

Nutech 罐采样-大气预浓缩系统检测半导体行业洁净室内外的挥发性有机物

优泰（湖南）环保科技有限公司 长沙 410205

背景介绍

随着半导体制程技术飞速发展，芯片线宽已经进入纳米级，对洁净室内的环境要求也越来越高。比细颗粒物污染物尺寸更小的气态分子污染物(AMC)，能深入到半导体器件的微观结构中，沉积在晶圆表面，影响器件的性能和良率，对半导体制程产生显著影响。已有研究表明：为最大程度减少 AMC 对工艺良率的影响，洁净室内的重点 AMC 浓度需要控制在万亿分之一（pptv）的水平。

半导体生产洁净室内的气态分子污染物 AMC 主要来源于外部环境空气和内部工艺过程等。内部环境产生的 AMC 可能来源于制造过程中产生、使用的化学品的释放（如清洗剂等）、洁净室内建筑材料等的释放、人员活动等。外部环境空气通过空气净化装置和过滤系统进入洁净室影响洁净室内空气环境。通过对洁净室内外气体的监测，可以判断 AMC 来源于外部环境还是内部源。甚至可以通过对不同生产工艺过程中 AMC 的监测，追踪 AMC 的影响。洁净室内外 AMC 的监测对于半导体中 AMC 的控制意义重大。

Nutech 解决方案

Nutech 作为全球领先的 VOCs 分析测试解决方案专家，基于对 VOCs 分析难点的深刻认识和应用解决经验的积淀，结合洁净室 AMC 分析的特点，在业内率先将罐采样-三级冷阱预浓缩系统应用于洁净室 VOCs 分析。



图1 Nutech 自动清罐仪、静态稀释仪、罐采样-自动采样器-预浓缩系统

目前暂无专门的半导体行业晶圆制造质控环节 VOCs 检测的方法标准，Nutech 参考现行方法 HJ759-2023《环境空气 65 种挥发性有机物的测定 罐采样/气相色谱-质谱法》。使用苏玛罐采集洁净室内外的空气样品，三级冷阱预浓缩技术进行定性定量分析，采用 Nist 库定性，内标法定量。

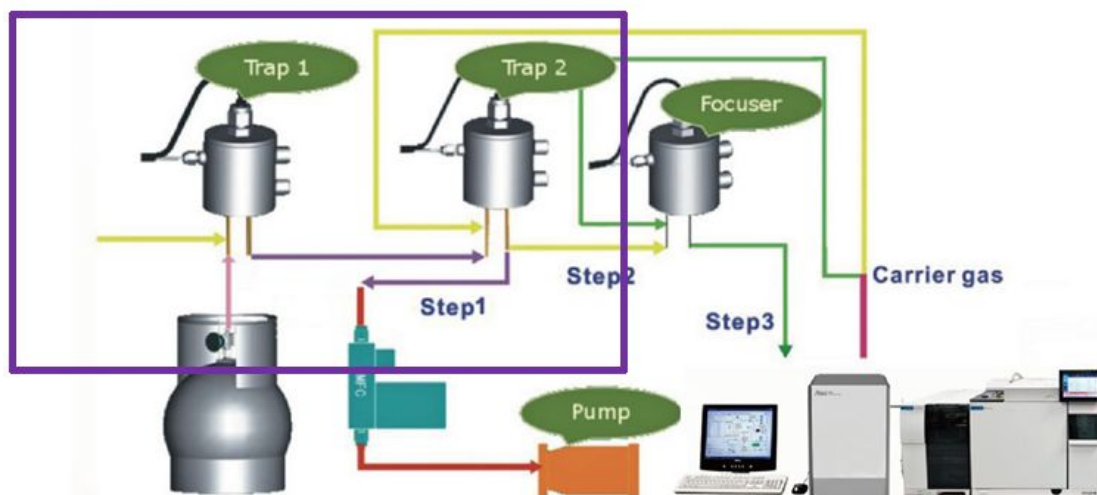


图 2 三级冷阱预浓缩系统技术原理图

采样罐采集的洁净室内/外的空气样品经自动进样器进入预浓缩系统，样品经过 trap1 脱水后，转移至 trap2 进行浓缩富集，然后反向解析冷冻聚焦在 trap3 中，在加热气的作用下 trap3 中的样品快速闪蒸注入 GC。超低温除水避免了化合物的损失和低温除水效率较低的难题。螺旋形吸附剂低温富集（冷阱）解决了化合物富集选择性的问题，增大安全取样体积，获得系统更高的灵敏度。纯物理冷冻聚焦阱确保小体积快速不分流进样，使峰形锐利，提高分离度。

测试结果

TO15 标气和芯片行业特征化合物标气谱图。

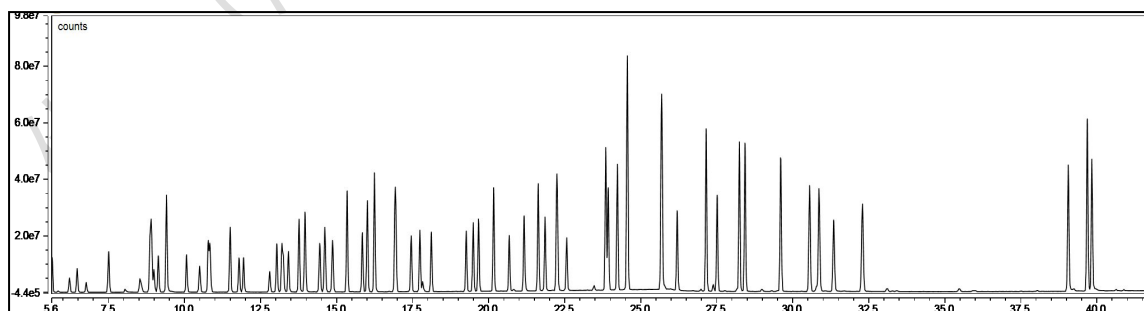


图 3 TO15 和芯片行业特征化合物谱图（TIC）

针对半导体行业重点关注的 VOCs 组分，我们建立了快速分析方法。一针样品可在 25 分钟内完成分析，极大的提高了分析效率。

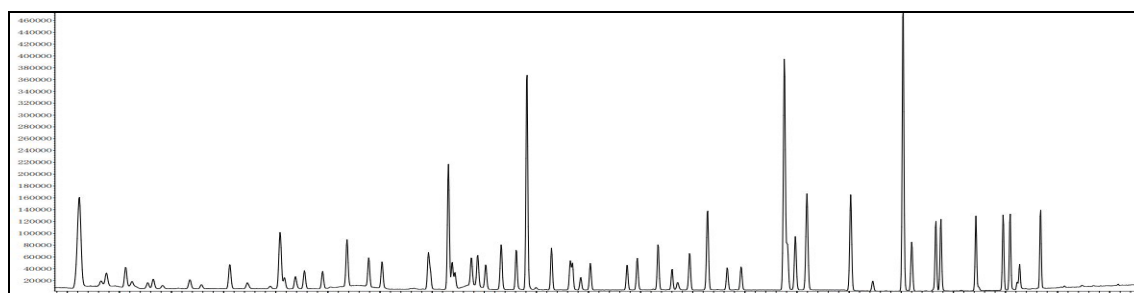


图 4 芯片行业特征化合物快速分析谱图

部分化合物的线性、检出限、精密度信息。

表 1 部分化合物的方法信息

序号	名称	CAS 号	保留时间 (min)	平均 RF RSD (%)	检出限 (ppb)	精密度 (%)
1	二氟二氯甲烷	75-71-8	5.749	4.34	0.041	2.56
2	1,1,2,2-四氟-1,2-二氯乙烷	76-14-2	6.195	6.56	0.043	2.64
3	一氯甲烷	74-87-3	6.331	5.45	0.041	2.35
4	氯乙烯	75-01-4	6.711	8.85	0.046	2.82
4	一氟三氯甲烷	75-69-4	8.895	2.52	0.038	2.31
5	丙烯醛	107-02-8	10.05	4.49	0.061	3.34
6	1,1-二氯乙烯	75-35-4	10.358	2.38	0.043	2.53
7	1,2,2-三氟-1,1,2-三氯乙烷	76-13-1	10.481	2.24	0.024	1.53
8	丙酮	67-64-1	10.877	7.04	0.058	3.40
9	异丙醇	67-63-0	10.899	13.58	0.058	3.48
10	二硫化碳	75-15-0	10.938	2.93	0.030	1.86
11	二氯甲烷	75-09-2	11.592	3.59	0.042	2.28
12	环己烷	110-82-7	16.199	2.23	0.034	2.07
13	四氯化碳	56-23-5	16.461	5.11	0.032	2.00
14	苯	71-43-2	16.942	2.46	0.034	2.15
15	1,2-二氯乙烷	107-06-2	17.004	2.72	0.037	2.18
16	正庚烷	142-82-5	17.528	4.19	0.032	2.02
17	丙二醇甲醚	107-98-2	18.361	8.72	0.051	1.69
18	甲苯	108-88-3	21.739	3.74	0.028	1.69
19	乙苯	100-41-4	25.765	5.21	0.039	2.63
20	间/对二甲苯	108-38-3/ 106-42-3	26.083	5.59	0.041	2.76
21	丙二醇甲醚乙酸酯	108-65-6	26.120	3.91	0.047	0.17
22	邻二甲苯	95-47-6	27.217	9.34	0.039	2.68
23	苯乙烯	100-42-5	27.257	11.46	0.046	2.78
24	对乙基甲苯	622-96-8	29.878	9.08	0.017	1.14
25	1,3,5-三甲苯	108-67-8	30.071	7.72	0.003	0.17

26	1,2,4-三甲苯	95-63-6	31.389	10.54	0.005	0.32
----	-----------	---------	--------	-------	-------	------

注：表格中为部分化合物

罐空白 TIC 图和洁净室外环境空气 TIC 图。

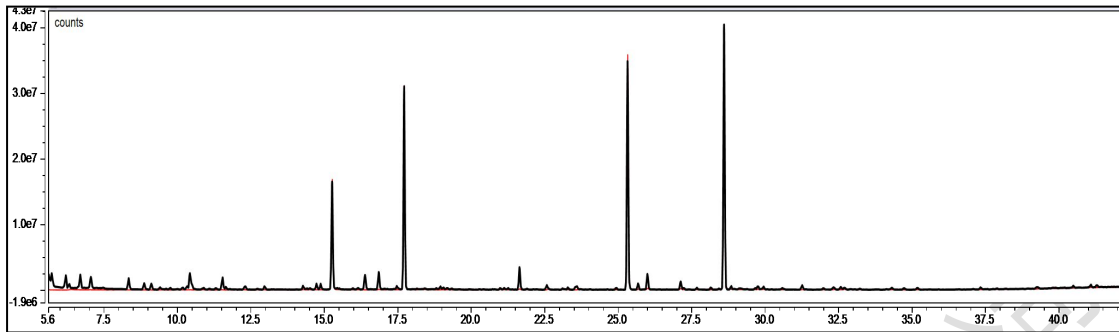


图 5 洁净室外空气（黑色）及空白（红色）TIC 图

结论

采用采样罐采集和三级冷阱预浓缩技术对洁净室内外的空气进行检测，可筛选洁净室的主要 VOCs 物种，判断 VOCs 的来源，为洁净室 VOCs 的管控提供数据支撑，减少洁净室 VOCs 的污染，提高晶圆的良率。Nutech 罐采样预浓缩系统在半导体行业应用成熟。并且针对客户需要对目标化合物进行快速分析的需求，我司也开发了半导体行业 VOC 快速检测的分析方法。

注：由于半导体行业的特殊性，无法公开洁净室内的空气数据。