

СЪДЪРЖАНИЕ

Преглед на технологията....3

Приложения в биомониторинга

Анализ на кръв....4

Геохимични приложения

Анализ на проби, богати на редкоземни елементи, подготвени чрез стапяне с литиев борат....6

Определяне на примеси в литиеви материали....8

Директно определяне на редкоземни примеси във високочист европиев оксид....10

Директно определяне на редкоземни примеси....12 във високочист празеодимов оксид

Металургични приложения

Определяне на бром във високочиста мед....14

Измерване на примеси във високочист меден концентрат....16

Полупроводникови приложения

Метални примеси в органични разтворители за производство на ИС....18

Анализ на метални примеси в силициеви пластини с напълно автоматизиран VPD-ICP-MS....20

Анализ на полупроводниково чист водороден пероксид....22

Характеризиране на свръхчиста вода....24

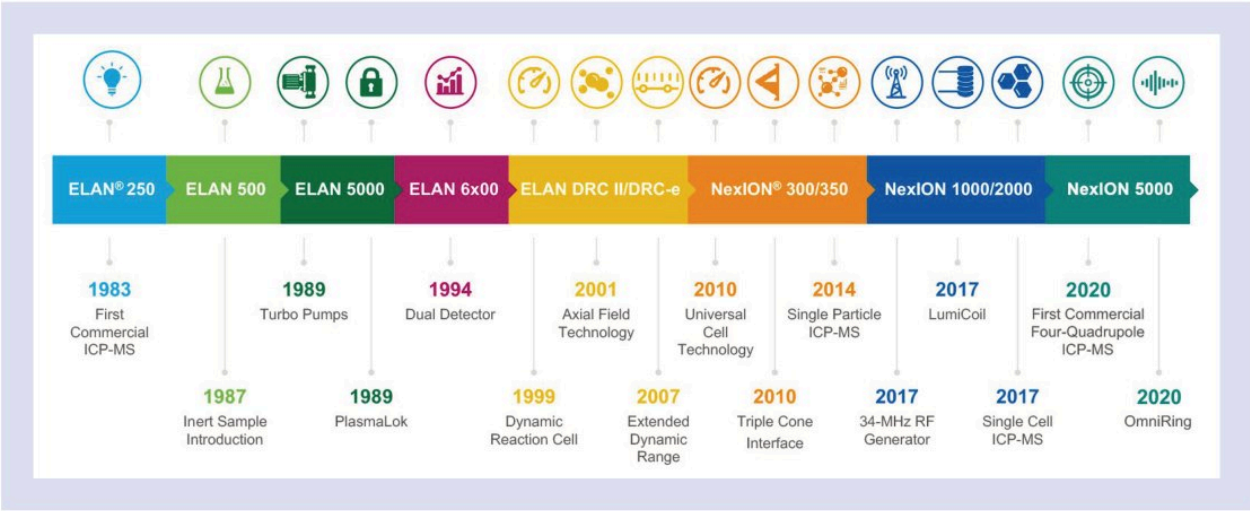
Определяне на примеси в солна киселина с електронна чистота....26

Бърз ултраследов анализ на примеси в свръхчиста вода....28

Неметали на ултраследово ниво в разредена азотна киселина....30

Ултраследов елементен анализ във високочиста сярна киселина....32

Неметали в сярна киселина на ултраследово ниво при различни условия на клетъчния газ....34



NexION 5000 надгражда дългата и богата традиция на иновации в ICP-MS технологията при PerkinElmer. Нашите ICP-MS системи винаги са предлагали изключителни възможности за откриване. Но с NexION 5000 ICP-MS вдигнахме летвата по отношение на чувствителността и производителността – ето някои от характеристиките, които отличават тази система.

Превъзходно премахване на интерференции

За разлика от тройноквадруполните системи, мултиквадруполният ICP-MS NexION 5000 осигурява четири степени на масова разделителна способност. Комбинацията от тандемния му четириквадруполен дизайн и други собствени технологии, като квадруполната Universal Cell с динамично настройване на пропусканата лента (dynamic bandpass tuning), създава среда за най-добро премахване на интерференции. Освен това предлага допълнителната гъвкавост да се използват до четири реакционни клетъчни газа със смесване в движение. Тези уникални характеристики заедно осигуряват най-ефективното елиминиране на спектрални интерференции, с граници на откриване в диапазона части на квадрилион и линеен динамичен диапазон до 12 порядъка при комбинация с Extended Dynamic Range.

Отлична стабилност

Всичко в NexION 5000 ICP-MS говори за стабилност – както за уреда, така и за резултатите. Да започнем със свободно работещия му 34 MHz RF генератор. Тази система е единственият RF генератор на пазара, проектиран специално за нуждите на ICP-MS приложенията, и осигурява най-бързото съгласуване на импеданса на пазара. Освен това Triple Cone Interface на уреда с конуси с широк отвор предлага несравнима устойчивост на запушване дори при трудни матрици. И накрая, възможността да се използват чисти реакционни газове, като амоняк, в квадруполната Universal Cell създава контролирани реакции за несравнимо премахване на спектрални интерференции и осигурява отлична възпроизводимост на резултатите.

Несравнима толерантност към матрицата

NexION 5000 ICP-MS е перфектното решение за изпитвателни лаборатории, които изискват изключително ниски граници на откриване и еквивалентни концентрации на фона в най-различни матрици – от водни до органични, от свръхчиста вода до проби с високо общо съдържание на разтворени вещества. Мощната му система за въвеждане на проби All Matrix Solution (AMS) осигурява до 200-кратно разреждане и поддържа дори проби с 35% TDS без нужда от ръчно разреждане. Освен това иновативният му свободно работещ RF генератор с патентованата технология LumiCoil™ осигурява точно съгласуване на импеданса и се справя лесно дори с най-трудните матрици. И не на последно място, Triple Cone Interface от второ поколение с технология OmniRing™ предлага уникални решения срещу ефектите на пространствения заряд.

Най-ниска поддръжка

Времето на готовност е ключово за работата на лабораториите с пълна производителност, а NexION 5000 ICP-MS елиминира почти всички изисквания за поддръжка и осигурява несравнимо време на работа на уреда. Първо, патентованата му RF бобина LumiCoil™ е с доживотна гаранция и не изисква активно охлаждане с вода или газ. След това Triple Cone Interface от второ поколение разполага с уникален хипер-скимер конус с технология OmniRing™, който създава плътно фокусиран йонен лъч. Освен това конусите с широк отвор на интерфейса увеличават максимално стабилността на сигнала и свеждат до минимум запушването на конусите при продължителни серии от проби с високо TDS. И накрая, патентованата комбинация от Triple Cone Interface и Quadrupole Ion Deflector контролира и фокусира лъча в следващата йонна оптика и гарантира, че не е необходимо почистване или смяна на никой от компонентите на спектрометъра.

Научете повече – изтеглете техническите ни бележки:

- Интерференции в ICP-MS: все още ли трябва да се тревожим за тях?
- Система All Matrix Solution за платформите NexION ICP-MS
- Предимства на нов плазмен генератор за ICP-MS системите NexION 1000/2000/5000
- Предимства на нов дизайн на интерфейса за NexION 5000 ICP-MS



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Анализ на кръв с NexION 5000 ICP-MS

Значението на измерването на ниски и високи нива на елементи в телесни течности

В продължение на много години ICP-MS е инструментът на избор за анализ на токсични и хранителни елементи в човешки телесни течности и тъканни проби. Исторически изследователите са намирали корелации между тези панели от елементи и човешки заболявания, метаболитни нарушения, експозиция на околната среда и хранителни дефицити. Въпреки това, поради нарасналата популярност на ортопедичните импланти, елементи като титан (Ti) и кобалт (Co) също са добавени към списъка с често изследвани аналити. Макар тези елементи да не се класифицират нито като есенциални, нито като токсични, те могат да дадат на медицинските специалисти ценна информация за разграждането на импланта.

Предизвикателства при биологичните проби

Кръвта и серумът са две често срещани биологични течности, които представляват предизвикателство за анализ на следови метали. Кръвта е сложна смес от вода, протеини, глюкоза, минерални соли, хормони, както и червени и бели кръвни клетки, докато серумът има сходен състав, но без кръвните клетки. Тази работа представя обобщение на оптимизиран аналитичен метод с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000 за бързо измерване на ниски и високи нива на аналити в един аналитичен цикъл, основан на просто разреждане на пробата от кръв.

Стандарти и подготовка на пробите

За да се определи точността на метода, бяха анализирани три нива на референтния материал ClinChek® Blood Control (нормално, повишено и високо). Подготовката на пробите включваше 50-кратно разреждане на матриците с разтвор от 0,5% HNO3 + 0,05% Triton™ X + 0,25 mg/L злато (Au).

Условия на уреда за този анализ

Основното предимство на мултиквадруполните възможности на NexION 5000 е способността да се отхвърлят йони, които не са интересуващите ни аналити, чрез квадрупола Q1, както и възможността да се използва не само MS/MS, но и режим Mass Shift. Използването на Universal Cell Technology (UCT) заедно с четири клетъчни газа позволява да се изберат оптималните условия за всеки аналит – независимо дали в режим Reaction, Collision или Standard. В режим Reaction амонякът е най-ефективният клетъчен газ за елиминиране на интерференциите на основата на аргон, въглерод и хлорид върху няколко елемента, като Mg, Cr, Mn, Co и други, с граници на откриване от единици ppt в биологични матрици. От друга страна, кислородът е най-ефективният реакционен газ за елиминиране на интерференциите от метални оксиди върху кадмий (MoO+) и живак (WO+), като превръща интерференциите в различни оксидни йони. Освен това O2 реагира и образува клъстери с някои елементи, като P, As и Se, което позволява прилагането на Mass Shift за измерването им като оксидни йони при по-високи маси, където няма спектрални интерференции. Освен това за аналити с висока маса без полиатомни интерференции се предпочита режим Standard. Този подход води до по-лесна работа и ефективно премахване на интерференции, така че всички аналити могат да бъдат измерени в един аналитичен цикъл.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 4/36

Управление на интерференциите

Възможностите на технологията на NexION 5000 са демонстрирани по-долу. Фигура 1a показва Q3 сканиране (режим Single Quad) на 100 ppt многоелементен стандарт от маса 75 до 92, докато в Universal Cell се въвежда O2. В този режим квадруполът Q1 действа като йонен водач, пропускащ всички маси. Анализираният стандарт е смес от 50 елемента, включително Ge, Zr. Показани са множество пикове от компонентите на този стандарт, като при маса 91 присъства пик, образуван от AsO+, докато на Фигура 1b същият многоелементен стандартен разтвор е сканиран в режим Product Ion Scan с O2, като Q1 е настроен на маса 75 и работи с разделителна способност 0,7 amu. Тя показва чист фон само с два пика – малък при маса 75 (CoO+ и ArCl+) и много по-голям при маса 91 – арсен като AsO+. Арсенът се измерва в режим Mass Shift след реакция с O2, без опасения от потенциални интерференции от Ge, Zr и Cl.

Резултати

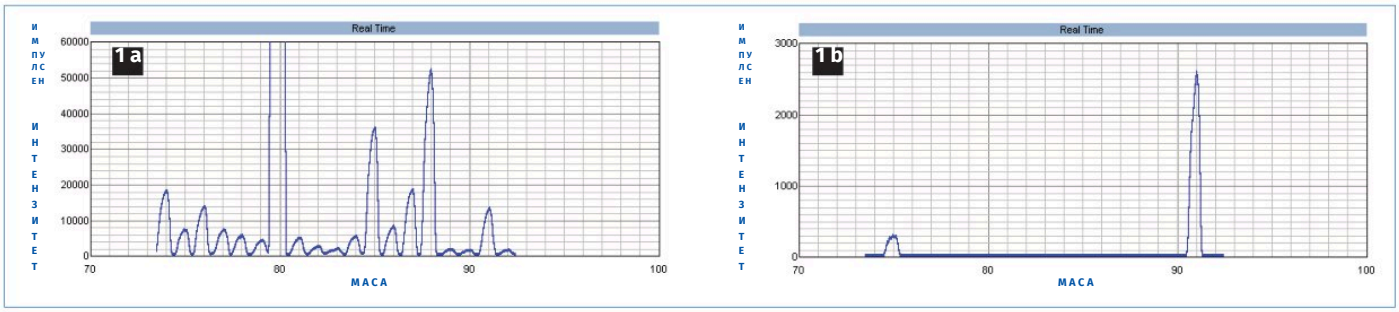
Фигура 2a показва нормализирани резултати спрямо средните стойности на ClinChek I, II и III CRM, които са в контролния диапазон и много близо до средните стойности. След като точността беше установена, стабилността на методиката беше изследвана допълнително чрез анализ на смесени проби от кръв (с добавен 2 ppb смесен стандарт) в продължение на 6,5 часа, като на всеки 10 проби се следеше QC стандарт. Получената графика на Фигура 2b ясно показва изключителната стабилност на мултирежимния метод и липсата на дългосрочен дрейф – пряк резултат от стабилния дизайн на системата NexION 5000.

Заключение

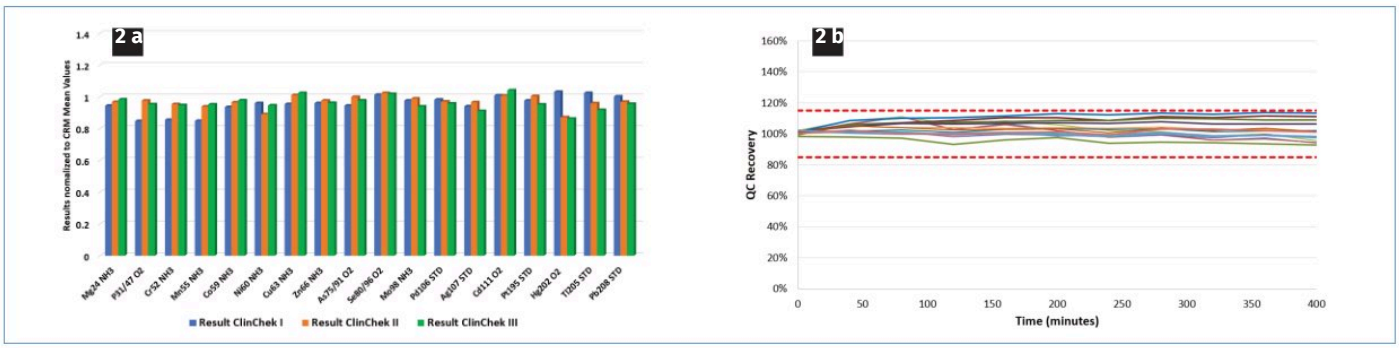
Тази работа демонстрира способността на мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000 да извършва възпроизводими анализи на проби от кръв с отлична стабилност при дълги серии от проби. Точни резултати бяха постигнати с метод в режим MS/MS с NH3, O2 или без газ и в режим Mass Shift с O2.

Източник

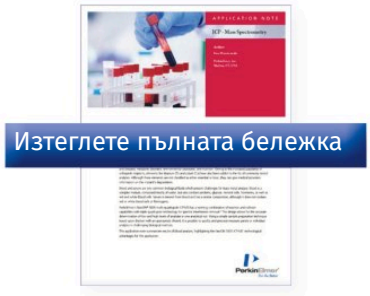
Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Анализ на кръв с NexION 5000 ICP-MS“ от Ewa Pruszkowski.



Фигура 1a: Сканиране в режим Single Quad; и Фигура 1b: Сканиране в режим Mass Shift с O2.



Фигура 2a: Нормализирани средни стойности на ClinCheck I, II, III CRM за панел от аналити при различни режими; и Фигура 2b: 6,5-часов цикъл за стабилност на същите аналити.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 5/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Анализ на проби, богати на редкоземни елементи, подготвени чрез стапяне с литиев борат на NexION 5000 ICP-MS

Нуждата от анализ на редкоземни минерали

Редкоземните елементи (REE) имат много приложения във високите технологии и електрониката, използвани в автомобили, самолети, обективи за фотоапарати, медицински изделия, телевизори, смартфони и компютри. Тъй като геоложките материали, съдържащи REE, обикновено се срещат само в ниски концентрации, съществена част от геоложкото проучване е способността за точно количествено определяне на следови нива на REE. Измерването на REE с ICP-MS след подготовка на пробата чрез стапяне с флюс или киселинно разлагане е широко използвана аналитична техника. Литиевият боратен флюс обикновено се използва за матрици, които са много огнеупорни и иначе трудно се разлагат. Той обаче може да създаде някои специфични предизвикателства при въвеждането на пробата и матричните ефекти за ICP-MS поради увеличеното количество общо разтворени вещества (TDS). Освен това REE обикновено присъстват в много ниски концентрации, а много от тях имат изотопни и оксидни застъпвания, които създават допълнителни затруднения.

Тази работа описва анализа на три сертифицирани референтни материала (CRM) за REE, подготвени чрез стапяне с литиев борат, с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000. Комбинацията от All Matrix Solution (AMS) на уреда – онлайн система за разреждане с аргон, Triple Cone Interface от второ поколение с технологията OmniRing™, четири газови канала с онлайн смесване на газове, Universal Cell Technology (UCT) и мултиквадруполния дизайн – осигурява много от отличните инструменти, необходими за преодоляването на тези предизвикателства.

Подготовка на пробите

Три CRM на CanMET (REE-1, REE-2 и REE-3), които вече са преминали стапяне с литиев борат и последващо разтваряне в 5% HNO_3, бяха предоставени от външна лаборатория. Преди анализа всеки CRM беше допълнително разреден 100 пъти с разредител от 0,5% HNO_3. Концентрациите на стандартите, приготвени за всички проби, бяха 0,2, 2 и 20 ppb, с изключение на Al, Ca, Fe, K, Mg, Na и Si, които бяха 0,2, 2, 20, 200 и 400 ppb. Освен това за вътрешен стандарт беше използван родий с концентрация 10 ppb, добавен чрез модула за поточно инжектиране High Throughput System (HTS).

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 6/36

Условия на уреда

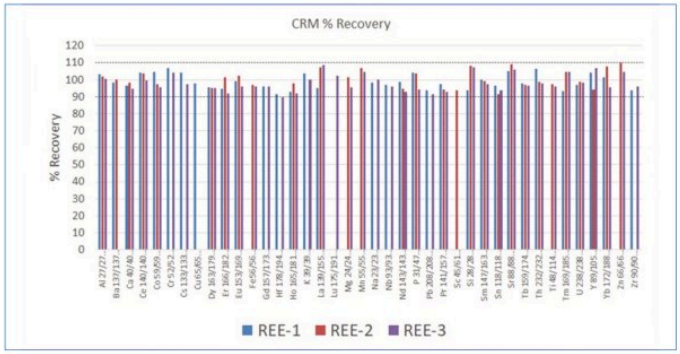
Бяха използвани множество клетъчни режими, за да се оползотворят най-добре възможностите за премахване на интерференции. Оптимизирането на потоците на колизионния и реакционния газ, динамичното филтриране на пропусканата лента в квадруполната Universal Cell и избора на маса на аналита за разделящите квадруполи бяха напълно автоматизирани чрез софтуера Syngistix™ for ICP-MS. Режимът на йонния водач за всички аналити беше избран според режима, който осигурява най-ниските еквивалентни концентрации на фона (BEC) за интересуващите ни аналити. В зависимост от интерференциите върху конкретен аналит комбинацията от чисти реакционни газове и мултиквадруполна технология в NexION 5000 ICP-MS предлага превъзходни аналитични възможности. Например значително предимство на мултиквадруполните уреди е възможността целевият елемент да бъде преместен по маса (mass-shift) чрез реакция с реактивен газ към по-висока маса, далеч от интерференциите, които биха довели до потенциално грешни резултати. Кислородът може да се използва за образуване на оксиди на целевите елементи, като ги премества с 16 amu нагоре. За разлика от това газове като чист амоняк могат да образуват клъстерни йони с определени елементи, като ги преместват още по-нагоре в масовия диапазон, далеч от потенциални интерференции. Всички тези реакции трябва да се контролират активно, за да се предотвратят нежелани странични реакции. Настройваемото динамично настройване на пропусканата лента на уникалния квадруполен UCT дава на потребителите гъвкавостта активно да предотвратяват образуването на реакционни странични продукти, като допълнително реагират с реакционния газ или с примесите в газа.

Резултати

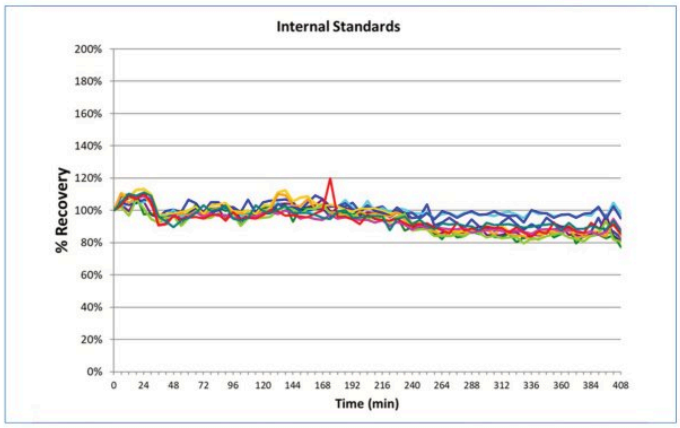
Възстановяванията на набор от REE и други преходни и тежки метали са показани на Фигура 1. Вижда се, че всички получени данни са в рамките на 10% от сертифицираните стойности. Особено си заслужава да се подчертаят условията, използвани за Si и P, като пример за гъвкавостта на реакционните възможности на Universal Cell. За Si амонякът (NH3) и водородът (H2) се смесват онлайн в клетката за най-добро премахване на интерференциите на N2 и CO при маса 28. Фосфорът от своя страна е моноизотопен със 100% изотопно разпространение при 31 amu. Върху тази маса обаче има интерференции от N и Si (NOH+, SiH+, NO+), които обикновено правят анализа трудно изпълним за едноквадруполните уреди. С мултиквадруполната ICP-MS технология и O2 като реакционен газ обаче P се премества по маса към PO+ при маса 47 и се определя количествено без тези интерференции, като се получават отлични възстановявания на CRM.

Дългосрочната стабилност беше оценена и с 7-часов анализ на пробите от стапяне с литиев борат. Цикълът за стабилност се състоеше от многократни анализи на всеки CRM, повтаряни последователно, както и от матрични сляпи проби и симулирани проби в същата матрица от стапяне, за да се демонстрира ефектът от анализа на проби с високо общо съдържание на разтворени вещества (TDS) върху въвеждането на пробите и компонентите на интерфейсната зона на NexION 5000.

Възстановяванията на вътрешния стандарт родий (10 ppb) спрямо калибровъчната сляпа проба бяха проследявани и са показани на Фигура 2. Всички възстановявания бяха в рамките на 20% от истинската стойност, което допълнително потвърждава устойчивостта на метода и на аналитичния уред.



Фигура 1. Възстановявания на аналити в сертифицираните референтни материали на CanMET REE-1, REE-2 и REE-3.



Фигура 2. Дългосрочна стабилност въз основа на вътрешния стандарт (Rh), измерен в рамките на 7-часов цикъл с множество газови режими.

Заключение

Тази работа демонстрира изключителната точност и дългосрочна стабилност при определянето на REE и други интересуващи ни елементи в сложни геоложки проби със системата мултиквадруполен ICP-MS NexION 5000. Освен това върху всички интересуващи ни аналити беше постигнато превъзходно премахване на интерференции чрез контрол на йоните и реакциите в клетката. Освен това наличието на четири газови канала осигури максимална специфичност на реакционната химия, така че за всеки от аналитите да могат да се използват най-ефективните единични или смесени реакционни газове без компромиси.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Анализ на Анализ на проби, богати на редкоземни елементи, подготвени чрез стапяне с литиев борат на NexION 5000 ICP-MS“ от Andrew Rams.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 7/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Определяне на примеси в литиеви материали с NexION 5000 ICP-MS

Значението на измерването на примеси в литиеви соли

Едно от най-честите приложения на лития (Li) е в производството на батерии за електрически превозни средства, компютри, мобилни телефони и много други преносими електронни устройства. С търсенето на батерии с по-голям капацитет и по-дълъг живот настоящата технология за производство на батерии изисква по-добър контрол на използваните суровини и на физичните им свойства. Например литиевите соли обикновено се рафинират от силно концентриран разтвор на NaCl, който трябва да бъде отстранен, тъй като излишният натрий може да доведе до прегряване на батерията. Затова способността да се установява наличието на примеси в литиеви материали за батерии е критична, за да не бъде компрометирана крайната производителност на батерията.

Макар че все още няма индустриален стандарт за чистотата на Li солите, необходими в производството на батерии, изискванията за чистота на много производители са се повишили от 99% на 99,9% и в бъдеще могат да станат още по-строги. Тази работа описва анализа на четири Li соли за 50 елементни примеса с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000, конфигуриран с High Throughput System (HTS) – система с клапан и примка, която свежда до минимум времето за поемане на пробата и за промиване, комбинирана с автосемплер за автоматизирано въвеждане на пробите.

Подготовка на пробите

250 mg от всяка изследвана Li сол бяха претеглени точно и смесени с 50 mL 1% азотна киселина (v/v). Пробите бяха оставени да се дегазират в продължение на един час и след това разредени 100 пъти с 1% азотна киселина за анализ. Всяка проба беше приготвена в три повторения, за да се оценят както устойчивостта, така и възпроизводимостта. Всички измервания бяха направени спрямо външни калибровъчни криви, със стандарти, приготвени в 1% азотна киселина.

Резултати и обсъждане

При анализа на високочисти материали може да се наложи да се измерват както матричните елементи, така и примесите. Съществуват обаче аналитични предизвикателства, свързани с измерването на основни и второстепенни елементи в един метод, тъй като концентрациите им са много различни. Освен това анализът на матричните елементи без допълнително разреждане може да доведе до насищане на детектора. В серията NexION ICP-MS обаче сигналът на избрани от потребителя маси може да бъде селективно ослабен в Universal Cell чрез параметъра за отхвърляне с постоянно напрежение на квадрупола (RPa). Той може да се приложи към една маса, без да засяга останалите маси в метода и без нужда от допълнителен вътрешен стандарт. В тази работа RPa беше оптимизиран както за 6Li, така и за 7Li, за да се гарантира, че всички аналити в стандартите и пробите се измерват на един и същ етап на детектора. Таблица 1 показва резултатите за литий от три отделни подготовки на литиев карбонат, като средните резултати от трите проби са в рамките на 0,1% за 6Li и 7Li, което потвърждава високата точност на метода.

След като точността на анализа на Li беше установена, бяха извършени измерванията на примесите в четирите различни Li проби. Нивата на примеси в 99% Li соли традиционно се измерваха с ICP-OES и в резултат елементният анализ се ограничаваше до шепа елементи, включително Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Pb и Zn. Изискванията за чистота обаче се промениха, като производителите на батерии започнаха да изискват минимум 99,9% чистота и по-цялостен панел от елементи. Затова четирите Li соли бяха анализирани за 50 елементни примеса с комбинация от режимите MS/MS, Mass Shift и Standard с чист амоняк (NH3) и кислород (O2) като реакционни газове. Таблица 2 показва общите концентрации на примесите на всичките 50 елемента заедно с % чистота на четирите различни Li соли.

Таблица 1: Резултати от анализа на три отделни подготовки на литиев карбонат (99,998%).

Номер на пробата	^{6}Li Литиев карбонат (%)	^{7}Li Литиев карбонат (%)
1	19.00	18.64
2	18.31	18.88
3	18.53	18.61
Средно	18.61	18.71
CO	0.35	0.15
OCO	1.89	0.80

Таблица 2: Общи концентрации на примеси на 50 елемента заедно с % чистота на четирите различни Li соли.

	Примеси (µg/g)			
Аналит	LiOH 98%	LiOH **99.995%**	Li2CO3 **99%**	Li2CO3 **99.998%**
Примеси (µg/g)	1653.904	77.054	595.694	51.337
% примеси %	0.1654%	0.0077%	0.0596%	0.0051%
чистота	99.8346%	99.9923%	99.9404%	99.9949%

При измерване на примеси в Li съединения натрият (Na) и сярата (S) са критично важни елементи, тъй като високите нива на примеси водят до намален живот на батерията и възможни експлозивни събития. Предизвикателството при анализа на следов Na в Li матрица с ICP-MS е интерференцията от литиев оксид (LiO), която се проявява при същата маса като Na – маса 23. Тъй като Na е моноизотопен, няма алтернативни маси, които да се използват. При NexION 5000 ICP-MS обаче интерференцията от LiO+ се премахва чрез реакция със 100% амоняк в Universal Cell, при което се получават неутрални частици LiO, които вече не се откриват при маса 23. Натриевите йони не реагират с амоняк, затова могат да се анализират в режим MS/MS при маса 23.

Сярата е друг труден за измерване с ICP-MS елемент, тъй като всички изотопи се срещат при същите маси като O2. S+ реагира с O2 и образува SO+ при маса 48. Затова чрез добавяне на O2 в Universal Cell S+ лесно се превръща в SO+. За съжаление изотопите на титана (Ti) и калция (Ca) също съществуват при маса 48. Тъй като Ti+ реагира бързо с O2 и образува TiO+, той не пречи на SO+. Ca+ обаче не реагира с O2 и ще пречи на SO+. При едноквадруполните уреди трябва да се приложи корекционно уравнение за компенсиране на интерференциите на Ca при 48. С NexION 5000 това може да се преодолее, като първият разделящ квадрупол (Q1) се настрои на маса 32 и пропуска в Universal Cell само O2+ и S+, като така се премахва Ca. След това сярата реагира с кислорода и образува SO+, а вторият разделящ квадрупол (Q3) се настройва на маса 48, така че до детектора достига само SO+. Затова няма нужда от корекционни уравнения, тъй като нито 48Ti, нито 48Ca преминават през Q1.

Заключение

Литиевите батерии са важна стока в днешния свят, а търсенето на по-дълъг живот и по-висока ефективност само ще расте, тъй като светът се отдалечава от изкопаемите горива. Литиевите соли, използвани в производството на батерии, обикновено се извличат от саламури и затова съдържат високи нива на примеси. Чистотата на тези соли може да влияе на живота, стабилността и ефективността на батерията, което налага по-високи нива на чистота на тези суровини. В това изследване показахме, че с повишаването на чистотата на Li солите става необходимо да се анализират не само няколко традиционни елемента-примеси. За този анализ NexION 5000 ICP-MS предлага отлични граници на откриване и възможности за премахване на интерференции благодарение на комбинацията от мултиквадруполната си технология и други собствени характеристики.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Определяне на примеси в литиеви материали с NexION 5000 ICP-MS“ от Ruth Merrifield.





ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Определяне на следови редкоземни примеси във високочист европиев оксид с NexION 5000 ICP-MS

Нуждата от редкоземни материали

Редкоземните елементи (REE) играят изключително важна роля в днешната високотехнологична фотоелектромагнитна индустрия, включително луминесцентни фосфори и прахове, кристални материали, оптични влакна, оптично стъкло, както и във високотехнологични области на електронни и магнитострикционни приложения. Като пример високочистият европиев оксид (Eu2O3) се използва за производството на енергоспестяващи лампи и самосветещи прахове за днешните дисплеи с висока разделителна способност (HDP), които изискват материали с по-висока чистота и по-малък размер на частиците.

Аналитични предизвикателства

По принцип REE матриците трябва да бъдат предварително обработени преди измервания с ICP-OES и ICP-MS, за да се отделят аналитите от матрицата, причиняваща спектрални интерференции. Например при измерването на REE на ултраследово ниво в Eu2O3 директното определяне на тулий (Tm) – моноизотопен елемент с маса 169 – е трудно с ICP-MS поради интерференцията от 153Eu16O+. В тази работа обаче мултиквадруполният ICP-MS NexION® 5000 се използва за директно определяне, без никаква предварителна обработка, на 14 следови редкоземни примеса във високочист Eu2O3, като се елиминират матричните интерференции.

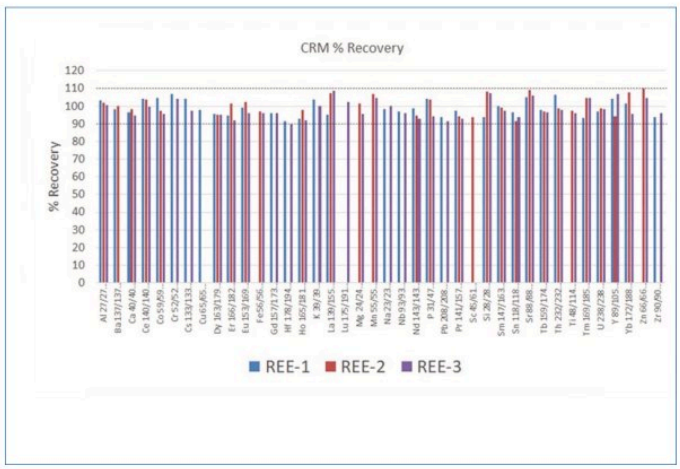
Уникални възможности на NexION 5000 ICP-MS за това приложение

Квадруполно базираната Universal Cell на NexION 5000 контролира реакционната химия в клетката при подаване на реакционен газ под налягане. Това се постига чрез прилагане на динамично настройване на пропусканата лента (dynamic bandpass tuning) в клетката, което предотвратява образуването на нови интерференции от страничните продукти на първоначалната реакция. Пропусканата лента на реакционната клетка позволява предвидимо и възпроизводимо премахване на интерференции с 100% чист газ или със смес от силно реактивни газове в клетката. Освен това уредът предлага четири газови канала, които позволяват смесване в движение на реакционни и/или колизионни газове в рамките на един и същ аналитичен метод и осигуряват върховна гъвкавост при премахването на интерференции. В тази работа реакционни газове (NH3, O2) бяха използвани за премахване на спектрални интерференции чрез превръщането им в атоми или йони с различна маса или чрез образуване на клъстерен йон с аналита (Mass Shift). В режим MS/MS Q1 и Q3 са настроени на една и съща маса, докато в режим Mass Shift аналитът се измерва като йонен продукт с реакционния газ при по-висока маса. Някои елементи, които нямат спектрални интерференции, бяха измерени в режим Standard без никакви газове в клетката.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 10/36

Резултати и обсъждане

При анализа на следови редкоземни примеси във високочист Eu2O3 най-трудният за измерване REE е Tm. Той има само един изотоп при маса 169, който има директна интерференция от 153Eu16O+. Режимът Mass Shift с O2 не премахва ефективно интерференцията на EuO+ върху Tm+. Режимът MS/MS с NH3 обаче може да се използва за премахване на интерференциите на 153Eu16O+ върху Tm поради високата реактивност на EuO+ с NH3. В това изследване беше проучен и гадолиний (Gd) в Eu2O3. За разлика от EuO+, Gd+ реагира с NH3 много неефективно и затова беше измерен на собствена маса в режим MS/MS с NH3. За сравнение всички REE бяха измерени и в режим Standard и в режим Mass Shift с O2, с изключение на Tm, който беше измерен само в режим Standard. В режим Mass Shift с O2 масата на Q3 е настроена с 16 amu по-висока от масата на Q1. Всички REE могат да реагират с кислорода, но с различна ефективност, като образуват MO+. Резултатите са показани на Фигура 1. Стойностите на Tm и Gd, измерени в режим MS/MS с газ NH3, бяха по-ниски, отколкото в режим Mass Shift с O2. Стойностите на останалите REE бяха еквивалентни на тези в режим Standard и в режим Mass Shift с O2; затова те бяха измерени в режим Standard. Това потвърди и че останалите REE нямат интерференции в 500 ppm Eu2O3.



Фигура 1. Измерени концентрации на REE примеси в 500 ppm Eu2O3, показващи, че стойностите на Tm и Gd в режим MS/MS с газ NH3 са по-ниски, отколкото в режим Mass Shift с O2.

Резултатите за 14 REE примеса във високочист Eu2O3 са изброени в Таблица 1. Забележка: итрият (Y) няма спектрална интерференция във високочист Eu2O3, затова относително високата стойност може да се дължи на замърсяване с Y от други продукти на производителя. Когато замърсяването с итрий бъде контролирано, NexION 5000 ICP-MS може безпроблемно да измерва набор от редкоземни елементи в ултрависокочист Eu2O3 с чистота 99,9999%.

Таблица 1: Резултати за REE примеси в Eu2O3.

Елемент	Q1	Q3	Режим	Концентрация (ng/L)	Съдържание (µg/g)
La	139	139	Standard	52.8	0.11
Ce	140	140	Standard	9.58	0.02
Pr	141	141	Standard	14.2	0.03
Nd	142	142	Standard	35.9	0.07
Sm	147	147	Standard	12.1	0.02
Gd	157	157	Амоняк	116	0.23
Tb	159	159	Standard	73.1	0.15
Dy	163	163	Standard	13.9	0.03
Ho	165	165	Standard	5.24	0.01
Er	166	166	Standard	20.4	0.04
Tm	169	169	Амоняк	16.2	0.03
Yb	174	174	Standard	19.4	0.04
Lu	175	175	Standard	26.0	0.03
Y*	89	89	Standard	875.4	1.7

Заключение

Представените в тази работа резултати демонстрират анализа на 14 REE във високочист европиев оксид. Интерференцията на EuO+ върху моноизотопния елемент Tm беше драстично намалена чрез използване на 100% NH3. Освен това изключителните аналитични характеристики на мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000 бяха възможни благодарение на уникалния 34 MHz RF плазмен генератор с RF бобина LumiCoil и Universal Cell със способността ѝ да използва 100% чист реактивен газ.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Директно определяне на следови редкоземни примеси във високочист европиев оксид с NexION 5000 ICP-MS“ от Xiaoling Ma.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 11/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Директно определяне на следови редкоземни примеси във високочист празеодимов оксид с NexION 5000 ICP-MS

Значението на измерването на примеси във високочисти редкоземни елементи

Редкоземните елементи (REE) се използват широко в различни традиционни индустриални области, като металургия, керамика, текстил, както и в нови материали, като постоянни магнити, сплави за съхранение на водород и катализатори. Освен това чистотата на REE материала е от критично значение, тъй като може да окаже пряко въздействие върху качеството, производителността и добивите на крайния продукт. Особено важно приложение е използването на високочист празеодимов оксид (Pr_6O_{11}) в оптоелектронните комуникационни технологии, използвани в производството на кристални материали и оптични стъкла.

Едно от най-големите предизвикателства при анализа на примеси в пречистени REE съединения като Pr_6O_{11} обаче е, че примесите често присъстват в изключително ниски концентрации. Поради тази причина мултиквадруполният ICP-MS се превърна в техника на избор за измерване на много ниски нива на примеси в REE съединения.

Въпреки че възможността за намаляване на интерференции като MO^+, MOH^+, MH^+, MOH_2^+ е налична при тройноквадруполните системи, чистите реакционни газове и квадруполно базираната реакционна клетка (UCT) в NexION® 5000 ICP-MS улесняват бързото и пълно премахване на такива интерференции.

При тази работа мултиквадруполният ICP-MS NexION 5000 беше използван за директно определяне на следови REE примеси във високочиста Pr_6O_{11} матрица. Четиринадесет REE примеса бяха анализирани с мултиквадруполна технология, комбинирана с газови реакции в UCT, за откриване на ултраследови нива.

Експериментална част

Приблизително 0,100 g Pr_6O_{11} бяха претеглени в 100 mL PFA бутилка, след което добавени 10 mL 2% HNO_3 за разтваряне при стайна температура и разредени до 50 mL с 2% HNO_3.

За анализа на 14 REE в разтвора на високочистата проба Pr_6O_{11} беше използван методът на стандартните добавки (MSA). MSA калибровъчните стандарти бяха приготвени от 10 ppm многоелементен стандарт за редкоземни елементи. Калибровъчните стандартни разтвори бяха приготвени в концентрации 20, 100 и 500 ng/L в разтвори на 500 ppm Pr_6O_{11}. Рений беше използван като вътрешен стандарт и добавян онлайн във всички стандарти и проби.

Апаратура

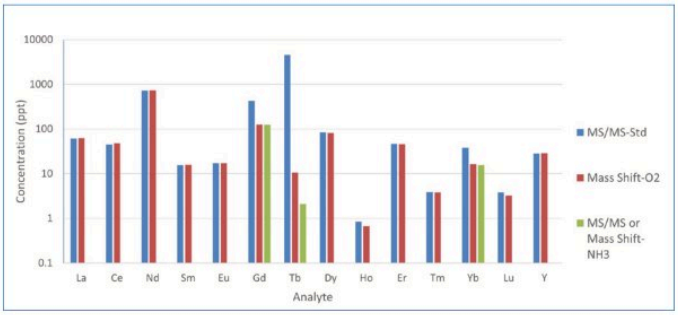
За всички анализи беше използван мултиквадруполният ICP-MS PerkinElmer NexION 5000 (модел за чиста стая). В Universal Cell бяха използвани реакционни газове (NH_3 и O_2) за подпомагане на премахването на интерференции, заедно с динамично настройване на пропусканата лента, за да се предотврати активно образуването на нови интерференции в клетката. Тъй като повечето REE лесно реагират с кислорода и образуват MO^+, в много случаи като реакционен газ беше използван кислород, докато някои аналити бяха измерени с чист амоняк. Използвани бяха както режим MS/MS, така и Mass Shift. В режим MS/MS Q1 и Q3 са настроени на една и съща маса и интерференцията реагира с реакционния газ. В режим Mass Shift Q1 и Q3 са настроени на различни маси, като аналитът се измерва като йонен продукт с реакционния газ при по-висока маса. Някои елементи, които нямат спектрални интерференции, бяха измерени в режим Standard без никакви газове в клетката.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 12/36

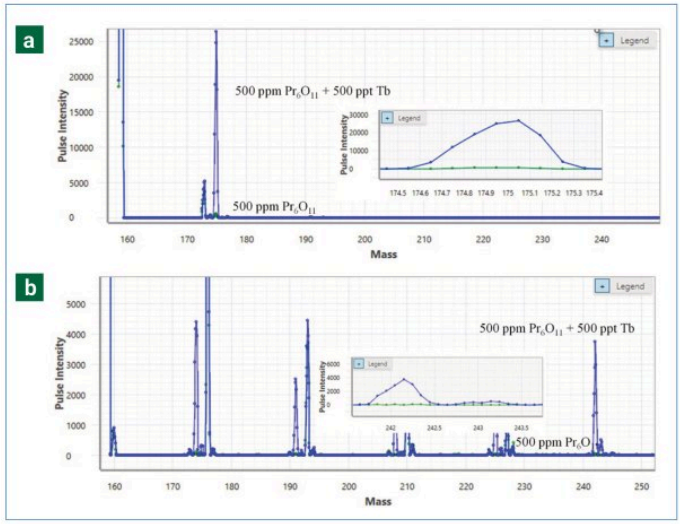
Резултати и обсъждане

Концентрациите, измерени в режим Standard и в режим Mass Shift с реакционния газ (O2 или NH3), бяха много сходни за La, Ce, Nd, Sm, Eu, Dy, Ho, Er, Tm, Lu и Y. Тъй като двата режима дадоха сравними резултати, беше направен изводът, че няма значителни интерференции от матрицата с 500 ppm Pr6O11 върху тези елементи, затова за анализа им беше използван режим Standard. Възстановяванията за всички REE са показани на Фигура 1.

Най-трудният за измерване в тази матрица REE обаче е тербият (Tb), защото е моноизотопен – има само един изотоп при маса 159, който има директна интерференция от 141Pr16OH2+, което води до привидна концентрация от почти 5000 ppt Tb в 500 ppm Pr6O11 при измерване в режим Standard, както е показано на Фигура 1. Фигура 2a показва наслагване на сканиране на йонен продукт в режим Mass Shift с O2 за разтвор на проба 500 ppm Pr6O11, едновременно без добавка и с добавени 500 ppt Tb. Спектърът на разтвора с добавка има ясен пик при маса 175, докато разтворът без добавка няма пик, което показва, че Tb+ се превръща в TbO+, а 141Pr16OH2+ не реагира ефективно с кислорода. Фигура 2b показва наслагване на сканиране на йонен продукт в режим Mass Shift с NH3 за 500 ppm Pr6O11, едновременно без добавка и с добавени 500 ppt Tb. От спектъра се вижда, че разтворът с добавка има ясен пик при маса 242, докато разтворът на пробата е плосък, което означава, че Tb+ се превръща в TbNH(NH3)4+, а 141Pr16OH2+ не реагира ефективно с NH3. Затова ефектът на интерференцията може да бъде намален драстично в режим Mass Shift с O2 или NH3, като най-ниски стойности се постигат при използване на NH3 като реакционен газ, който осигурява значително по-ниски BEC.



Фигура 1. Концентрация на REE примеси (ppt) в 500 ppm Pr6O11 при различни режими на работа и с различни реакционни газове.



Фигура 2. (a) Масспектър на 500 ppm Pr6O11 със и без 500 ppt Tb в режим Mass Shift с O2; (b) масспектър на 500 ppm Pr6O11 със и без 500 ppt Tb в режим Mass Shift с NH3.

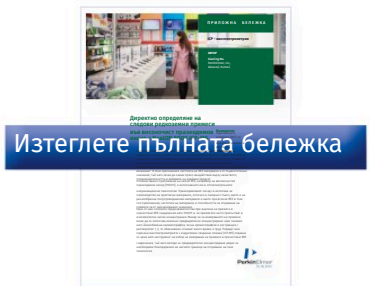
Заключение

Представените в тази работа резултати демонстрират способността на мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000 да измерва точно и директно 14 следови REE примеса във високочиста Pr6O11 матрица. С комбинация от истинската квадруполна Universal Cell, мултиквадруполна технология и чист реакционен газ NH3 бяха елиминирани полиатомните интерференции на Pr върху Gd, Yb и Tb, което гарантира точни резултати.

По време на анализа елементите, за които не се предполагаше наличие на интерференция, бяха анализирани в режим Standard. Тези допускания бяха потвърдени чрез анализ на елемента в режим Mass Shift с O2. Тъй като не бяха наблюдавани значителни разлики в концентрациите между режимите Standard и Mass Shift, тези елементи бяха анализирани в режим Standard.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Директно Директно определяне на следови редкоземни примеси във високочист празеодимов оксид с NexION 5000 ICP-MS“ от Xiaoling Ma.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 13/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Определяне на бром във високочиста мед с NexION 5000 ICP-MS

Значението на измерването на бром във високочиста мед

Свръхчистият меден (Cu) проводник се използва широко в печатни платки, както и в кабели за аудиоустройства поради високата си електрическа и топлопроводимост, силната си корозионна устойчивост и отличната обработваемост. Наличието на примеси, като бром (Br), обаче намалява в различна степен неговите характеристики и е ограничаващ фактор за качеството на материала. Бромът има два естествени изотопа с маси 79 и 81, и двата от които страдат от спектрални интерференции от меден оксид. Освен това ниската ефективност на йонизация на Br (5%) прави определянето на бром в мед изключително трудно. Тази работа описва възможностите на мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000 ефективно да премахва оксидните интерференции с водород като реакционен газ, да предотвратява образуването на допълнителни интерференции и точно да определя количествено следови примеси на Br в ултрависокочиста мед с чистота 99,999%.

Управление на интерференциите

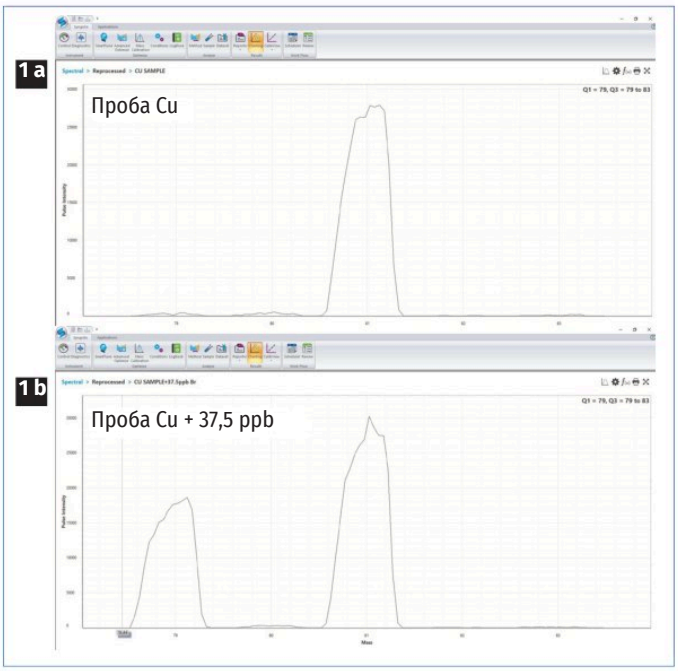
Макар че Br има два изотопа – 81Br и 79Br, които могат да се използват за количествено определяне, 81Br има интерференции от 65Cu16O+, 63Cu16OH2+ и 40Ar2H+. Последните две интерференции обаче не реагират с реакционния газ H2 и следователно не биха били премахнати, което прави определянето на Br на ниско ниво при тази маса по-трудно. Затова 79Br е предпочитаната маса за анализ, но за премахване на оксидната интерференция беше използван високочист водород (99,9999%) като реакционен газ, за да премести 63Cu16O+ интерференцията към 63Cu16OH2+ далеч от 79Br+, като в Universal Cell беше приложен параметър за отхвърляне RPq, за да се предотвратят допълнителни странични реакции.

Разработване на метода

В рамките на първоначалното разработване на метода беше изпълнена автоматизирана оптимизационна рутина в софтуера, която позволява да се получат условията за най-ниска еквивалентна концентрация на фона (BEC) за интересуващия ни аналит. С H2 като реакционен газ беше използвана автоматизирана оптимизация на клетъчния газ, за да се определи оптималният поток на клетъчния газ, осигуряващ най-добри BEC за 79Br.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 14/36

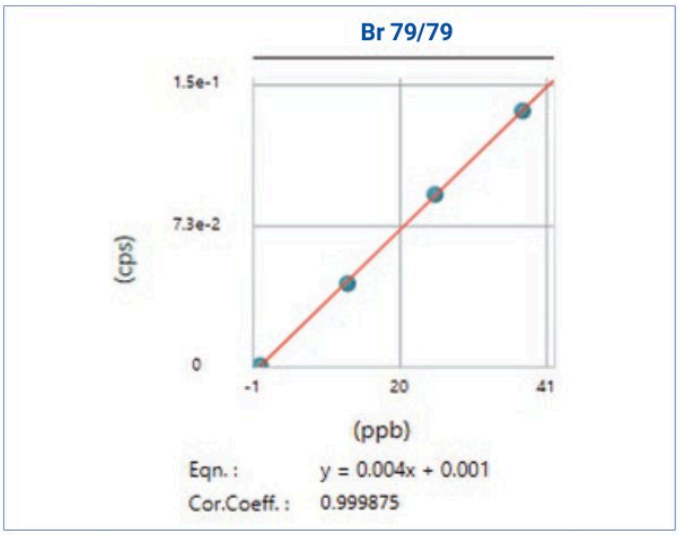
Втората част от разработването на метода беше оценката на интерференциите на меден оксид върху бром при маса 79. Фигури 1a и 1b показват сканиране на йонен продукт за чист разтвор на Cu проба и за разтвор на Cu с добавени 37,5 ppb Br, при което Q1 беше настроен на маса 79 и елиминира всички други маси освен 79Br и интерференцията от 63Cu16O. След това Q3 беше настроен да сканира образуването на йонни продукти от маса 79 до 83. Както се вижда от масспектъра на йонните продукти, интерференцията на CuO, която иначе би показала значителен сигнал при маса 79, се премества по маса при реакцията с H2 към маса 81. Тази реакция протича бързо, както показва изчезването на CuO+ при маса 79 и образуването на CuOH2+ при маса 81. Фигура 1a показва, че 63Cu16O+ е напълно елиминиран с използването на H2 в клетката. Същият експеримент беше повторен, но медният разтвор беше обогатен с Br и беше извършено сканиране на йонен продукт при маси 79–83, както е показано на Фигура 1b. В сравнение с Фигура 1a се вижда пик при маса 79, който се дължи на 79Br+.



Фигура 1a. Масспектър на Cu в режим Reaction с H2; и Фигура 1b. Спектър на Cu с добавени 37,5 ppb Br в режим Reaction с H2.

Резултати

С тези условия на уреда и метода на стандартните добавки Br беше измерен в 1000 ppm разтвор на високочиста мед и беше установено, че присъства в концентрации от 0,122 µg/g. За валидиране на тези резултати беше оценено възстановяване на добавка от 10 µg/L Br, което беше определено на 102%. Фигура 2 показва калибровъчната крива за 79Br в концентрирания меден разтвор, която показва отлична линейност в определения диапазон (r2=0,9998).



Фигура 2. Калибровъчна крива по метода на стандартните добавки за 79Br.

Заключение

Тази работа демонстрира способността на мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000 да определя ниски концентрации на Br примеси в свръхчист меден материал чрез премахване на оксидните интерференции върху 79Br с чист H2 като реакционен газ. Получените аналитични резултати бяха както точни, така и повторяеми.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Определяне на бром във високочиста мед с NexION 5000 ICP-MS“ от Xiaoling Ma.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 15/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Измерване на примеси във високочист меден концентрат с NexION 5000 ICP-MS

Значението на измерването на примеси в медни руди

Преработката на медни (Cu) руди и концентрати може да бъде повлияна от присъствието на второстепенни ценни метали, като никел, кобалт, сребро, злато, паладий и платина, както и на други вредни елементи, като арсен, олово и уран. Повечето медни концентрати, произвеждани по света, съдържат някои примеси, които могат да повлияят на цената, тъй като медни концентрати с високо съдържание на примеси не се приемат от някои топилни. Това може да ги направи непродаваеми в някои страни, както е в случая с концентратите с високо съдържание на арсен от района на Тихия океан. За да се позволи преработката и да се увеличи максимално стойността на медния концентрат, нивата на примеси в концентрата трябва да бъдат намалени под границите, определени от топилните и в някои случаи от органите в страните производители и получатели.

Предизвикателства при анализа на медни концентрати с ICP-MS

За да се измерят възможно най-ниските нива на примеси в медни концентрати с ICP-MS, техниката трябва да е способна на точни измервания в диапазона части на трилион (ppt). За да се постигнат тези нива обаче, трябва да се сведат до минимум както полиатомните, така и двойнозаредените интерференции. Тези интерференции произхождат от плазмата и от матрицата на пробата. В това изследване описваме предизвикателствата при анализа на примеси в меден концентрат и по-специално сравняваме точността и прецизността при външна калибровка спрямо метода на стандартните добавки (MSA). Освен това изследването подчертава и значението на използването на амоняк и кислород като реакционни газове за това приложение.

Условия на уреда за медни матрици

За този анализ мултиквадруполният ICP-MS NexION® 5000 беше използван в различни режими. Технологията OmniRing™ в комбинация с хипер-скимер конуса – компонент на Triple Cone Interface от второ поколение – беше настроена на режим Extraction или Focusing в зависимост от интересуващия ни елемент. За получаване на най-добри резултати за различните аналити бяха използвани три различни типа сканиране: Single Quad (Q3), MS/MS и Mass Shift; последните два режима бяха използвани с различни реакционни газове в Universal Cell (UCT), тъй като високата Cu матрица има потенциал да създава нови интерференции. Някои от тях биха се образували в плазмата, докато други може да се образуват в клетката с използвания реакционен газ. Таблица 1 показва всички потенциални интерференции и кои аналити могат да бъдат засегнати.

Предимството на UCT при медни матрици

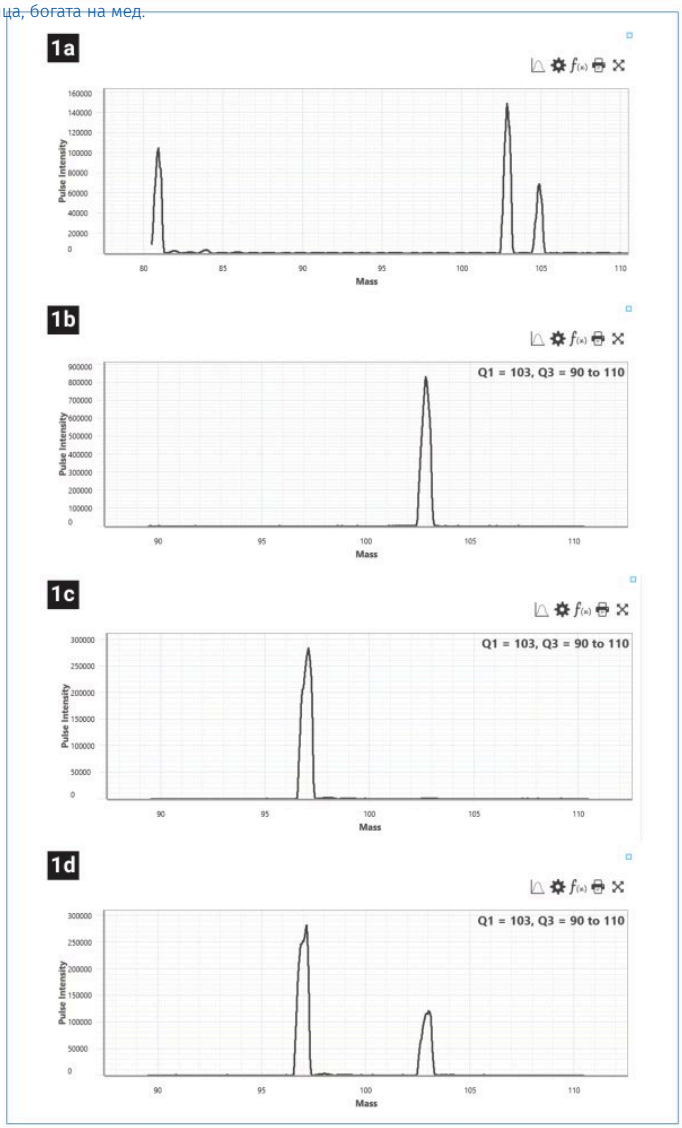
При конвенционална тройноквадруполна система, при която интерференцията се образува в плазмата и има същата маса като интересуващия ни аналит, както интерферентът, така и аналитът ще преминат през Q1 и в клетката. След това ще се използва режим Collision или Reaction за премахване на интерференцията или за преместване на аналита по маса към друга маса. Съществува обаче потенциал за нежелани странични реакции и за образуване на нови интерференции от реакционните газове и от примесите в реакционния газ. Това не е проблем за възможностите на UCT на NexION 5000 за премахване на интерференции, защото може да се приложи пропускана лента на истинския сканиращ квадрупол, за да се предотврати образуването на нови интерференции в клетката – не само чрез контрол на йоните, които влизат в клетката, но и чрез контрол на страничните реакции в нея.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 16/36

Таблица 1: Потенциални полиатомни интерференции върху набор от елементи в матрица, богата на мед.

Елемент	Възможна интерференция	Тип сканиране	Клетъчен газ	Q1 (amu)	Q3 (amu)
Ag		Q3			109
Al	N_2 spread	MS/MS	Амоняк	27	27
As	$^{40}Ar^{35}Cl$, $^{59}Co^{16}O^+$, $^{12}C^{31}P^{16}O_2$	Mass Shift	Кислород	75	91
Au		Q3			197
Bi		MS/MS		209	209
Cd		Q3			111
Co	$^{24}Mg^{35}Cl^+$	MS/MS	Амоняк Амоняк	59	59
Cr	$^{40}Ar^{12}C^+$ $^{35}Cl^{16}OH^+$	MS/MS	Амоняк Амоняк	52	52
Fe	$^{40}Ar^{16}O^+$, $^{40}Ca^{16}O^+$, $^{28}Si_2$	MS/MS	Амоняк Амоняк	56	56
Ir		Q3	Амоняк		193
Mg	$^{12}C_2$	MS/MS		24	24
Mn	$^{40}Ar^{14}NH$	MS/MS		55	55
Na		MS/MS		23	23
Ni	$^{44}Ca^{16}O^+$, $^{43}Ca^{16}OH^+$, $^{44}Ca^{16}O^+$, $^{23}Na^{37}Cl^+$, $^{25}Mg^{35}Cl^+$	MS/MS	Кислород	60	60
P	$^{63}Cu^{++}$, $^{14}N^{16}OH^+$	Mass Shift		31	47
Pb	$^{190}Pt^{16}O^+$	Q3			208
Pd	$^{40}Ar^{65}Cu^+$, $^{36}Ar_2{}^{16}O^{17}O^+$	Q3			106
Pt		Q3	Амоняк Амоняк		195
Rh	$^{40}Ar^{63}Cu^+$	MS/MS	Амоняк	103	103
Ru	$^{36}Ar^{63}Cu^+$	MS/MS		104	104
Sb	$^{61}Ni^{37}Cl^+$	MS/MS	Кислород	121	121
Se	$^{40}Ar^{38}Ar^+$, $^{63}Cu^{17}O^+$, $^{65}Cu^{17O+}$, $^{62}Ni^{16}O^+$ $^{46}Ca^{16}O_2$	Mass Shift	Амоняк	78	94
Si	$^{14}N_2{}^+$, $^{12}C^{16}O^+$	MS/MS		28	28
Te		MS/MS	Амоняк	130	130
Zn	$^{40}Ar^{14}N_2{}^+$, $^{40}Ar^{12}C^{16}O^+$, $^{63}CuH^{3+}$, $^{52}Cr^{16}O^+$	MS/MS		68	68

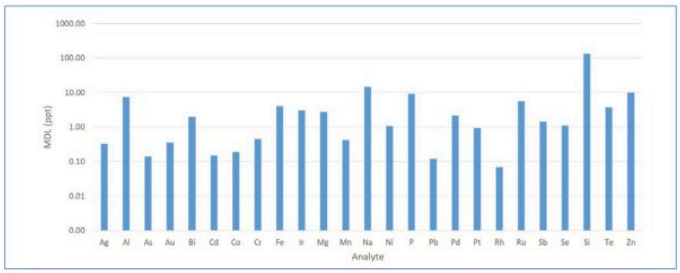
Механизъм за премахване на интерференцията на 63Cu40Ar+ върху 103Rh+ с NH3 е илюстриран на Фигури 1a–1d. Чистият амоняк (100%) е идеален реакционен газ за премахване на интерференцията на CuAr+ върху Rh поради бързата му реакция с CuAr+ и бавната реакция с Rh+.



Фигура 1. Механизъм за премахване на спектрални интерференции върху Rh: (a) сканиране на йонен продукт (Product Ion scan) на разтвор с 1 ppm Cu само в режим Q3; (b) сканиране на йонен продукт на разтвор с 1 ppm Cu в режим MS/MS; (c) сканиране на йонен продукт на разтвор с 1 ppm Cu в режим MS/MS с NH3 като реакционен газ; (d) сканиране на йонен продукт на разтвор с 1 ppm Cu и 1 ppb Rh в режим MS/MS с NH3 като реакционен газ.

Резултати

С този метод бяха извършени определяне на граници на откриване и възстановяване на добавки в разтвор на меден сулфат. Границите на откриване на метода са показани на Фигура 2.



Фигура 2. MDL, определени в 1% азотна киселина с типовете сканиране, посочени в Таблица 1.

Заключение

Уникалните възможности на мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000 и Universal Cell Technology се оказаха ефективни при премахването на спектрални интерференции, както е показано при премахването на полиатомната интерференция на CuAr+ върху Rh+. Получените MDL позволяват определянето на изключително ниски нива на примеси в Cu концентрати, а отличните възстановявания на добавки показват точността и надеждността на метода.

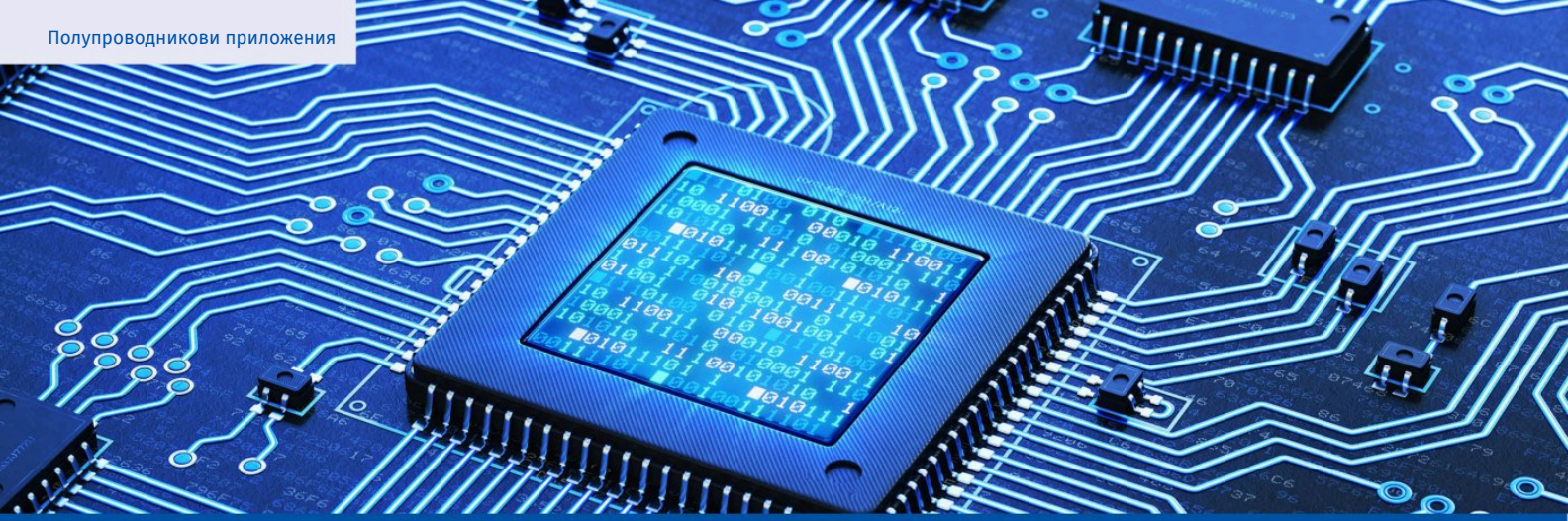
Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Измерване на примеси във високочист меден концентрат с NexION 5000 ICP-MS“ от Ruth Merrifield и Chady Stephan.



Изтеглете пълната бележка

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 17/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Анализ на метални примеси в органични разтворители, използвани в производството на интегрални схеми, с NexION 5000 ICP-MS

Значението на чистотата на органичните разтворители

Производството на интегрални схеми (IC) от силициеви пластини се извършва в чисти помещения с висок клас, за да се намалят замърсяванията, които могат да повлияят на добива. Най-често използваните органични химикали в полупроводниковата индустрия са изопропилов алкохол (IPA), пропиленгликол метил етер ацетат (PGMEA), пропиленгликол метил етер (PGME) и n-метилпиролидон (NMP). Докато IPA се използва често за почистване на силициеви пластини, останалите разтворители се използват като разредители или за отстраняване на фоторезист при стъпките на фотолитографията. Тези разтворители могат да оставят органичен филмов остатък с метално и неметално замърсяване върху пластините, затова за напредналите полупроводникови процеси се изискват високочисти степени.

Спецификации на SEMI за изопропилов алкохол (IPA)

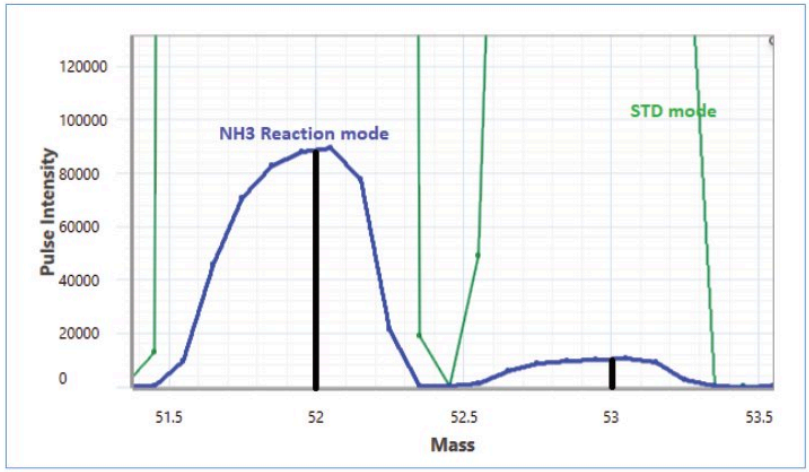
Спецификацията и ръководството SEMI C41-0618 за 2-пропанол определят границите на примеси за замърсяване от ниво Tier D при максимум 100 ppt за метални замърсявания и 50 ppb за някои неметални елементи. За PGMEA и PGME обаче няма спецификации на SEMI. В действащата спецификация SEMI C33-0213 за n-метил-2-пиролидон най-високата степен на чистота – Grade 3 – определя максималните нива на метални примеси на 5–10 ppb и на неметални – 250–400 ppb, което е твърде високо за интеграцията в големи мащаби, използвана днес в производството на полупроводници. Затова производителите и потребителите на химикали се стремят към решение, което да осигури органични разтворители с по-ниски нива на замърсители.

Уникални възможности на Universal Cell Technology на NexION 5000 ICP-MS

Тази работа описва анализа на 46 елемента в IPA, PGMEA и NMP с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000. Балансираният и свободно работещ RF генератор, проектиран специално за ICP-MS приложения, осигурява подобрена устойчивост, висока ефективност и широк диапазон на мощността. Той гарантира бързо превключване на мощността между режимите Cold и Hot Plasma, както и стабилност при работа с органични разтворители. Мултирежимните методи вече могат да се възползват от всички нови хардуерни функции, за да осигурят превъзходно премахване на полиатомни интерференции, което допълнително подобрява границите на откриване (DL) и еквивалентните концентрации на фона (BEC). Режимът Reaction със 100% чист NH3, O2, H2 или смес от газове е най-ефективният начин за премахване на спектрални интерференции чрез превръщането им в атоми или йони с различна маса или чрез образуване на клъстерен йон с аналита (Mass Shift). Някои елементи без спектрални интерференции се измерват в режим Standard без никакви газове в клетката. Освен това при анализ на органични разтворители се предпочита по-висок поток на плазмения газ – около 18 L/min, в сравнение с водните разтвори, анализирани при 15–16 L/min. Потокът на небулайзера също е по-нисък, за да се компенсира добавянето на O2, което предотвратява натрупването на въглерод по конусите.

Типични интерференции в IPA

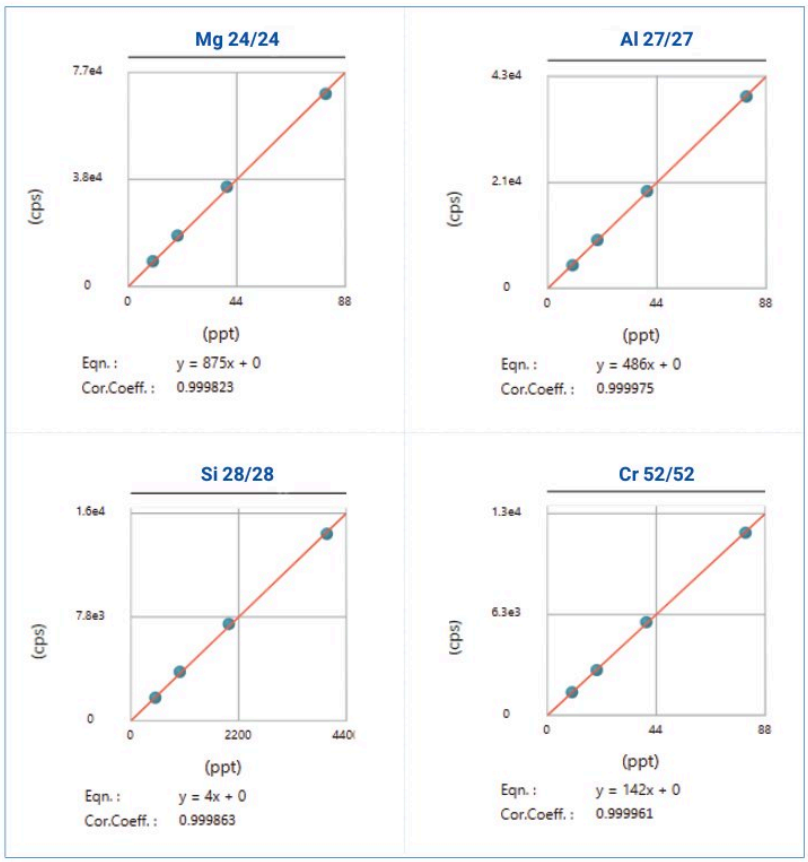
Макар интерференциите на основата на аргон, кислород и азот да са добре известни, при анализа на органични разтворители се наблюдават няколко допълнителни спектрални интерференции поради високите концентрации на въглерод. Чрез използване на 100% чист амоняк, кислород и водород като клетъчни газове в режимите MS/MS и Mass Shift или Cold Plasma тези интерференции се премахват много ефективно. Фигура 1 показва сканирания на 500 ppt Cr в IPA в режим Standard и за сравнение в режим Reaction с NH3. Реакцията на ArC+ с NH3 премахва много ефективно огромната интерференция на ArC+ и позволява Cr да бъде определен точно при много ниски нива. Очакваното изотопно разпространение на 52Cr и 53Cr потвърждава пълното премахване на интерференциите от ArC+.



Фигура 1. Сканиране на два изотопа на Cr в режим Standard (зелена линия) и в режим Reaction с NH3 (синя линия).

Количествени резултати

За DL, BEC и измервания на възстановяване на добавки бяха построени калибровъчни криви по метода на стандартните добавки (MSA). Коефициентите на корелация на всички криви са > 0,999, което показва линейността на анализа и способността за точно измерване при ниски концентрации. Като пример на Фигура 2 са показани калибровъчните криви в IPA, получени в четири различни режима: Mg в режим Standard Cold Plasma, Al в режим Reaction (NH3) Cold Plasma, Si в режим Reaction (H2) и Cr в режим Reaction (NH3) Cold Plasma. DL и BEC в три органични разтворителя (IPA, NMP и PGEMEA) за 46 елемента заедно с режимите на работа са показани в приложната бележка.



Фигура 2. Калибровъчни криви на избрани елементи в IPA при различни режими на анализ.

Заключение

Представените в тази работа резултати показват, че NexION 5000 ICP-MS с комбинацията от уникалната си мултиквадруполна технология и ново поколение Universal Cell осигурява отличната производителност, необходима на полупроводниковата индустрия при анализ на трудни матрици, като органичните разтворители.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer

„Анализ на метални примеси в органични разтворители, използвани в производството на интегрални схеми, с NexION 5000 ICP-MS“

от Kyoko Kobayashi и Ewa Pruszkowski.





ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Анализ на метални примеси в силициеви пластини с напълно автоматизиран VPD-ICP-MS

Значението на измерването на примеси в силициеви пластини

Тъй като все повече индустрии използват полупроводникови устройства на силициева основа, нараства търсенето на минимални примеси поради непрекъснато нарастващия мащаб на интеграция на компонентите върху чипа. Тъй като производството на Si пластини включва много микропроизводствени стъпки, съществена част от процеса на контрол на качеството (QC) е да има надеждна техника, която може да идентифицира металните примеси, внесени по време на производството.

Стандартният подход е всяка производствена стъпка да се проверява с контролна пластина и повърхността на Si пластината да се анализира за примеси с рентгенова флуоресценция с пълно външно отражение (TRXF). Макар методът да е идеален за анализ на повърхността на филма, примеси във вътрешността на филма не могат да се анализират, тъй като границите на откриване са недостатъчни за сегашните изисквания, а някои леки елементи са почти невъзможни за анализ. За подобряване на способността за откриване на анализа е разработено парофазно разлагане (VPD).

Предвид недостатъците на TRXF анализа вместо това може да се използва ICP-MS за директен анализ на сканирания разтвор, като лесно се постига граница на откриване от E5–E7 атома/cm2, която отговаря на сегашните изисквания на индустрията.

Конфигурация на системата

Тази работа описва конфигурацията на уреда, параметрите на уреда и аналитичните стъпки, предприети за идентифициране на метални примеси върху и във вътрешността на Si пластини. Използваната апаратура се състоеше от свързване на напълно автоматизираното VPD устройство Expert_PS™ (IAS Inc., Hino, Tokyo, Япония) с два 12-футови товарни порта за front opening unified pod (FOUP) към мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000 на PerkinElmer. Пълната конфигурация на VPD и уреда няма да бъде обсъждана тук, но подробна информация е дадена в пълната приложна бележка.

Химия на VPD

Повечето филми могат да бъдат ецвани с пари на HF, но някои филми, като епитаксиален Si, поликристален силиций, WSi и Ti, не могат да бъдат ецвани само с HF. Системата Expert_PS има опция за обемно ецване, която използва смес от пари на HF и озон (O3), с което могат да се ецват тези филми и Si субстратът. Опцията за обемно ецване може да се използва за дълбочинен профил на метални примеси в Si пластина с йонна имплантация или за изследване на дифузията на метали в Si субстрата при висока температура. Двойната сканираща дюза и опцията с N2 стена значително подобряват способността за задържане на сканиращия разтвор, което позволява сканиране на хидрофилно стъкло или сапфирени пластини. Системата Expert_PS има патентован модул, който позволява сканиране на определена област от скосяването и ръба на пластината.

Типичните критични замърсяващи елементи са Fe, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn и Ti, които са често срещани в околната среда и могат да бъдат възстановени с обикновен сканиращ разтвор – смес от HF и H2O2. За различни нови елементи, използвани напоследък в производствения процес, обаче е необходима друга химия за възстановяването им от Si субстрата. Сканиращите разтвори на основата на царска вода ефективно възстановяват благородни метали, като Ru, Au, Pt и Ag.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 20/36

Резултати и обсъждане

Сканиращият разтвор беше самозасмукван от порта за промиване на автосемплера. Онлайн разположеното устройство ASAS може автоматично да приготвя и подава калибровъчни стандарти, QC разтвори и вътрешни стандарти.

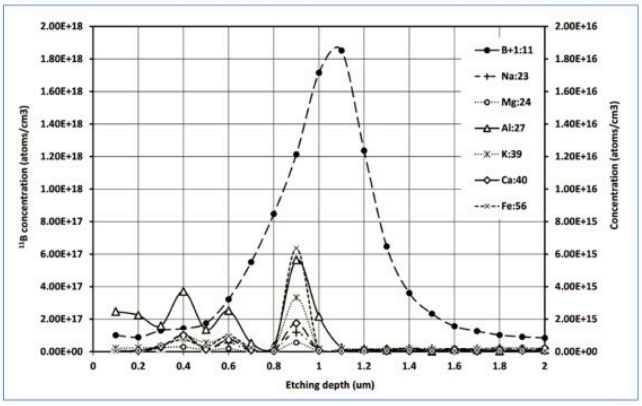
Таблица 1 показва резултатите за голата Si пластина, както и за Si пластина с обемно ецване на 1 µm. Концентрацията на примесите върху повърхността на голата Si пластина е изчислена в атоми/cm2 въз основа на действителната сканирана площ. Дълбочината на обемно ецваната Si пластина е изчислена по загубата на тегло на Si пластината преди и след обемното ецване. Концентрацията на примесите в обемно ецваната Si пластина е изчислена в атоми/cm3.

Беше оценено и възстановяването на благородни метали върху Si пластината. Подготвена беше пластина с добавка чрез нанасяне на 1000 µL от 1 ppb многоелементен стандартен разтвор върху гола Si пластина. Сканирането беше повторено три пъти с концентриран сканиращ разтвор от царска вода след VPD. Сканираният разтвор от царска вода беше автоматично разреден 10 пъти с DIW преди ICP-MS анализа. Както се вижда от Таблица 2, някои елементи показаха по-ниски възстановявания с обикновения сканиращ разтвор HF + H2O2, докато сканиращият разтвор от царска вода подобри възстановяванията на аналитите.

Накрая беше оценен дълбочинният профил на Si пластина с имплантиран 11B чрез 20-кратно обемно ецване на пластина от 0,1 µm. Целевата дълбочина на имплантиране на 11B беше 1 µm и дълбочинният профил показа добро съответствие. Някои примеси обаче, като Al и Fe, бяха открити на по-малка дълбочина, както е показано на Фигура 1.

Таблица 1: Резултати от анализа на Si пластина.

Аналит	Режим	Q1/Q3	Клетъчен газ Поток (mL/min)	RPq	Гола пластина		1 µm ецване	
					Намерено (ppt)	Намерено (atoms/cm^2)	Намерено (ppt)	Намерен (atoms/cm^3)
^{7}Li	STD	7/7	0	0.25	< 0.12	< 1.6E + 07	< 0.12	< 1.6E + 10
^{23}Na	STD	23/23	0	0.25	1.2	4.8E + 07	2.7	1.1E + 11
^{24}Mg	STD	24/24	0	0.25	0.14	5.3E + 06	6.0	2.3E + 11
^{27}Al	DRC (NH_3)	27/27	0.6	0.45	1.1	3.7E + 07	3.1	1.1E + 11
^{39}K	DRC (NH_3)	39/39	0.6	0.45	1.9	4.4E + 07	1.1	2.6E + 10
^{40}Ca	DRC (NH_3)	40/40	1.0	0.45	1.2	2.7E + 07	18	4.1E + 11
^{48}Ti	DRC (NH_3)	48/131	0.6	0.25	< 0.2	< 3.8E + 06	2.1	4.0E + 10
^{51}V	DRC (NH_3)	51/51	0.3	0.45	<0.046	8.2E + 05	0.4	7.2E + 09
^{52}Cr	DRC (NH_3)	52/52	0.6	0.45	1.6	2.8E + 07	2.0	3.5E + 10
^{55}Mn	DRC (NH_3)	55/55	0.6	0.45	0.13	2.2E + 06	0.5	8.3E + 09
^{56}Fe	DRC (NH_3)	56/56	0.6	0.45	1.9	3.1E + 07	2.2	3.6E + 10
^{59}Co	DRC (NH_3)	59/59	0.3	0.45	0.10	1.6E + 06	< 0.088	< 1.4E + 09
^{60}Ni	DRC (NH_3)	60/60	0.3	0.45	0.7	1.1E + 07	2.4	3.7E + 10
^{63}Cu	DRC (NH_3)	63/63	0.3	0.45	1.1	1.6E + 07	1.3	1.8E + 10
^{66}Zn	DRC (NH_3)	66/66	0.3	0.45	0.69	9.6 + 06	< 0.52	< 7.3E + 10
^{69}Ga	DRC (NH_3)	69/69	0.6	0.45	< 0.031	< 4.1E+05	< 0.031	< 4.1E + 08
^{74}Ge	DRC (NH_3)	74/90	0.3	0.45	0.27	3.4E + 06	3.2	4.0E + 10
^{75}As	DRC (O_2)	75/91	1.1	0.45	< 0.64	< 7.8E + 06	8.1	9.9E + 10
^{88}Sr	DRC (NH_3)	88/88	0.6	0.45	< 0.025	< 2.6E + 05	0.15	1.6E + 09
^{90}Zr	STD	90/90	0	0.25	< 0.1	< 1.0E + 06	< 0.1	< 1.0E + 09
^{98}Mo	DRC (NH_3)	98/98	0.6	0.45	0.33	3.1E + 06	< 0.31	3.0E + 09
^{107}Ag	STD	107/107	0	0.25	< 0.19	< 1.6E + 06	3.9	3.3E + 10
^{111}Cd	STD	111/111	0	0.25	< 0.18	< 1.5E + 06	< 0.18	< 1.5E + 09
^{118}Sn	STD	118/118	0	0.25	< 0.28	< 1.5E + 06	12	9.2E + 10
^{138}Ba	STD	138/138	0	0.25	< 0.048	< 3.2E + 05	< 0.048	< 3.2E + 08
^{184}W	STD	184/184	0	0.25	< 0.15	< 7.4E + 05	< 0.15	< 7.4E + 08
^{208}Pb	DRC (NH_3)	208/208	0.6	0.45	< 0.13	< 5.7E + 05	< 0.13	< 5.7E + 08



Фигура 1. Изследване на дълбочинния профил на Si пластина с имплантиран 11B.

Таблица 2: Възстановяване (%) на елементи от Si пластина с различни сканиращи разтвори.

Сканиращ разтвор	Елемент						
	Au	Ir	Pt	Rh	Ru	Pd	Ag
3% HF + 4% H2O2	7	28	20	25	26	14	9
Царска вода	99	99	89	91	92	98	99

Заключение

Представените в тази работа резултати, получени в сътрудничество между PerkinElmer Inc. и IAS Inc., показват, че VPD системата Expert_PS може да бъде свързана с мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000, за да осигури напълно автоматизирано решение за анализ на метални примеси в Si пластини. Това се дължи на чувствителността на ICP-MS и на способността му да премахва спектрални интерференции при анализ на следови количества, в комбинация с VPD системата, която елиминира ръчната работа и химическата експозиция на операторите, за да се предотврати замърсяване на Si пластините.

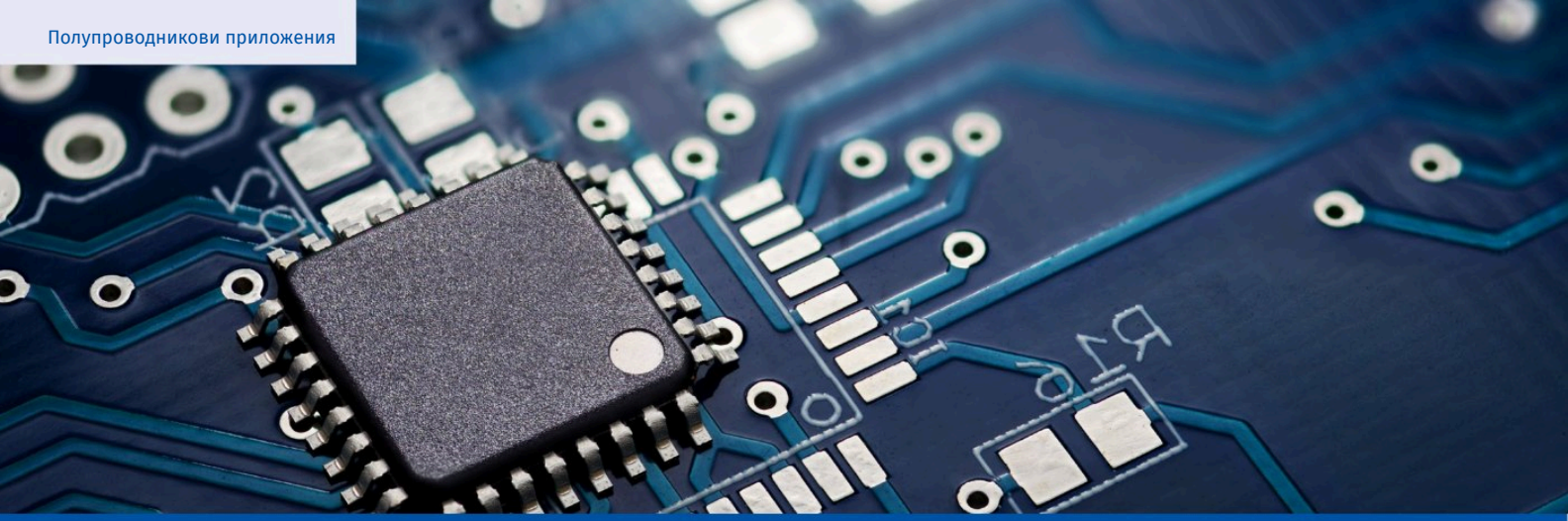


Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer

„Анализ на метални примеси в силициеви пластини с напълно автоматизиран VPD-ICP-MS“ от Mina Ichikawa,

Yoko Kishi, Tatsu Ichinose и Katsu Kawabata от IAS Inc.



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Анализ на полупроводниково чист водороден пероксид с NexION 5000 ICP-MS

Значението на чистотата на H2O2 в полупроводниците

Замърсителите във високочистите химикали, използвани в производството на интегрални схеми (IC), оказват пряко въздействие върху добива на продукта и надеждността на полупроводниковите устройства. По-специално отстраняването и почистването на органични разтворители на фоторезист от повърхността на пластината с помощта на смеси с водороден пероксид е от критично значение, за да се гарантира, че дифузията, имплантирането и/или отлагането се извършват правилно. Например смесите на амоняк (NH4OH) и солна киселина (HCl) с водороден пероксид (H2O2) са ефективни при отстраняването на частици и метални замърсявания, докато смес от сярна киселина (H2SO4) и водороден пероксид се използва за отстраняване на органични остатъци. Освен това водороден пероксид, смесен с флуороводородна киселина (HF), се използва и при парофазно разлагане (VPD) за изследвания на метални замърсявания по повърхностите на пластините.

Спецификации на SEMI за водороден пероксид

Стандартът на Semiconductor Equipment and Materials International за H2O2 – SEMI C30-1110 Specifications for Hydrogen Peroxide SEMI Grade 5 – определя максимални нива на замърсяване от 10 ppt за повечето следови елементи. Макар че конвенционална техника с квадруполен ICP-MS (ICP-QMS) може да се използва за мониторинг на следови замърсители на ниво ppt, способността за откриване на силиций (Si), фосфор (P) и сяра (S) е ограничена до нива на ppb. Тъй като съвременните полупроводникови устройства достигат геометрия от 5 nm, става наложително да може да се анализират Si, P и S при много по-ниски нива. В тази работа описваме анализа на 46 елемента в 35% H2O2 с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000.

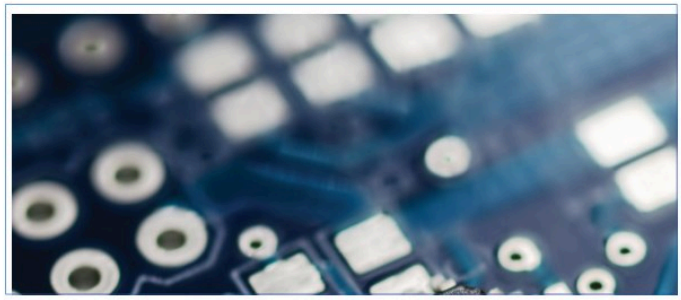
Уникални възможности на Universal Cell Technology на NexION 5000 ICP-MS

Universal Cell (UCT) на NexION 5000 е истинска квадруполна реакционна клетка, която позволява контрол на реакционната химия в клетката. Това се постига чрез прилагане на пропускана лента в клетката, която предотвратява образуването на нови интерференции от страничните продукти на първоначалната реакция с клетъчния газ. Освен това пропусканата лента на реакционната клетка позволява предвидимо и възпроизводимо премахване на интерференции със 100% чист газ или със смес от силно реактивни газове в клетката, като се използват до четири газови канала в рамките на един и същ аналитичен метод.

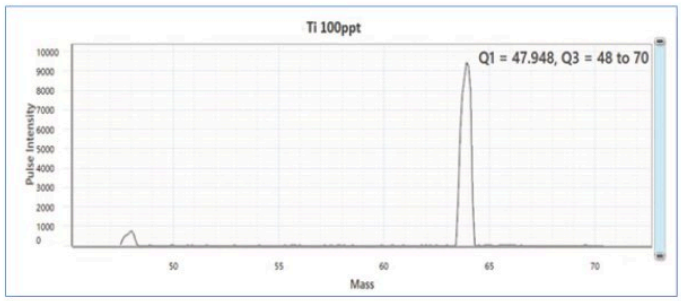
Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 22/36

Типични интерференции във водороден пероксид

Най-разпространените спектрални интерференции при анализа на H2O2 са полиатомни частици, свързани с аргон, азот и кислород. При анализа бяха приложени комбинация от MS/MS, Q3 и Mass Shift в режими Standard и Reaction (с NH3, O2 и H2) при условия на гореща и студена плазма. Заслужава си да се отбележи и че режимът Mass Shift е много мощна техника за премахване на спектрални интерференции върху елементи, които могат ефективно да образуват клъстерни йони с реактивни газове. Mass Shift позволява интересуващият ни елемент да бъде преместен като клъстер към по-висока маса, където не съществуват други йони, и да бъде измерен практически без интерференции. В тази работа режимът Mass Shift беше използван за измерване на фосфор (P), сяра (S), титан (Ti), арсен (As) и селен (Se) като клъстери с O2. Например Ti при маса 48 (най-разпространеният изотоп) е един от трудните аналити поради наличието на много спектрални интерференции при неговата маса. Фигура 1 показва сканиране на 100 ppt Ti в разтвор на H2O2 без добавяне на кислород в клетката (режим Standard). Тук Ti остава при маса 48, докато Фигура 2 показва, че Ti+ при маса 48 се премества и се измерва при маса 64 като TiO+ след реакцията с O2 в UCT.



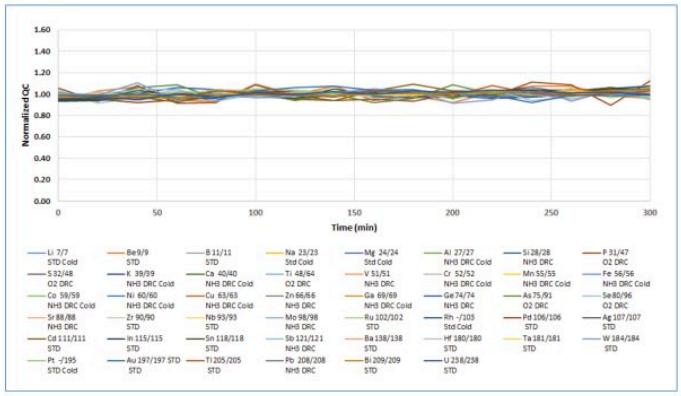
Фигура 1. Сканиране на 100 ppt Ti в H2O2 при маса 48 в разтвор без добавяне на кислород в клетката.



Фигура 2. Ti+ при маса 48 се премества и се измерва при маса 64 като TiO+ след реакцията с O2.

Количествени резултати

Измерването на 46 елемента беше извършено по метода на стандартните добавки (MSA) в неразреден 35% H2O2, подкиселен с 0,2% HNO3. NexION 5000 ICP-MS предлага гъвкавостта да се измерват тези елементи с множество режими в рамките на един метод. Еквивалентните концентрации на фона (BEC), границите на откриване (DL) и възстановяванията на добавки могат да се намерят в пълната приложна бележка. Границите на откриване бяха изчислени като 3-сигма от седем повторни измервания на сляпата проба H2O2. С изключение на B, Si, P и S за всички останали елементи бяха постигнати DL под 1 ng/L (ppt), като при много от тях дори под 0,1 ppt. DL за B и P бяха на ниво единици ppt, докато DL за Si и S бяха съответно 16 и 26 ppt. Още по-важно е, че BEC бяха под 1 ppt за повечето елементи, като при много от тях бяха значително под границите на откриване. Изключенията бяха неметалите B и P с BEC на ниво единици ppt и Si и S с BEC < 1 ppb. Възстановяванията на добавки бяха извършени на ниво 5 ppt (1 ppb за Si и S), като всички елементи постигнаха възстановявания в рамките на ±25%, както се изисква от стандарта SEMI C1-0310.



Фигура 3. Дългосрочна стабилност (5 часа) на 10 ppt добавка в 35% H2O2.

Налага се освен най-добри BEC и DL ICP-MS да може да осигурява и добра дългосрочна стабилност. Беше извършен 5-часов анализ на H2O2 с QC (H2O2 с добавка 10 ppt), измерван на интервали от 20 минути в продължение на 5 часа. Относителните стандартни отклонения (RSD) бяха под 5% за всички елементи, а дрейфът беше в рамките на ±15% спрямо средната стойност.

Заключение

Мултиквадруполният ICP-MS NexION 5000 се оказа устойчив и подходящ за рутинно количествено определяне на примеси на ултраследово ниво в диапазона ng/L в 35% H2O2. Софтуерът Syngistix for ICP-MS опростява процедурата за оптимизиране на различните режими на работа и позволява използването на различни режими на работа, като MS/MS, Mass Shift, както и Hot и Cold Plasma, в един метод. Всички елементи, посочени в SEMI C30-1110, включително Si, P и S, бяха измерени.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Анализ на полупроводниково чист водороден пероксид с NexION 5000 ICP-MS“ от Kenneth Ong, Kyoko Kobayashi и Ewa Pruszkowski.





ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Характеризиране на свръхчиста вода с NexION 5000 ICP-MS

Значението на характеризирането на високочиста вода

В продължение на десетилетия полупроводниковата индустрия непрекъснато разработва нови устройства, които са по-малки, по-бързи и консумират по-малко енергия от предшествениците си. За да се поддържа тази тенденция, тези устройства трябва да имат по-малко дефекти, което изисква използването на материали с по-висока чистота и изключително ниски нива на замърсители. Свръхчистата вода (UPW) е един от най-важните химикали в производството на полупроводникови устройства, тъй като се използва за промиване на пластини и за разреждане на химични бани. Затова измерването на метални замърсители в UPW е от критично значение, тъй като в противен случай примесите биха могли да причинят дефекти и да доведат до отказ на компонент.

Стандарти в полупроводниковата индустрия

В най-новото SEMI F63-0918 Guide for Ultrapure Water Used in Semiconductor Processing целевите стойности за повечето от 26-те метални замърсителя са под 1 ppt. Единствената технология, която реалистично може да определи този набор от елементи при толкова ниски нива в среда с висока производителност на пробите, е масспектрометрията с индуктивно свързана плазма (ICP-MS). В тази работа описваме аналитичната методология и резултатите от анализа на UPW с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000.

Условия на уреда

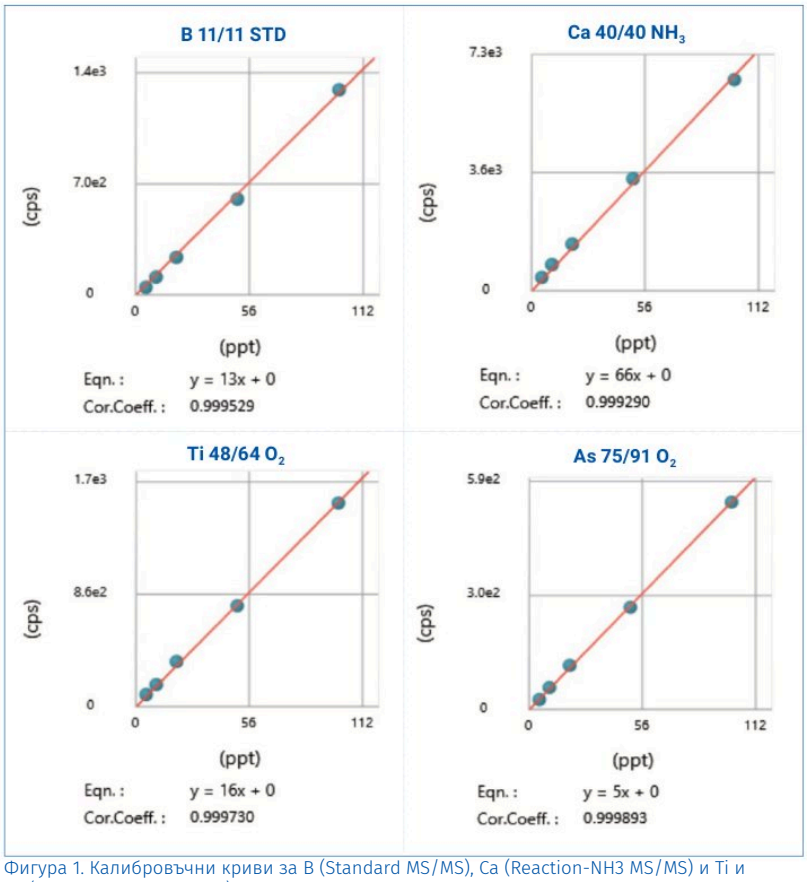
Основният компонент на Cell (UCT) в NexION 5000 ICP-MS е сканиращ квадрупол, който има способността да контролира реакционната химия чрез прилагането на параметъра за отхвърляне на RF (q). Този параметър може да предотврати образуването на нови интерференции от страничните продукти на първоначалните реакции. Освен това контролът на химията позволява използването на силно реактивни, неразредени газове в клетката, което значително подобрява елиминирането на интерференции и гарантира предвидими реакции. Функцията UCT в комбинация с мултиквадруполната технология е печеливше решение за премахване на спектрални интерференции.

Еквивалентните концентрации на фона (BEC) и границите на откриване (DL) бяха определени при условия на гореща или студена плазма в зависимост от елемента. Режим Reaction с NH3, O2 или смес от газове е най-ефективният начин за премахване на спектрални интерференции чрез превръщането им в атоми или йони с различна маса в режим MS/MS или чрез образуване на клъстерен йон с аналита при по-висока маса в режим Mass Shift. В режим MS/MS пропусканата лента на Q1 и Q3 е настроена на една и съща маса и количественото определяне се извършва при масата на аналита, докато в режим Mass Shift аналитът се премества далеч от интерференцията с реакционен газ и се измерва като йонен продукт при по-висока маса. За подробни условия на уреда изтеглете пълната приложна бележка.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 24/36

Калибровка

За измерванията на BEC и DL калибровъчните криви бяха построени със стандарти от 10, 20, 40 и 60 ppt. Всички криви имаха коефициенти на корелация > 0,999, което показва линейността на анализа, способността за точно измерване при ниски концентрации и ефективността на премахването на интерференции. Фигура 1 показва четири типични калибровъчни криви за B (11/11) в режим Standard MS/MS, Ca (40/40) в режим Reaction MS/MS (с NH3) и съответно Ti (48/64) и As (75/91) в режим Reaction Mass Shift (с O2).

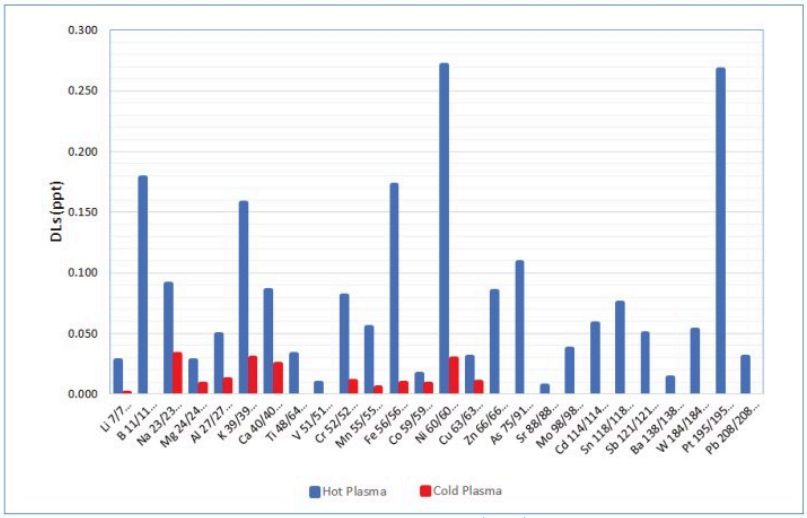


Фигура 1. Калибровъчни криви за B (Standard MS/MS), Ca (Reaction-NH3 MS/MS) и Ti и As (Reaction-O2 Mass Shift).

Резултати

Границите на откриване (DL) в режим Hot Plasma заедно с MS/MS за всички 26 основни елемента бяха под 0,3 ppt и лесно отговарят на изискването < 1 ppt на стандартите на SEMI, като еквивалентните концентрации на фона (BEC) за повечето елементи са под 0,5 ppt. В режим Cold Plasma могат да се постигнат още по-добри DL и BEC за елементи, които имат интерференции на основата на Ar или чиято чувствителност се подобрява от намаляването на Ar йоните в плазмения газ.

DL за всички 26 елемента при условия на гореща и студена плазма са показани на Фигура 2, което демонстрира ефективността на газовите реакции и на няколкото аналитични режима при премахването на спектрални интерференции.



Фигура 2. DL за всички 26 елемента в свръхчиста вода (UPW).

Заключение

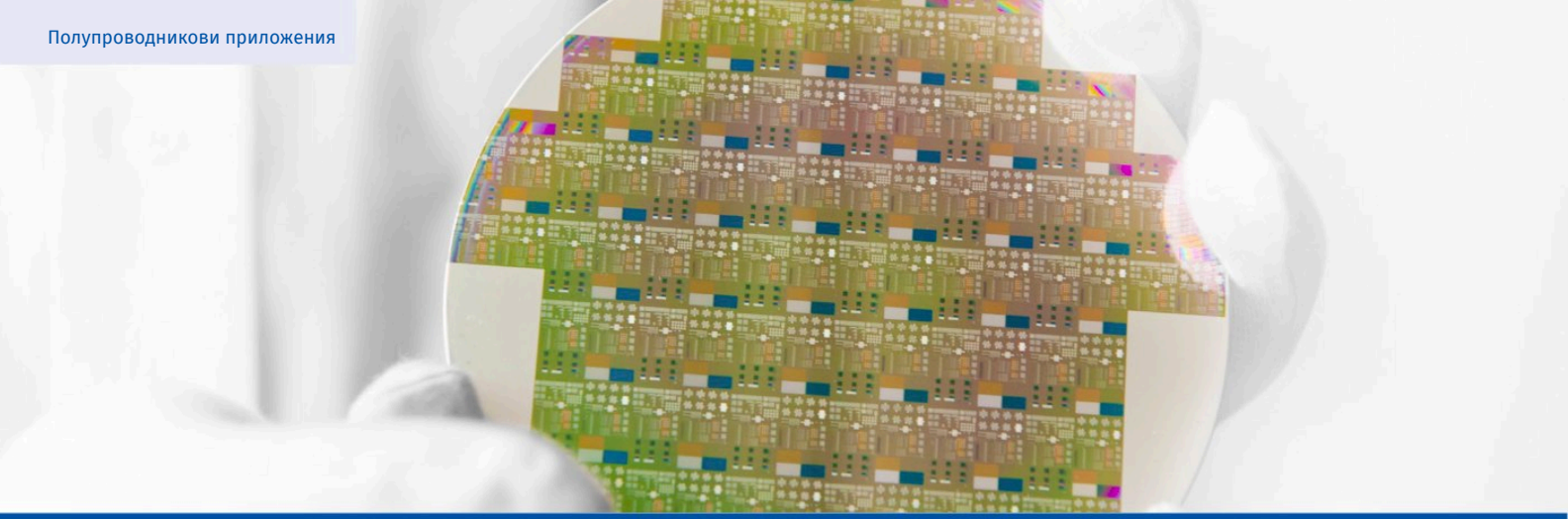
Данните показват, че мултиквадруполната ICP-MS система NexION 5000 осигурява отлична аналитична производителност по отношение на DL и BEC, за да отговори на сегашните и бъдещите изисквания на полупроводниковата индустрия.

Източник

Обобщено по приложната бележка „Характеризиране на свръхчиста вода с NexION 5000 ICP-MS“ от Ewa Pruszkowski.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 25/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Определяне на примеси в солна киселина с електронна чистота с NexION 5000 ICP-MS

Значението на високочистите почистващи химикали

При производството на полупроводникови устройства силициевите пластини преминават през мокро почистване, за да се гарантира, че са свободни от замърсители и примеси преди високотемпературните стъпки на оксидиране, дифузия и вакуумно отлагане. В тази процедура за почистване първо се отстраняват органични филми и метални частици, след което следва отстраняване на хидратни оксиди. Последната стъпка използва почистващ разтвор от смес H2O:HCl:H2O2 (6:1:1 по обем), за да премахне остатъчните следи от замърсяване с метални йони и да създаде тънък инертен слой, който предпазва повърхността от по-нататъшно замърсяване. Използването на високочисти химикали по време на процеса на почистване е затова от критично значение за цялостното качество и производителност на полупроводниковото устройство. Поради тази причина измерването на елементни замърсители във високочиста солна киселина (HCl) и водороден пероксид (H2O2) е от критично значение за характеристиките и спецификацията на устройството. Тъй като полупроводниковите производители добавят все повече елементи към списъка с критични аналити, определянето на нива на примеси на ултраследово ниво вече обикновено се извършва с масспектрометрия с индуктивно свързана плазма (ICP-MS).

Спецификация на стандартите на SEMI

В най-новото SEMI C27-0918 Specification and Guide for Hydrochloric Acid е посочено, че максималната концентрация на 26 елементни замърсителя в 37% HCl по насоките за Tier C трябва да е под 100 ppt (ng/L). Освен това е посочено, че трябва да се постигат възстановявания на добавки от 75–125% при 50% от посоченото ниво. Тази работа демонстрира аналитичната методология, границите на откриване (DL), еквивалентните концентрации на фона (BEC) и възстановяванията за добавки от 10 ppt в 20% HCl, заедно с 5-часово изследване на стабилността при 50 ppt, с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000.

Условия на уреда

Universal Cell Technology (UCT) в NexION 5000 ICP-MS се основава на сканиращ квадрупол, който има способността да контролира реакционната химия чрез прилагането на параметъра за отхвърляне на RF (q). Този параметър, като компонент на динамичното настройване на пропусканата лента, може да предотврати образуването на нови интерференции от страничните продукти на първоначалната реакция. Освен това чрез контрол на химията той позволява използването на силно реактивни, неразредени газове в клетката, което значително подобрява елиминирането на интерференции и гарантира предвидими реакции. Функцията UCT в комбинация с мултиквадруполната технология е печеливше решение за премахване на спектрални интерференции.

Еквивалентните концентрации на фона и границите на откриване за всички елементи бяха определени в режим Hot Plasma с RF мощност 1500 W, докато за елементи, които работят добре при плазма с по-ниска температура, бяха използвани условия на студена плазма (700 W). Режим Reaction с NH3, O2 или H2 е най-ефективният начин за премахване на спектрални интерференции чрез превръщането им в атоми или йони с различна маса в режим MS/MS или чрез образуване на клъстерен йон с аналита, известен като режим Mass Shift. В режим MS/MS Q1 и Q3 са настроени на една и съща маса и количественото определяне се извършва при масата на аналита, докато в режим Mass Shift аналитът се премества далеч от интерференцията с реакционен газ и се измерва като йонен продукт при по-висока маса.

Рутинна калибровка

За измерванията на BEC и DL 20% HCl беше анализирана по метода на стандартните добавки (MSA). Калибровъчните криви за всички елементи имаха коефициенти на корелация > 0,999. Въпреки че бяха получени с различни режими (MS/MS и Mass Shift), реакционни газове (NH3 и O2) и плазмени условия (гореща и студена), те показват добра линейност.

Управление на спектралните интерференции

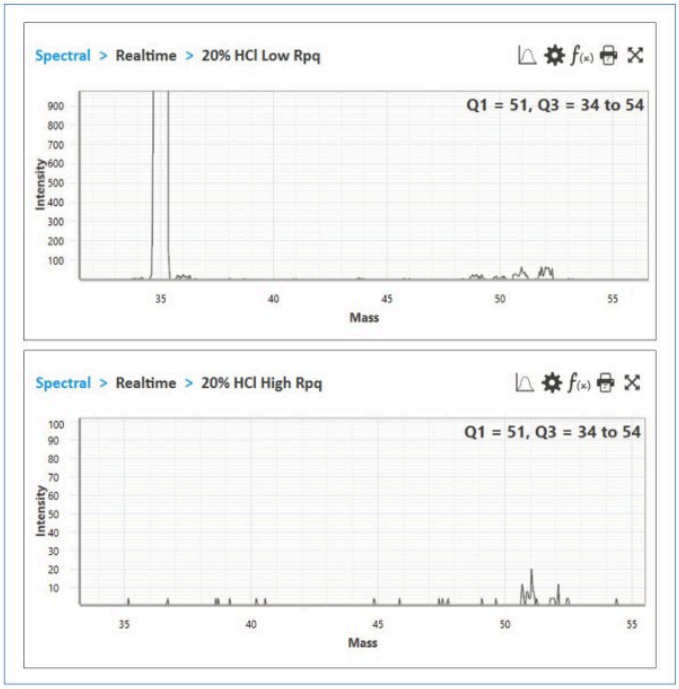
Пример за възможностите на системата NexION 5000 за премахване на интерференции е елиминирането на интерференциите на 35Cl16O+ и 35Cl16OH+ върху 51V и 52Cr. Йоните V+ и Cr+ имат ниска скорост на реакция с NH3, докато 35Cl16O+ и 35Cl16OH+ реагират спонтанно. Тази реакция би създала и странични йони, като 35ClNH2+ при масите 51 и 52 съответно, ако не беше контролът на пропусканата лента на UCT. Значението на настройването на пропусканата лента е демонстрирано със спектрално сканиране на проба HCl с минимално присъствие на V, когато Q1 е настроен на маса 51 (51V и 35Cl16O+), а Q3 сканира маси от 34 до 53. При RPq, зададен на ниска стойност от 0,25, се наблюдават значителни импулси при маса 35 и някои при маси 51 и 52, които могат да се отдадат на NH3NH4+ и (NH3)2NH4+, които биха пречили на V+ и Cr+. Когато RPq се увеличи до по-висока стойност, страничните реакции, които произвеждат интерфериращи странични йони при маси 35, 51 и 52, се елиминират, което позволява откриване на V и Cr в HCl с много ниски BEC (Фигура 1).

Резултати

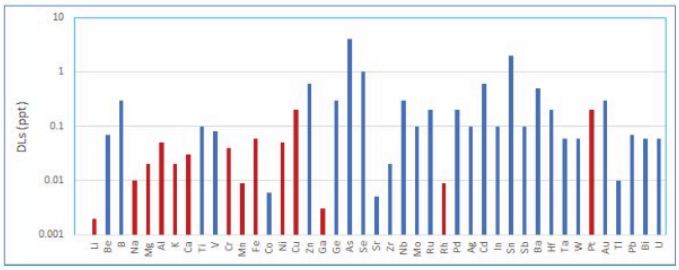
DL на 43 елемента в 20% HCl са показани на Фигура 2, а 5-часов график на стабилност на 26 елемента в HCl е показан на Фигура 3.

Заключение

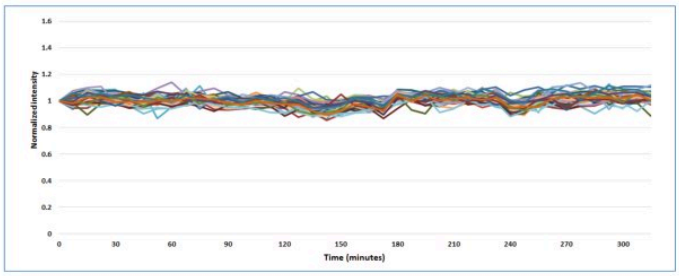
Данните ясно показват, че мултиквадруполният ICP-MS NexION 5000 е подходящ за рутинно количествено определяне на примеси на ултраследово ниво в диапазона ng/L в концентрирана HCl, като демонстрира отлично премахване на интерференции, ниски DL, BEC и изключителна дългосрочна стабилност.



Фигура 1. Сканиране на йонен продукт (Product Ion) на 20% HCl с пропусната лента на Q2 (нисък RPq), действаща като обикновен йонен водач (горе), в сравнение с Q2 с филтър за пропусната лента (висок RPq) за отрязване, зависещо от масата (долу).



Фигура 2. DL на 43 елемента в 20% HCl (сини стълбчета: гореща плазма; червени стълбчета: студена плазма).



Фигура 3. 5-часов график на стабилност на 26 елемента в HCl.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Определяне на примеси в солна киселина с електронна чистота с NexION 5000 ICP-MS“ от Kenneth Ong, Kyoko Kobayashi и Ewa Pruszkowski.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 27/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Бърз анализ на примеси в свръхчиста вода на ултраследово ниво с NexION 5000 ICP-MS

Причини за бърз анализ на свръхчиста вода на ултраследово ниво

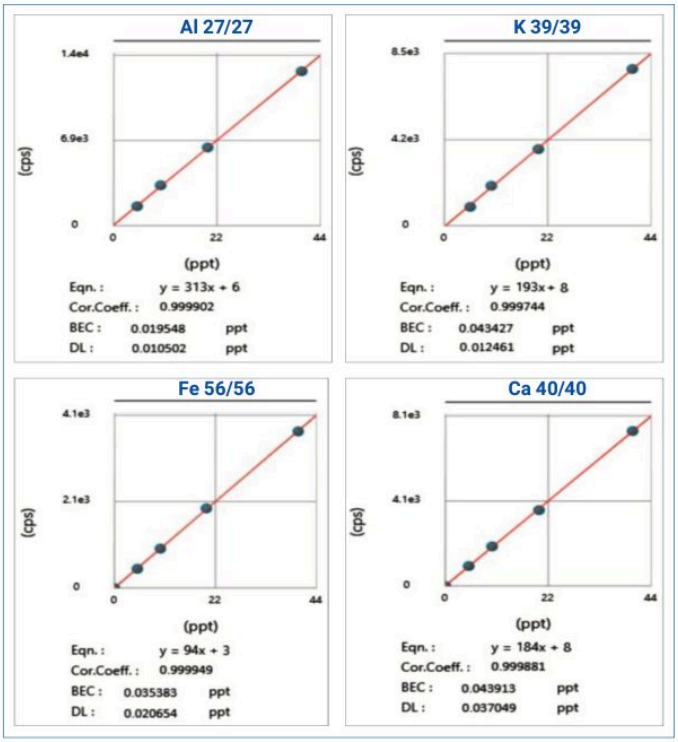
Примесите в свръхчистата вода (UPW) оказват пряко въздействие върху качеството и общия добив на полупроводниковите продукти.1 Тъй като UPW се използва в изключително големи обеми в производството на полупроводникови устройства, способността да се постигат граници на откриване под ppt с ICP-MS за сравнително кратко време е от критично значение. Поради тази причина е необходимо интерференциите да се преодоляват възможно най-ефективно, тъй като те могат да влияят на времето за анализ. Добре известно е, че реакционните газове са много по-ефективни от колизионните при премахването на интерференции на основата на аргон, тъй като интерференциите много често надвишават сигнала на аналита с над четири порядъка. Така, макар че чистите, силно реактивни газове осигуряват най-пълното премахване на интерференции, в някои страни използването на газове като NH3 е ограничено поради регионални разпоредби за безопасност и в резултат обикновено се използват други газове, като O2 или H2. H2 обаче е силно запалим и затова много лаборатории предпочитат да използват генератори на водород, които да доставят високочист газ при поискване. Тази работа описва метод за определяне на границите на откриване (DL) и еквивалентните концентрации на фона (BEC) на 12 примеса в свръхчиста вода с мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000 с Universal Cell Technology (UCT), като водородът от генератор на водород се използва като реакционен газ при условия на студена плазма.

Условия на уреда за това приложение

NexION 5000 ICP-MS предлага възможност да се контролира масовият диапазон, влизащ във вакуумната област на йонната оптика, чрез Quadrupole Ion Deflector (QID – Q0). След това йоните се разделят по маса в първия Transmission Analyzer Quadrupole (Q1), където се допускат само интересуващите ни маси да преминат към Universal Cell (Q2). Тук йонът на аналита и интерференциите претърпяват контролирани реакции в клетката, при които страничните продукти на реакцията се изхвърлят, преди да имат възможност да реагират и да образуват нови интерференции. След това масата на аналита се избира във втория Transmission Analyzer Quadrupole (Q3) за детекция. Режимът Reaction беше използван за определени аналити, обикновено изисквани от полупроводниковата индустрия, за да се елиминират интерференциите от Si, C, O и Ar. Режимът Reaction с нисък дебит на газа беше използван и за аналити, които са относително свободни от интерференции – а именно литий (Li), берилий (Be) и натрий (Na) – за да се скъси времето за анализ, тъй като бързият анализ и високата производителност бяха основният фокус на тази работа. По-високи дебити на газа бяха използвани за 39K+, 40Ca+ и 56Fe+ за елиминиране на полиатомните интерференции на основата на аргон – съответно ArH+, Ar+ и ArO+. Всички анализи бяха извършени в режим MS/MS при условия на студена плазма.

Калибровка

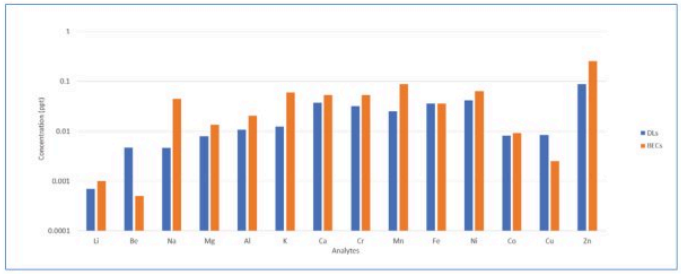
Калибровъчните криви за всичките дванадесет аналита бяха построени и показаха коефициенти на корелация ≥ 0,999 (четири стандарта + сляпа проба), което показва, че калибровките са достатъчно линейни за всички аналити. Четири от тези елементи са показани като пример на Фигура 1 – за пълния набор вижте пълната приложна бележка.



Фигура 1. Калибровъчни графики на четири от аналитите, определяни в това изследване.

Резултати

След това DL и BEC бяха определени в UPW и изчислени по традиционния метод 3σ. Както се вижда от Фигура 2, бяха получени DL и BEC под ppt за всички оценени аналити с един реакционен газ и един набор от плазмени условия, като времето за анализ на всяка проба беше под 2 минути. Въпреки наличието на големи полиатомни интерференции – ArH+, Ar+ и ArO+ съответно върху 39K+, 40Ca+ и 56Fe+ – и по-ниската ефективност на водорода като реакционен газ в сравнение с NH3, тези елементи могат лесно да бъдат определени количествено в концентрации части на квадрилион (ppq) при условия на студена плазма. Освен това елементи като Li, Be, Na, които имат малко интерференции, остават относително незасегнати от по-ниските дебити на реакционния водород, но въпреки това осигуряват отлични BEC при запазена висока чувствителност.



Фигура 2. DL и BEC за всички 12 елемента в свръхчиста вода.

Заключение

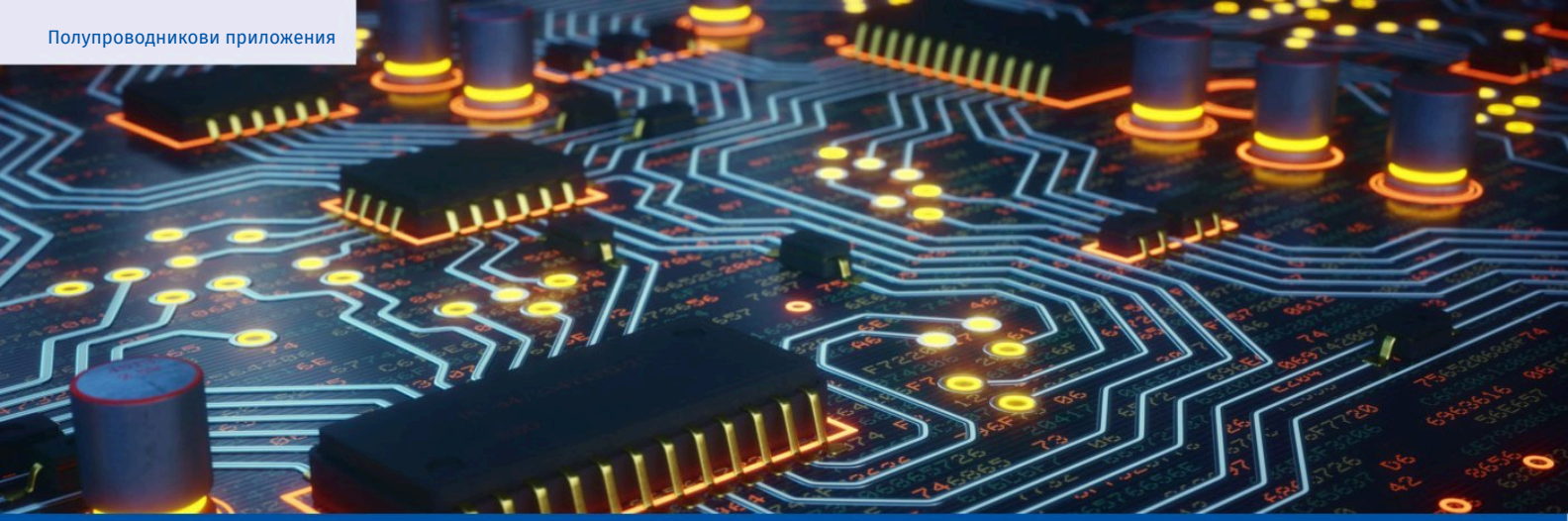
Тази работа демонстрира способността на мултиквадруполния ICP-MS NexION 5000 да осигурява отлични DL и BEC за Li, Be, Na, Mg, Al, K, Ca, Cr, Mn, Fe, Ni, Co, Cu и Zn, което позволява точно количествено определяне на тези елементи на ниво ppq с водород като реакционен газ. Установено е, че реакционният водород, получен от генератор на водород, осигурява нивото на чистота, необходимо за това полупроводниково приложение. Освен това единственият режим Cold Plasma позволи време за анализ под 2 минути на проба, което отговаря на нуждите от бърза производителност при анализа на UPW в полупроводниковите лаборатории.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Бърз анализ на примеси в свръхчиста вода на ултраследово ниво с NexION 5000 ICP-MS“ от Chung Ryu и Sooyoung Yoon.

1. Характеризиране на свръхчиста вода с NexION 5000 ICP-MS.





ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Определяне на неметални елементи в разредена азотна киселина на ултраследово ниво с NexION 5000 ICP-MS

Нуждата от измерване на следови примеси от неметали в азотна киселина

Високочистата азотна киселина се използва широко в полупроводниковата индустрия за мокро ецване на силиций и други метали, както и за смесване с други химикали за полиране на метални компоненти при връзките на печатните платки. В резултат съществува нужда от все по-ниски граници на откриване на широк набор от примеси, включително неметални елементи, за да се отговори на производствените изисквания. Поради наличието на сложни спектрални интерференции от плазмените газове и матрицата на пробата количественото определяне на ниво ниски ppt на неметални елементи – като арсен (As), бром (Br), хлор (Cl), йод (I), фосфор (P), сяра (S), селен (Se) и силиций (Si) – във високочиста азотна киселина може да бъде трудно с конвенционален ICP-MS.

Уникални възможности на NexION 5000 ICP-MS за това приложение

В тази работа беше използван мултиквадруполният ICP-MS NexION® 5000 заради способността му не само да филтрира йоните, преди да влязат в колизионно-реакционната клетка, но и да контролира реакциите в клетката. Това гарантира, че няма странични реакции с реакционни странични продукти и позволява постигане на предвидимо и повторяемо премахване на интерференции, независимо от матрицата на пробата. Резултатът са отлични граници на откриване (DL) и еквивалентни концентрации на фона (BEC) на неметални примеси в един аналитичен цикъл при условия както на гореща плазма (всички аналити освен Si), така и на студена плазма (Si).

Разработване на метода

За елиминиране на спектралните интерференции върху P, S, Se и As тези елементи често се карат да реагират с O2, като образуват съответно PO+, SO+, SeO+ и AsO+ чрез екзотермични реакции на преместване по маса (mass-shift). Тъй като квадруполно базираната Universal Cell Technology (UCT) работи чрез честотна модулация, тя може да контролира реакцията и гарантира, че нежеланите ендотермични реакции не протичат, тъй като те могат да създадат потенциално нежелани продукти, които по-късно да пречат на аналита. Освен това възможността на UCT за динамично настройване на пропусканата лента елиминира прекурсорните частици на други нежелани екзотермични реакции, като ги прави нестабилни в клетката и гарантира, че тези реакции не протичат. Докато Si се свързва екзотермично с O2 и образува стабилен йон SiO+, полиатомните интерференции от N2+ и CO+ също лесно реагират с O2 и се преместват по маса заедно с интересуващия ни аналит. Затова O2 не се счита за ефективен реакционен газ за анализа на Si и за този аналит често се използва H2 като реакционен газ.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 30/36

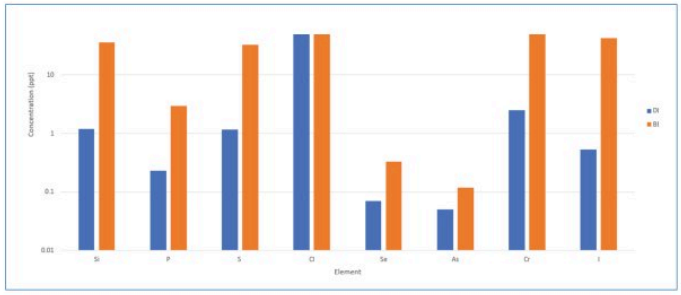
В този пример екзотермичните реакции хидрогенират N2+ и CO+, докато хидрогенирането на Si протича чрез бавна ендотермична реакция. Разликата в реактивността между йона на аналита и полиатомните частици с водород е значителна, което води до лесно отделяне на Si от полиатомните интерференции N2+ и CO+ чрез преместването им вместо на аналита. Макар че Cl също може да образува ClH+ йони чрез екзотермична реакция с H2, ClH+ йоните претърпяват верижна реакция и в крайна сметка образуват H2Cl+. Чрез прилагане на нисък RPq от 0,25 към клетката тази реакция може да протече необезпокоявано. Аналитичните условия са обобщени в Таблица 1.

Таблица 1: Избор на изотопи и клетъчни условия, използвани в това изследване.

Елемент	Избор на изотопи (Q1/Q3)	Режим на клетката	Клетъчен газ
Si	28 / 28	MS/MS	H_2
P	31 / 47	Mass Shift	O_2
S	32 / 48	Mass Shift	O_2
Cl	35 / 37	Mass Shift	H_2
Se	80 / 96	Mass Shift	O_2
As	75 / 91	Mass Shift	O_2
Br	79	Single Quad (Q3)	Няма
I	127 / 127	MS/MS	Няма

Резултати

За всичките шест неметални аналита бяха постигнати коефициенти на корелация > 0,9995, което потвърждава отличната линейност на калибровката. От тези резултати бяха определени BEC и DL, показани като пример на Фигура 1. Резултатите показват, че границите на откриване на Si и S в 0,7% HNO3 са около 1 ppt (ng/L); P, Se, As и I – 1 ppt; Cl – 0,1 ppb; а Br – < 3 ppt, което в момента е най-ниската съобщена граница на откриване в публично достъпната литература за този тип проби с ниска матрица, включително свръхчиста вода, водороден пероксид, разредена HNO3 и HCl.



Фигура 1. BEC и DL на елементи за шест неметални аналита в 0,7% HNO3.

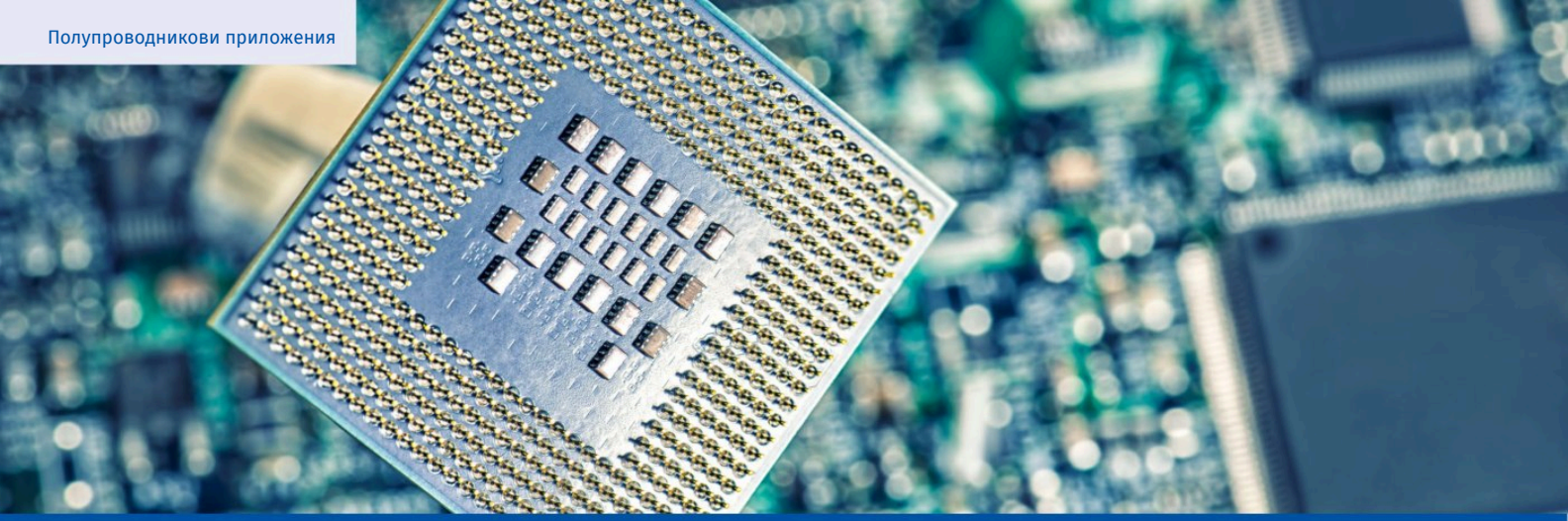
Заключение

Благодарение на уникалните мултиквадруполни възможности на NexION 5000 ICP-MS бяха постигнати отлични BEC и DL за неметали в разтвор на 0,7% азотна киселина. Беше изпълнен методът със смесен режим, използващ условия както на гореща, така и на студена плазма, при който плазмените условия бяха превключвани бързо, без да е необходимо да се създават допълнителни методи или да се повтаря анализът при различни плазмени условия. Макар че азотната киселина внася допълнителни спектрални интерференции чрез повишаване на концентрацията на азот, UCT бързо премахна тези интерференции и постигна най-ниските известни съобщавани BEC и DL за тези елементи при условия на гореща плазма (P, S, Cl, As, Se, Br и I) и студена плазма (Si).

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Ултраследов на неметални елементи в разредена азотна киселина на ултраследово ниво с NexION 5000 ICP-MS“ от Chung Ryu и Soo Young Yoon.





ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Елементен анализ на ултраследово ниво във високочиста сярна киселина

Значението на високочистата сярна киселина

Производството на електронни устройства е сложен процес, който изисква използването на ултрачисти химикали при производството на полупроводници. Например смес от сярна киселина (H_2SO_4) с високочиста степен и водороден пероксид (H_2O_2) се използва за отстраняване на фоторезист. Примеси в тези химикали, като желязо, мед и натрий, обаче могат бързо да дифундират в силиция по време на термичните стъпки на обработка, което създава дефекти и в резултат влошава характеристиките на устройствата. Затова с нарастването на търсенето на по-малки чипове продължава нуждата от химикали с по-висока чистота, използвани в производствения процес на полупроводници.

Спецификация на стандартите на SEMI

Макар SEMI C44-0618 Specification for Sulfuric Acid да определя граници на примеси за Tier C от 100 ppt за няколко елемента и 50 ppb или повече за някои неметали, тези нива вече са твърде високи за много от процесите, използвани в момента в индустрията. В тази работа оценяваме характеристиките на мултиквадруполния ICP-MS NexION® 5000 при анализа на 52 елемента в 10% H_2SO_4 чрез измерване на граници на откриване (DL), еквивалентни концентрации на фона (BEC), заедно с възстановявания на добавки от 15 ppt и 9-часово изследване на стабилността.

Възможности на NexION 5000 ICP-MS

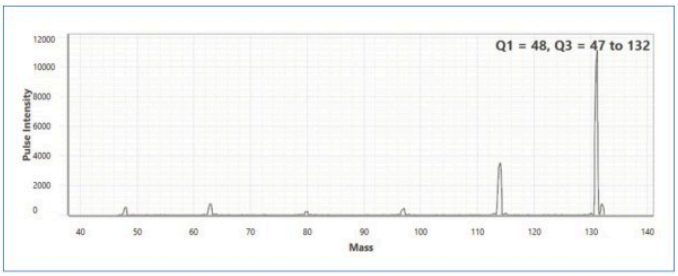
NexION 5000 ICP-MS използва набор от собствени технологии – тандемен четириквадруполен дизайн, квадруполно базирана Universal Cell и други – които заедно осигуряват превъзходно премахване на интерференции. За повече информация относно тези възможности е налична продуктова бележка.

Режим Reaction с NH_3, O_2, H_2 или смес от газове е най-ефективният начин за премахване на спектрални интерференции чрез превръщането им в атоми или йони с различна маса (режим MS/MS) или чрез образуване на клъстерен йон с аналита (режим Mass Shift). В режим MS/MS Q1 и Q3 са настроени на една и съща маса, докато в режим Mass Shift аналитът се измерва като йонен продукт с реакционен газ при по-висока маса. Някои елементи, които нямат спектрални интерференции, бяха измерени в режим Standard без никакви газове в клетката. Използването на 100% чист амоняк и кислород като клетъчни газове в режимите MS/MS и Mass Shift осигурява реакционна ефективност, превъзхождаща тази на разредения газ, и води до по-добри DL и BEC.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 32/36

Управление на спектралните интерференции в сярна киселина

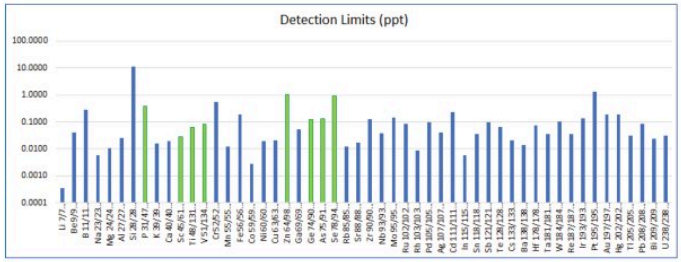
Титанът (Ti) е един от най-трудните за измерване елементи в сярна киселина. Основният изотоп на Ti при маса 48 е с разпространение 74,3%. Освен Ti+ изотопа обаче 32S16O+, 31P16OH+, 48Ca+ и други йони, образувани в плазмата, могат да създадат пряко спектрално застъпване върху Ti при маса 48. Йоните, които не съществуват при маса 48, се отхвърлят от Q1. Q1 допуска до Universal Cell само йони с маса 48, така че в клетката, под налягане с NH3, ще влязат само Ti+, SO+, POH+ и Ca+. Тук 100% NH3 реагира бързо с Ti+ и създава няколко клъстера при по-високи маси. След това Q3 разделя Ti(NH)x+ от другите маси и клъстерните йони достигат детектора без спектрални интерференции и могат да бъдат измерени при желаната маса. Това е илюстрирано от сканирането на Фигура 1, което показва как Ti образува няколко клъстера с NH3 при маси 63, 80, 97, 114 и 131. Както се вижда, най-голяма чувствителност беше установена при маса 131. Потокът на NH3 беше оптимизиран на 0,8 mL/min и след това използван за количественото определяне.



Фигура 1. Сканиране на Ti-NH3 клъстери от маси 47–132.

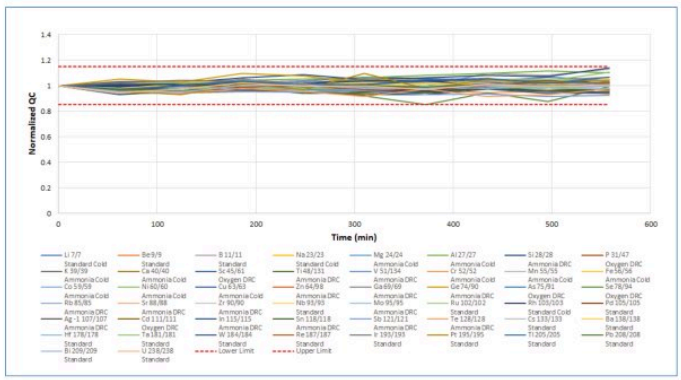
Резултати

В тази работа режимът Mass Shift беше използван за измерване на Ti, V, Zn и Ge като клъстери с NH3, докато P, Sc, As и Se бяха измерени като клъстери с O2. Фигура 2 показва DL в 10% H2SO4 за 52 елемента заедно с цветово обозначените режими на работа. DL в 10% H2SO4 за всички елементи бяха 1 ppt или по-ниски, с изключение на Si, който беше 10 ppt и надвишава изискванията на SEMI Guide for Sulfuric Acid (C44-0618) поне 10 пъти. Калибровъчни криви бяха построени със стандарти от 1, 5, 10, 15 и 20 ppt по метода на стандартните добавки (MSA), с изключение на P и Si, които имаха по-високи концентрации на стандартите. Всички криви имаха коефициенти на корелация > 0,999, което показва линейността на анализа и способността за точно измерване при ниски концентрации.



Фигура 2. DL в 10% H2SO4 за 52 елемента: сини стълбчета – елементи, анализирани в режим MS/MS; зелени стълбчета – елементи, анализирани в режим Mass Shift.

Дългосрочната стабилност беше оценена и чрез измерване на QC стандарт (15 ppt за повечето от 50-те елемента, с изключение на P и Si) на всеки четири проби в продължение на над 9 часа. Графиката на Фигура 3 показва изключителна стабилност за всички елементи във всички режими. RSD бяха под 5% за всички елементи, а дрейфът беше в рамките на ±15% от първоначалното отчитане.



Фигура 3. Възстановяване на добавка от 15 ppt на 50 аналита в 10% H2SO4.

Заключение

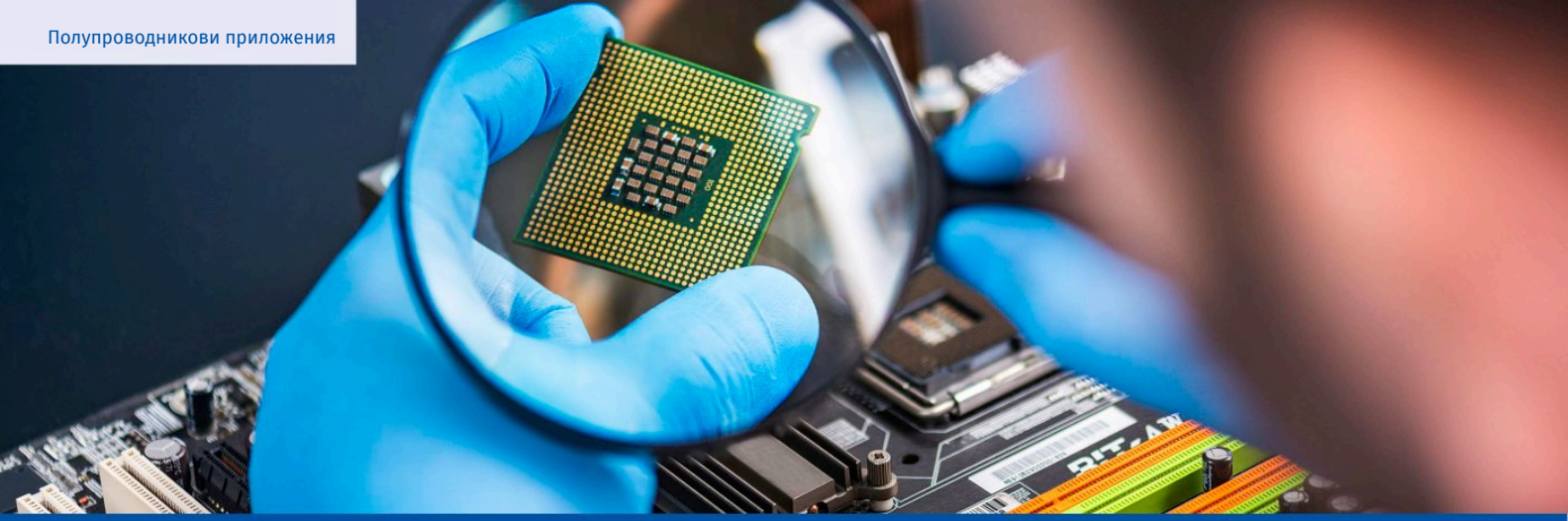
Резултатите, представени в тази работа, показват, че NexION 5000 ICP-MS с мултиквадруполните си технологии и Universal Cell технологии и до четири различни чисти реактивни газа осигурява отличната аналитична производителност, необходима на полупроводниковата индустрия за такива трудни матрици като 10% H2SO4.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Ултраследов елементен анализ във високочиста сярна киселина“ от Chady Stephan и Ewa Pruszkowski.



Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 33/36



ПРИЛОЖЕНИЕ В ФОКУС

Количествено определяне на неметали в разтвори на сярна киселина на ултраследово ниво с NexION 5000 ICP-MS при различни условия на клетъчния газ

Значението на количественото определяне на неметали в сярна киселина

В полупроводниковата индустрия расте търсенето на ICP-MS уреди за анализ на неметали – като бор (B), фосфор (P), силиций (Si), германий (Ge), арсен (As), селен (Se), бром (Br) и йод (I) – в концентрации на ултраследово ниво в матрици на сярна киселина, където присъствието на сяра, аргон, азот, кислород, водород и въглерод може да пречи на аналитите чрез образуване на полиатомни интерференции. Използването на ICP-MS с разделящ квадрупол преди колизионно/реакционната клетка, както и със способност за контрол на реакцията в клетката, може драстично да подобри границите на откриване и да позволи количествено определяне на неметални елементи на ултраследово ниво. Тази работа описва как мултиквадруполен ICP-MS NexION® 5000 с различни клетъчни газове, оптимизирани параметри на уреда и мултиквадруполна технология е постигнал най-добри граници на откриване (DL) и еквивалентни концентрации на фона (BEC).

Намаляване на интерференциите с NexION 5000 ICP-MS

Условията на уреда могат да бъдат намерени в пълната приложна бележка. Режимът Mass Shift беше приложен за P, Ge, Se и As, което позволи премахването на полиатомни интерференции чрез екзотермични реакции с кислород като реакционен газ за образуване съответно на PO^+, GeO^+, SeO^+ и AsO^+. Макар че силицият образува стабилния молекулен йон SiO^+ в присъствието на кислороден газ чрез екзотермична реакция, $N2^+$ и CO^+ имат същата маса като силиция и също лесно реагират с кислорода. Следователно за анализа на силиций е необходимо да се приложи друг начин за намаляване на интерференциите. При реакция с водород $N2^+$ и CO^+ претърпяват хидрогениране чрез спонтанна екзотермична реакция, докато силицият претърпява само ендотермична реакция. Поради тази разлика в скоростите на реакция силицият може лесно да бъде отделен от $N2^+$ и CO^+ чрез прилагане на висок параметър за отхвърляне q (RPq) в квадруполната Universal Cell. Затова в този експеримент бяха използвани реакция с H2 и режим MS/MS за премахване на интерференциите на $N2^+$ и CO^+ върху силиция.

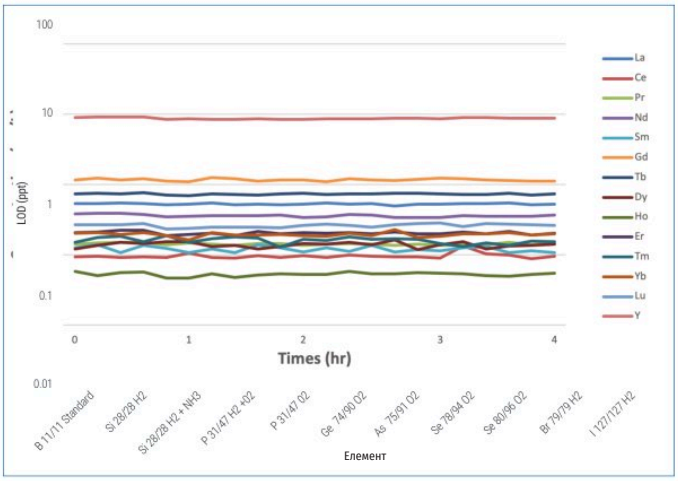
Калибровка

Калибровъчните криви на аналитите при различни условия на клетъчния газ в 9,8% сярна киселина имаха коефициент на корелация поне 0,9999, с изключение на силиция, чийто коефициент на корелация беше 0,9998, определени по метода на стандартните добавки (MSA) за всички тези аналити.

Превод: Chroma (chroma-bg.com). Оригинал: PerkinElmer. 34/36

Резултати

Фигура 1 показва границите на откриване (DL) в 9,8% H2SO4, където за Si и P бяха използвани два набора реакционни газове, както и два различни изотопа в режим Mass Shift за Se. При силиция анализът беше извършен при две различни условия на клетъчния газ: при първия набор условия като реактивен газ беше използван само водород, а при втория – водород, смесен с амоняк чрез онлайн колектор за смесване на газове. И двата метода дадоха DL от 10 ppt (ng/L). За фосфора анализът беше извършен първо само с кислород, а също и с кислород и водород, смесени онлайн. За този аналит DL беше 0,6 ppt с чист кислород и 0,3 ppt със смес от кислород и водород. DL бяха <0,1 ppt за германий и арсен, около 0,5 ppt за селен и йод и 2 ppt за бром. DL за бор, който беше изпълнен в режим Standard, беше отличен – 0,03 ppt, най-ниската публикувана до момента DL за този елемент в публично достъпната литература.



Фигура 1. Граници на откриване за B, P, As, Se, Si, Ge, Br и I в 9,8% сярна киселина.

След това този метод беше използван за количествено определяне на концентрациите на осем неметални замърсителя в пречистена и непречистена 9,8% (v/v) H2SO4. Данните показаха и че повечето от примесите са ефективно отстранени от разтвора на сярна киселина чрез дестилация, с изключение на фосфора, който не може да бъде ефективно отстранен. Смята се, че това се дължи на химичните свойства на фосфора и сярата и на склонността им да образуват нелетливи съединения. Резултатите за концентрацията от пречистената киселина могат да служат като BEC за всички анализирани елементи.

Заключение

Способността да се постигат ултраниски DL и BEC за неметали, които са типични замърсители в технологичните химикали, е от критично значение за полупроводниковата индустрия. Бяха постигнати отлични граници на откриване от 0,1 ppt за B, Ge и As; 0,5 ppt за P, Se и I; и 10 ppt за Si и 2 ppt за Br, което е пряк резултат от собствените възможности на NexION 5000 ICP-MS, включително Universal Cell Technology (UCT), възможността за смесване на клетъчни газове в движение и патентованият (patent-pending) Triple Cone Interface с технологията OmniRing™.

Източник

Обобщено по приложната бележка на PerkinElmer „Ултраследов количествен анализ на неметали в сярна киселина при различни условия на клетъчния газ“ от Chung Ryu и Sooyoung Yoon.



За всички приложни бележки за NexION 5000 ICP-MS и друго съдържание посетете www.perkinelmer.com/nexion5000

PerkinElmer, Inc.
940 Winter Street
Waltham, MA 02451 USA
P: (800) 762-4000 or
(+1) 203-925-4602
www.perkinelmer.com

PerkinElmer®

За пълен списък на нашите офиси по света посетете www.perkinelmer.com/ContactUs

Copyright ©2021, PerkinElmer, Inc. All rights reserved. PerkinElmer® is a registered trademark of PerkinElmer, Inc. All other trademarks are the property of their respective owners.

210802 PKI