

spICP-MS による有機溶媒中の 15 nm 鉄ナノ粒子分析

優れた感度と低バックグラウンドを有する
Agilent 8900 ICP-QQQ による分析

著者

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

¹Agilent Technologies, Inc.
²Shiny Chemical Industrial Co., Ltd., Taiwan
³Industrial Technology Research Institute of Taiwan
⁴BASF Taiwan Ltd.

プロセス試薬中の金属ナノ粒子のモニタリング

半導体機器の製造においては、工程に用いられる試薬にわずかな量の不純物があるだけで、生産高や製品の信頼性が損なわれる可能性があります。金属ナノ粒子 (NP)、なかでも Fe NP によって、ウエハ表面の欠陥が引き起こされる可能性があるという認識が高まりつつあります。単一粒子 ICP-MS (spICP-MS) は、半導体プロセス試薬をはじめとするさまざまなサンプルの NP 含量測定に多く用いられる、信頼できるツールです。

spICP-MS による 15 nm Fe NP の測定

Agilent 8900 ICP-QQQ (半導体モデル) に、内径 1.5 mm の石英製トーチを取り付けました。ArO および C₂O₂ による ⁵⁶Fe への干渉は、セルガスに酸素を用いることで解消しました。長期安定性試験に大容量ボトル (100 ~ 500 mL) を使用できるよう、Agilent SPS 4 オートサンプラを採用しました。サンプルは、SPS 4 プロブキット (G3139-68000) 付きの Agilent PFA ネブラライザによって負圧吸引しました。データ解析は、Agilent ICP-MS MassHunter ソフトウェアのオプションである、単一ナノ粒子アプリケーションモジュールを用いて行いました。

表 1. spICP-MS メソッドに用いた 8900 ICP-QQQ 操作パラメータ

パラメータ	設定	パラメータ	設定
RF 出力 (W)	1200	エネルギーディスクリミネーション (V)	-8.0
サンプリング位置 (mm)	16	セルガス (O ₂) 流量 (mL/min)	0.38 (25 %)
ネブラライザガス流量 (L/min)	0.75	積分時間 (μs)	100
メイクアップガス流量 (L/min)	0.5	スキャンモード	シングル四重極モード
*オプションガス (O ₂) 流量 (L/min)	0.12 (12 %)	モニターした質量数	56 (Fe)
スプレーチャンバ温度 (°C)	-2	データ取り込み時間 (s)	60
軸方向加速 (V)	2		

*オプションガス (酸素とアルゴンが 50 % ずつのバランスガス) を加えることで有機溶媒の直接導入が可能になり、コーンへの炭素の堆積を回避できました。

15 nm Fe₂O₃ NP (シグマアルドリッチ) を添加したイソプロピルアルコール (IPA)、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート (PGMEA) およびプロピレングリコールモノメチルエーテル (PGME) の測定に、splCP-MS メソッドを用いました。図 1 は、サンプルそれぞれにおける Fe NP のシグナル分布 (上) および粒径分布プロット (下) を示しています。NP シグナルはバックグラウンドシグナルから明確に分離されています。また、平均粒径はすべての添加サンプルで 15 nm 前後となり、Fe NP の公称直径 15 nm と一致していました。

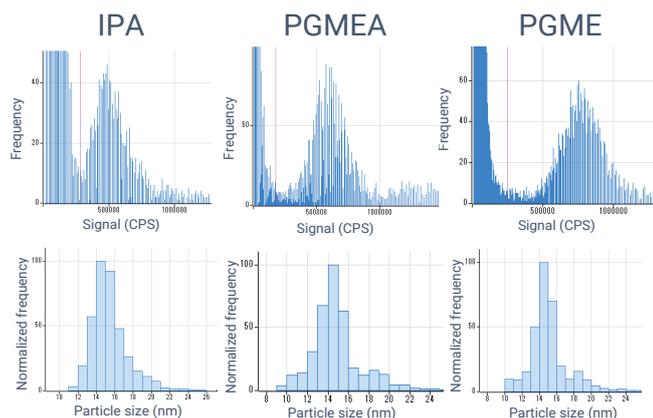


図 1. IPA、PGMEA および PGME の各溶液における 15 nm Fe NP のシグナル分布 (上) および粒径分布 (下)

15 nm 粒子と 30 nm 粒子の比

表 2 は、直径 30 nm の 1 粒子と直径 15 nm の 1 粒子それぞれの平均シグナル強度およびこれらのシグナル強度の比 (30 nm/15 nm) を示しています。シグナル強度は粒子直径の 3 乗に比例するため、15 nm NP と 30 nm NP のシグナル強度比は 8 となるはずですが、測定値の比は 8.44 で、これは、公称直径の精度を考慮すれば、許容範囲内です。

表 2. 粒子の平均シグナル強度とそれらの比

粒子別の平均シグナル強度 (cps)		比 (30 nm/15 nm)
30 nm	15 nm	
5,216,482	617,736	8.44

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等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. 2020
Printed in Japan, March 4, 2020
5994-1747JAJP
DE.8940046296

長期安定性試験

図 2 に、10 時間の時間経過における 2 種類の溶媒中の 15 nm Fe NP の検出数 (粒子数濃度を表す) と粒子直径を示します。粒子検出数も粒子直径も、%RSD が示すとおり、10 時間の時間経過において一定でした。

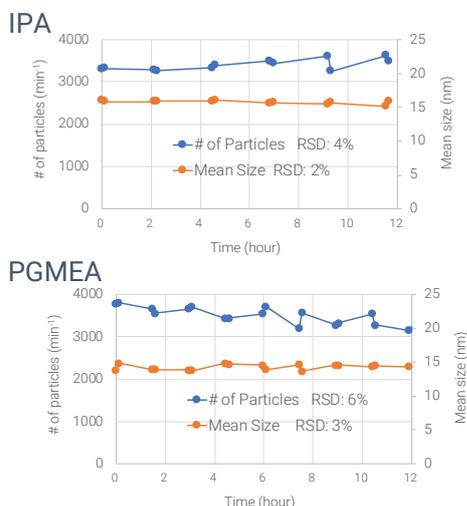


図 2. 10 時間の時間経過における IPA および PGMEA 中 15 nm Fe NP の長期安定性

図 3 は、サンプル前処理当日と 6 カ月後の IPA 中 30 nm Fe NP の粒子直径分布プロファイルを示しています。6 カ月後も、30 nm Fe NP のシグナルを明確に確認でき、粒子直径分布の状態も調製直後の溶液のものと同様変わりませんでした。この結果から、Fe NP は IPA 中で長期間安定であることがわかり、Fe NP が溶媒中に溶解または析出しないことが示唆されます。

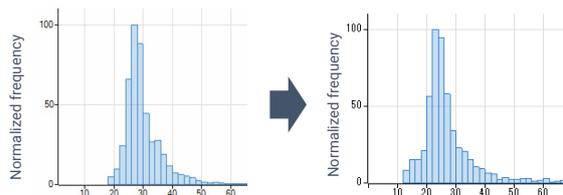


図 3. 前処理当日 (左) と 6 カ月後 (右) の IPA 中 30 nm Fe NP の粒子直径分布

高純度溶媒中の単一粒子

8900 splCP-MS メソッドは、高純度溶媒中の低濃度微粒子のモニタリングという半導体業界の新たなニーズに応えます。