

SCIEX液质联用系统对电子级超纯水中有机碳类污染物的测定

The Determination of Organic Carbon Contaminants in Electronic Grade Ultrapure Water Using SCIEX LC-MS/MS System

李广宁, 孙小杰, 杨总, 刘冰洁

Li Guangning, Sun Xiaojie, Yang zong, Liu bingjie

关键词: LC-MS/MS; 有机碳污染; 半导体; 电子级超纯水

Key words: LC-MS/MS; Organic Carbon Contaminants; Semiconductor; Water

引言

半导体制造中的关键湿法工艺, 如晶圆清洗、光刻胶剥离和湿法刻蚀等, 对电子级超纯水 (UPW) 的水质要求极高。在此类工艺用水中, DMAC (二甲基乙酰胺)、NMP (N-甲基吡咯烷酮)、DEGME (二乙二醇二甲醚)、NMF (N-甲基甲酰胺) 和 MEA (乙醇胺) 是常见的有机污染物, 主要来源于光刻胶剥离液、清洗剂或其他工艺化学品的残留。这些溶剂属于非离子型有机物, 易穿透传统纯水处理系统, 导致产水总有机碳 (TOC) 超标, 是电子级超纯水中有机碳的主要贡献来源之一。其在晶圆表面的残留会直接造成污染和缺陷, 例如导致光刻图形模糊或湿法刻蚀不均匀, 从而严重影响先进制程 (如7纳米及以下) 的生产良率。

目前, 国际主流标准与指南 (如SEMI F63、ASTM D5127) 主要通过设定总有机碳 (TOC) 严格限值来间接管控此类有机溶剂的浓度, 而并未对每一种物质规定统一的直接限值。在实际监控中, 需要特别关注这些特征溶剂对TOC值的具体贡献比例。

为帮助半导体相关企业加强对超纯水中痕量有机污染物的监控, 我们基于SCIEX TripleQuad™系统, 开发了一套高效、灵敏的痕量有机物检测方案。该方案依托SCIEX成熟的液质联用技术平台, 具备高灵敏度、优异准确性与快速检测能力, 可为电子级超纯水中常见有机碳污染物的精准测定与过程控制提供可靠的技术支持。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



色谱方法:

色谱柱: HILIC 1.7 μm 100 \times 2.1 mm

流动相: A: 水 (含0.1% 甲酸及5mmol/L乙酸铵); B: 乙腈
梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	95
1.50	0.3000	95
4.50	0.3000	50
5.50	0.3000	50
5.60	0.3000	95
8.00	0.3000	95

流速：0.3 mL/min；

柱温：40℃；

进样量：5 μL

质谱方法：

扫描方式：正模式

离子源：ESI

离子对列表见附表

实验结果

化合物提取离子流色谱图（见图2）

1. 线性，回归方程及回归系数

5种有机碳污染物分别用水配置不同浓度标准溶液，上机测试，其线性相关参数详见表1，大部分化合物在0.1~10 μg/L均具有良好的线性，其回归系数 $r > 0.995$ 。

表1. 各有机碳污染物的标准曲线回归方程

化合物名称	线性范围 (μg/L)	回归方程	回归系数 r
二甲基乙酰胺 DMAC	0.1-10	$y=7.89891e4X+10930.78599$	0.99711
N-甲基 2-四氢吡咯酮 NMP	0.1-10	$y=1.73698e5X+3.22146e4$	0.99697
二乙二醇二甲醚 DeGDme	0.1-10	$y=1.76739e5X-3.31076e4$	0.99767
N-甲基甲酰胺 NMF	1-100	$y=94.33807X+172.63499$	0.99567
乙醇胺 MEA	5-200	$y=704.93624X+921.85478$	0.99768

2. 重复性以及回收率

用空白水样加标考察方法灵敏度，针对二甲基乙酰胺、N-甲基吡咯烷酮、二乙二醇二甲醚，分别配置添加浓度分别为0.5 μg/L，2 μg/L；10 μg/L进样测试，相关回收率均在93%-112%之间，连续进样（n=6）考察方法的重复性，所有化合物6次进样峰面积RSD%均在2.67%~3.49%范围内；针对N-甲基甲酰胺、乙醇胺分别配置添加浓度分别为10 μg/L，20 μg/L；50 μg/L进样分析，相关回收率均在89%-117%之间，连续进样（n=6）考察方法的重复性，所有化合物6次进样峰面积RSD%均在1.98%~3.95%范围内，测试展现了方法的可靠性以及仪器的稳定性。

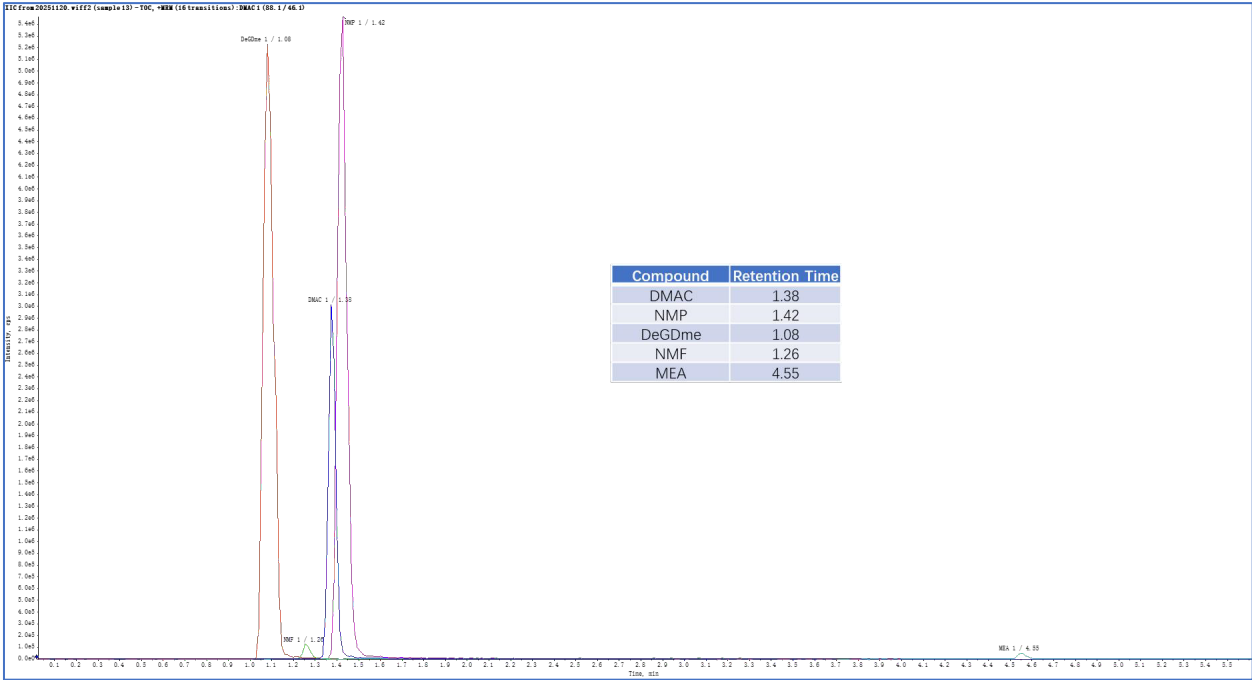


图2. 水中有机碳污染物的提取离子流色谱图及其保留时间

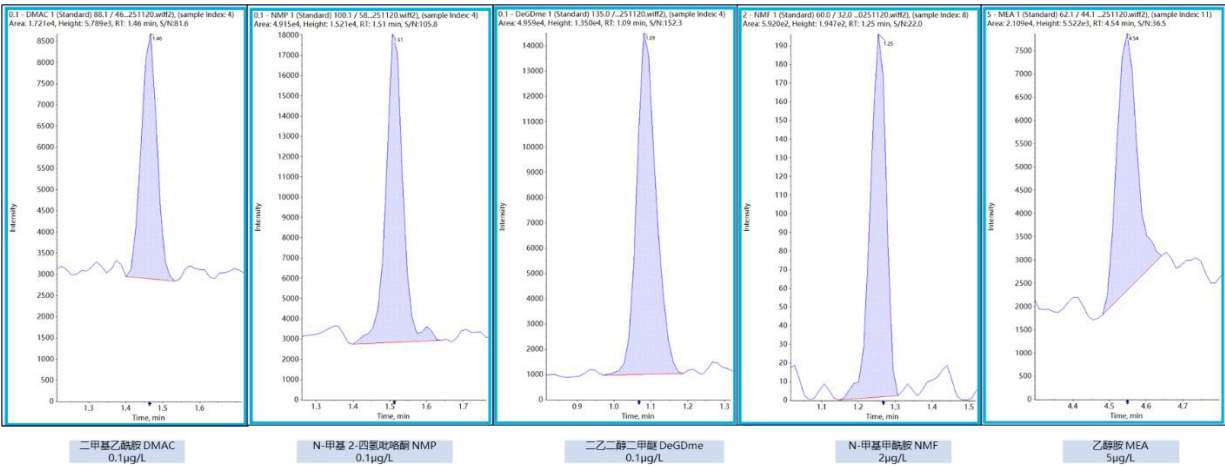


图3. 不同添加浓度有机碳污染物的色谱图

3. 基质加标样品分析

空白水样中添加不同浓度有机碳污染物进行测试，可以看到，在痕量浓度下，各有机碳污染物依然有良好的灵敏度，完全可满足相关行业检测需求（如图3）。

总结

本实验基于 SCIEX Triple Quad™ 系统，建立了水中常见有机碳污染物的 LC-MS/MS 检测方法。该方法操作简便、分析速度快、灵敏度高、重现性佳，可充分满足电子行业对超纯水中有机碳污染物监控的检测需求。

附录： 各有机碳污染物的质谱离子对参数

中文名	英文名	Q1	Q3	DP	CE	CXP
二甲基乙酰胺	DMAC	88.1	46.1	48	18	11
		88.1	43	48	29	10
N-甲基吡咯烷酮	NMP	100.1	58	66	30	9
		100.1	69	66	23	10
二乙二醇二甲醚	DeGDme	135	59	30	16	14
		135	103	30	10	14
N-甲基甲酰胺	NMF	60	42	42	16	11
		60	32	42	17	11
乙醇胺	MEA	62.1	44.1	35	13	11

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-37050-A