利用ACQUITY UPC²应对半导体行业先进光刻材料(光刻胶)开发与供应所面临的挑战

目的

提供对配方产品的直接、准确和快速的分析。利用超高效合相色谱(ACQUITY UltraPerformance Convergence Chromatography™, UPC²™)，以最少的样品制备对平板印刷品进行快速而直接的色谱分析。

背景

光刻材料，比如光刻胶和防反射涂层，是专门为电子业生产的配方型特种涂层。在高反射率衬底上处理时，这两种涂层经常结合使用，以尽量减少刻痕并控制线宽，从而改善图案转移。染色光刻胶则是将防反射涂层与光刻胶进行有机结合的统一体。该系列中的许多产品都采用芳香偶氮染料，如苏丹红(Sudan dyes)系列[1,2,3]。

由于染料分析、染料溶解性的不同以及其它制造偏差，因此需要进行产品分析，以便对染料浓度进行校准调节。目前的分析方法是对流延膜进行紫外测量，并进行功能评价，这样会产生没有特定组分信息的大量数值。因此，需要进行其它的功能测试，这样会增加制造周期，以及超过2,000美元/批次的测试成本。此外，通常采用正相HPLC检测来进行记入错误的批量校正。HPLC检测循环时间为12至24小时，涉及大量的样品制备，包括聚合物沉淀和过滤。

图1. ACQUITY UPC²系统。

解决方案

该技术简报介绍了利用Waters® ACQUITY UPC²系统(基于超临界流体色谱法的原理)，进行配方产品的分析方法。最终的配方产品用四氢呋喃稀释10倍，装入样品瓶，然后直接进样－不需要大量的样品制备，如聚合物沉淀、过滤或冗长的系统平衡过程。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

图2所示为混合标准溶液、空白非染色产品和带混合染料包的全制剂产品的色谱图。在不到2分钟的时间内，4种染料以及典型染料杂质，均得以基线分离。

采用基于混合染料标准品的外标校正法，可轻松实现产品中分析物的定量，如表1所示，是4种产品混合物的分析数据。参照目标或配方产品分析，可提供产品中染料混合物的定量校准。

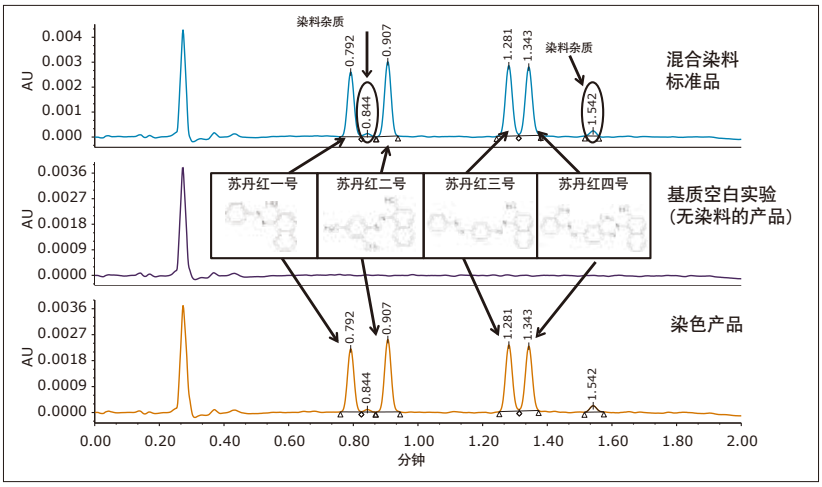

图2. 染色产品经10倍稀释后的ACQUITY UPC²色谱图未观察到来自于空白基质的干扰化合物。

参比产品	目标量	试验量	%目标
苏丹红 I	31.0	31.8	102.6
苏丹红 II	35.5	35.7	100.5
苏丹红 III	23.5	23.4	99.4
苏丹红 IV	26.1	25.7	98.4

测试混合物1	目标量	试验量	%目标
苏丹红 I	31.0	22.8	73.6
苏丹红 II	35.5	**27.4**	**77.2**
苏丹红 III	23.5	17.2	73.0
苏丹红 IV	26.1	18.8	71.9

测试混合物3	目标量	试验量	%目标
苏丹红 I	31.0	26.0	83.9
苏丹红 II	35.5	29.3	82.5
苏丹红 III	23.5	**20.2**	**85.8**
苏丹红 IV	26.1	22.1	84.6

测试混合物3	目标量	试验量	%目标
苏丹红 I	31.0	25.3	81.6
苏丹红 II	35.5	28.3	79.7
苏丹红 III	23.5	19.3	81.9
苏丹红 IV	26.1	**22.6**	**86.5**

表1. 调整稀释系数后光刻胶中染料的浓度(mg/kg)。测试混合物样品中染料的含量低于目标值。以粗黑体显示的结果表示相对浓度较高的化合物，需要额外调节。

三种测试混合物的中间试验表明，染料包的添加量过低。另外，对于每个产品中所混合的配方染料，分析突出了其中个别不成比例染料的含量。通过本分析方法可在比传统方法更短的时间内，对每个产品混合物进行配方校正，并直接反映出总染料含量以及相对染料比例。

总结

- 采用ACQUITY UPC²系统，通过简单的稀释和分析流程，在不到2分钟时间里快速完成产品分析，为制造控制提供了及时的反馈。
- 单个染料被轻松定量，满足产品要求。
- 三种被测产品混合物分析，不仅轻易地测定了染料含量，还测定了个别染料不成比例的量。
- 采用ACQUITY UPC²分析方法，可对生产批次加以调控，从而满足对单个组分的要求。
- ACQUITY UPC²可直接根据产品生产校正的需要，提供近乎实时的测定，方便产品成分控制，帮助消除记入错误和产品溢出。

参考文献

1. R F Sinta, T F Zydowsky. Dyed photoresists and methods and articles of manufacture comprising same. European Patent no. EP 0 930 543 A1.
2. M W Mongomery, C Hamaker. Sensitized chemically amplified photoresist for use in photomask fabrication and semiconductor processing. U.S. Patent no. 7067227B2.
3. A Zampini, P Trefonas, et al. Positive dye photoresist compositions with 2,4-bis(phenylazo)resorcinol. U.S. Patent no. 4983492.

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Waters是沃特世公司的注册商标。ACQUITY UltraPerformance Convergence Chromatography、ACQUITY UPC²、UPC²和The Science of What's Possible是沃特世公司的商标。其他所有商标均归各自的拥有者所有。

©2012年 沃特世公司印制于中国。
2012年6月 720004393ZH LL-PDF

沃特世科技（上海）有限公司
北京：010 - 5209 3866
上海：021 - 6156 2666
广州：020 - 2829 6555
成都：028 - 6554 5999

沃特斯中国有限公司
香港：852 - 2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com