

# ICP-MS 技术在电子化学品痕量金属杂质分析中的应用进展

焦永杰\*, 吴朝阳, 黄爱平

(河南应用技术职业学院 绿色化工与新材料学院, 河南 郑州 450042)

**摘要:** 随着半导体集成电路制程工艺向纳米级微缩, 电子化学品的纯度水平成为决定器件性能和良率的重要因素。湿电子化学品、电子特气、封装材料等核心辅料中痕量金属杂质即使在  $10^{-15}$  级浓度, 也足以诱发栅氧化层缺陷或电迁移失效, 对器件性能产生灾难性影响。传统光谱技术因检测限不足, 难以满足多元素同步分析的高通量质控需求。而在电子级分析体系中, 电感耦合等离子体-质谱法 (ICP-MS) 技术因具有极低的检测限、多元素同时测定等特点而显示出巨大的应用前景。本文对近几年国内外对于 ICP-MS 在电子化学品痕量分析上的研究进展进行综述, 介绍了 ICP-MS 的技术优势、针对复杂电子级基体的质谱干扰消除机制、高洁净度进样和前处理系统等, 分析了该技术在湿电子化学品、电子特气和硅基前驱体、封装材料及固体材料表面分析等领域的具体应用。最后, 对于未来 ICP-MS 在在线监控、形态分析等方面的挑战和机遇进行了展望。

**关键词:** ICP-MS 技术; 电子化学品; 痕量金属; 杂质分析; 质谱干扰消除

**中图分类号:** O657.63, O611.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 0258-3283(2026)--

**DOI:** 10.13822/j.cnki.hxsj.2026.0026

**Advances in ICP-MS Technology for Trace Metal Impurity Analysis in Electronic Chemicals** JIAO Yong-jie\*, WU Zhao-yang, HUANG Ai-ping (Green Chemical and New Materials Faculty, Henan Technical Institute, Zhengzhou 450042, China)

**Abstract:** As semiconductor integrated-circuit manufacturing processes continue to scale down to the nanometer level, the purity of chemicals used in electronics has become a critical factor in determining device performance and yield. Even trace metal impurities at concentrations as low as  $10^{-15}$  in core auxiliary materials—such as wet electronic chemicals, specialty gases, and packaging materials—are sufficient to induce gate oxide defects or electromigration failure, with catastrophic consequences for device performance. Owing to their suboptimal detection limits, traditional spectroscopic techniques struggle to meet high-throughput quality control requirements for the simultaneous analysis of multiple elements. Within the electronic-grade analytical framework, inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) has demonstrated significant application potential owing to its extremely low detection limits and capability for simultaneous multi-element determination. This paper reviews recent advances in domestic and international research on ICP-MS for the trace analysis of electronic chemicals, covering the technical advantages of ICP-MS, mechanisms for eliminating MS interference in complex electronic-grade matrices, and high-purity sample analysis and pretreatment systems. The specific applications of this technology have been analyzed across various fields like wet electronic chemicals, electronic specialty gases, silicon-based precursors, packaging materials, and solid material surfaces. Finally, future challenges and opportunities for ICP-MS in online monitoring and speciation analyses are explored.

**Keywords:** ICP-MS technology; electronic chemicals; trace metals; impurity analysis; Mass spectrometry interference suppression

随着半导体产业向 2 nm 以下工艺节点和三维集成架构的纵深发展, 电子化学品的纯度已成为制约芯片良率与可靠性的关键瓶颈。湿电子化学品、电子特气、封装材料等核心辅料中痕量金属杂质 (如 Fe、Cu、Na、K 等) 即使在  $10^{-15}$  级浓度, 也足以诱发栅氧化层缺陷、界面态陷阱或电迁移失效, 对器件性能产生灾难性影响。在这一严苛需求下, 传统光谱技术 (如

AAS、ICP-OES) 的检测极限也难以满足多元素同步分析的高通量质控要求, 亟待开发兼具超高灵敏度与抗干扰能力的分析手段。

电感耦合等离子体-质谱法 (ICP-MS) 技术凭借其优异的检出限 (通常达  $10^{-12}$  级)、宽动态线性范围及多元素同步分析能力, 逐渐成为电子化学品痕量金属杂质分析的重要标准。其核心优势在于将高温等离子体电离与高性能质谱

**收稿日期:** 2026-02-02; **修回日期:** 2026-05-08; **接受日期:**

**基金项目:** 全国食品产业职业教育教学指导委员会 2025 年度教育教学改革与研究课题项目 (SHK2025024); 2024 年河南应用技术职业学院骨干教师资助项目 (2024-GGJS-H002)。

**作者简介:** 焦永杰 (1987-), 男, 河南安阳人, 硕士, 讲师, 主要研究方向为分析化学, E-mail: yongjiejiao@126.com。

分析系统相结合，突破了传统方法在灵敏度与选择性上的桎梏。根据任务需求与基体复杂程度，ICP-MS 已演进多种硬件平台，常规单四极杆（SQ-ICP-MS）通过碰撞/反应池技术初步抑制干扰<sup>[1]</sup>；三重四极杆（ICP-MS/MS）凭借双重质量过滤与特定反应模式，可彻底消除同质异位素及复杂多原子离子重叠<sup>[2]</sup>；而高分辨扇形磁场质谱（HR-ICP-MS）则通过极高的质量分辨率，在不依赖反应气的情况下实现干扰离子与目标离子的物理分离<sup>[3]</sup>。

在高纯材料基质中，ICP-MS 通过反应池气体（如  $\text{NH}_3$ 、 $\text{O}_2$ 、 $\text{H}_2$ ）可主动消除多原子离子干扰，例如  $^{28}\text{Si}^{16}\text{O}^+$  对  $^{44}\text{Ca}^+$  的叠加效应，或 Ar 基团对  $^{56}\text{Fe}^+$  的质谱重叠，显著提升分析准确性<sup>[4]</sup>。而单颗粒检测模式（SP-ICP-MS）的引入，更实现了对化学机械抛光（CMP）液中纳米级磨料粒子金属杂质的原位统计表征，揭示杂质尺寸分布与工艺缺陷的关联机制<sup>[5,6]</sup>。

针对电子化学品的特殊性质，ICP-MS 技术正经历系统性适配升级。一方面，电子特气（如硅烷、六氯乙硅烷）中的挥发性杂质需通过低温捕获或在线气化界面（如 GED-ICP-MS）转化为可测形态，避免硅基体沉积导致的信号漂移<sup>[7,8]</sup>；另一方面，高纯无机材料如氧化铝、氮化硅陶瓷需借助微波辅助混酸消解体系（如  $\text{HNO}_3$ -HF- $\text{H}_2\text{SO}_4$ ）实现完全溶解，克服难溶相态（ $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）对杂质释放的抑制作用<sup>[9,10]</sup>。洁净工程在样品前处理与仪器进样系统的深度整合，进一步将实验室本底污染控制至亚  $10^{-12}$  水平，保障超痕量分析的可靠性<sup>[11,12]</sup>。

当前研究前沿聚焦于三重四极杆串联质谱（ICP-MS/MS）与激光剥蚀（LA-ICP-MS）等联用技术的创新应用，ICP-MS/MS 通过质量转移反应（如  $^{75}\text{As}^+$  与  $\text{O}_2$  生成  $^{75}\text{As}^{16}\text{O}^+$ ）彻底分离同质异位素干扰，为砷化氢等电子气体杂质提供精准定量方案<sup>[13]</sup>；LA-ICP-MS 实现了晶圆表面金属污染物和镀层厚度的原位微区分析，规避湿法消解引入的二次污染<sup>[14-16]</sup>。这些进展共同推动电子化学品质量控制从“总量监控”向“形态解析”与“空间分布”的维度跃迁。

本文系统综述 ICP-MS 技术在电子化学品痕量金属杂质分析中的关键突破与应用实践。首先解析其针对超纯体系的灵敏度和抗干扰升级路径；继而探讨前处理流程的洁净化革新与高基体效应抑制策略；最后结合湿化学品、电子特气、封装材料等典型场景，评述技术落地

痛点与标准化进程，以期半导体材料绿色制造与失效分析提供理论参考。

## 1 ICP-MS 在超纯分析中的优势

在电子化学品、半导体级材料的超纯分析中，ICP-MS 的技术代差优势非常明显，ICP-MS 电子化学品分析流程如图 1。首先，其极低检出限（LOD）可以满足亚  $\mu\text{g}/\text{kg}$  水平的监测要求。根据万焯等<sup>[8]</sup>研究，利用 ICP-MS 测定高纯六氯乙硅烷中 18 种金属杂质时，各个元素的检出限可以达到  $0.10 \text{ ng}/\text{g}$  以下；张啸虎<sup>[15]</sup>对于多晶硅表面的金属杂质进行检测，其检出限为  $0.01 \text{ ng}/\text{g}$  量级。高灵敏度使得研究人员可以对电子化学品中最小质量的变化做出精确的捕捉，从而保证物料纯度达到先进的工艺要求<sup>[17]</sup>。其次，ICP-MS 具有很强的多元素同时测定能力和宽广的动态线性范围。在实际应用中，单次进样即可以对轻元素（Li、Na 等）和重元素（Pb、U 等）的几十种杂质进行筛选<sup>[11,18]</sup>。最后，ICP-MS 的稳定性及准确性较好，采用内标校正或同位素稀释法可以有效地抑制仪器漂移和基体干扰。在富马酸亚铁等复杂样品的测定中，加标回收率一般保持在  $93.0\% \sim 105.4\%$  之间<sup>[19]</sup>，而在针对高纯锡的测试中，精密度 RSD 均小于  $5.2\%$ <sup>[20]</sup>。这种高精密度与高准确性的结合，使其成为制备高纯度电子化学品过程中不可或缺的质量评价工具。

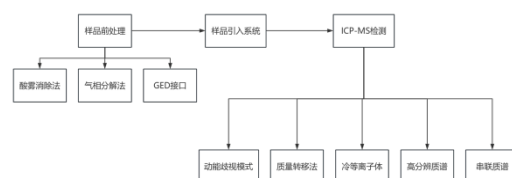


图 2 ICP-MS 电子化学品分析流程

Fig.2 ICP-MS analytical workflow for electronic chemicals

## 2 ICP-MS 技术与电子化学品分析的适配性升级

### 2.1 质谱干扰消除策略

在电子化学品痕量分析中，消除复杂的质谱干扰是提升分析适配性的首要任务。电子化学品中常含有高浓度的非金属基体（硅、氯、磷、氟等），在高温等离子体作用下很容易产生多原子离子重叠。为了解决上述问题，碰撞/反应池（CRC）技术被当作主要方式以消除干扰。沈萌萌等<sup>[11]</sup>对氧化镧中的元素杂质进行研究，

在优化 Agilent 7900 ICP-MS 的 He 模式下，通过氦气流速 5 mL/min、能量歧视 (KED) 为 5.0 V 的方式，很好地抑制了多原子离子的动能，并建立起了 25 种杂质元素的定量方法。针对某些难以通过 KED 模式完全消除的干扰，利用反应气进行质量转移 (Mass Shift) 显示出卓越的专属性。Ni 等<sup>[4]</sup>针对钆基对比剂 (GBCAs) 中极难检测的杂质元素钙 (Ca)，提出了一种基于冷等离子体 (Cool Plasma) 结合 N<sub>2</sub>O 反应模式的新策略。钙的测定长期受限于等离子体气产生的 <sup>40</sup>Ar<sup>+</sup> 对主同位素 <sup>40</sup>Ca<sup>+</sup> 的强烈干扰。通过质量转移技术，<sup>40</sup>Ca<sup>+</sup> 与 N<sub>2</sub>O 发生放热反应生成 <sup>40</sup>Ca<sup>16</sup>O<sup>+</sup>，从而将目标离子转移至 *m/z* 56 处检测，成功避开了 *m/z* 40 处的同质异位素干扰。

为高纯核基质材料纯度测定时提供可靠基准去除法。此外，冷等离子体 (Cool Plasma) 技术利用减小射频功率的方法可以减少高电离能背景离子的产生，在电子级基体分析中具有较强的应用前景。Gao 等<sup>[21]</sup>利用氧气冷等离子体对碳纳米管表面进行工程化改性，在保持结构完整的前提下，成功构筑了高密度的结构缺陷与含氧官能团。这种物理-化学协同锚定机制使负载的活性金属 Pd 分散度显著提升至 39.48%，并形成了高比例的缺电子态 Pd 物种，为高纯电子级材料的界面精准调控提供了新思路。ICP-MS 质谱干扰消除策略对比如表 1 所示，这些策略的综合运用，使得 ICP-MS 能够跨越电子化学品复杂的化学环境，实现在高盐、高酸或特殊有机基体下的极低水平检出。

表 1 ICP-MS 质谱干扰消除策略对比

**Tab.1 Comparison of ICP-MS Mass Spectrometry Interference Mitigation Strategies**

干扰消除技术	核心机理	典型应用场景	参考文献
动能歧视	利用不同离子的碰撞截面差异，消除多原子离子干扰	氧化镧等高盐基体中全元素分析	[11]
质量转移	利用反应气使待测离子发生质量漂移	钆基对比剂或高纯磷酸中的 Ca 检测	[4]
冷等离子体	降低射频功率抑制高电离能背景离子；或用于表面工程化引入结构缺陷与官能团	电子级基体分析及高纯碳中载体表面协同锚定机制构建	[21]
高分辨物理分离	利用扇形磁场质谱的高质量分辨率 (R>10,000)	有机镧前驱体中多原子离子	[22]

## 2.2 进样系统与前处理技术的洁净工程

针对电子化学品“超纯”与“高腐蚀性”的双重特征，进样系统与前处理技术的洁净工程升级是确保分析结果可靠性的关键。前处理过程是引入外界环境污染风险最高的环节，因此封闭化与减量化处理成为主流趋势。万焯等<sup>[8]</sup>在研究高纯电子特气前驱体六氯乙硅烷时对比了不同消解方式，指出酸雾消解法利用氢氟酸消解产生的 SiF<sub>4</sub> 具有强挥发性，能够有效消除硅基效应导致的基体干扰，且该方法相比直接消解法更加安全、洁净、高效，实验测得各金属杂质的检出限均低于 0.10 ng/g。在固体半导体材料的处理上，张啸虎<sup>[15]</sup>通过优化多晶硅块块表面的处理方法，确定了适宜的实验消解条件，使得 Fe、Cr、Ni 等金属元素的检出限达到了 0.01 ng/g 左右，满足了工业化痕量检测对洁净度的严苛要求。

进样系统的适配性升级体现在针对特殊物态的直接分析与减少样品暴露上。Stephan 等<sup>[7]</sup>引入了气体交换装置 (GED) 概念，该装置与 ICP-MS 联用可直接监测特种气体中的有机金属化合物和金属颗粒，完全消除了离线样品制备的需求，是实现工艺化学品在线监测的理想工具。对于复杂基体的稀释与引入，沈萌萌等<sup>[11]</sup>在分析氧化镧时，通过控制雾化气流速为 1.05 L/min 并配合 2°C 的雾化室温度，结合 0.1 r/s 的样品提升速度，从进样参数端优化了高基体样品的负载稳定性。为了应对医药级电子化学品辅料的检测，刘凯双等<sup>[18]</sup>采用了直接溶解法处理琥珀酸钠样品，在最大日剂量 10 g/d 的风险评估框架下，测得 Cd、Pb、As、Hg 等元素的检测限处于 0.12~19.22 ng/g 之间，证明了简化前处理步骤在维持洁净度与提升灵敏度方面的平衡作用。前处理技术与进样方式等洁净工程的实施 (表 2)，构建了从样品采集到质谱激发的全链路低本底环境。

表 2 典型前处理技术与进样方式性能对比

**Tab.2 Performance Comparison of Typical Pretreatment Techniques and Injection Methods**

技术名称	适用物态	核心优势	检出限 (LOD) / 回收率指标	参考文献
酸雾消解法	硅源前驱体 (如 HCDS)	消除硅基效应，洁净度优于直接消解	金属杂质 < 0.10 ng/g	[12]

GED	在线气液交换, 规避离线制备污染	可监测颗粒态与分子态杂质	[23]
-ICP-MS	电子特气		
VPD	气相分解液集		
-ICP-MS	硅片表面样, 极高表面灵敏度	106~109 at/cm <sup>2</sup>	[24]
超声辅助溶解	低水溶性有机酸(氰尿酸)	提高溶解效率, 降低高温处理污染	0.41~2.8 μg/kg [25]
阴离子交换分离	高纯金属基体(Cd, Cu)	树脂特异性吸附主基体, 实现痕量杂质的物理富集与分离	灵敏度较常规法提升约 10 倍 [26]
氧辅助燃烧(MO C)	引入辅助氧气, 高有机负荷材料	消除碳沉积, 支持高比例有机相直接进样	回收率 97.2% ± 2.5% [27]

### 2.3 针对高基体效应的补偿与消除技术

高基体效应是电子化学品超痕量分析中影响定量准确性的主要物理与电离干扰源。为有效补偿基体带来的抑制或增强效应, 内标法的精准选择与同位素稀释技术的应用至关重要。刘凯双等<sup>[18]</sup>在检测药用级琥珀酸钠时, 针对复杂有机盐基体, 选用 Ge、In、Bi 作为内标元素进行校正, 确保了 10 种杂质元素在加标回收实验中的回收率处于 82.4%~130.9%的合理区间。王玉等<sup>[19]</sup>在测定富马酸亚铁中 7 种元素杂质时, 则优化建立了以 Sc、Rh、Lu 为内标的分析体系, 使得 Pb、As、Cd 等元素的加标平均回收率稳定在 93.0%~105.4%之间。这种利用质量数相近且电离能相似的内标元素进行实时补偿的方法, 极大地增强了方法在波动基体下的耐受性。此外, Korbi 等<sup>[28]</sup>将同位素稀释(ID)方法应用于药物基体中 15 种金属杂质的定量, 通过在矿化前加入同位素示踪剂, 从根本上克服了矿化过程中的损失及测量过程中的基体效应, 为高要求分析提供了极佳的溯源性。

对于基体抑制效应严重或质谱干扰无法通过仪器参数消除的电子级重金属及稀土基体, 物理分离技术展现了其必要性。Ivan 等<sup>[29]</sup>在铅冷快堆冷却剂分析中, 利用 Sr-resin 树脂有效地将铅基体从体系中去, 显著增强了对痕量杂质检测的精密度与可靠性。Hernandez 等<sup>[10]</sup>在针

对铀、钷基体中 31 种阳离子杂质的分析研究中, 测试了四种不同的色谱分离程序, 发现使用 UTEVA 树脂配合 HNO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 洗脱液可使杂质回收率保持在 80%~120%之间, 而 U-Pu 基体则被牢固截留在树脂上。Saha 等<sup>[23]</sup>在分析硅化铀分散铝核燃料时, 开发了一种新型 3 步基体分离程序, 实现了对 B、Cd、Hf 及稀土元素(Eu、Sm、Gd、Dy) 等关键杂质的精确量化。针对半导体工业中的高纯铜材料, 程龙军等<sup>[30]</sup>则优化了进样条件并采用外标法, 在 0~5 μg/L 范围内实现了 17 种稀土杂质的高灵敏度测定, 检出限低至 1.0~7.1 μg/kg。这些补偿与分离技术的集成, 使得 ICP-MS 技术能够适应从轻质有机物到高密度核级材料的各类极端电子级基体。

### 3 ICP-MS 技术在电子化学品痕量金属杂质分析中的应用进展

#### 3.1 湿电子化学品

湿电子化学品作为集成电路制造中耗量最大的高纯试剂, 其痕量金属检测不仅要求极低的检出限, 还需应对强酸、有机碱及高盐基体带来的挑战。针对半导体工业中常用的高纯无机盐及有机辅料, 常燕等<sup>[25]</sup>通过超声波辅助溶解配合 HR-ICP-MS 检测低水溶性有机酸(氰尿酸)中的金属杂质, 采用标准加入法消除基体干扰, 检出限为 0.41~2.8 μg/kg。对于复杂的有机镧前驱体, 常燕等<sup>[22]</sup>采用氧气辅助技术(30 mL/min), 消除积碳效应, 建立了一个测定 42 种痕量金属的方法, 检出限为 0.03~2.56 μg/kg, 满足 10 nm 制程的要求。Reghunath 等<sup>[31]</sup>探索了基于有机可溶性前驱体的低温合成路径。该研究利用一维磷酸铅聚合物作为金属有机前驱体, 通过水热分解制备出无杂质的纯相及过渡金属(Cu、Co、Mn)掺杂铅磷灰石。这种“软化学”合成策略规避了高温下的杂质引入, 为高纯电子功能晶体的制备与掺杂比例的精确量化提供了可靠的化学基准。

针对负载型催化材料, Gao 等<sup>[21]</sup>利用氧气冷等离子体技术对碳纳米管表面进行工程化改性, 用于构建液态有机氢载体脱氢催化剂。实验证实, 冷等离子体能同时引入高密度结构缺陷与含氧官能团, 形成的物理-化学协同锚定机制使活性金属 Pd 分散度提升至 39.48%, 显著增强了催化体系的深层脱氢能力与稳定性。Koskin 等<sup>[32]</sup>通过对三聚氰胺氰尿酸酯进行碳化处理, 将其作为钨催化剂的支撑载体。研究利用前驱体热解形成的类石墨氮化碳(g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

结构，通过氮原子的配位效应调控金属颗粒的分布形态。这种针对前驱体结构的精密调控，为湿电子生产流程中的高效催化转化提供了理论支撑。

针对复杂有机基质与纳米胶体，Cheng 等<sup>[33]</sup>以锰金属有机框架（Mn-BTC）为前驱体，复合镍铜层状双氢氧化物（NiCu-LDH），通过溶剂热法构筑了具有异质结构的纳米花状复合材料。Mn-BTC 作为前驱体不仅提供了稳定的骨架支撑，还通过界面协同效应提升了材料的氧化还原活性，其比表面积达 54.43 m<sup>2</sup>/g，为高性能电子存储材料的研发提供了物性分析基础。Ferreira 等<sup>[34]</sup>针对含有高浓度表面活性剂（CTAB）的金纳米棒（AuNR）胶体，开发了微波辅助消解平台。该方案利用逆王水与硫酸混合酸体系，在极低样品消耗量（200 μL）下彻底破坏了 CTAB 的双层包覆结构，解决了由于表面活性剂阻碍导致的 Au<sup>3+</sup>释放不完全问题。经 ICP-MS 验证，该方法实现了近 100%的回收率，确保了高有机质背景下金属总量的准确表征。

这些研究进展表明，ICP-MS 技术配合定制化的前处理策略，已能够实现湿电子化学品中全元素、多维度的精准监控，确保了集成电路工艺材料的超高纯度。

### 3.2 电子特气与硅基前驱体

电子特气与硅基前驱体是半导体薄膜沉积工艺中的核心原料，其纯度直接决定了器件的电学性能。针对高纯硅基前驱体的超痕量分析，万焯等<sup>[8]</sup>对六氯乙硅烷（HCDS）中的金属杂质检测进行了深入研究。通过对比发现，采用酸雾消解法处理样品可有效避免直接消解可能带来的安全风险及外界污染，该方法能够消除硅基效应导致的基体干扰，实现了 Li、Na、Mg、Al 等 18 种金属杂质的精确测定，标准曲线线性相关系数均大于 0.999，各元素检出限低于 0.10 ng/g，加标回收率稳定在 80%~110%之间，为国产高纯氯硅烷的质量评价提供了瓶颈技术支持。而乔双印等<sup>[35]</sup>在测定硅源及钛源前驱体时，研究了 Si、Ti 基体引发的多原子离子干扰与电离抑制效应，通过酸热消解和微型过滤装置消除基体，24 种金属元素的回收率达 90.0%~108%。

在电子特气的实时监控方面，Stephan 等<sup>[9]</sup>引入了气体交换装置（GED）与 ICP-MS 联用的先进 workflow。该技术通过 GED 装置将特殊气

体基体转化为易于电离的氦气环境（图 2），实现了对特种气体中有机金属化合物和金属颗粒的直接在线监测，完全摒弃了复杂的离线样品采集与前处理步骤，极大地降低了环境引入杂质的可能性，成为分配系统及点对点监控的理想工具。此外，针对放射性气溶胶的连续监控，汪传高等<sup>[36]</sup>开展了基于膜去溶雾化器与 ICP-MS 联用的气溶胶直接进样技术研究。实验表明，在单次测量时间为 1 min 的情况下，系统对空气中 <sup>239</sup>Pu 气溶胶的探测限可达 2.48×10<sup>-5</sup> Bq/m<sup>3</sup>，优于传统的 α 气溶胶监测系统，证明了 ICP-MS 在特种工业气体及气溶胶快速分析中的巨大潜力。宋阳等<sup>[37]</sup>在综述中进一步探讨了 GC-ICP-MS 联用技术在石油化工气体中的应用，详细介绍了利用该技术测定乙烯和丙烯聚合单体中痕量磷化氢与砷化氢含量的实践，展示了联用技术在电子级单体及复杂气体组分分析中的广泛适配性。

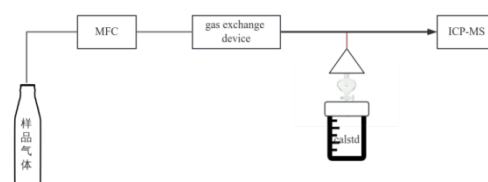


图 2 气体交换装置（GED）

Fig.2 Gas Exchange Device (GED)

### 3.3 封装材料与化学机械抛光液

封装材料与化学机械抛光液（CMP）作为后端封装与全局平坦化工艺的关键材料，其含有的痕量杂质对芯片的可靠性有着深远影响。针对封装过程中涉及的有机聚合物及功能性辅料，Hao 等<sup>[38]</sup>研究了微波消解结合 ICP-MS 测定罗红霉素钙片（含大量二氧化钛辅料）中金属杂质的方法，该消解方案能够完美处理含有大量难溶赋形剂的样品，为电子封装用树脂及涂层中类似高基体成分的消解提供了参考，实验中 Cd、Pb 等元素的回收率在 90.5%~106.4%之间。贺静<sup>[39]</sup>通过预消解方法把微波消解处理草酸等高纯有机物的量提高到原来的 8 倍，测定了 39 种杂质。对于碳纳米管（CNTs）封装材料，Lim 等<sup>[27]</sup>采用常规微波酸消解和氧燃烧法（MOC）相结合的方式 ICP-MS 制备；Stefano 等<sup>[40]</sup>则讨论了金属杂质对非官能化多壁碳纳米管电化学性能的影响。Avramescu 等<sup>[41]</sup>进一步评估了擦拭采样配合超声消解对 CNTs 金属追踪剂的提取效率。这些发现对于电子级防静电包装材料中金属离子的迁移控制及安全

性评价具有重要的借鉴意义。

在化学机械抛光液 (CMP) 及其相关无机非金属材料分析方面, Prasad 等<sup>[9]</sup>针对高机械强度和化学惰性的氧化铝 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 抛光磨料, 开发了微波辅助酸溶解方法。通过优化酸组合 (4 mL HCl + 2 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 与微波功率 (800 W), 实现了对高抗性氧化铝基体的完全消解, 从而能够利用 ICP-MS 准确分析 Na<sub>2</sub>O、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZnO 等微量杂质。此外, 针对抛光液中可能存在的金属纳米颗粒污染, 刘美君等<sup>[5]</sup>综述了单颗粒 ICP-MS (SP-ICP-MS) 技术在表征纳米颗粒方面的独特优势, 指出该技术已迅速发展为从宏观统计向微观个体解析转变的强大平台, 能够有效评价纳米尺度下的杂质异质性。Merrifield 等<sup>[6]</sup>则进一步利用单细胞检测技术观察了环境中颗粒态物质的摄入行为, 这种微观解析手段对于理解 CMP 工艺中超细金属颗粒对硅片表面的污染机理提供了先进的技术视角。Kanazawa 等<sup>[42]</sup>对接枝膜离子交换滤芯对超纯水 15 种 10<sup>-12</sup> 级金属的去杂情况进行实验, 结果显示, 该双层结构滤芯对实验中添加的所有 15 种金属元素均表现出极佳的去杂能力。另外, Tanaka 等<sup>[43]</sup>通过表面刮擦和酸蒸汽萃取法对 PTFE 器皿进行超痕量金属的深部分析, 空白值为 0.002 ng。综上所述, 通过内标补偿、同位素稀释以及物理分离等多种技术的有机结合, ICP-MS 得以在各类复杂电子级基体中维持高精度的分析水平。

### 3.4 电子级固体材料与表面分析

电子级固体材料的表面纯度及薄膜厚度的均匀性是决定半导体器件可靠性的核心指标。针对半导体基底材料, 张啸虎<sup>[15]</sup>在对多晶硅料块表面的金属杂质检测研究中, 通过优化样品处理方法, 成功实现了对 Fe、Cr、Ni、Cu、Zn、Na 等元素的快速检测, 其检出限均达到了 0.01 ng/g 左右, 且 Fe 元素的加标回收率在 90%~109% 之间, 满足了工业化生产中对痕量杂质监控的精度要求。针对集成电路 (CIS) 设备中关键的金属污染问题, Campbell 等<sup>[24]</sup>利用 VPD ICP-MS 技术 (气相分解法) 对硅片表面及体金属进行了表征, 该技术凭借极高的灵敏度, 将检测限降低至 10<sup>6</sup>~10<sup>9</sup> at/cm<sup>2</sup> 之间, 成为行业内表面痕量金属检测的标准手段。刘立娜等<sup>[44]</sup>建立了磷化铟中 11 种杂质的测定方法, 通过提高射频功率消除了铟基体干扰, 回收率可达 95.0%~108.0%。刘志娟等<sup>[45,46]</sup>对太阳能级硅材

料中的 Al、Fe、Ca 等痕量元素进行了分析, 主要研究基体元素所造成的抑制作用以及选择不同的内标结果, 最后采用 Sc 和 Rh 作为组合内标, 成功地补偿了灵敏度漂移, 使加标回收率保持在 90.0%~107.1%。

在微区分析与薄膜表征方面, LA-ICP-MS (激光剥蚀 (Laser Ablation) 技术) 展现了卓越的非破坏性与高空间分辨率优势。Wang 等<sup>[14]</sup>利用 LA-ICP-MS 技术对镀金银首饰的涂层厚度进行了精准测量, 观察到在第 13 次剥离后银信号显著增强, 结合扫描电镜测得的 14.89 μm 平均厚度数据, 建立了剥离深度与组分含量的对应关系。此外, 对于复杂粉末样品的定量问题, Kobayashi 等<sup>[47]</sup>采用丝网印刷辅助的 LA-ICP-MS 样品制备方法, 通过粉末分散到液体树脂中制成膜, 加入内标溶液来克服基体匹配标准物质缺乏的困难。此外, 对于高纯镉 (Cd) 材料, Wada 等<sup>[26]</sup>采用阴离子交换树脂分离基体, 在扇形磁场质谱 (ICP-SFMS) 中发现检测灵敏度大约是四极杆质谱的 10 倍。综上所述, 目前 ICP-MS 技术配合 VPD、LA 等衍生进样方法, 已实现对宏观块体和微观表面的全方位检测, 为电子级固体材料质量评价提供了精确的技术支持。

综上所述, 表 3 对 ICP-MS 技术应对不同物态、化学性质的电子化学品进行了系统的总结。这些典型的应用案例充分说明, ICP-MS 通过和多种前处理以及质谱消除技术深入结合, 形成了涵盖液态溶剂、气态前驱体、固体单晶全方位、高精度的质量评价体系, 为半导体材料纯度的控制提供了不可替代的实验依据。

表 3 ICP-MS 在典型电子化学品分析中的基体特征与技术

Tab.3 Matrix Effects and Techniques in ICP-MS Analysis of Typical Electronic Chemicals

目 标 应 用 领 域	典型样品/前驱体	基体特征与挑战	核心技术对策	性能表现 / 关键数据	参考文献
薄膜沉积	有机镧化合物 (La-pre cursor)	高有机负荷导致积碳; La 基体对信号抑制率达	HR-ICP-MS + 氧辅助 (30 mL/min) + 标准加入	检出限 0.03~2.56 μg/kg; 满足 10 nm 节点要求	[22]

驱体	12.4%~72.8%	碳纳米管	氧气冷等	离子体	Pd 分散度达 39.48%	[21]
LO		结构稳定,		(Oxygen Cold Plasma)		
HC		s 负载	金属活性			
氢		型催化	位点分散			
能		剂	性与价态			
材			分析难			
料						
电		掺杂型	高温合成	有机可溶	无杂质合	[31]
子		铅磷灰	易引入杂	性一维聚	成	
级		石	质; 前驱体	合物前驱		
掺		(TM-do	溶解性与	体+低温		
杂		ped	掺杂比例	水热分解		
晶		Pb-HA)	量化挑战			
体						
能			多组分复		比表面积	
量			杂异质界	溶剂热前	54.43	
存		NiCu-L	面; MOF	驱体转化	m <sup>2</sup> /g; 显	[33]
储		DH 异	骨架与	法+界面	著提升氧	
材		质结	LDH 的协	协同效应	化还原活	
料			同锚定分	表征	性	
			析			
金			表面活性	微波辅助	金元素回	
属			剂	消解 (逆	收率达	
纳		金纳米	(CTAB)	王水	~100%;	[34]
米		棒	形成双层	+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )+	克服有机	
胶			包裹结构,	低取样量	包裹屏蔽	
体			阻碍金属	控制	效应	
			离子释放			
半			残留金属		精准识别	
导		非官能	杂质对电	超声辅助	金属追踪	[40]
体		化多壁	化学性能	提取+擦	剂对纳米	
封		碳纳米	及可靠性	拭采样	材料性能	[41]
装		管	的潜在干	追踪分析	的影响	
增			扰评估			
强						

#### 4 结论与展望

ICP-MS 作为电子化学品的分析主要方法之一, 具有极高的检测灵敏度、宽线性范围和多元素同时测定的能力, 在超纯酸碱、电子特气以及硅基材料等方面得到了广泛的应用。利用 ICP-MS/MS、碰撞反应池 (CRC)、VPD、GED 等前沿技术, 研究者们有效地解决了电子级基体引起的质谱干扰和前处理过程中产生的二次污染问题, 实现了对 10<sup>-12</sup> 级甚至更低含量

金属杂质的精准检测。然而, 面对半导体先进制程对于物料纯度的极高要求, 该领域仍面临诸多挑战。目前对于电子级高纯物质的专用标准参考物质比较缺乏, 环境本底和仪器自身背景值已接近物理极限。

**3.1 超痕量分析的本底控制和标准溯源**是目前较为急迫的技术难题。由于检测限向 10<sup>-15</sup> 量级发展, 实验环境中微量颗粒、试剂纯度以及仪器进样系统材质溶出等已经成为主要的噪声源。未来研究应将全封闭式自动化前处理平台和洁净进样系统相结合, 切断物理空间带来的二次污染。同时, 针对电子特气、高纯硅基材料等领域, 亟需开发更多种类的专用标准参考物质 (CRMs), 以解决目前普遍存在的“测得准但溯源难”的问题, 提升跨实验室、跨平台的量值传递准确性。

**3.2 复杂高基体效应的精确补偿和在线监测**也是未来发展趋势。传统稀释法虽能减轻基体效应, 但会显著损失灵敏度。未来可以继续研究高选择性功能化树脂分离或者微流控在线分离技术, 从而实现目标杂质和主基体 (镧、铟、硅等) 的高效物理隔离。

**3.3 从全量监控到形态解析、微观空间表征**的转变会成为新的研究前沿。单一的元素总量信息已无法反映杂质对器件失效的影响机理。未来, 通过 SP-ICP-MS 表征 CMP 抛光液中纳米杂质的异质性, 利用 LA-ICP-MS 进行晶圆表面杂质的三维空间成像分析, 可以更好地认识金属杂质在半导体分层结构中迁移的过程。此外, 利用机器学习、智能化的数据处理手段, 对大量的质谱信号进行自动去噪、模式识别, 可以提高数据解析的速度和准确性。未来, ICP-MS 技术凭借多维度联用以及智能化更新, 不断促使半导体支撑材料朝着更高的纯度和更严精度前进, 为全世界集成电路产业的绿色制造和性能跨越提供强有力的分析计量支持。

#### 参考文献:

- [1] Qu C, Liu J J, Zheng D, Zheng X J, Jia W, Zhao A H. *J. Anal. Sci.*, 2023, **39**(5): 557-564.  
瞿纯, 刘佳健, 郑丹, 郑晓皎, 贾伟, 赵爱华. 分析科学学报, 2023, **39**(5): 557-564.
- [2] Wang J D, Tang G, Lu Y, Lu H J, Ye T, Shi R R. *J. Anal. Test. Sci.*, 2025, **44**(5): 844-852.  
王佳鼎, 唐高, 鹿燕, 卢珩俊, 叶涛, 石瑞瑞. 分析测试学报, 2025, **44**(5): 844-852.

- [3] Yan J H, Wang W D, Zhu D L. *China Metrol.*, 2022, **12**: 120-121.  
颜家鸿, 王伟东, 朱大林. 中国计量, 2022, **12**: 120-121.
- [4] Ni B Y, Zheng C, Huang J H, Chen L, Xie W. *Spectrochim. Acta Part B At. Spectrosc.*, 2025, **233**: 107316.
- [5] Liu M J, Wei X, Yang T, Wang J H. *Chin. J. Inorg. Anal. Chem.*, 2026, **16(3)**: 351-362.  
刘美君, 魏星, 杨婷, 王建华. 中国无机分析化学, 2026, **16(3)**: 351-362.
- [6] Merrifield R, Lead J, Stephan C. *Environ. Chem.*, 2016, **35(10)**: 2223-2225.  
Merrifield R, Lead J, Stephan C. 环境化学, 2016, **35(10)**: 2223-2225.
- [7] Stephan C, Hineman A, Merrifield R. *Spectroscopy*, 2024: 8-13.
- [8] Wan Y, Xiao J, Yan D Z, Zhang Y Y, Zhong Q F, Liu F Y. *J. Cent. South Univ. Sci. Technol.*, 2020, **51(12)**: 3341-3348.  
万焯, 肖劲, 严大洲, 张园园, 仲奇凡, 刘芳洋. 中南大学学报(自然科学版), 2020, **51(12)**: 3341-3348.
- [9] Prasad A D, Rastogi L, Naresh L, Khuntia A, Mohapatra S P, Dash K. *Microchem. J.*, 2025, **217**: 115004.
- [10] Hernandez M, Quemet A, Montreuil L, Maillard C, Baghdadi S. *Spectrochim. Acta Part B At. Spectrosc.*, 2025, **225**: 107136.
- [11] Shen M M, Yang X Y, Xiao C Q, Zhu L. *Chin. J. Pharm. Anal.*, 2024, **44(10)**: 1772-1779.  
沈萌萌, 杨秀云, 肖超强, 朱俐. 药物分析杂志, 2024, **44(10)**: 1772-1779.
- [12] Gu X, Zhu S Q, Yan L Q, Cheng L, Zhu P X, Zheng J Q. *J. Anal. At. Spectrom.*, 2021, **36(3)**: 512-517.
- [13] Suresh P, Ravi Kumar K. *Asian J. Res. Chem.*, 2021, **14(3)**: 195-202.
- [14] Wang X, Zhu Y, Shen J N, Huang W, Yang X H, Li M, Deng J F, Huang B L. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 2025, **3026(1)**: 012016.
- [15] Zhang X H. *China Insp. Body Lab.*, 2018, **26(6)**: 7-8; 54.  
张啸虎. 中国检验检测, 2018, **26(6)**: 7-8; 54.
- [16] Pawlaczyk A, Gajek M, Balcerek M, Szykowska-Józwik M I. *Molecules*, 2021, **26(21)**: 6753.
- [17] Guo Y J, Wang C M, Hu S J, Chen Y. *Chin. J. Pharm. Anal.*, 2023, **43(5)**: 804-810.  
郭雅娟, 王彩娟, 胡淑君, 陈英. 药物分析杂志, 2023, **43(5)**: 804-810.
- [18] Liu K S, Li M F, Zhang X, Wang P, Wang X W. *Chin. J. Pharm. Anal.*, 2025, **45(3)**: 522-529.  
刘凯双, 李美芳, 张翔, 王平, 王晓炜. 药物分析杂志, 2025, **45(3)**: 522-529.
- [19] Wang Y, Zheng S F, Jia A L, Li L L. *Chin. J. Pharm. Anal.*, 2023, **43(8)**: 1423-1428.  
王玉, 郑淑凤, 贾艾玲, 李玲玲. 药物分析杂志, 2023, **43(8)**: 1423-1428.
- [20] Ma X M, Lu N, Zhou K, Sun B L, Li B. *China Meas. Test. Technol.*, 2018, **44(6)**: 38-41.  
马晓敏, 禄妮, 周恺, 孙宝莲, 李波. 中国测试, 2018, **44(6)**: 38-41.
- [21] Gao R Y, Wang C, Zhang Z Y, Zhao Y H, Li C G, Li J Q, Yang M, Dong Y. *Int. J. Hydrog. Energy*, 2025, **187**: 151148.
- [22] Chang Y, Gao Y M, Hao P, Wang Y, Li G Y, Zhang A Y, Li C H. *Chin. J. Inorg. Anal. Chem.*, 2026, **16(4)**: 654-665.  
常燕, 高一鸣, 郝萍, 王勇, 李更银, 张安余, 李春华. 中国无机分析化学, 2026, **16(4)**: 654-665.
- [23] Saha A, Kumari K, Deb S B, Saxena M K. *J. Anal. At. Spectrom.*, 2021, **36(3)**: 561-569.
- [24] Campbell O, Platow W, Rubin L, Romanov V, Sohl C. *MRS Adv.*, 2025, **10(4)**: 491-495.
- [25] Chang Y, Gao Y M, Wang Y, Cao J X, Hao P. *Shanghai Meas. Test.*, 2025, **52(3)**: 2-5; 9.  
常燕, 高一鸣, 王勇, 曹建雄, 郝萍. 上海计量测试, 2025, **52(3)**: 2-5; 9.
- [26] Wada A, Nonose N, Ohata M, Miura T. *Anal. Sci.*, 2017, **33(3)**: 357-363.
- [27] Lim J H, Bairi V G, Fong A. *Mater. Chem. Phys.*, 2017, **198**: 324-330.
- [28] Korbi I, Menta M, Verdeil J, Vacchina V, Rodriguez-González P, Donard O F X, Abderrazak H, Séby F. *Microchem. J.*, 2025, **217**: 114785.
- [29] Ivan A M, Abrudeanu M, Tarantino M, Gugiu D, Diaconu D, Mirita D. *Rev. Anal. Chem.*, 2025, **44(1)**: 20250088.
- [30] Cheng L J, Chen C M, Wen Y S, Peng Y H, Zheng G L. *Chem. Reag.*, 2020, **42(10)**: 1196-1200.  
程龙军, 陈昌铭, 温炎燊, 彭义华, 郑冠立. 化学试剂, 2020, **42(10)**: 1196-1200.
- [31] Reghunath M P, Murugavel R. *Chem.*, 2025, **31(61)**: e01888.

- [32] Koskin A P, Larichev Y V, Stepanenko S A, Dubinin Y V, Ayupov A B, Saraev A A, Suprun E A, Yeletsky P M. C, 2023, **9(3)**: 83.
- [33] Cheng L, Xiao J J, Zhao Q, Jiang S S, Jiang T S. *J. Energy Storage*, 2025, **133**: 118039.
- [34] Godoy N V, Galazzi R M, Chacón-Madrid K, Arruda M A Z, Mazali I O. *Talanta*, 2021, **224**: 121808.
- [35] Qiao S Y, Hu J P, Zuo J Q, Xie X Q. *Chin. J. Inorg. Anal. Chem.*, 2025, **15(10)**: 1678-1686.  
乔双印, 胡君平, 左坚强, 谢贤清. 中国无机分析化学, 2025, **15(10)**: 1678-1686.
- [36] Wang C G, Yin M, Zheng G W, Pang H C, Luo Z P, Chen R, Wu H, Yin Y Y, Chen L, Wang Z W. *At. Energy Sci. Technol.*, 2021, **55(12)**: 2359-2367.  
汪传高, 殷敏, 郑国文, 庞洪超, 骆志平, 陈然, 吴昊, 尹云云, 陈凌, 王仲文. 原子能科学技术, 2021, **55(12)**: 2359-2367.
- [37] Song Y, Li X Z, Huang W Q, Zhang Y. *Petrochem. Technol.*, 2016, **45(10)**: 1279-1287.  
宋阳, 李现忠, 黄文氢, 张颖. 石油化工, 2016, **45(10)**: 1279-1287.
- [38] Hao Y J, Yin G, Wang X M, Fu J, Cao Q H, Sun Q Y, Zhang G M, Feng Z. *J. Anal. Meth. Chem.*, 2024, **2024**: 9952318.
- [39] He J. Study on the Interference and Correction Methods of (LA)ICP-MS/AES in Trace Elements Analysis. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2019.  
贺静. (LA)ICP-MS/AES 在痕量元素分析中的干扰效应及消除方法研究. 郑州: 郑州大学, 2019.
- [40] Stefano J S, Rocha D P, Dornellas R M, Narciso L C D, Krzyzaniak S R, Mello P A, Nossol E, Richter E M, Munoz R A A. *Electrochim. Acta*, 2017, **240**: 80-89.
- [41] Avramescu M L, Rasmussen P E, Chénier M. *J. Anal. Meth. Chem.*, 2016, **2016**: 3834292.
- [42] Kanazawa M, Hashimoto Y. *J. Ion Exch.*, 2003, **14**: 245-248.
- [43] Tanaka M, Takahashi M. *Anal. Sci.*, 2002, **18(10)**: 1099-1103.
- [44] Liu L N, Wang Y. *Chem. Eng. Equip.*, 2021, **9**: 18-19.  
刘立娜, 王奕. 化学工程与装备, 2021, **9**: 18-19.
- [45] Liu Z J, Chu L Q, He X K, Cao Q X. *Electron. Sci. Technol.*, 2010, **23(8)**: 40-42.  
刘志娟, 褚连青, 何秀坤, 曹全喜. 电子科技, 2010, **23(8)**: 40-42.
- [46] Liu Z J. Determination of Trace Metal Impurities in Solar Grade Polysilicon by ICP-MS. Xi'an: Xidian University, 2010.  
刘志娟. 太阳能电池用硅材料中痕量金属杂质含量的 ICP-MS 分析方法研究. 西安: 西安电子科技大学, 2010.
- [47] Kobayashi M, Namiki H, Hayashi H. *Anal. Sci.*, 2023, **39(10)**: 1757-1762.