

Определение предела обнаружения методик анализа примесей в сверхчистых реактивах методом ИСП-МС

Н.Н. Данченко , Ю.М. Токунов

Московский физико-технический институт (государственный университет)

В связи с бурным развитием полупроводниковой промышленности остроактуальной является разработка методик определения чистоты химических реактивов, используемых в производстве микросхем. С точки зрения конкурентоспособности разрабатываемых методик важной задачей является достижение низких пределов обнаружения элементов-примесей и корректного вычисления и представления этих величин.

В настоящей работе решалась задача нахождения практически обоснованных пределов обнаружения (MDL) методик определения примесей при многоэлементном анализе сверхчистых химических реактивов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Все эксперименты выполнялись на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС-спектрометре) Agilent 7700s.

Для расчета пределов обнаружения за основу был взят предложенный US EPA подход, сочетающий предварительный статистический расчет (MDL) с последующей проверкой первоначальной величины путем набора экспериментальных данных при концентрации, сравнимой с MDL, и получения уточненного значения MDL. Подход имеет универсальный, инструментально независимый характер, однако необходима была разработка конкретных способов его реализации для методик многоэлементного анализа чистых реактивов методом ИСП-МС.

Предложен порядок и способ расчета первоначального ориентировочного значения MDL с использованием статистических данных, выдаваемых программным обеспечением ИСП-МС-спектрометра (DL и ВЕС).

Разработан методический подход к корректному определению MDL методов анализа сверхчистых реактивов, в которых разные примеси содержатся в существенно различающихся концентрациях.

Получены пределы обнаружения (MDL) методик определения 36 примесных элементов, включая Ag, Al, As, Au, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Ge, In, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nb, Ni, Pb, Pt, Sb, Sn, Sr, Ta, Ti, Tl, V, Zn, Zr в трех сверхчистых реактивах (азотная и соляная кислоты и перекись водорода). Для перекиси водорода полученные пределы обнаружения (MDL) находятся в диапазоне величин от 0,05 ppt до 5 ppt (нг/л); при этом разрешенная максимальная массовая доля примесных элементов (норма спецификации) для перекиси водорода составляет 100 ppt.