

精益求精  
全面出击

# 目录 | CONTENT

珀金埃尔默公司简介及其分析仪器在半导体行业应用	1
珀金埃尔默半导体行业无机元素与纳米颗粒检测方案	4
• 珀金埃尔默原子光谱技术	4
• 珀金埃尔默无机元素与纳米颗粒检测典型应用	6
• Si- wafer 分析	6
• Chemicals 分析	7
• 金属材料分析	16
• Gas 分析	17
• Nano-particle 分析	18
• On-line 分析	19
珀金埃尔默半导体行业有机物检测方案	20
• 洁净室有机物污染物检测	21
珀金埃尔默半导体行业材料组份检测方案	22
• 红外光谱仪测试电路板胶水固化率	22
• 红外显微镜测试电路板污染物	23
• 热机械分析仪测试热膨胀系数	23
• 差示扫描量热法测量基板固化程度	24
• 热重分析仪测试基板成分浓度	25
• 近红外光谱仪快速测试覆铜板的凝胶时间和胶含量	26

# 珀金埃尔默公司简介

## 及其分析仪器在半导体行业应用

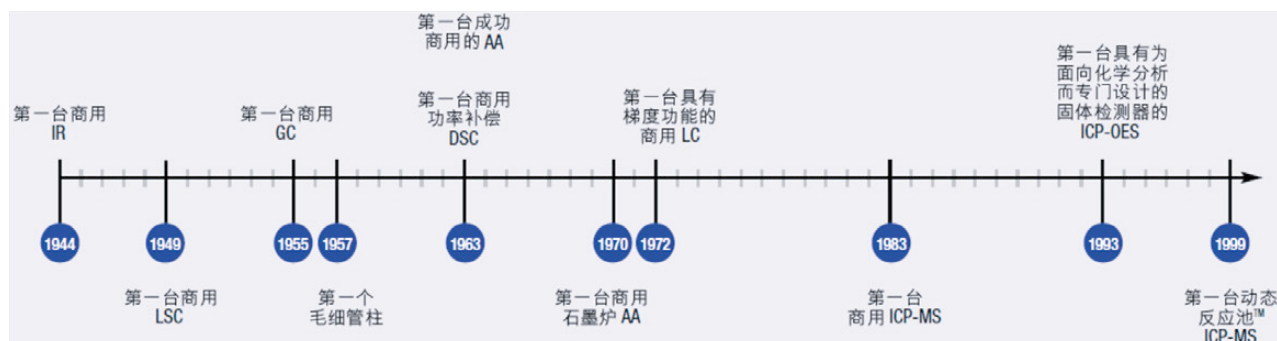
珀金埃尔默(PerkinElmer, NYSE: PKI)是一家具有 80 多年历史的全球性技术公司,始终致力于为创建更健康的世界而持续创新。我们为诊断、生命科学、食品及应用市场推出独特的解决方案,助力科学家、研究人员和临床医生解决棘手的科学和医疗难题。我们与客户建立战略合作关系,凭借深厚的市场知识和技术专长,助力客户更早地获得更准确的洞察。在全球,我们拥有 13,000 名专业技术人员,服务于全球 190 多个国家和地区,时刻专注于帮助客户创造更健康的家庭,改善生活质量。2019 年,珀金埃尔默年营收达到约 29 亿美元,为标准普尔 500 指数中的一员,纽交所上市代号 1-877-PKI-NYSE。

珀金埃尔默于 1978 年伴随中国改革开放进入中国,在过去的 40 多年中,珀金埃尔默已在中国建立了强大的研发、生产、销售和服务能力。目前,珀金埃尔默在中国十多座城市设有办事处,在上海、北京、广州、成都设有用户体验中心(CKC),位于张江高科技园区的中国总部同时也是公司全球应用开发中心之一,并设有服务全球的软件研发团队。

珀金埃尔默在中国拥有 2000 多名专业技术人员,在诊断、生命科学、环境检测、工业、食品,以及实验室服务和大数据整体信息化解决方案等领域,提供强大的技术和售后服务方案。

作为分析仪器行业的先行者,珀金埃尔默的化学分析仪器在八十年的发展历程中历久弥新,傲视同才。凭借过人的品质和优质的服务,珀金埃尔默在行业内收获了很高的评价和出众的口碑。在化学分析仪器发展历史中,有很多里程碑式的成就属于珀金埃尔默。

### 珀金埃尔默在分析仪器领域的成就



随着科技的进步,珀金埃尔默在不断探索技术前沿和倾听用户声音的基础上,现在已成为化学分析领域技术的领跑者和革新者:

- 2009 年——第一台三锥、三种测量模式、三四极杆技术的 ICP-MS
- 2010 年——第一台双层面设计柱温箱技术的 GC
- 2011 年——第一台诱导平板等离子体技术的 ICP-OES
- 2011 年——第一台光纤型实时双光束的 AAS
- 2011 年——第一台无需工具维护的 GC/MS 离子源
- 2011 年——第一台 Opticsguard™ 完全不怕潮的 IR
- 2017 年——第一台采用 LumiCoil™ 的 ICP-MS
- 2020 年——第一台化学高分辨多重四级杆 ICP-MS

珀金埃尔默在化学分析领域拥有完整的产品线, 包括原子光谱、色谱、质谱、分子光谱、热分析以及联用技术, 为您的实验室分析工作提供整体解决方案。

## 珀金埃尔默化学分析产品线概览

### 无机元素分析

- 原子吸收光谱仪
- ICP 发射光谱仪
- ICP 质谱仪
- 样品制备装置



PinAAcle™ Series AAS



Avio® Series ICP-OES



NexION® Series ICP-MS



Titan MPS™ 微波消解仪

### 色谱分析

- 气相色谱仪
- 顶空和带捕集阱顶空自动进样器
- 热脱附自动进样器
- 液相色谱仪



Clarus® 590/690 GC



TurboMatrix™ HS



TurboMatrix™ TD/ATD



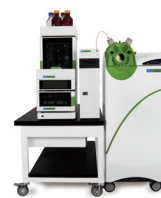
LC 300 HPLC/UHPLC

### 有机质谱分析

- 气质联用仪
- 液质联用仪
- 便携式气质联用仪



Clarus® SQ 8 GC/MS



QSight™ LC/MS/MS



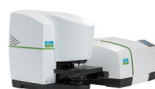
Torion® T-9 Portable GC/MS

### 分子光谱分析

- 紫外 - 可见 - 近红外分光光度计
- 高速傅里叶红外图像系统
- 傅里叶红外光谱仪
- 荧光分光光度计
- 近红外光谱仪



LAMBDA™ 850+/1050+  
UV/Vis/NIR Solutions



Spotlight™ 400  
红外光谱成像系统



Spectrum 3™  
MIR/NIR/FIR System



FT9700  
傅里叶变换近红外  
光谱仪



DA7440 在线近  
红外分析仪

### 热分析与元素分析

- 差示扫描量热仪
- 热重分析仪
- 元素分析仪
- 动态机械分析仪
- 热机械分析仪



DSC 4000/6000



DSC 8000/8500



TGA 8000™



DMA 8000



TMA 4000

### 新型联用分析系统

- 热重 - 红外联用技术 (TG-IR)
- 热重 - 气质联用分析技术 (TG-GCMS)
- 热重 - 红外 - 气质联用技术 (TG-IR-GCMS)



TG-IR



TG-GC/MS



TG-IR-GC/MS

珀金埃尔默广泛服务于半导体行业用户，我们为半导体实验室提供全光谱和质谱的实验室产品和服务，包括电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)、电感耦合等离子体光谱仪 (ICP-OES)、原子吸收光谱仪 (AAS)、气相色谱 (GC)，气相色谱质谱仪 (GC-MS)，傅里叶变换红外光谱仪 (FT-IR)，紫外可见光谱仪 (UV)，热分析 (TA) 等及消耗品和服务。在我们提供的所有产品中，珀金埃尔默提供了强大的分析工具，与无与伦比的分析速度和理想的结果。



# 珀金埃尔默半导体行业 无机元素与纳米颗粒检测方案

## 珀金埃尔默原子光谱技术

珀金埃尔默的原子光谱包括原子吸收光谱技术、电感耦合等离子体原子发射光谱技术和电感耦合等离子体质谱技术。

### 电感耦合等离子体质谱仪 (NexION® 系列 ICP-MS)



NexION 5000 ICP-MS



NexION 2000 ICP-MS

纵观 ICP-MS 的发展史，珀金埃尔默创造了无数里程碑式的成就，起到了开创产品先河、引领技术进步的关键性作用。

1983 年，世界上第一台商用 ICP-MS Elan 250，诞生于珀金埃尔默

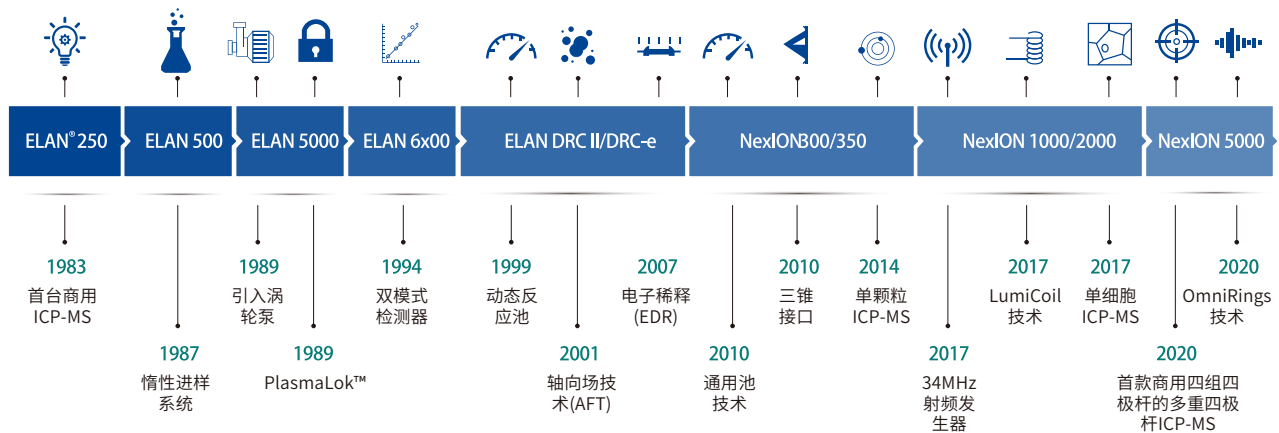
1999 年，珀金埃尔默推出了业内第一台串级四极杆 ICP-MS Elan 6100

2001 年，珀金埃尔默推出了划时代的动态反应池 ICP-MS Elan DRC，将 ICP-MS 的检测领域大大拓宽

2010 年，珀金埃尔默推出了业内第一台具有三组四极杆 ICP-MS NexION 300

2017 年，珀金埃尔默推出了业内第一台使用免维护的 Lumi Coil 线圈的 ICP-MS NexION 2000

2020 年，珀金埃尔默推出了业内第一台化学高分辨多重四极杆 ICP-MS



NexION®5000 是业界首款化学高分辨多重四极杆 ICP-MS，由四组四极杆组成，其性能超越了高分辨 ICP-MS 和传统的三重四极杆技术，无论是在背景等效浓度还是在检出限，NexION 5000 都有数量级上的改善。

#### • 四组四极杆

##### • 第一组

四极杆离子偏转器 (Q0, Quadrupole Ion Deflector) 是一个基于离子能量的静电质量分析器，对离子进行动态聚焦和质量筛选，同时把离子偏转 90 度以实现与中性成分和光子分离，导入下一级四极杆

##### • 第二组

为第一个四极杆质量分析器 (Q1, Transmission Analyzer Quadrupole)，用作质量分析器或将离子引导至四极杆通用池。它包含长预四极杆，可获得更好的高能离子聚焦，从而具有单位质量或更好的质量分辨，分辨率 < 0.3 amu

##### • 第三组

为四极杆通用池 (Q2, Universal Cell Technology)，是市场上唯一由四极杆构成的池技术，具有动态带宽质量调谐能力 (从而可以对反应进行有效的控制)，标配轴向场技术 (从而可以使用任何所需的气体)，既可以作为离子聚焦加速的离子通道又可以作为特定离子的质量选择器，抑制池内副反应的产生，确保所需反应的完全，从而彻底消除干扰

##### • 第四组

为第二个四极杆质量分析器 (Q3, Transmission Analyzer Quadrupole)，用作质量分析器或将离子引导至检测器。具有单位质量或更好的质量分辨，分辨率 < 0.3 amu

• 免维护的等离子体技术与第二代融合 OmniRing™ 技术的三锥接口 (TCI) 结合

• 四极杆离子偏转器 (QID) 技术，保证出色的基体耐受性以及仪器长时间运行的稳定性

NexION®2000 专为挑战所有基体、挑战所有干扰、挑战所有颗粒分析而设计，将三重四极杆的强大能力与单四极杆的灵活性结合。

• 高度灵活的进样系统

• 氩气稀释气 + 有机加氧气 + 甲烷增敏气

• 全彩色全范围等离子体观察窗

• 革命性自冷却 LumiCoil™ 工作线圈

• 三锥接口 (TCI) 技术和大直径锥孔

• 四极杆 90 度离子偏转透镜 (QID)

• 四极杆通用池

• 碰撞气、氧化性反应气和还原性反应气

• 四极杆质量分析器, 1-285amu

• 工作线圈、离子透镜和通用池免维护设计

• 超快检测器数据采集, 100,000 点每秒

## 电感耦合等离子体发射光谱仪 (Avio 200/500 ICP-OES)

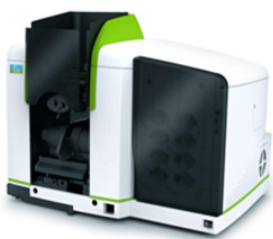


Avio ICP-OES

珀金埃尔默拥有业内较多的 ICP-OES 专利技术这也使我们成为 ICP-OES 领域的领导者。1993 年，珀金埃尔默推出业界首款全谱直读 ICP-OES。全新一代的 Avio ICP-OES 具有全谱直读、高灵敏度、高分辨率、高检测速率，让您实验室的每分钱投入都获得巨大的回报，即使困难的样品也能应付自如。

- 第二代平板等离子体和第四代固态射频发生器技术
- 垂直炬管设计带来的卓越基体耐受力
- 比任何其他同类仪器节约氩气 50% 以上
- 实时扣背景功能，检测速度更快，结果准确度更高
- 双向观测技术、全谱直读和低维护要求带来的更高仪器使用效率

## 原子吸收光谱仪 (PinAAcle 900 AAS)



PinAAcle AAS

1961 年，珀金埃尔默推出了世界第一台原子吸收分析仪“AA 214”，占据了世界分析仪器行业领先地位。经过了 50 多年的发展，珀金埃尔默的原子吸收产品依旧引领着技术的前沿。PinAAcle™ 系列原子吸收光谱仪将原子吸收光谱法的分析性能提升到崭新的高度。拥有一连串激动人心的技术进步，PinAAcle 系列原子吸收光谱仪可以提供多样化的配置与功能，准确实现您所需要的测试性能。

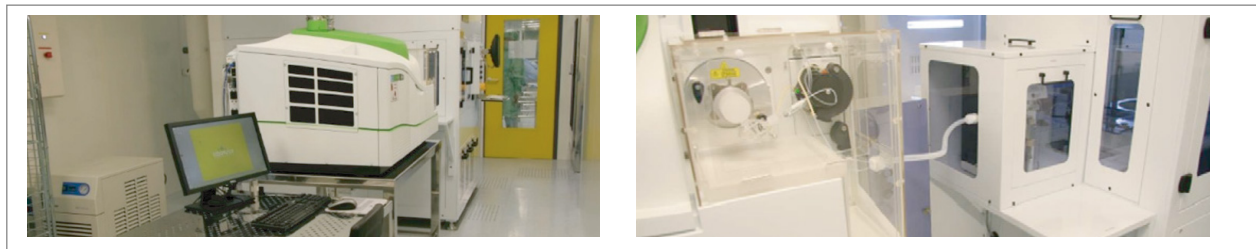
- 专利的稳定温度一体化平台石墨炉 (STPF)
- 双闪耀角 1800 线 /mm 大面积光栅
- HCL、EDL 两种光源
- 多像素点固态检测器

# 珀金埃尔默无机元素与纳米颗粒检测典型应用

## Si-wafer 分析

- 晶圆表面金属杂质自动分析 (VPD-ICP-MS)
- 单晶硅中的元素杂质分析(UCT-ICP-MS)

### 晶圆表面金属杂质自动分析 (VPD-ICP-MS)



VPD-ICP-MS 系统

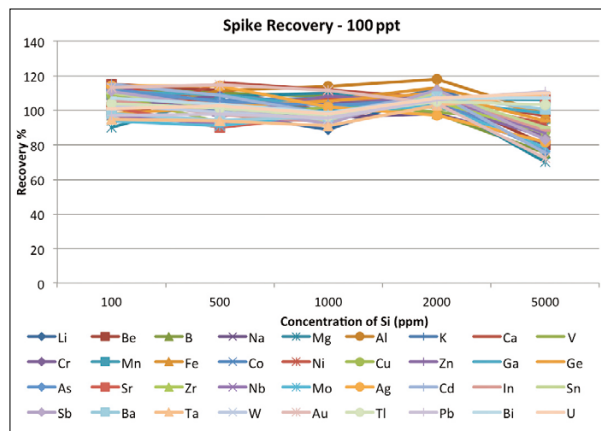
全自动晶圆表面气相分解技术 (Vapor Phase Decomposition, VPD)，主要是利用 ICP-MS 针对极微量元素分析的专业技术。此为半导体制程中进行晶圆表面金属杂质分析时不可或缺的管理项目。半导体可容许的金属杂质浓度，随着制程的先进化要求越来越低。过去生产在线所使用的全反射荧光 X 射线法 (TRXRF)，虽然其优点是采用非破坏性分析法，不过检测范围狭窄，无法达到越来越严苛之要求；目前全自动晶圆表面气相分解技术 (Vapor Phase Decomposition, VPD) 可大幅改善检测范围，为目前较先进的前处理法。藉由 ICP-MS 直接分析前处理后的溶液，可测定更低浓度的金属杂质。VPD-ICPMS 可设置在半导体制造工厂 (FAB) 内，与处理装置连动进行全自动分析。

### VPD-ICP-MS 测试实际样品结果及回收率

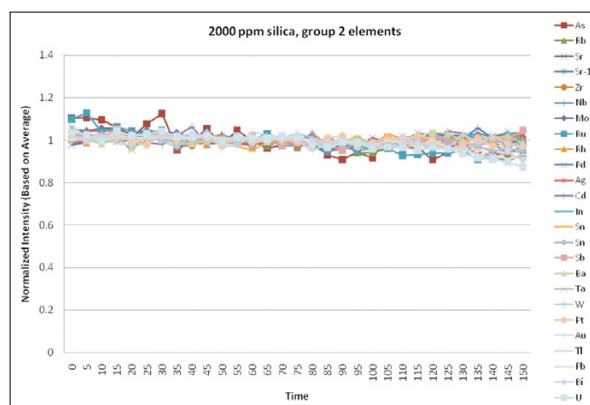
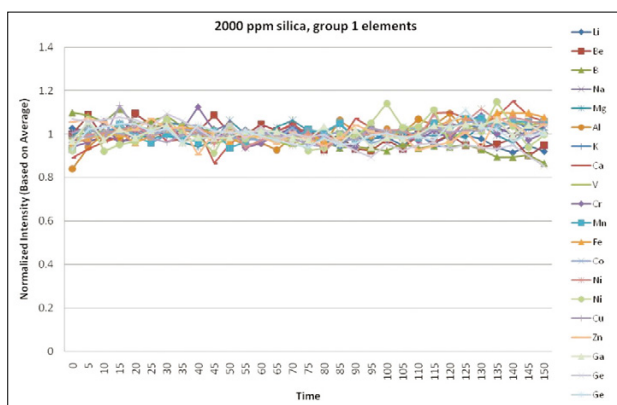
Analyte	Mode	Bare Wafer		1 μm Bulk Etching	
		Found(ppt)	Found(atoms/cm <sup>2</sup> )	Found(ppt)	Found(atoms/cm <sup>2</sup> )
<sup>7</sup> Li	STD	< 0.12	< 1.6E + 07	< 0.12	< 1.6E + 10
<sup>23</sup> Na	STD	1.2	4.8E + 07	2.7	1.1E + 11
<sup>24</sup> Mg	STD	0.14	5.3E + 06	6.0	2.3E + 11
<sup>27</sup> Al	DRC (NH <sub>3</sub> )	1.1	3.7E + 07	3.1	1.1E + 11
<sup>39</sup> K	DRC (NH <sub>3</sub> )	1.9	4.4E + 07	1.1	2.6E + 10
<sup>40</sup> Ca	DRC (NH <sub>3</sub> )	1.2	2.7E + 07	18	4.1E + 11
<sup>48</sup> Ti	DRC (NH <sub>3</sub> )	< 0.2	< 3.8E + 06	2.1	4.0E + 10
<sup>51</sup> V	DRC (NH <sub>3</sub> )	< 0.046	8.2E + 05	0.4	7.2E + 09
<sup>52</sup> Cr	DRC (NH <sub>3</sub> )	1.6	2.8E + 07	2.0	3.5E + 10
<sup>55</sup> Mn	DRC (NH <sub>3</sub> )	0.13	2.2E + 06	0.5	8.3E + 09
<sup>56</sup> Fe	DRC (NH <sub>3</sub> )	1.9	3.1E + 07	2.2	3.6E + 10
<sup>59</sup> Co	DRC (NH <sub>3</sub> )	0.10	1.6E + 06	< 0.088	< 1.4E + 09
<sup>60</sup> Ni	DRC (NH <sub>3</sub> )	0.7	1.1E + 07	2.4	3.7E + 10
<sup>63</sup> Cu	DRC (NH <sub>3</sub> )	1.1	1.6E + 07	1.3	1.8E + 10
<sup>66</sup> Zn	DRC (NH <sub>3</sub> )	0.69	9.6 + 06	< 0.52	< 7.3E + 10
<sup>69</sup> Ga	DRC (NH <sub>3</sub> )	< 0.031	< 4.1E+05	< 0.031	< 4.1E + 08
<sup>74</sup> Ge	DRC (NH <sub>3</sub> )	0.27	3.4E + 06	3.2	4.0E + 10
<sup>75</sup> As	DRC (O <sub>2</sub> )	< 0.64	< 7.8E + 06	8.1	9.9E + 10
<sup>88</sup> Sr	DRC (NH <sub>3</sub> )	< 0.025	< 2.6E + 05	0.15	1.6E + 09
<sup>90</sup> Zr	STD	< 0.1	< 1.0E + 06	< 0.1	< 1.0E + 09
<sup>98</sup> Mo	DRC (NH <sub>3</sub> )	0.33	3.1E + 06	< 0.31	3.0E + 09
<sup>107</sup> Ag	STD	< 0.19	< 1.6E + 06	3.9	3.3E + 10
<sup>111</sup> Cd	STD	< 0.18	< 1.5E + 06	< 0.18	< 1.5E + 09
<sup>118</sup> Sn	STD	< 0.28	< 1.5E + 06	12	9.2E + 10
<sup>138</sup> Ba	STD	< 0.048	< 3.2E + 05	< 0.048	< 3.2E + 08
<sup>184</sup> W	STD	< 0.15	< 7.4E + 05	< 0.15	< 7.4E + 08
<sup>208</sup> Pb	DRC (NH <sub>3</sub> )	< 0.13	< 5.7E + 05	< 0.13	< 5.7E + 08

## 单晶硅中的元素杂质分析 (UCT-ICP-MS)

控制硅基半导体器件中的杂质含量是至关重要。由于硅是一种耐高温元素，在等离子体中往往会形成氧化物，尤其是在使用冷等离子体条件时更容易形成氧化物。这些硅的氧化物会沉积在锥接口的表面上，造成明显的信号漂移。NexION ICP-MS 具有使用高温等离子体条件在所有分析中大大降低这种信号漂移的能力。另外 NexION ICP-MS 通过通入纯氨气等气体，在 DRC 模式下，能够有效消除  $^{40}\text{Ar}^+$  对  $^{40}\text{Ca}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^{19}\text{F}^+$  对  $^{59}\text{Co}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$  对  $^{56}\text{Fe}^+$  等干扰。通过调节动态带通调谐参数消除不希望生成的反应副产物。同时结合射频发生器的优势，克服了过去冷等离子体的局限，有效去除多原子离子的干扰，实现了更低的检出限以及 10 ng/L 等级的精确定量，同时表现出良好的长期稳定性。



基质耐受性: Si 基质浓度为 100ppm 到 5000ppm 样品  
100ppt 加标回收



稳定性: 连续进样分析多元素加标浓度为 100ppt 的硅样品溶液 (硅浓度为 2000ppm)

## Chemicals 分析

- NexION 5000 ICP-MS 在超纯水分析中的应用
- NexION 5000 ICP-MS 测定半导体级 9.8% 硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 中钛 (Ti) 和锌 (Zn)
- NexION 5000 ICP-MS 测定稀硝酸中的超痕量非金属元素
- NexION 5000 ICP-MS 分析 49% 氢氟酸样品
- NexION 5000 ICP-MS 分析硅 (Si)、磷 (P) 和硫 (S)
- NexION 2000 ICP-MS 测定半导体级盐酸中的金属杂质
- NexION 2000 ICP-MS 测定 NMP 中痕量杂质
- Avio 500 ICP-OES 测定磷酸中的金属杂质含量
- Avio 200 ICP-OES 测定金 (Au)、钯 (Pd) 镀金溶液中的杂质

## NexION 5000 ICP-MS 在超纯水分析中的应用

超纯水(UPW)被广泛地用于半导体器件生产中所有湿法工艺步骤包括晶片冲洗和化学浴中化合物的稀释。在这些关键步骤中，可能会吸收来自化学浴和冲洗水中的污染物，然后通过一系列的化学和电化学反应沉淀到硅表面。在成品的重点区域中，如果金属污染物的浓度达到 50 ppq，就会改变集成电路部件的电气参数，导致其无法通过电气测试。因此超纯水纯度测定至关重要。在 SEMI F63-0918《半导体加工中超纯水使用指南》中，除 B (50 ppt) 和 Ni (3 ppt) 外，26 种金属污染物的目标值应小于 1 ppt。

NexION 5000 四组四极杆组成的多重四极杆 ICP-MS 质谱平台，通过各四极杆的不同质量分辨能力和工作模式，结合碰撞反应池技术，实现化学高分辨，获得终极干扰消除。

### NexION 5000 测试超纯水的仪器参数

参数	描述/数值
样品提升速率	~350 µL/min
雾化器	PFA ST (自吸式)
雾化室	SilQ™ Cyclonic
炬管	一体式 SilQ 炬管，带 2 mm 中心管
RF 功率	1600 W (高温等离子体) 和 700 W (冷等离子体)
反应气体	氨气、氧气、氢气 (全部 100%)
MS/MS 和 MS Shift 模式	Q1 和 Q3 以 0.7 amu 的分辨率运行

### “冷等离子体”模式下测定的超纯水的 DL 和 BEC (均以 ppt 表示)

元素	模式	同位素选择 (Q1/Q3)	检出限 (DL)	背景等效浓度 (BEC)
锂 (Li)	标准	7/7	0.0004	0.0001
钠 (Na)	标准	23/23	0.033	0.045
镁 (Mg)	标准	24/24	0.008	0.004
铝 (Al)	氨气反应	27/24	0.012	0.005
钾 (K)	氨气反应	39/39	0.030	0.021
钙 (Ca)	氨气反应	40/40	0.025	0.050
铬 (Cr)	氨气反应	52/52	0.011	0.020
锰 (Mn)	氨气反应	55/55	0.006	0.003
铁 (Fe)	氨气反应	56/56	0.009	0.052
钴 (Co)	氨气反应	59/59	0.008	0.003
镍 (Ni)	氨气反应	60/60	0.029	0.017
铜 (Cu)	氨气反应	63/63	0.010	0.012

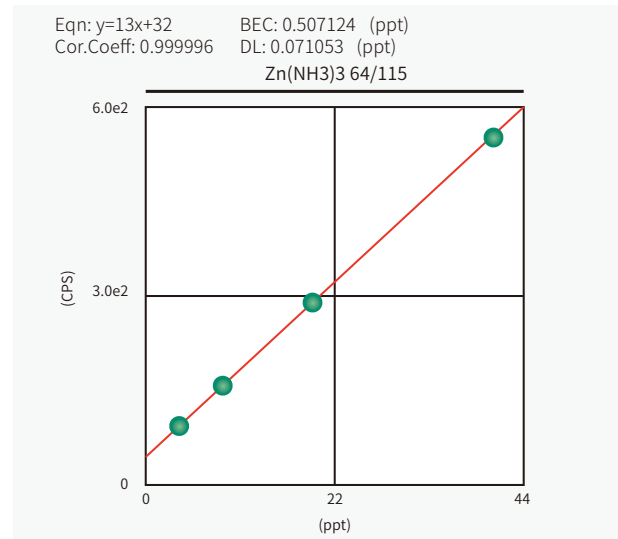
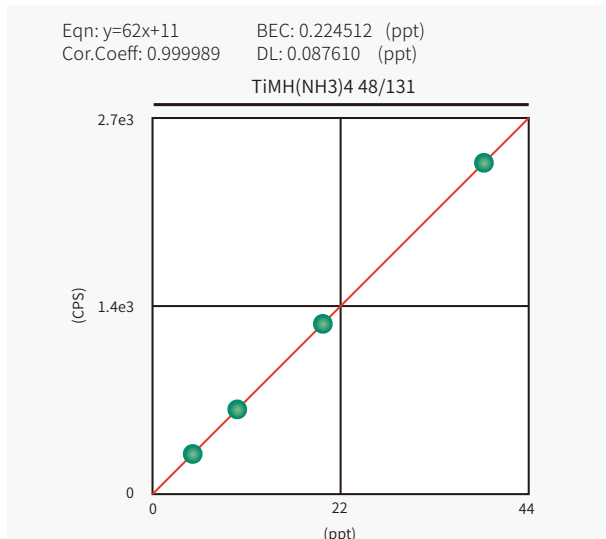
### “高温等离子体”模式下测定的半导体行业用超纯水中 26 种基本元素的 DL 和 BEC (均以 ppt 表示)

元素	模式	同位素选择 (Q1/Q3)	检出限 (DL)	背景等效浓度 (BEC)
锂 (Li)	标准	7/7	0.028	0.018
硼 (B)	标准	11/11	0.178	0.239
钠 (Na)	标准	23/23	0.091	0.108
镁 (Mg)	标准	24/24	0.028	0.026
铝 (Al)	氨气反应	27/27	0.049	0.180
钾 (K)	氨气反应	39/39	0.158	0.459
钙 (Ca)	氨气反应	40/40	0.085	0.412
钛 (Ti)	氧气反应	48/64	0.033	0.007
钒 (V)	氨气反应	51/51	0.009	0.004
铬 (Cr)	氨气反应	52/52	0.081	0.340
锰 (Mn)	氨气反应	55/55	0.055	0.015
铁 (Fe)	氨气反应	56/56	0.173	0.915
钴 (Co)	氨气反应	59/59	0.017	0.026
镍 (Ni)	氨气反应	60/60	0.271	0.433
铜 (Cu)	氨气反应	63/63	0.030	0.081
锌 (Zn)	氨气反应	66/66	0.085	0.126
砷 (As)	氧气反应	75/91	0.109	0.045
锶 (Sr)	标准	88/88	0.007	0.008
钼 (Mo)	氨气反应	98/98	0.038	0.033
镉 (Cd)	标准	114/114	0.058	0.027
锡 (Sn)	标准	118/118	0.075	0.012
锑 (Sb)	标准	121/121	0.050	0.077
钡 (Ba)	标准	138/138	0.014	0.012
钨 (W)	标准	184/184	0.053	0.042
铂 (Pt)	标准	195/195	0.268	0.271
铅 (Pb)	标准	208/208	0.031	0.014

## NexION 5000 ICP-MS 测定半导体级 9.8% 硫酸中钛 (Ti) 和锌 (Zn)

硫酸广泛应用于半导体清洗工艺中, 去除硅晶片表面的金属杂质和高分子有机污染物。半导体用高纯硫酸中钛和锌等金属杂质的含量在 10ppt 以下, 这样的含量是可以直接用 ICP-MS 检测的, 但 98% 的硫酸粘度比较大, 直接引入 ICP-MS 会有问题, 必须稀释 10 倍以上。所以实际上需要能稳定检测 1ppt 以下此类金属的高灵敏度强抗干扰能力的 ICP-MS, 例如 Ti 和 Zn。

NexION 500 采用利用氨气分别与 Ti 和 Zn 生成络合离子, 利用 mass shift 方式, 实现超低背景等效浓度和极强检出能力。



硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 中钛 (Ti) 和锌 (Zn) 的标准曲线

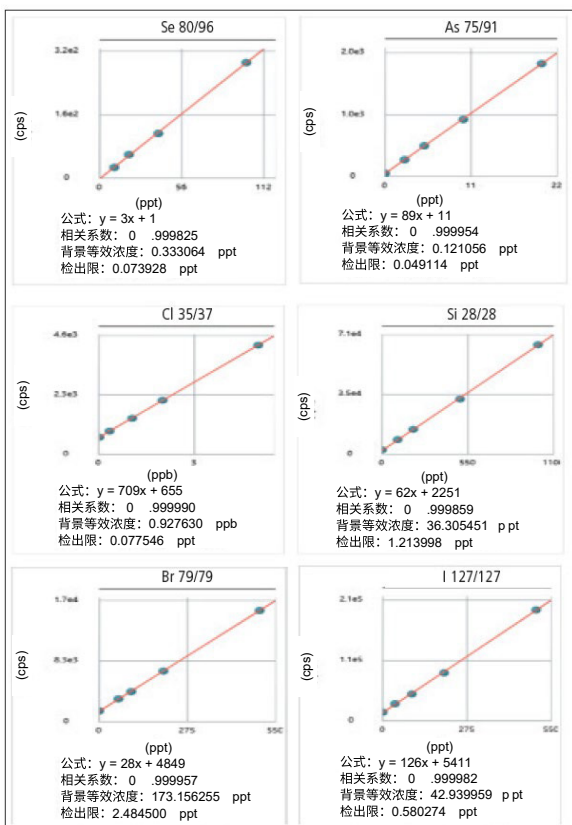
## NexION 5000 ICP-MS 测定稀硝酸中的超痕量非金属元素

超纯或半导体级氨(HNO<sub>3</sub>)用于硅和各种重金属的湿法刻蚀。也常与其他材料混合形成抛光剂用于板互连的金属部件上。由于这些原因, 为满足生产要求, 半导体行业对硝酸溶液中包括非金属元素在内的各种杂质的检测要求越来越高。由于等离子体气体和样品基质存在复杂的光谱干扰, 使用传统的 ICP-MS 对稀硝酸中的非金属元素如砷 (As)、溴 (Br)、氯 (Cl)、碘 (I)、磷 (P)、硫 (S)、硒 (Se) 和硅 (Si) 进行低 ppt 定量具有很大挑战性。

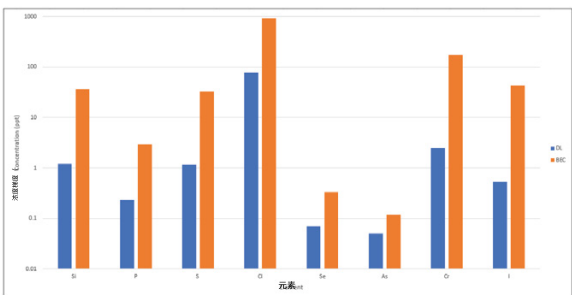
NexION 5000 多重四极杆 ICP-MS, 其四极杆反应池在离子进入碰撞反应池前对其进行质量过滤, 还可控制其在池中的反应, 确保没有副反应产生副产物, 实现可预测和可重复的干扰消除, 在 0.7 % 硝酸溶液中得出了优秀的非金属背景等效浓度和检出限。

### NexION 5000 测试 0.7 % 的硝酸的仪器参数

参数	数值
雾化器	PFA ST3 雾化器 (自吸), 带 0.25 mm 内径的毛细管
雾化室	SiIQ 气旋雾化室 (标准)
射频功率	热等离子体 1600 W
冷等离子体 1000 W	10, 20, 40, 100
炬管和中心喷管	一体式 Quartz 炬管, 带 1.5 mm 内径中心管
等离子体气流	15 L.min <sup>-1</sup>
辅助气体气流	0.8 L.min <sup>-1</sup>
雾化器气流	0.92-1.15 L.min <sup>-1</sup>
分析器模式	MS/MS 模式、质量转移模式和单四级杆模式
扫描模式	跳峰
扫描次数	30
驻留时间	100 ms
读数	1
重复次数	3
反应池模式	反应模式和标准模式
反应池气体	H <sub>2</sub> 和 O <sub>2</sub>



在 0.7% 的硝酸基质中确立的所有元素的校准曲线



0.7 % HNO<sub>3</sub> 中元素的背景等效浓度和检出限

### NexION 5000 ICP-MS 分析 49% 氢氟酸样品

在半导体工艺中, 氢氟酸是在晶片清洁和蚀刻工艺中所必需的化学品, 需要所含的无机杂质含量低于 ppt 级别。稀释等预处理过程的应用不可避免地会带来污染问题, 理想的方法是省略预处理等可能影响试样中杂质含量的

所有污染过程, 直接分析 49% 的氢氟酸本身。然而, 直接分析 49% 原液状态的氢氟酸需要解决诸多问题, 例如, 将氢氟酸原液直接引入 ICP-MS 等离子体时, 目标分析元素的电离率低下的问题, 氢氟酸介质不分解所致的 ICP-MS 耐久度问题; 以及大量氟成分可能引起的化学干扰问题等。

珀金埃尔默公司的 NexION 5000 多重四极杆 (Multi-Quadrupole, QQQQ) 电感耦合质谱仪采用基于选择性化学反应概念并消除干扰为目的的 UCT 技术 (通用池技术, 原 DRC), 在所有目标分析元素的分析过程中允许使用热等离子体, 从而同时且根本上解决质量重叠所致的化学干扰 (多原子干扰) 及物理干扰问题。另外, 如果引入可选择性去除氢氟酸介质的基质去除设备 MRS (Matrix Removal System, MRS100), 即可使分析能力倍增。

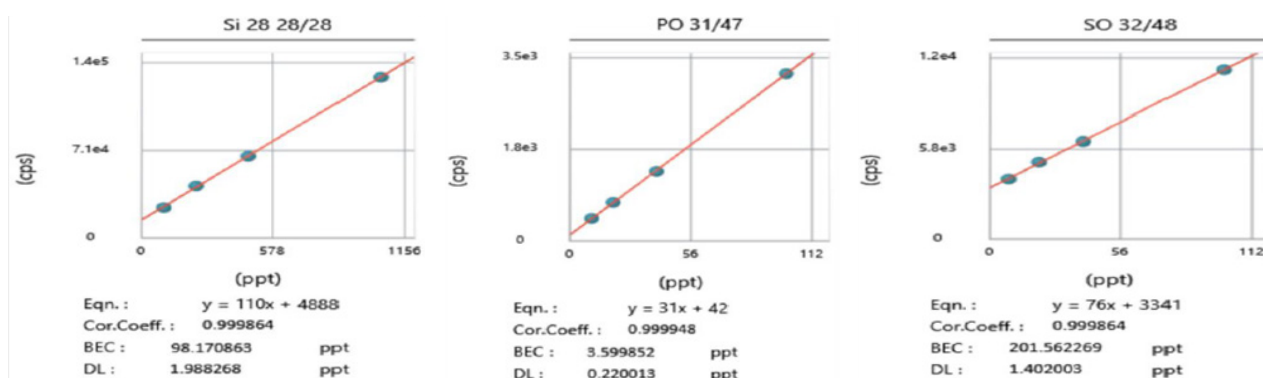
### 结合了 STD 和 DRC 的 MRS+NexION 5000 QQQQ-ICP-MS 的检出限及回收率实验结果

元素	同位素选择 (Q1/Q3)	模式	灵敏度 (cps/ppb)	空白信号 (cps)	标准差 (S)	检出限 (ppt)	检出浓度 (ppt)	5ppt 加标回收率 (%)
Li	7 / 7	STD	553	111	2.0	0.011	0.201	0.201
Be	/ 9	STD	158	3	0.4	0.008	0.018	0.018
Na	23 / 23	STD	1215	454	22.4	0.055	0.373	0.373
Mg	24 / 24	NH <sub>2</sub> DRC	554	133	9.2	0.050	0.239	0.239
Al	27 / 27	NH <sub>2</sub> DRC	826	324	9.9	0.036	0.392	0.392
K	39 / 39	NH <sub>2</sub> DRC	1099	677	21.2	0.058	0.616	0.616
Ca	/ 40	NH <sub>2</sub> DRC	7603	3508	165.0	0.065	0.461	0.461
Ti	48 / 48	NH <sub>2</sub> DRC	323	124	10.7	0.099	0.384	0.384
V	51 / 51	NH <sub>2</sub> DRC	1138	27	2.7	0.007	0.023	0.023
Cr	52 / 52	NH <sub>2</sub> DRC	1565	1109	43.4	0.083	0.709	0.709
Mn	55 / 55	NH <sub>2</sub> DRC	1670	117	4.1	0.007	0.070	0.070
Fe	56 / 56	NH <sub>2</sub> DRC	1534	1243	45.9	0.090	0.811	0.811
Ni	58 / 58	NH <sub>2</sub> DRC	555	754	18.3	0.099	1.359	1.359
Co	59 / 59	NH <sub>2</sub> DRC	1642	735	27.2	0.050	0.448	0.448
Cu	63 / 63	NH <sub>2</sub> DRC	500	146	8.6	0.052	0.291	0.291
Zn	/ 64	NH <sub>2</sub> DRC	579	276	10.4	0.054	0.477	0.477
Ga	/ 69	NH <sub>2</sub> DRC	2914	30	7.0	0.007	0.010	0.010
Ge	74 / 74	NH <sub>2</sub> DRC	105	63	6.0	0.170	0.600	0.600
AsO	75 / 91	NH <sub>2</sub> DRC	16	15	2.9	0.547	0.953	0.953
Sr	/ 88	NH <sub>2</sub> DRC	3173	49	3.7	0.004	0.015	0.015
Zr	/ 90	STD	1705	27	3.2	0.006	0.016	0.016
Nb	93 / 93	STD	2951	77	2.5	0.003	0.026	0.026
Mo	98 / 98	NH <sub>2</sub> DRC	382	152	3.8	0.030	0.398	0.398
Ru	/ 102	STD	1049	9	1.9	0.005	0.008	0.008
Rh	/ 103	NH <sub>2</sub> DRC	2758	93	3.9	0.004	0.034	0.034
Pd	/ 106	STD	746	40	7.0	0.028	0.054	0.054
Ag	/ 107	STD	1132	23	2.2	0.006	0.020	0.020
Cd	/ 114	STD	778	4	0.9	0.003	0.006	0.006
In	/ 115	STD	3505	9	1.5	0.001	0.003	0.003
Sn	118 / 118	NH <sub>2</sub> DRC	450	30	2.2	0.015	0.067	0.067
Sb	/ 121	STD	956	35	3.9	0.012	0.037	0.037
Te	/ 130	STD	150	29	4.0	0.079	0.195	0.195
Cs	/ 133	STD	3104	116	7.2	0.007	0.037	0.037
Ba	/ 138	STD	2207	45	2.6	0.004	0.020	0.020
Ce	/ 140	STD	3105	10	1.5	0.001	0.003	0.003
Hf	/ 180	STD	1159	7	1.2	0.003	0.006	0.006
Ta	/ 181	STD	2576	141	19.0	0.022	0.055	0.055
W	/ 184	STD	682	269	15.0	0.066	0.395	0.395
Pt	/ 195	STD	367	74	2.9	0.024	0.202	0.202
Au	/ 197	STD	354	75	3.5	0.030	0.213	0.213
Tl	/ 205	STD	1548	143	11.2	0.022	0.092	0.092
Pb	/ 208	NH <sub>2</sub> DRC	2764	84	8.0	0.009	0.030	0.030
Bi	/ 209	STD	1728	8	1.6	0.003	0.005	0.005
U	/ 238	STD	1273	6	1.3	0.003	0.005	0.005

## NexION 5000 ICP-MS 分析硅 (Si)、磷 (P) 和硫 (S)

通常的 ICP-MS 系统不太好测量非金属元素，譬如硅、硫和磷等元素。这些元素的具有较高的电离能，且容易受到其他元素的干扰。譬如， $^{28}\text{Si}^+$  硅受到  $\text{N}_2^+$ 、 $\text{CO}^+$  的干扰； $^{31}\text{P}^+$  磷与  $\text{NOH}^+$ 、 $\text{NO}^+$ 、 $\text{CO}^+$ 、 $\text{COH}^+$ 、 $\text{SiH}^+$  大量重叠； $^{32}\text{S}^+$  硫也类似受到  $\text{O}_2^+$ 、 $\text{NO}^+$ 、 $\text{NOH}^+$ 、 $\text{CO}^+$ 、 $\text{COH}^+$  的干扰。

NexION 5000 四组四极杆组成的多重四极杆 ICP-MS 质谱平台，通过各四极杆的不同质量分辨能力和工作模式，结合碰撞反应池技术，实现化学高分辨，获得终极干扰消除。



硅 (Si)、磷 (P) 和硫 (S) 的校准曲线

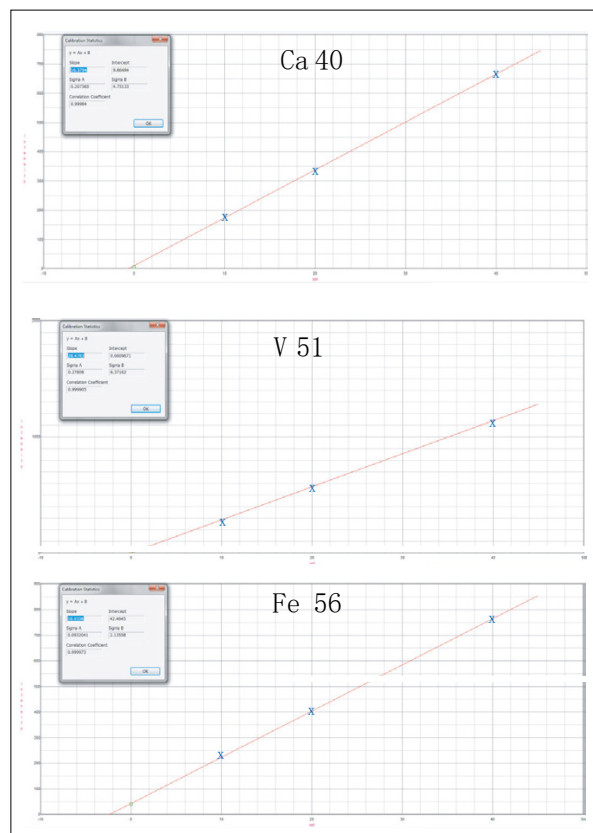
## NexION 2000 ICP-MS 测定半导体级盐酸中的金属杂质

在半导体设备的生产过程中，许多流程中都要用到各种酸类试剂。其中重要的是盐酸 (HCl)，其主要用途是与过氧化氢和水配制成混合物用来清洁硅晶片的表面。由于半导体设备尺寸不断缩小，其生产中使用的试剂纯度变得越来越重要，这是因为即使是少量杂质也会导致设备的失效。国际 SEMI 标准规定的是金属杂质的最大浓度 (SEMI 标准 C27-07081 用于盐酸)，而半导体设备的生产商对杂质浓度的要求往往更加严格，这样就给试剂供应商带来了更大的挑战。其结果是，分析仪器也必须能够对更低浓度的杂质成分精确检测。

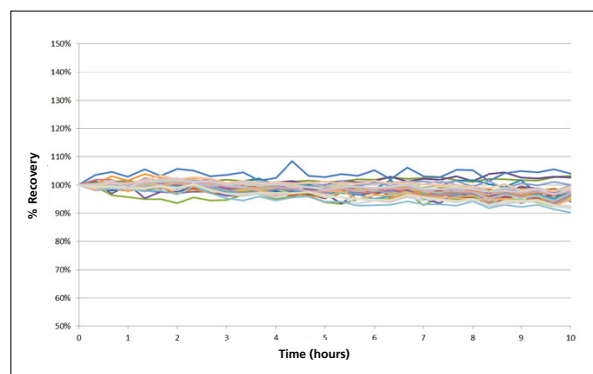
ICP-MS 具备精确测定纳克 / 升 (ng/L, ppt) 甚至更低浓度元素含量的能力，是适合测量痕量及超痕量金属的技术。然而，常规的测定条件下，氫、氧、氫离子会与酸基体相结合，对待测元素产生多原子离子干扰。如，对  $\text{V}^+(51)$  进行检测时去除  $\text{ClO}^+$  的干扰。虽然在常规条件下氫气与  $\text{ClO}^+$  的反应很迅速，但如果需要反应完全，使得干扰被去除干净，需要在通用池内使用 100% 纯氫气。此外，由于通用池是一个四极杆，可以调节 RPq 参数以控制化学反应，防止形成新的干扰，这在使用高活性反应性气体时非常重要。

20% HCl 中各元素的检出限、背景等效浓度、10 ng/L 的加标回收率

分析物	质量	检出限 (ng/L)	BECs (ng/L)	10 ng/L加标回收率 (%)
Li	7	0.01	0.01	99
Be	9	0.05	0.01	91
B	11	0.6	2.3	90
Na	23	0.09	0.4	99
Mg	24	0.03	0.08	99
Al	27	0.1	0.2	100
K	39	0.6	1.3	103
Ca	40	0.2	0.2	103
Ti	48	0.5	2.7	98
V	51	0.1	0.04	96
Cr	52	0.5	0.50	100
Mn	55	0.07	0.07	95
Fe	56	0.4	1.2	103
Co	59	0.1	0.02	94
Ni	60	0.2	0.3	100
Cu	63	1	2	101
Zn	64	0.7	3.3	102
Ga	71	0.09	0.06	97
Ge	74	2	0.50	92
AsO	91	1	54	99
SeO	96	1	7	103
Sr	88	0.06	0.46	92
Zr	90	1	3	108
Nb	93	0.3	1.1	95
Mo	98	0.5	1.3	92
Ru	102	0.3	0.4	90
Rh	103	0.04	0.007	95
Pd	106	0.3	0.6	91
Ag	107	0.3	0.4	91
Cd	114	0.4	0.9	95
In	115	0.3	1.6	96
Sn	118	0.9	5.5	91
Sb	121	0.6	1.3	92
Ba	138	0.1	0.5	92
Ta	181	0.04	0.02	91
W	184	0.2	0.1	90
Pt	195	1.0	15.0	97
Au	197	0.1	0.3	95
Tl	205	0.02	0.006	95
Pb	208	0.1	0.3	95
Bi	209	0.07	0.5	104
U	238	0.04	0.04	90



20% HCl 中典型元素 ppt 水平标准曲线



20% HCl 中加标 50 ng/L 待测元素, 连续分析 10 小时的稳定性

## NexION 2000 ICP-MS 测定 NMP 中痕量杂质

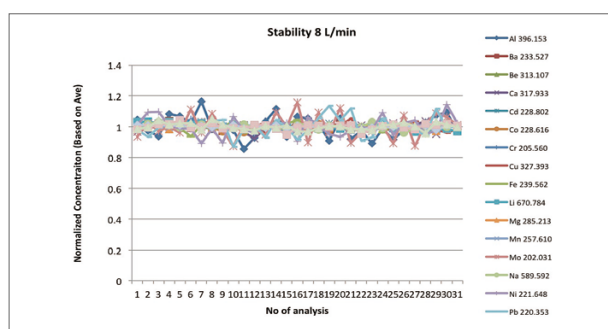
NMP 广泛应用于半导体工艺，用于清除光刻胶工艺后残留的光刻胶有机物。检测 NMP 等有机样品中超痕量元素时，受到这些基体离子化生成的碳、氮及氧的直接或间接干扰，增加了分析的难度。为了免受氫的干扰，通常的 ICP-MS 在分析 NMP 等高基体样品时使用冷等离子体，由于等离子能量低，试样中的目标分析元素难以充分离子化，导致灵敏度低，持续分析时信号不断减弱，而且在外标法定量时，由于基体不匹配等问题，还会导致错误的结果。同时，未分解的 NMP 还会对 ICP-MS 的进样系统、真空泵及质量过滤器造成严重污染。而珀金埃尔默的 NexION 2000S UCT- ICP-MS 系统，所有分析均使用热等离子体，不存在竞争公司设备常见的灵敏度低下、定量方法受限、硬件故障等问题，在 NMP 介质中也能以 1ppt 的高灵敏度进行分析。

## NMP 介质中元素的检出限和 BEC、5ppt 回收率及半导体级试剂的杂质含量

因素	质量	模式	D.L.(ppt)	BES(ppt)	Sppt spike Recovery(%)	NMP 试剂 (ppt)
Li	7	STD	0.8	0.14	98	0.32
Na	23	STD	0.78	8.84	101	18.6
Mg	24	NH <sub>3</sub> DRC	0.78	2.64	100	5.82
Al	27	NH <sub>3</sub> DRC	0.61	1.97	99	3.82
K	39	NH <sub>3</sub> DRC	0.13	1.58	97	3.36
Ca	40	NH <sub>3</sub> DRC	0.24	1.65	98	3.05
Ti	48	NH <sub>3</sub> DRC	0.70	1.02	97	2.30
V	51	NH <sub>3</sub> DRC	0.06	0.05	99	0.18
Cr	52	NH <sub>3</sub> DRC	0.13	0.69	98	1.40
Mn	55	NH <sub>3</sub> DRC	0.09	0.05	100	0.06
Fe	56	NH <sub>3</sub> DRC	0.03	0.61	101	1.14
Ni	58	NH <sub>3</sub> DRC	0.25	1.21	97	2.55
Co	59	NH <sub>3</sub> DRC	0.08	0.00	99	0.25
Cu	63	NH <sub>3</sub> DRC	0.14	1.40	100	2.63
Zn	64	NH <sub>3</sub> DRC	0.96	6.08	99	14.2
Ge	74	STD	0.29	0.14	97	0.30
As	75	NH <sub>3</sub> DRC	2.39	3.71	97	8.54
Mo	98	NH <sub>3</sub> DRC	0.06	0.06	99	0.17
Ag	107	STD	0.09	0.07	98	0.06
Cd	114	STD	0.05	0.03	101	0.11
Sn	120	NH <sub>3</sub> DRC	0.26	0.22	99	0.52
Ba	138	STD	0.11	0.17	101	0.03
w	184	STD	0.08	0.04	102	0.06
Au	197	STD	0.13	0.05	97	0.03
Pb	208	NH <sub>3</sub> DRC	0.04	0.20	99	0.13
U	238	STD	0.03	0.14	100	0.03

## Avio 500 ICP-OES 测定磷酸中的杂质元素含量

在半导体制造产品，试剂的纯度一直是至关重要的污染物的存在会影响最终产品的性能。磷酸常用语各种半导体材料的生产，因此测量其微量杂质至关重要，以保证产品符合 SEMI C36-1107 Grade 3。由于其成分组成、粘度、杂质含量，Avio ICP-OES 由于其垂直炬管的高基体耐受性以及高灵敏度，十分适合此类型样品的分析。而独特的尾焰切割功能，还能保证长时间分析过程中数据的稳定性以及矩箱内部的洁净度。



磷酸中 5 $\mu$ g/L 加标 1 小时稳定性

## 待测元素波长、线性相关系数以及检出限

分析物和波长 (nm)	相关系数	检出限 (ppb)
Al 396.153	0.997	1.86
Ba 233.527	0.999	0.529
Be 313.107	0.999	0.119
Ca 317.933	0.999	0.640
Cd 228.802	0.996	0.909
Co 228.616	0.998	0.794
Cr 205.560	0.999	0.838
Cu 327.393	0.999	0.953
Fe 239.562	0.999	0.736
K 766.490	1.000	1.50
Li 670.784	0.997	0.205
Mg 285.213	0.998	0.253
Mn 257.610	0.999	0.176
Mo 202.031	0.999	1.86
Na 589.592	0.999	0.523
Ni 221.648	0.999	1.22
Pb 220.353	1.000	2.50
Sn 189.927	0.999	3.83
Ti 334.940	0.999	0.172
V 290.880	0.999	0.690
Zn 202.548	0.999	0.527

## 样品重复性以及 5 $\mu$ g/L 加标回收率

分析物和波长	样品 1	样品 2	样品 3	样品平均值	加标样品 1	加标样品 2	加标样品 3	加标样品平均值	回收率
Al 396.153	0.161	0.586	-0.039	0.236	5.58	5.07	6.09	5.59	107%
Ba 233.527	1.01	0.660	0.869	0.848	5.74	5.82	5.88	5.81	99.3%
Be 313.107	0.076	0.071	0.067	0.071	5.00	4.99	4.99	4.99	98.4%
Ca 317.933	0.604	0.776	0.719	0.700	5.58	5.21	5.80	5.53	96.6%
Cd 228.802	11.7	11.6	11.8	11.7	16.6	16.6	16.8	16.7	99.6%
Co 228.616	6.11	6.06	6.11	6.09	11.1	11.1	11.2	11.1	101%
Cr 205.560	5.41	5.38	5.47	5.42	10.9	10.4	10.4	10.6	103%
Cu 327.393	3.08	2.87	2.56	2.84	7.77	7.76	7.69	7.74	98.1%
Fe 239.562	1.36	1.62	1.71	1.56	6.17	6.60	6.57	6.45	97.7%
K 766.490	-9.72	-9.50	-9.24	-9.49	-4.14	-3.67	-3.98	-3.93	111%
Li 670.784	1.31	1.25	1.16	1.24	6.15	6.10	6.11	6.12	97.6%
Mg 285.213	-0.071	0.069	-0.013	-0.005	5.06	5.11	5.14	5.10	102%
Mn 257.610	0.581	0.591	0.602	0.591	5.53	5.49	5.51	5.51	98.4%
Mo 202.031	-1.39	-1.68	-1.56	-1.54	4.11	3.61	4.03	3.92	109%
Na 589.592	0.424	0.590	0.498	0.504	5.49	5.46	5.44	5.46	99.2%
Ni 221.648	-1.41	-1.06	-1.11	-1.19	3.71	3.63	3.86	3.74	98.5%
Pb 220.353	21.0	21.3	23.1	21.8	26.2	25.9	26.8	26.3	89.5%
Sn 189.927	-0.667	0.175	-0.088	-0.193	4.66	4.20	4.49	4.45	92.9%
Ti 334.940	0.276	0.354	0.292	0.307	5.26	5.28	5.30	5.28	99.4%
V 292.402	0.218	0.008	0.124	0.117	5.08	5.18	5.04	5.10	99.6%
Zn 202.548	-0.695	-0.806	-0.605	-0.702	4.33	4.129	4.20	4.22	98.4%

## Avio 200 ICP-OES 测定金 (Au)、钯 (Pd) 镀金溶液中的杂质

一般来说，分析镀金溶液样品主要是为了掌握主要成分的含量，但有趋势认为杂质含量也很重要，因此要对杂质进行分析。总共有 31 种元素需要进行分析以识别相关杂质。

由于目标元素较多，所以同时分析型 ICP-OES 一般来说会更合适，但根据判断，同时分析型系统因高浓度 Au 和 Pd 产生的波长干扰比依次分析型更多。因此，我们用依次分析型 Avio 200 ICP-OES 对 31 种杂质进行了分析。

### 分析金 (Au)、钯 (Pd) 镀金溶液样品中杂质使用的分析波长 (nm) 及校准曲线信息及分析结果

元素	斜率 /ppm(cps)	波长 (nm)	线性	Pd 镀金溶液 (ppm)	Au 镀金溶液 (ppm)
Ag	2305000	328.068	0.999868	0.019	0.008
Al	47150	237.313	0.999932	未检出	0.494
Au	52940	208.209	0.999993	未检出	3237
Be	5551000	313.107	0.999975	未检出	2.66
Bi	45850	223.061	0.999895	0.709	未检出
Ca	14820000	396.847	0.999986	未检出	未检出
Cd	2692000	226.502	0.999989	未检出	未检出
Ce	1187000	418.66	0.999974	未检出	未检出
Co	1283000	228.616	0.999937	未检出	未检出
Cr	351300	206.158	0.999959	0.017	0.029
Cu	2651000	324.752	0.999998	4.844	0.127
Fe	2990000	259.939	0.999701	0.198	0.326
Ge	210300	265.118	0.999969	0.049	未检出
In	116000	230.606	0.9998	未检出	未检出
La	2661000	379.478	0.999882	未检出	未检出
Mg	47630000	280.271	1	0.119	0.427
Mn	15640000	257.61	0.999763	0.023	0.038
Mo	229200	202.031	0.999908	未检出	54
Na	11280000	589.592	0.999704	39.55	未检出
Ni	372000	227.022	0.999902	未检出	未检出
P	80370	213.617	0.999967	11640	7160
Pb	32530	261.418	0.999556	未检出	2.254
Pd	273700	340.458	0.999951	1610	未检出
Pt	192100	265.945	0.999979	未检出	未检出
Sb	87010	217.582	0.999972	0.031	未检出
Se	13770	196.026	0.999763	1.843	未检出
Si	1293000	251.611	0.998836	1.41	4.039
Sn	26850	189.927	0.999929	未检出	未检出
Ti	6250000	334.94	0.999818	0.112	未检出
Y	17930000	371.029	0.999972	未检出	未检出
Z	150600	213.85	0.999993	0.067	0.037

## 金属材料分析

- NexION 2000 ICP-MS 测定铝合金表面金属含量

### NexION 2000 ICP-MS 测定铝合金表面金属含量

金属材料是半导体产业中必不可少的一环，其中不锈钢材质和铝合金材质被广泛应用于各类产线设备上，材料表面金属离子的迁移是重要的监测指标。

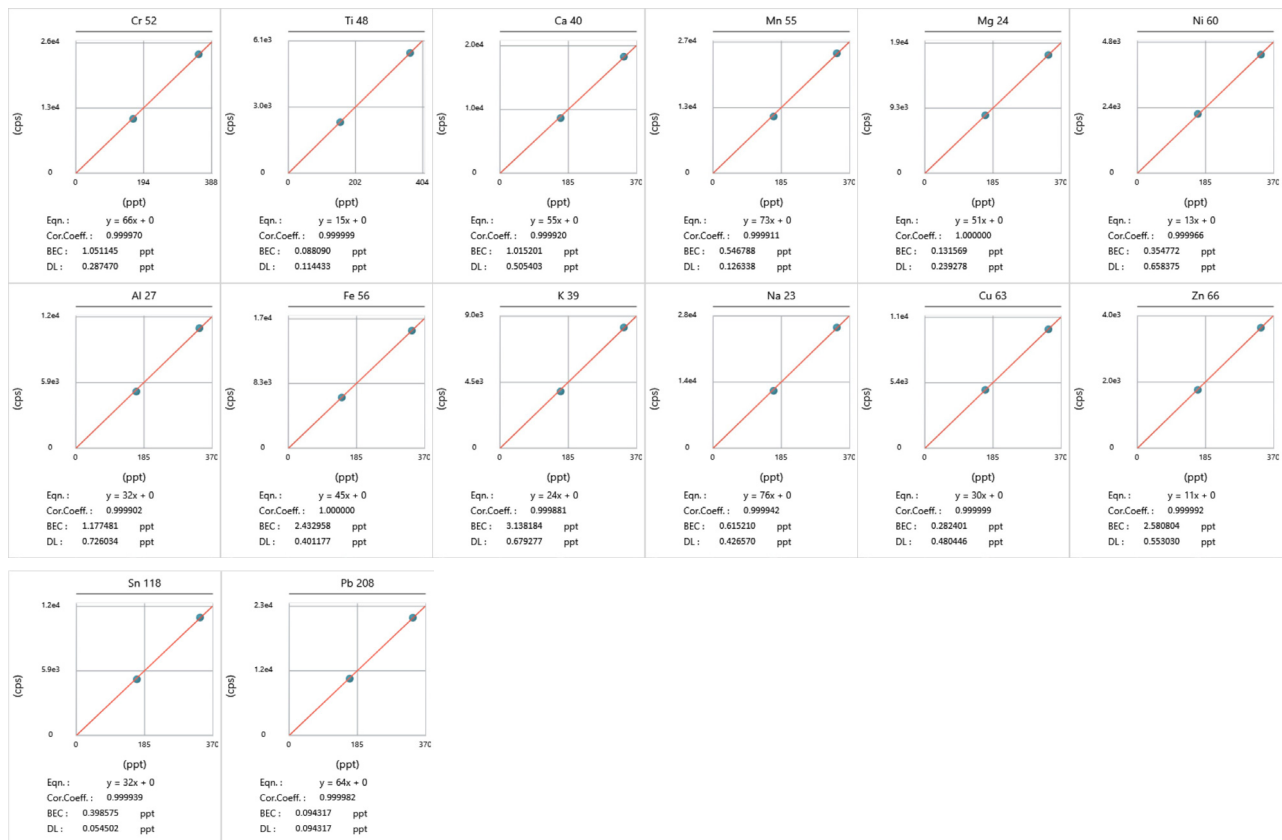
NexION 型 ICP-MS 专利的通用池技术，利用氨气强活性的特质，消除复杂的质谱干扰，可轻松达到 1ppt 以下的检出能力。珀金埃尔默公司提供完整的解决方案，为高阶清洗齐助力。

#### 各金属元素的背景等效浓度 BEC 和检出限 DL (单位: ppt)

elements	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Pb	Mg
BEC	1.17	1.01	1.05	0.28	2.43	0.09	0.13
DL	0.72	0.50	0.28	0.48	0.40	0.09	0.23

elements	Mn	Ni	K	Na	Sn	Ti	Zn
BEC	0.54	0.35	3.13	0.61	0.39	0.08	2.58
DL	0.12	0.65	0.67	0.42	0.05	0.11	0.55



各元素的标准曲线

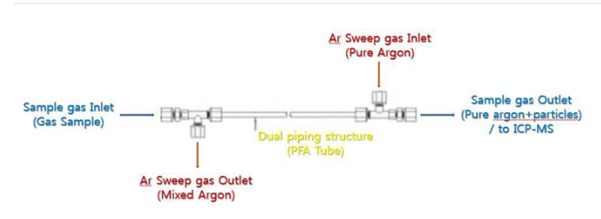
## Gas 分析

- 电子特气直接进样分析技术 (GDI-ICP-MS)

### 电子特气直接进样分析技术 (GDI-ICP-MS)

一般来说, 半导体所使用的特殊气体分析有两种方法: 使用酸溶液或纯水对气体进行吸收, 然后导入 ICP-MS 进行分析; 另一种是使用滤膜对气体中颗粒物进行收集, 然后对滤膜消解后上机。两种办法均有其限制性。

GDI-ICPMS 系统可以将气体直接导入到 ICP 等离子体中进行激发, 避免了额外的前处理步骤, 具有方便, 高效, 不容易受污染等特点。



GDI-ICPMS System 气体直接进样技术

### GDI-ICPMS 直接定量分析气体中金属杂质

#### Quantitative analysis of semiconductor gas using GDI-ICP-MS method

unit: pg/L (gas)

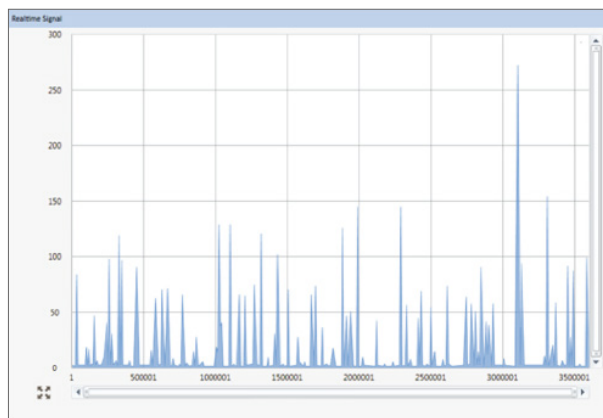
Gas Sample	Na	Mg	Al	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni
CO2	0.3	0.1	0.1	1.9	20.1	0.2	0.0	0.0	0.1	2.1	3.8
N2	1.2	0.2	0.2	0.9	3.8	0.1	0.1	0.1	0.1	0.8	1.0
CO	0.9	0.2	0.2	1.0	3.0	0.2	0.0	19.6	5.2	S	18260
N2O	0.3	0.1	0.3	5.5	20.3	0.1	0.0	0.1	0.3	68.5	6.1
O2	0.3	0.1	0.2	1.7	18.3	0.0	0.0	0.0	0.2	27.3	3.8
NF3	0.5	0.1	0.5	3.1	21.2	0.0	0.0	0.1	0.6	1.3	5.9
Kr	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	5.0	1.2
C2H4	0.7	0.1	0.7	3.1	13.3	0.0	0.0	0.1	0.7	8.7	6.5
CH3F	1.0	0.1	0.7	3.5	14.4	0.0	0.0	0.2	0.7	2.2	6.4
NH3 10%	0.0	0.1	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	32.2	0.6
Gas Sample	Co	Cu	Zn	As	Mo	Ag	CD	Ba	W	Pb	Remarks
CO2	0.1	18.8	0.2	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	5N
N2	0.1	4.8	29.3	0.0	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	6N
CO	4.7	5.8	1.7	0.0	333	0.0	0.0	0.0	0.8	0.2	4N
N2O	0.2	27.7	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	5N
O2	0.1	20.1	0.0	0.0	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	6N
NF3	0.1	42.5	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	5N
Kr	0.0	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	4.2	0.0	0.0	0.0	6N
C2H4	0.1	45.4	0.0	0.0	0.2	0.0	0.1	0.0	0.2	0.0	4N
CH3F	0.1	55.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	4N
NH3 10%	0.0	3.4	0.0	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	Ar

## Nano-particle 分析

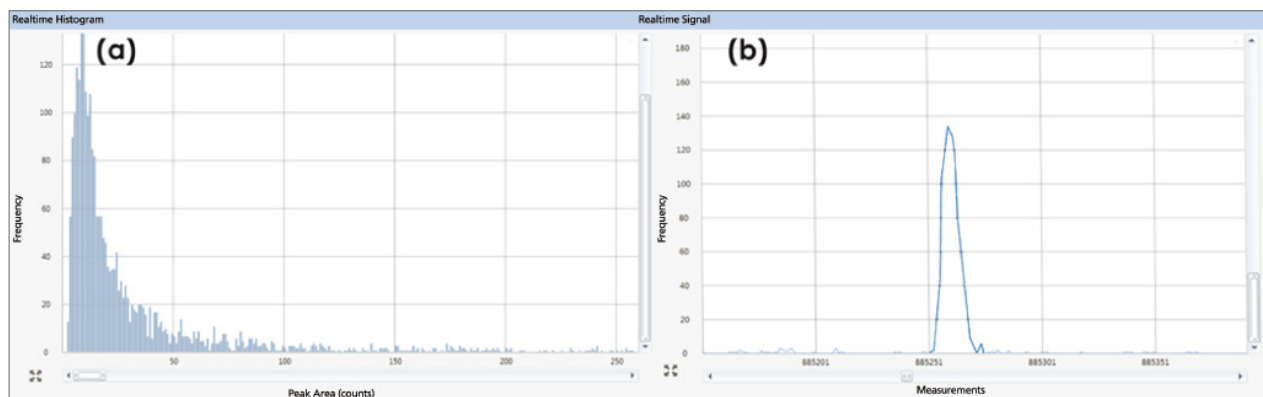
- 半导体有机试剂中纳米颗粒分析 (Single particle-ICP-MS)

### 半导体有机试剂中纳米颗粒的分析 (Single particle-ICP-MS)

单颗粒 (Single particle) ICP-MS 技术已成为纳米颗粒分析的一种常规手段, 采用不同的进样系统, 能在 100-1000 颗粒数每毫升的极低浓度下对纳米颗粒进行检测、计数和表征。除了颗粒信息, 单颗粒 ICP-MS 还可以在未经前级分离的情况下检测溶解态元素浓度。众所周知, 铁离子 ( $^{56}\text{Fe}^+$ ) 受到等离子体引起的  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$  的严重干扰。利用氨气作反应气的动态反应池技术是消除  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$  对铁离子最高丰度同位素干扰  $^{56}\text{Fe}^+$  有效的途径, 且只有对  $^{56}\text{Fe}^+$  的分析才能获得含铁纳米颗粒分析低的检出限。



90% 环己烷 /10% 丙二醇甲醚混合液测定图谱, 有含铁纳米颗粒检出



TMAH 中含铁纳米颗粒结果图谱: (a)、粒径分布; (b)、单个含铁纳米颗粒实时信号

### TMAH 中含铁纳米颗粒粒径和浓度

Sample	Most Frequent Size (nm)	Particle Conc. (particles/mL)	Dissolved Intensity (counts)
1	27.6	43809	0.11
2	26.6	43253	0.08
3	26.9	42617	0.08
Average	27.0	43226	0.09
Std.Dev.	0.513	596	0.02
RSD	1.90%	1.38%	19.2%

### 由 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 到总铁的质量换算

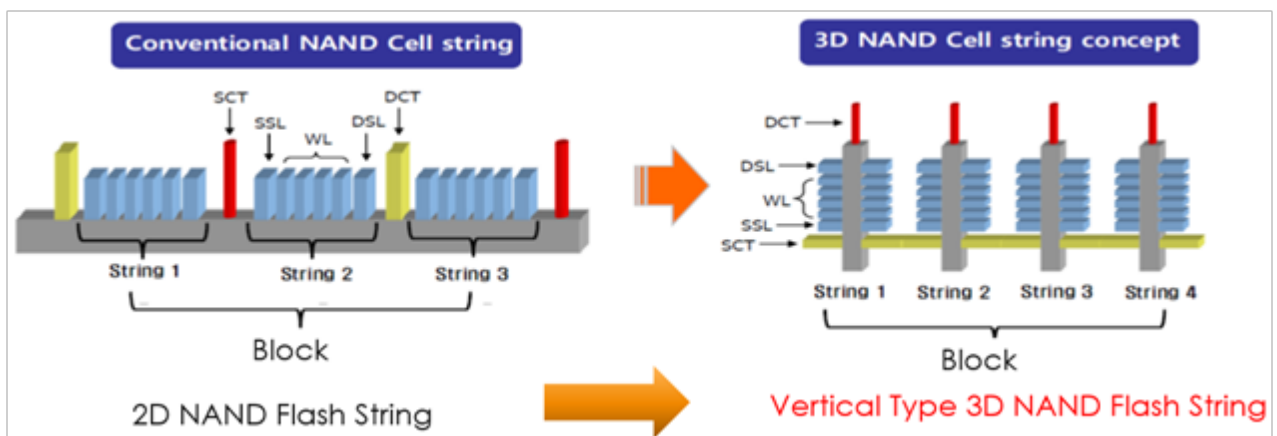
Sample	Mean Size (nm)	Particle Conc. (part/mL)	Mass of individual $\text{Fe}(\text{OH})_2$ particle (g)	Fe Concentration (ppt)
1	41.6	43809	1.28E-16	3.92
2	41.0	43253	1.23E-16	3.71
3	40.0	42617	1.14E-16	3.40
Average	40.9	43226	0.00	3.68
Std.Dev.	0.80	596	7.09E-18	0.262
RSD	1.98%	1.38%	5.83%	7.11%

## On-line 分析

- On-line ICP-OES 在线监控磷酸中的硅含量

### (On-line ICP-OES) 在线监控磷酸中的硅含量

在立式 3DNAND 闪存的生产工艺中, 需要使用磷酸进行湿法刻蚀, 而这种特殊的, 高选择性氮化的磷酸中硅含量至关重要。在生产过程中, 必须监控磷酸中硅的含量以控制工艺质量。当磷酸中硅含量发生改变时, 必须排空并更换磷酸。而此中高选择性磷酸的价格非常昂贵。而 Avio 500 紧凑的体积非常适合空间有限的 Fab 厂; 垂直炬管配合独特的切割尾焰技术, 不需要任何维护也能获得理想的数据稳定性。



# 珀金埃尔默半导体行业 有机物检测方案

针对半导体行业对高纯试剂，原料等纯度和杂质检测以及对良品率有直接关联的洁净室中有机污染物（AMC）监控的需求，珀金埃尔默公司提供全套解决方案。

自 1955 年 Perkinelmer 公司发明第一台商业化气相色谱仪以来，珀金埃尔默公司在有机化合物检测上不断推动技术进步，并先后发明了实用化的气质联用技术以及可实现离线和在线空气监测的热脱附技术。珀金埃尔默公司完整的产品线和数十年的应用经验，为半导体行业的有机物检测提供了更灵敏，更稳定的解决方案，并赢得了行业内客户的青睐。

## 热脱附 - 气相色谱 / 质谱



热脱附仪可实现洁净室或生产区域内空气的在线或离线采集进样，并检测出极低浓度 (<ppb) 的有机污染物。

气相色谱 / 质谱与热脱附联用，可安装于固定控制中心或采用移动式设计，实现采样管或采样罐采样离线分析区域内空气有机污染物，并可实现多监控位点的实时在线自动监测。

## 气相色谱 / 质谱联用



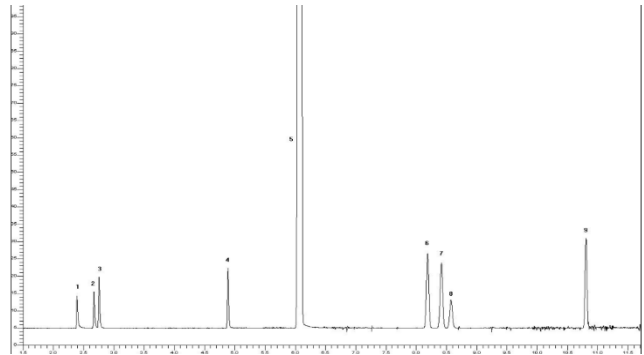
气相色谱采用高灵敏度、免维护的氢火焰离子化检测器(FID)和高分离度的专用色谱柱，为实时在线有机污染物的监控提供准确稳定的数据。

质谱仪作为气相色谱的多功能检测器，具有高灵敏度和准确性功能，可用于原料，试剂等的组成和杂质的定性定量分析。珀金埃尔默公司的气相色谱质谱联用仪，具有快的抽真空稳定时间和简单的操作维护，为半导体行业提供适应多场景和多种类样品的检测能力。

# 洁净室有机污染物检测



洁净室有机污染物监测 (AMC) 系统

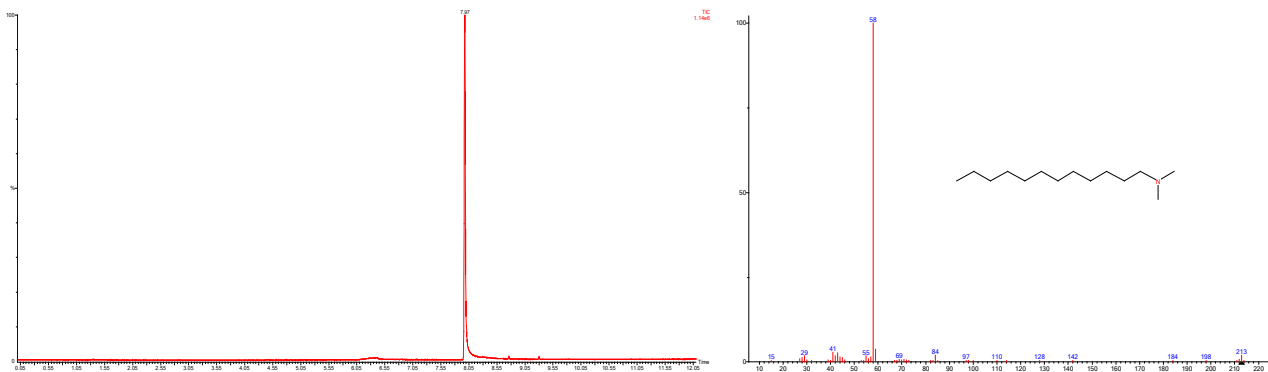


AMC 标准谱图

File Name	Date of Injection	Time of Injection	Time [min]	Acetone		IPA		Benzene		Toluene				
				Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)	Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)	Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)	Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)			
0728-sample_001.rst	7/28/2018	8:23:08 PM	10.31	8.8e+04	5.68	10.98	4.2e+04	2.73	19.38	1.4e+05	9.17	25.03	1.6e+05	10.28
0728-sample_002.rst	7/28/2018	9:33:44 PM	10.31	8.7e+04	5.58	10.99	4.2e+04	2.71	19.38	1.4e+05	9.14	25.03	1.6e+05	10.28
0728-sample_003.rst	7/28/2018	10:44:20 PM	10.31	8.8e+04	5.68	10.99	4.2e+04	2.70	19.38	1.4e+05	9.11	25.04	1.6e+05	10.22
0728-sample_004.rst	7/28/2018	11:54:58 PM	10.31	8.6e+04	5.56	11.00	4.2e+04	2.72	19.38	1.4e+05	9.09	25.03	1.6e+05	10.22
0728-sample_005.rst	7/29/2018	1:05:35 AM	10.31	8.4e+04	5.43	10.99	4.2e+04	2.69	19.38	1.4e+05	9.02	25.03	1.6e+05	10.11
0728-sample_006.rst	7/29/2018	2:16:11 AM	10.31	8.3e+04	5.65	10.99	4.2e+04	2.71	19.39	1.4e+05	8.99	25.04	1.6e+05	10.08
0728-sample_007.rst	7/29/2018	3:26:49 AM	10.31	8.6e+04	5.51	10.99	4.2e+04	2.67	19.38	1.4e+05	8.89	25.03	1.6e+05	9.97
0728-sample_008.rst	7/29/2018	4:37:28 AM	10.31	8.5e+04	5.44	10.99	4.2e+04	2.69	19.38	1.4e+05	8.95	25.03	1.6e+05	10.05
Averages			10.31	8.6e+04	5.58	10.99	4.2e+04	2.70	19.38	1.4e+05	9.04	25.03	1.6e+05	10.15
%RSD			0.02	1.71	1.71	0.03	0.71	0.71	0.02	1.09	1.09	0.02	1.07	1.07

File Name	Date of Injection	Time of Injection	Time [min]	EB		m,p-Xylene		o-Xylene		Styrene				
				Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)	Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)	Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)	Area [μV·s]	CONC. ppb(Toluene)			
0728-sample_001.rst	7/28/2018	8:23:08 PM	29.32	1.8e+05	11.54	29.70	3.5e+05	22.27	30.79	1.7e+05	10.97	30.85	1.6e+05	10.14
0728-sample_002.rst	7/28/2018	9:33:44 PM	29.32	1.8e+05	11.56	29.71	3.5e+05	22.32	30.79	1.7e+05	10.95	30.85	1.6e+05	10.23
0728-sample_003.rst	7/28/2018	10:44:20 PM	29.33	1.8e+05	11.50	29.72	3.4e+05	22.18	30.80	1.7e+05	10.98	30.86	1.6e+05	10.09
0728-sample_004.rst	7/28/2018	11:54:58 PM	29.32	1.8e+05	11.48	29.71	3.4e+05	22.14	30.79	1.7e+05	10.80	30.85	1.6e+05	10.22
0728-sample_005.rst	7/29/2018	1:05:35 AM	29.32	1.8e+05	11.36	29.71	3.4e+05	21.91	30.79	1.7e+05	10.79	30.85	1.5e+05	9.95
0728-sample_006.rst	7/29/2018	2:16:11 AM	29.33	1.8e+05	11.30	29.71	3.4e+05	21.83	30.80	1.7e+05	10.77	30.86	1.5e+05	9.98
0728-sample_007.rst	7/29/2018	3:26:49 AM	29.32	1.7e+05	11.22	29.71	3.4e+05	21.66	30.79	1.7e+05	10.67	30.85	1.5e+05	9.88
0728-sample_008.rst	7/29/2018	4:37:28 AM	29.32	1.8e+05	11.29	29.69	3.4e+05	21.79	30.79	1.7e+05	10.80	30.85	1.5e+05	9.88
Averages			29.32	1.8e+05	11.41	29.71	3.4e+05	22.01	30.79	1.7e+05	10.84	30.85	1.6e+05	10.04
%RSD			0.01	1.11	1.11	0.02	1.12	1.12	0.01	1.01	1.01	0.01	1.47	1.47

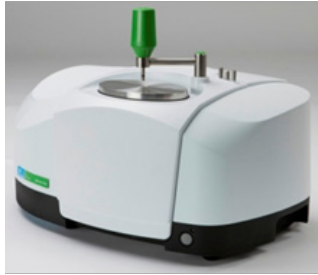
AMC 实时自动监测系统的稳定性数据, 重现性 <2%



高纯试剂 N,N 二甲基十二烷基胺分析谱图

# 珀金埃尔默半导体行业材料组份检测方案

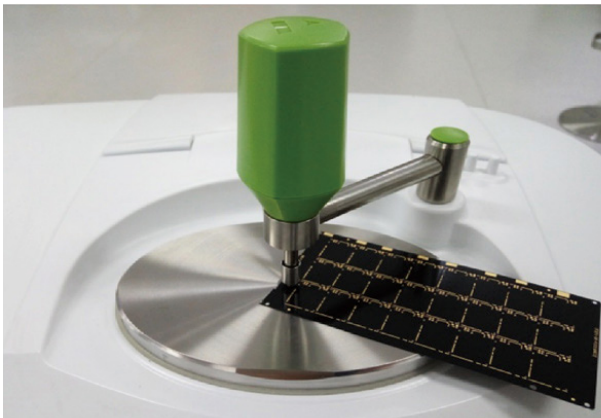
## 红外光谱仪测试电路板胶水固化率



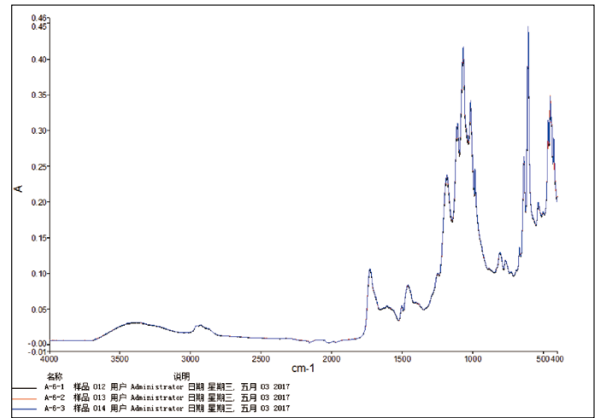
Spectrum Two 傅里叶变换红外光谱仪

- Optics Guard 技术, 无惧潮湿环境
- DynaScan 干涉仪技术, 高级别的稳定性
- Atmospheric Vapor Compensation 技术, 实时扣除空气背景中 H<sub>2</sub>O 和 CO<sub>2</sub> 干扰, 确保数据可靠

UV 胶固化过程会存在光固化及热固化过程, 光固化过程为活性丙烯酸基团聚合反应, 而热固化过程为环氧基团聚合反应。两种活性基团反应量越多, 固化程度越彻底。固化程度不仅影响到阻焊性能, 同时影响到后续工序的制作难度, 故对电路板固化率的了解和控制非常重要。利用红外光谱仪测试反应前后活性基团特征吸收峰的变化来计算固化程度, 操作简单, 快速方便。依据环氧基团特征吸收峰比例变化来判断热固化率程度, 依据丙烯酸特征吸收峰比例变化来判断光固化率程度。



使用金刚石 ATR 测试电路板



同一样品三个不同位置光谱

### 固化率计算参数

基因	吸收峰波长 (范围)	峰值	原料	固化后样品
环氧基 (热固化)	931-915cm <sup>-1</sup>	925cm <sup>-1</sup>	A <sub>0</sub>	A <sub>1</sub>
丙烯酸基 (光固化)	1422-1392cm <sup>-1</sup>	1407cm <sup>-1</sup>	B <sub>0</sub>	B <sub>1</sub>
基准点 (调料部分)	625-572cm <sup>-1</sup>	608cm <sup>-1</sup>	C <sub>0</sub>	C <sub>1</sub>

### 样品固化率测试结果

光固化率 (%)		光固化率 (%)	
3 次测试值	平均值	3 次测试值	平均值
99.6	99.5	97.8	97.7
99.3		97.5	
99.6		97.7	

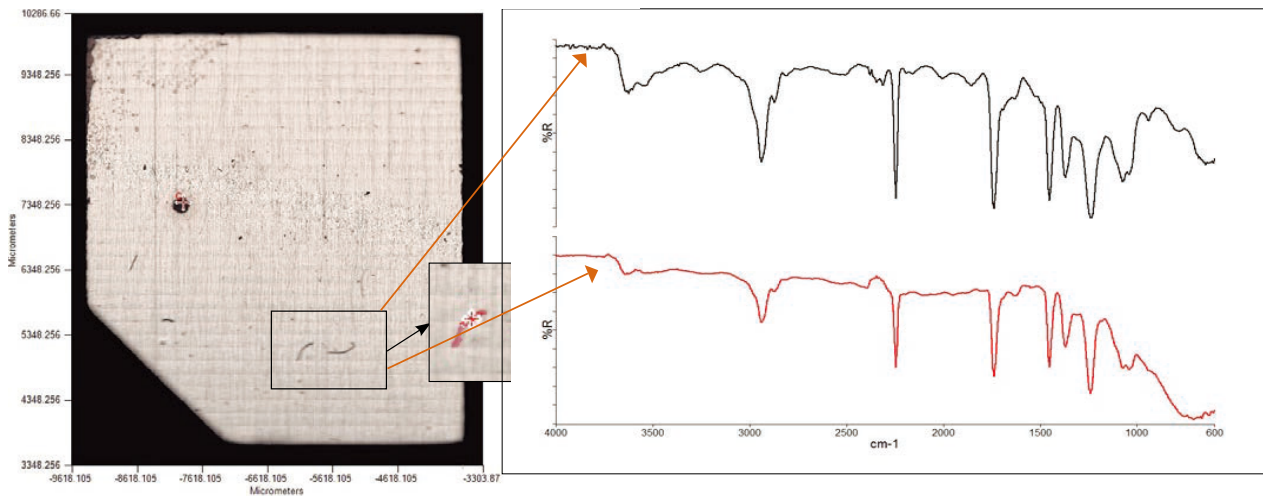
## 红外显微镜测试电路板污染物



Spotlight 200i 全自动红外显微镜

- 分体式设计, 理想的常规和显微红外功能
- 自动聚焦, 自动照明, 3D 自动样品台, 轻松完成操作
- 垂直式 ATR 晶体, 坚固耐用, 压力连续可调, 应对各种样品

电路板上的污染物会导致产品质量问题, 严重时甚至会发生短路。对电路板上的污染物的检查, 非常重要。红外显微镜可以检测、分析和鉴别小到几微米的样品, 是电路板上的微观污染物检查的有效手段。测试时, 污染物无需剥离出来, 可使用显微 ATR 的方式, 直接测试。



红外显微镜下电路板上发现自动检测到两个纤维状污染物

两个污染物的显微 ATR 谱图。利用谱图对比, 上图确认为丙烯腈 - 甲基丙烯酸丁酯共聚物; 通过混合物检索功能发现, 下图还有氧化锡存在

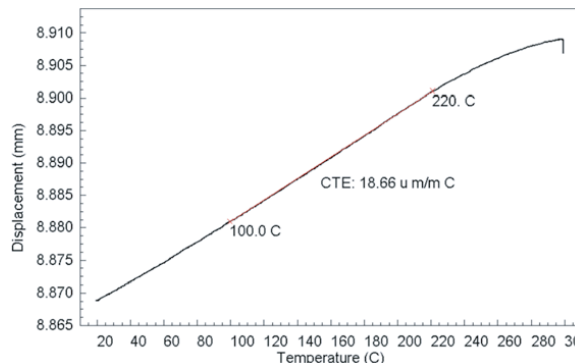
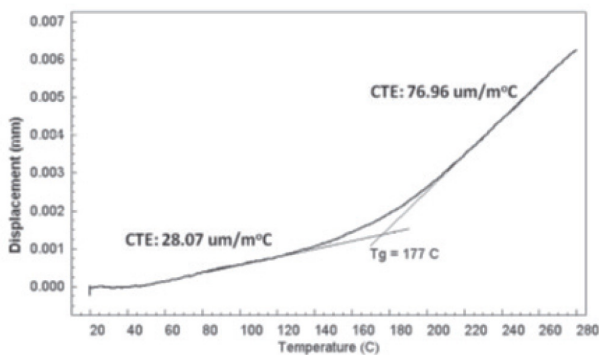
## 热机械分析仪测试热膨胀系数



TMA 4000 热机械分析仪

- 受控制的温度, 高灵敏度的位置传感器提供了大的灵敏度
- 悬浮阻尼探头将环境噪音的误差降低, 且保护了石英附件
- 高外形的炉子牢固并使得温度梯度的减小
- 为常规标准化测试设计的软件

电子元件、基板、焊料等材料的热膨胀系数 (CTE) 的匹配对电路板的可靠性有着重要影响。封装器件的主要破坏原因之一是各构件材料热膨胀系数不匹配而引起的热应力问题。热机械分析 (TMA) 长期以来应用于测量电路板、电子元件和连接材料的 CTE。



左图是 PC 板 Z 轴方向的热膨胀测试结果，玻璃化温度  $T_g$  在  $177^\circ\text{C}$ ， $T_g$  前后的 CTE 差别很大。右图是 PC 板 XY 轴方向的热膨胀测试结果，没有明显的  $T_g$ ，表明玻璃纤维填料（同样还有涂层）抑制线路板膨胀卓有成效

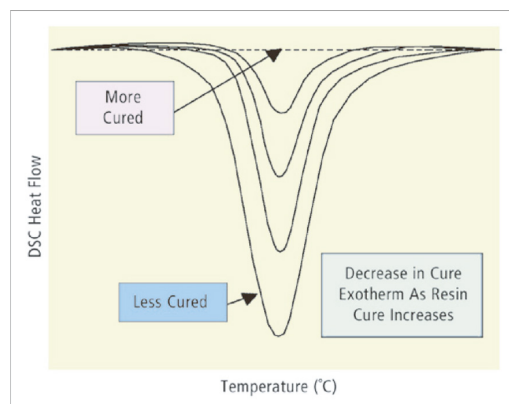
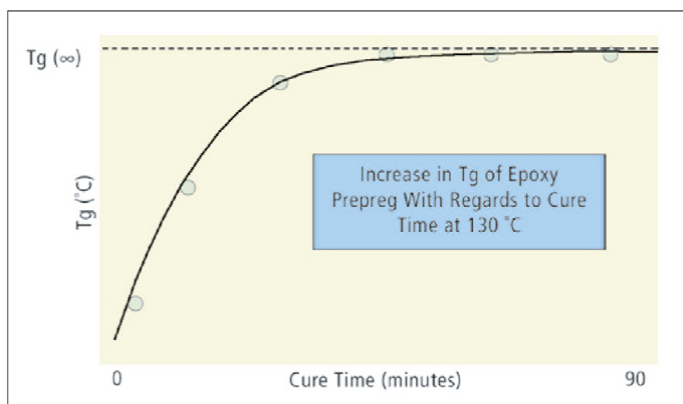
## 差示扫描量热法测量基板固化程度



DSC 8000 功率补偿型差示扫描量热仪

- 功率补偿型设计，直接量测热量，量热精度高
- 小炉体设计，控温精准快速，灵敏度高
- 可实现严格的等温结晶，等温固化及氧化诱导期的操作

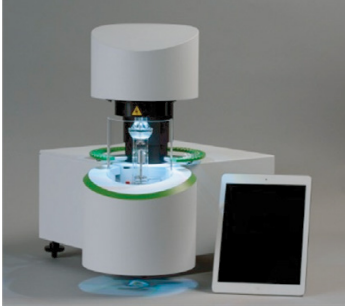
在制造印刷电路板或覆晶封装的过程中，环氧基体固化和环氧基材料的尺寸特性十分关键。必须确保环氧材料达到足够高的固化度，以确保良好的稳固性。DSC 用于确定环氧树脂或 PCB 所达到固化程度，可使用玻璃化转变温度  $T_g$  和剩余固化热两种方式。



环氧树脂的  $T_g$  随固化程度升高。玻璃化温度数值达到一个平台期，即  $T_g(\infty)$ ，表明交联反应接近完成

DSC 曲线显示，环氧树脂的固化放热峰值随着固化程度的增加而减小。当固化程度较高时，就无法再检测到放热峰了

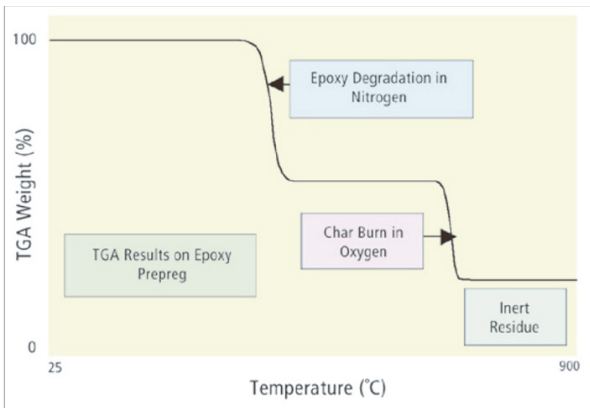
## 热重分析仪测试基板成分浓度



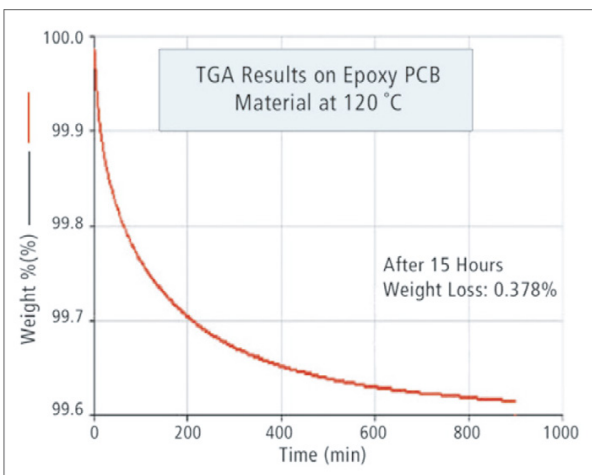
TGA 8000 热重分析仪

- 低质量炉体，精确控温，线性升温速率范围 0.1oC/min 至 500oC/min。
- 高灵敏度超微天平，称重精度高，可达 0.001%。
- 高精度气体质量流量控制模块
- 独特的色彩实时标记功能可以直观的提示操作人员仪

热重分析 (TGA) 用于测量加热或等温条件下样品重量的损失和分解温度。为了控制和 / 或降低 PCB 或密封剂的膨胀率，会在环氧树脂中加入玻璃纤维或硅石等惰性材料。必须知道半固化片或复合物中环氧和填料的浓度，因为这些成分信息对材料的用途特性有重大影响。



一种用以生产印刷电路板的环氧 - 玻璃纤维半固化片材料的 TGA 结果。样品在氮气中加温到 700°C，然后在氧气中燃尽任何碳焦，以留下残余的惰性材料（玻璃纤维）。得出总环氧含量（在氮气和氧气中的重量损失）为 67.0%，而惰性玻璃纤维残留含量为 33.0%。环氧降解的起始温度表明了其热稳定性。一般而言分解温度越高，则稳定性越高。

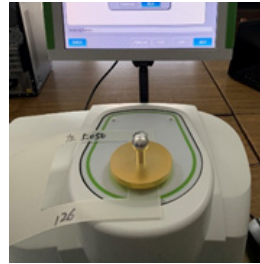


在固化过程中，要求挥发份损失较低，以减少 PCB 和密封剂中空洞的发生。图中结果表示 120°C下，处于等温条件下的一种环氧树脂的 TGA 质量损失仅为其质量的 0.367%。产生的挥发份少，表明树脂在加工过程中不容易产生空洞。

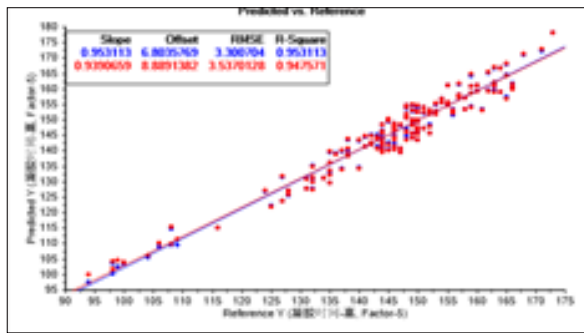
## 近红外光谱仪测试覆铜板 (CCL) 凝胶时间和胶含量

覆铜板作为 PCB 印刷电路板的基材, 其中的绝缘材料即粘结片在生产过程中需要检测凝胶时间和胶含量两个指标, 以确保产品的质量。目前的凝胶时间人工检测人为性影响太大, 胶含量检测需要裁减称重, 效率较低, 故需要一种快速无损智能化的分析方法。而近红外分析方法恰巧满足此方面的需求。

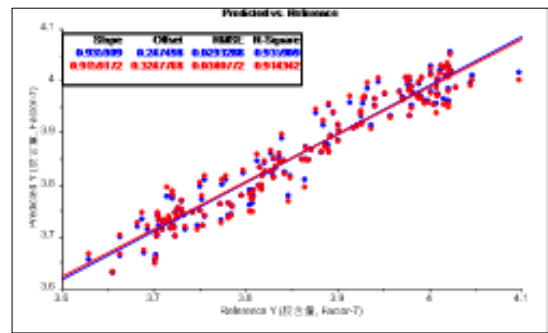
实验室用近红外光谱检测方法一分钟以内可同时检测两个参数, 无任何人为性影响, 在节约人力的前提下, 对于指导生产工艺及时作出调整, 保证产品的稳定性和一致性具有积极的意义。而在线近红外分析技术, 可以直接安装于生产线上, 可以实时读取监测点的参数数据, 以便于及时发现调整工艺, 确保终产品 100% 合格。



FT 9700 近红外光谱仪测 DA7440 在线近红外分析仪  
试覆铜板绝缘片



NVU4 型产品凝胶时间近红外模型



NVU4 型产品胶含量近红外模型

### 已有近红外模型效果

产品类型	参数	定标范围	相关系数 $R^2$	标准偏差 SECV
NUV-4	凝胶时间 (S)	94-173	0.95	3.53
	胶含量	3.02-4.06	0.91	0.034
NUV-9D	凝胶时间 (S)	131-167	0.84	3.38
	胶含量	3.74-4.43	0.93	0.039

珀金埃尔默企业管理 (上海) 有限公司  
地址: 上海张江高科技园区张衡路1670号  
邮编: 201203  
电话: 021-60645888  
传真: 021-60645999

中文网址: [www.perkinelmer.com.cn](http://www.perkinelmer.com.cn)

客户服务电话: 800 820 5046 400 820 5046

要获取我们位于全球的各个办公室的完整列表, 请访问 <http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs/>  
版权所有 ©2013, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。

本资料中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知。



欲了解更多信息,  
请扫描二维码关注我们的  
微信公众账号