

● 유도결합 플라즈마 질량 분석법에 의한 초미량 원소 분석

SCAS_TN051KK

Determination of Ultratrace Impurities using Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

[개 요]

유도결합 플라즈마 질량 분석법 (ICP-MS : Inductively coupled plasma mass spectrometry)은 고감도의 신속한 금속 원소 분석법으로 반도체, 환경, 식품 및 생체 관련 등 많은 분야에서 사용되고 있습니다. 당사에서는 장기간 연구한 초미량 금속 분석의 전처리 기술을 바탕으로 사중극형 ICP-MS, 고분해능 ICP-MS를 이용하여 초미량 금속 분석 요구에 신속하게 대응하고 있습니다. 또한 환경·인간 유래의 오염을 방지하기 위해 오염 제어 기술을 습득한 기술자가 시료의 전처리에서 측정까지의 일련의 공정을 클린룸내에서 대응하고 있습니다.

[방 법]

ICP-MS 장치는 시료 도입부, 플라즈마부, 인터페이스부, 이온 렌즈부, 질량 분리부, 검출기로 구성됩니다. 액체 시료를 분쇄하여 고에너지의 고주파 플라즈마(약 6000K)에 도입하여 시료중의 원소를 이온화합니다. 이온은 인터페이스를 통해 고진공부로 끌어들여 이온 렌즈에 의해 수렴된 후, 질량 분리부에서 비전하(m/z)에 따라 분리되어 검출기에 의해 계산됩니다. m/z에서 원소의 식별, 이온카운트수에서 정량을 실시합니다.

[특 징]

ICP-MS는 많은 금속 원소를 pg/mL 농도 수준에서 고감도로 신속하게 측정 가능합니다. 신뢰성있는 분석치를 얻는데 문제가 되는 것은 측정 용액에 다량의 금속 성분이 공존함으로써 생기는 스펙트럼 간섭에 의한 측정 대상 원소의 과대 평가입니다. 스펙트럼 간섭의 원인으로는 측정 대상의 금속 이온과 이온원인 아르곤, 시료의 공존 원소 및 측정 액성(산)에서 부생하는 클러스터 성분(다원자 이온)이 있습니다. 그에 따른 해결책으로써 Collision·ReactionCell, Cool Plasma, 고분해능 질량 분석기를 탑재한 장치가 시판되고 있습니다. 당사는 다수의 장치를 보유하고 있으며 고객의 시료·분석 대상 원소에 맞게 최적의 방법으로 분석치를 보고합니다.

(1) Collision·Reaction Cell

질량 분리부 전단에 배치한 셀에 수소, 암모니아, 헬륨 등의 가스를 도입하여 가스와 간섭 이온 또는 측정 대상 이온을 상호 작용시킴으로써 측정 대상 이온을 선택적으로 검출할 수 있습니다.

(2) Cool Plasma

통상에 비해 저온 플라즈마를 형성하고, 각 원소의 이온화 가능성의 차이에 따라 스펙트럼 간섭을 줄일 수 있는 방법입니다. 또한 장비 소음을 줄이는 장점이 있습니다.

(3) 고분해능 질량 분석기 (자기장형 이중 수속 질량 분석기)

사중극형 ICP-MS는 이온 $m/z=1$ 마다 선별 가능한 질량 분해능밖에 없습니다. 고분해능 질량 분석기는 자기장·전기장으로 이온을 소수점 이하의 질량수까지 선별하여 측정 대상 이온을 선택적으로 감지합니다.

[사례 1] 초순수의 초미량 금속 불순물 분석

초순수 및 분석 대상 원소를 기지량(1pg/mL 상당량) 첨가한 초순수를 클린 드래프트 안에서 가열 농축한 후 ICP-MS로 측정했습니다. 첨가 회수율은 86%~110%이며 적절한 분석 방법임을 확인했습니다. 분석 결과를 Table 1에서 나타냅니다.

Table 1 Results of standard recovery test in ultrapure water

Sample/Element	Unit: pg/mL							
	Li	Na	Mg	Al	K	Ca	Cr	Mn
Ultra-pure water	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.3	<0.1	<0.1
Added sample (1pg/mL)	1.1	1.2	1.1	1.0	1.1	1.2	0.9	1.0
Recovery rate	110%	110%	110%	93%	110%	98%	86%	97%

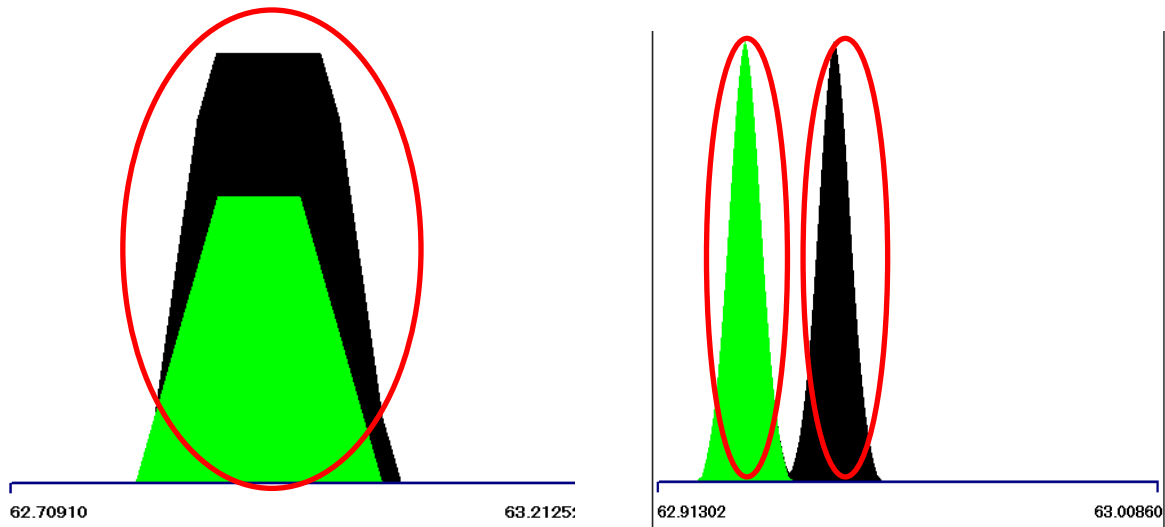
Sample/Element	Unit: pg/mL						
	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ba	Pb
Ultra-pure water	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Added sample (1pg/mL)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Recovery rate	96%	96%	93%	96%	92%	100%	96%

[사례 2] 고농도 Ti 함유 시료 중의 Cu, Zn 측정 (사중극형 ICP-MS, 고분해능 ICP-MS 의 비교)

Si 웨이퍼 표면에 제막된 SiO₂ 막을 불산으로 에칭하여 액을 가열, 증발 건조한 후 잔재를 산용해하여 사중극형 ICP-MS 및 고분해능 ICP-MS 로 측정했습니다.

시료 중에 고농도의 Ti 가 함유되면 사중극형 ICP-MS 측정에서는 Ti 산화물 유래의 질량 스펙트럼 간섭에 따라 Cu 와 Zn 의 분석치가 영향을 받습니다. 해결책으로써 고분해능 ICP-MS 를 이용하여 간섭 이온과 측정 대상 이온을 분리함에 따라 안정적인 분석치를 얻을 수 있습니다.

질량 분해능 선택에 의한 분자 이온 간섭 제거에 대해서는 아래의 그림에서 나타냅니다.



사중극형 ICP-MS 의 분해능으로는 분자 이온 간섭 측정이 곤란.

고분해능 HR-ICP-MS 중 분해능 모드로 분자 이온 간섭과의 분리·측정이 가능.

질량 분해능을 올리므로 Cu (질량수 = 62.9296)) 와 47Ti16O (질량수 = 62.9467) 분리가 가능.

※이 검사는 주식회사 스미카분석센터 (<https://www.scas.co.jp/en/>)에서 실시됩니다.

취급점 :

SCAS Korea

당사 홈페이지

<https://www.scaskorea.co.kr/>

문의처

<https://www.scaskorea.co.kr/contact/>

기술사례

<https://www.scaskorea.co.kr/technical-informations/>