

解决方案|ICP-OES 法测定半导体材料制备工艺中镓、铁、钒、铜、钙、镁、铝、锌和硫含量

目前，我国已经成为最大的半导体市场，并且继续保持最快的增速。伴随着国内半导体核心材料技术的突破，预计我国半导体材料市场需求将得到更大释放。半导体材料的生产过程涉及多晶合成、单晶生长后的切割、磨边、研磨、抛光、清洗等多道工艺及废液的处理等多步工艺程序。在生产过程中，各工艺步骤是否合格，需要准确可靠的检测手段。电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）常用来测定各种物质中常量、微量、痕量金属元素或非金属元素的含量，在半导体行业得到广泛的应用。本文利用 ICP-OES 建立了半导体材料生产工艺中特定环节中电解液、滤液、母液、尾液、合格液中镓、铁、钒、铜、钙、镁、铝、锌及硫元素的测定方法，供相关人员参考。

实验部分

仪器与试剂

ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪；

硝酸；

硫酸；

氢氟酸；

镓、铁、钒、铜、钙、镁、铝、锌、硫标准物质。

实验条件

元素	波长 (nm)	RF 功率 (w)	载气流量 (L/min)	辅气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)	PMT 电压 (V)
Ca	393.3660	1000	0.8	0.00	13.4	200
Fe	259.9400					
Mg	279.5530					
Zn	213.8560					
Cu	324.75399					
V	310.23001					
Ga	417.2060					
Al	394.4010					
S	182.0340					

样品前处理

分别取电解液、滤液、母液、尾液、合格液的上清液稀释一定倍数后直接进行上机检测。

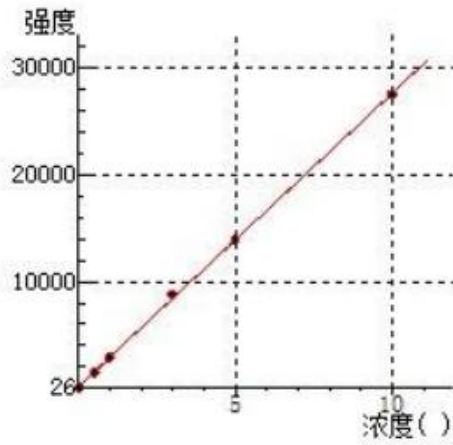
实验结果

标准曲线

按下表配置九种元素的标准溶液，依次按照实验条件上机测试，绘制标准曲线。

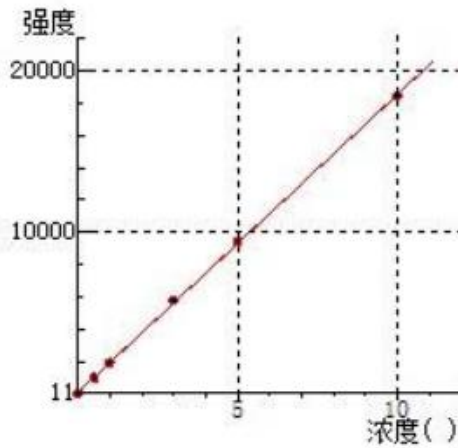
元素	浓度 (mg/L)					
Ca	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Fe	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Mg	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Zn	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Cu	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
V	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Ga	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Al	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
S	0.00	10.00	30.00	50.00	70.00	100.00

Ca元素-393.3660



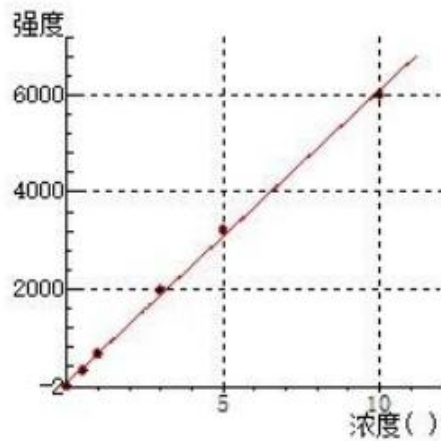
线性相关系数: 0.999813
一次曲线: $y=2752.8682x+143.3448$

Fe元素-259.9400



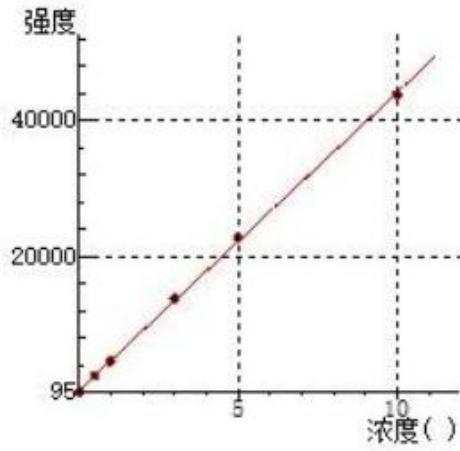
线性相关系数: 0.999908
一次曲线: $y=1845.9009x+75.8496$

Mg元素-279.5530



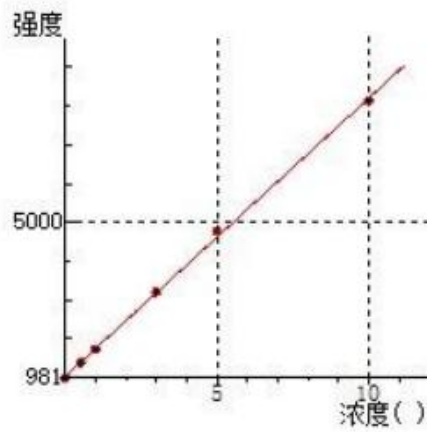
线性相关系数: 0.999133
一次曲线: $y=602.2238x+75.5503$

Cu元素-324.75399



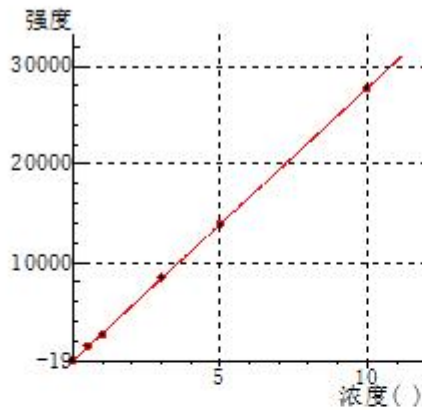
线性相关系数: 0.999788
一次曲线: $y=4379.4487x+349.7369$

V元素-310.23001



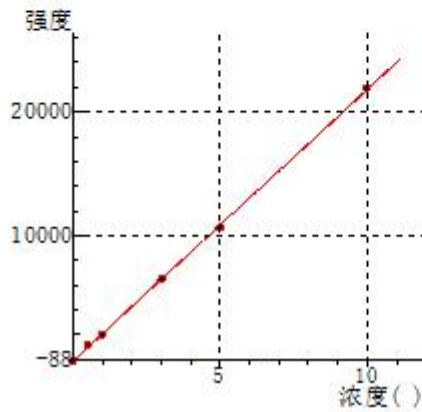
线性相关系数: 0.999601
一次曲线: $y=717.6917x+1026.1133$

Al元素-394.4010



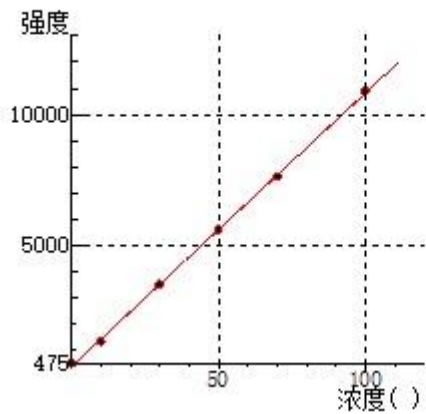
线性相关系数: 0.999965
一次曲线: $y=2773.2859x+9.0989$

Ga元素-417.2060



线性相关系数: 0.999892
一次曲线: $y=2192.5212x-101.0001$

S元素-182.0340



线性相关系数: 0.999803
一次曲线: $y=104.5875x+361.9008$

样品测试

将处理好的样品按照实验条件取适量上机检测，同时做平行性实验，检测结果如下：

单位：mg/kg (ppm)

元素	电解液	合格液	滤液	母液	尾液
Ca	5.669	22.48	8.595	0.3625	1.3218
Fe	2.697	/	2.490	0.4902	0.0713
Mg	/	/	0.2210	/	/
Zn	0.8777	0.1943	1.159	1.757	1.0614
Cu	/	/	/	/	/
V	43.61	23.90	68.14	258.49	259.05
Ga	5622.8	1266.9320	5556.0613	257.69	90.451
Al	148.85	19.8412	168.7565	65543	62576
S	13023	46344	14508	3107.66	2964.45

注：“/”表示未检出

重复性测定

实验中，分别对电解液、滤液及合格液样品中的 Al 及 Ga 元素进行重复性测定

实验，结果如下：

	Ga			Al		
	电解液	合格液	滤液	电解液	合格液	滤液
1	5.7023	12.6453	5.6651	1.4873	1.9753	1.6901
2	5.6535	12.6672	5.6100	1.4981	1.9672	1.6907
3	5.6298	12.6563	5.5101	1.4897	1.9797	1.7148
4	5.5511	12.7552	5.4891	1.4569	1.9806	1.6876
5	5.6772	12.6638	5.5181	1.4936	2.0040	1.6894
6	5.5546	12.6579	5.5368	1.4994	2.0045	1.6800
7	5.5910	12.6396	5.5632	1.4944	1.9775	1.6602
平均值	5.6228	12.6693	5.5561	1.4885	1.9841	1.6876
RSD%	5.9	3.9	6.2	1.4	1.4	1.6
结果 (mg/Kg)	5622.8	1266.9320	5556.0613	148.85	19.8412	168.7565

加标回收实验

实验中，对合格液、滤液及尾液样品中的 Al 元素进行了加标回收实验。加标回收率分别为 116.8%、98.6%及 118%。

实验总结

本文建立了半导体行业材料制备工艺过程中样品中镓、铁、钒、铜、钙、镁、铝、锌、硫等元素 ICP 方法测定含量的方法。实验中确定了样品中各元素测量的适宜仪器条件，并通过测定样品的重复性及加标回收率，确定了实验方法的可靠性及测试结果的准确性。实验结果表明：本方法具有操作简便、线性范围宽、准确度高、多元素同时测定等优点，可用于半导体生产各环节中多种金属及非金属元素的分析。