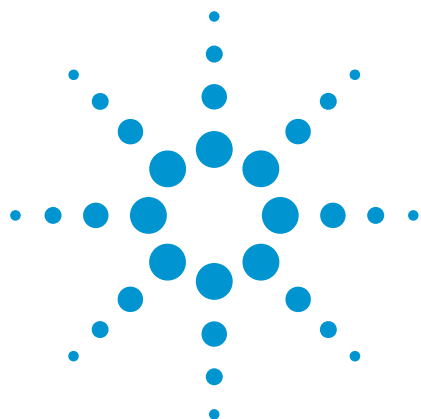




外部ガス制御モジュール搭載の Agilent 4200 MP-AES による イソプロピルアルコール中の微量元素の 測定

アプリケーションノート

半導体および石油化学

著者

Kim Young-Jin
Agilent Technologies
South Korea



はじめに

イソプロピルアルコール (IPA) は、半導体業界で一般的に使用されている有機溶媒です。製造プロセスでは、表面洗浄後のシリコンウエハは乾燥していますが、乾燥手順では、たいていの場合 IPA が使用されます。物質はシリコンウエハに直接触れるため、使用する IPA の純度が重要になります。また、この段階で何らかの混入異物が存在していると、最終製品全体の性能に悪影響を及ぼす可能性もあります。

半導体業界では、プラズマを使用する機器が広く使用されています。これは、フレイム原子吸光分析法 (FAAS) などの手法と比較して、多元素分析能力と感度の点で優れているためです。ただし、有機マトリックスの分析では、堅牢なプラズマ性能が必要になります。マイクロ波プラズマ原子発光分光分析装置 (MP-AES) では、磁気的に結合されたマイクロ波エネルギーを使用して、有機溶媒の分析に適した安定性の高いプラズマを生成します。Agilent 4200 MP-AES には、FAAS と比較して、より適切な検出限界と動作範囲の向上により、幅広いサンプルに対応できるように設計された、高度なマイクロ波キャパシティとトーチが備えられています。IPA 内の主要元素 (Ca、K、Na、および Mg) は、サンプル前処理を実施せずに、MP-AES を使用して簡単に測定できます。



Agilent Technologies

4200 のプラズマを生成するのに使用される窒素は、窒素ジェネレータを使用して、空気から生成できます。このため、他の手法で必要な有害で高価なガスを使用する必要がないため、ランニングコストが削減され、ラボの安全性も大幅に向上します。この機器は、経験が少ないユーザーでも、比較的簡単に使用できます。また、プラグ & プレイ型のトーチおよび直感的な MP Expert ソフトウェアが用意されており、最低限のトレーニングで機器の設定とメソッド開発が実施できるようになります。

このアプリケーションでは、外部ガス制御モジュール (EGCM) が搭載された Agilent 4200 MP-AES を使用して、無希釈で高純度な IPA 内の微量元素を直接測定します。

実験

測定条件



図 1. Agilent 4200 MP-AES 用の外部ガス制御モジュール (EGCM) アクセサリ

すべての測定に Agilent 4200 MP-AES を使用しました。IPA 内の Na、K、Mg、および Ca を無希釈で直接分析するために、機器には、EGCM、不活性 OneNeb ネブライザ、耐溶媒チューブ、およびダブルパススプレーチャンバから構成される、Agilent 有機溶媒導入キットを装備しました。

EGCM (図 1 を参照) は、プラズマに空気を導入します。これにより、トーチ内に炭素のススが堆積するのを防ぎ、有機サンプルの分析に生じるプラズマの不安定性を解決し、炭素に起因するバックグラウンド発光を低減します。EGCM の設定は、MP Expert ソフトウェアにより、波長ごとに自動的に選択されますが、必要に応じて微調整できます。

不活性 OneNeb ネブライザは、IPA のような有機溶媒の分析に最適です。また、他のネブライザと比較して、ネブライザ効率が向上しており、小さいドロップレットの分布を狭い範囲に制限します。

4200 MP-AES は、高速シーケンスモードで動作し、ペルチェ冷却方式の電荷結合素子 (CCD) 検出器が備えられています。これにより、MP Expert ソフトウェアを使用して、バックグラウンド干渉とスペクトル干渉を、同時に簡単かつ正確に補正できます。有機マトリックスから発生するバックグラウンド発光は、自動バックグラウンド補正モードを使用して補正しました。

機器の操作パラメータとメソッド条件を、表 1 および表 2 に示します。

表 1. Agilent 4200 MP-AES 設定条件

パラメータ	値
サンプルチューブ	オレンジ/緑、耐溶媒
廃液チューブ	青/青、耐溶媒
読み取り時間 (秒)	3
繰り返し回数	3
サンプル取り込み遅延 (秒)	10
安定化遅延 (秒)	10
洗浄時間 (秒)	10 (高速ポンプ: オン)
ポンプ速度 (rpm)	7

表 2. MP-AES のメソッド条件: 波長、バックグラウンド補正、ネブライザ流量、および EGCM 自動設定から測定された成分のリスト

元素	波長 (nm)	バックグラウンド補正	ネブライザ流量 (L/min)	EGCM 設定
Na	588.995	自動	0.6	高
K	766.491	自動	0.6	高
Mg	285.213	自動	0.6	低
Ca	393.366	自動	0.6	中

サンプルとサンプル前処理

電子グレードの IPA (純度 99.9 %) は、Dongwoo Fine-Chem Co., Ltd. (韓国) から購入し、サンプル前処理を実施せずに直接分析しました。IPA には、多元素標準を 106.5 ppb 添加して、メソッドの安定性試験を実施しました。

結果と考察

直線ダイナミックレンジ

Na、K、Mg、および Ca の直線ダイナミックレンジ (LDR) は、10 ppb、50 ppb、100 ppb、および 200 ppb で、1 セットの標準に対してキャリブレーションを実施して測定しました。すべての元素が、すべてのケースにおいて、キャリブレーション範囲で優れた直線性を示しており、相関係数は 0.999 を超えていました。Na、K、Mg、および Ca の検量線を図 2 に示しています。

メソッド検出下限

メソッド検出下限 (MDL) は、濃度 106.5 ppb の 7 つのサンプルを分析して測定しました。7 つのサンプル (自由度 6) において、99 % の信頼区間で得られた t 値は 3.14 です。すべての元素において、MDL は 5 ppb を下回っていました。結果を表 3 に示します。

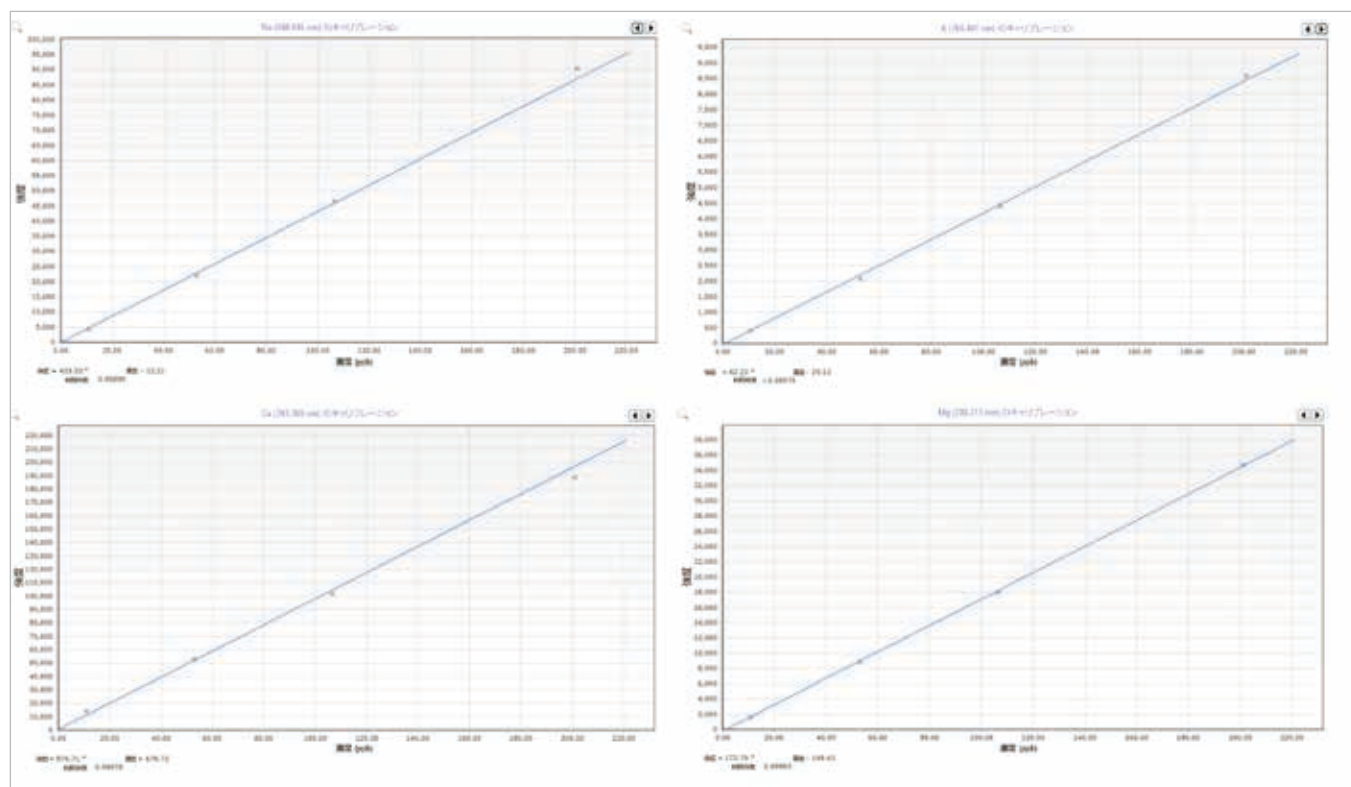


図 2. Na 588.995、K 766.491、Ca 393.366、および Mg 285.213 の検量線

添加回収率

このメソッドを試験するために、3 時間以上にわたって、106.5 ppb を添加して繰り返し分析しました。実験期間中の各元素の平均添加回収率は、97 % ~ 102 % の範囲内の値でした。添加回収率を表 3 に示します。

表 3. IPA 内の Na、K、Mg、および Ca の MDL、106.5 ppb 添加での回収率、および長期安定性

元素 (ppb)	波長 (nm)	MDL (ppb)	添加回収率 (%)	長期安定性 (%RSD)
Na	588.995	2.5	100	1.4
K	766.491	3.0	97	1.4
Mg	285.213	2.8	102	1.6
Ca	393.366	3.8	97	0.9

長期安定性

106.5 ppb の添加において、IPA 内の Na、K、Mg、および Ca の長期安定性を測定しました。安定性のプロットを図 3 に、各元素の %RSD を表 3 に示しています。3 時間以上にわたって、%RSD の値が 2 % 未満という優れた安定性を達成しました。



図 3. IPA 内の Na、K、Mg、および Ca の長期安定性のプロット

結論

EGCM アクセサリを搭載した Agilent 4200 MP-AES は、無希釈のイソプロピルアルコール内の Na、K、Mg、および Ca を ppb レベルで測定することに成功しました。すべての元素におけるメソッド検出限界は 5 ppb 未満であり、添加回収率は 97 % ~ 102 % の範囲内の値、長期安定性は 2 % 未満の RSD という優れた結果を示しました。このメソッドは、IPA 内のこれら 4 つの主要元素のルーチン分析に最適です。

4200 MP-AES の特徴は、以下のとおりです。

- FAAS と比較して、性能とサンプルスループットが向上
- MP Expert ソフトウェアとプラグ & プレイ型のハードウェアにより使いやすさを実現。オペレータは、最低限のトレーニングにより、メソッド開発とトーチ調整を簡略化して実施可能
- アセチレン、アルゴンなどの有害で高価なガスを使用する必要がないため、安全性が向上
- 安全で無人の操作を実施することにより、生産性が向上

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様などは予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2015

Published July 17, 2015
5991-6021JAJP



Agilent Technologies