

# 半导体用硫酸铜电镀液中总有机碳含量分析

TOC-038

**摘要：**硫酸铜电镀液在半导体制造工艺中常用于电镀、刻蚀等关键环节，其所含有的有机污染物严重影响芯片等产品的性能，对硫酸铜电镀液中的总有机碳（TOC）含量进行精准检测是保障半导体产品质量的重要环节。本文使用总有机碳分析仪 TOC-V WP，采用直接法测试了半导体用硫酸铜电镀液中总有机碳含量，该方法操作简便，分析速度快，重现性好，适用于半导体用硫酸铜电镀液中 TOC 含量测试，为半导体用硫酸铜电镀液中有有机物污染控制提供了可靠的技术支持。

**关键词：**TOC-VWP 总有机碳分析仪 硫酸铜电镀液 总有机碳

## 技术特点：

- ❖ 样品直接进样无需前处理，使用八通阀在线加酸预处理，操作快速简便。
- ❖ TOC-VWP 采用紫外过硫酸盐结合加热方式氧化，灵敏度高，维护简单。

在半导体制造工艺中，硫酸铜电镀液广泛应用于电镀、蚀刻等关键环节，其所含有的有机污染物直接影响芯片质量和性能。有机污染物可能来源于原料、生产环境或工艺残留，这些有机物在高温或电化学反应中可能分解产生气泡、碳化物或杂质沉积，导致产品表面缺陷、线路短路或设备腐蚀。因此，对硫酸铜电镀液中的总有机碳（TOC）含量进行精准检测是保障半导体产品质量的重要环节。

硫酸铜电镀液主要成分为硫酸铜和硫酸，溶液呈强酸性且盐含量高达 20% 左右，由于半导体用硫酸铜电镀液中有有机碳含量较低，因此对仪器的灵敏度和硫酸盐耐受力提出了较高的要求，也为有机碳含量的测试带来了挑战。

目前，总有机碳分析仪氧化方式主要有高温催化

燃烧法和紫外氧化法。高温催化燃烧法中，样品溶液中含碳物质在燃烧管中与催化剂接触后氧化，而硫酸铜电镀液盐含量高，随着盐分在燃烧管中的残留使得测试结果偏差增大。TOC-V WP 有机碳分析仪采用紫外过硫酸盐结合加热方式对样品溶液中有有机物进行氧化，灵敏度高，且对高盐溶液兼容性好；独家设计的八通阀具有在线加酸去除无机碳和稀释功能，使用方便灵活。

本文使用总有机碳分析仪 TOC-V WP，采用直接法测试了半导体用硫酸铜电镀液中总有机碳含量，该方法操作简便，分析速度快，重现性好，适用于半导体用硫酸铜电镀液中 TOC 含量测试，为半导体行业生产过程中产品质量提供保障。

## 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

TOC-VWP 型总有机碳分析仪  
邻苯二甲酸氢钾（基准试剂级）

过硫酸钠（优级纯）  
磷酸（优级纯）

### 1.2 分析条件

TOC 主机载气流速：200 mL/min  
TOC 主机载气压力：200 kPa  
载气：高纯氮气

检测器：非色散红外检测器（NDIR）  
测试方法：NPOC 法  
进样体积：500  $\mu$ L

## ■ 样品前处理

样品无需前处理，直接上机采用直接法（NPOC 法）测试样品中有机碳含量。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线

使用邻苯二甲酸氢钾配制 0, 0.50, 1.00, 2.00, 5.00 mg/L 总碳标准溶液，绘制 NPOC 标准曲线，线性相关系数  $r=0.9999$ 。

表 1 NPOC 标准曲线

序列号	NPOC 浓度 (mg/L)	响应面积
1	0.000	7.699
2	0.500	99.02
3	1.000	197.2
4	2.000	384.3
5	5.000	985.2

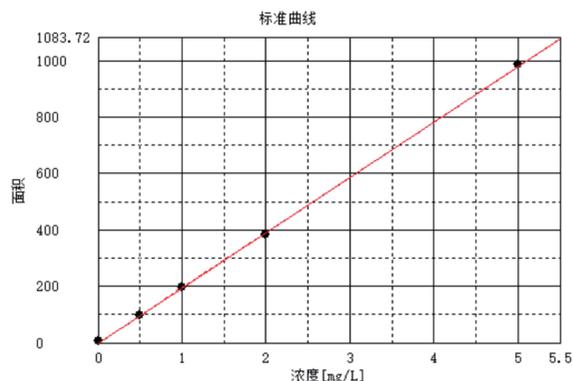


图 1 NPOC 标准曲线

### 3.2 进样体积考察

对硫酸铜电镀液进样 200, 500, 1000, 2000 和 3000  $\mu\text{L}$  考察不同进样体积对峰形轮廓和结果的影响，峰形轮廓图和结果分别见表 2 和图 2。

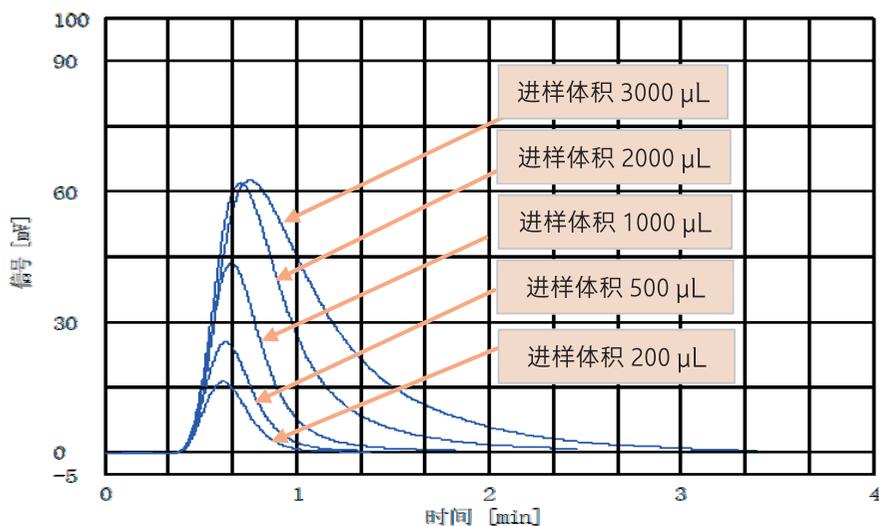


图 2 不同进样体积峰形轮廓图

表 2 不同进样体积测试结果

进样体积 ( $\mu\text{L}$ )	200	500	1000	2000	3000
有机碳测试值 (mg/L)	1.505	1.496	1.458	1.460	1.465

从图 2 中可以看出当硫酸铜电镀液进样体积超过 1000  $\mu\text{L}$  时，峰形轮廓存在拖尾现象，严重拖尾会导致测试结果偏差大。本实验中最终使用 500  $\mu\text{L}$  进样量测试样品中有机碳含量。

### 3.3 稳定性和准确度考察

在进样量为 500  $\mu\text{L}$  条件下使用 NPOC 法对样品进行连续 10 次测定，结果见表 3。

表 3 稳定性和准确度考察结果

样品名称	测试次数 (n=10)	有机碳测试值 (mg/L)	平均值 (mg/L)	RSD (%)	加标量 (mg/L)	加标回收率 (%)
硫酸铜 电镀液	1	1.496	1.495	0.59	1.00	96.7
	2	1.511				
	3	1.490				
	4	1.485				
	5	1.490				
	6	1.497				
	7	1.507				
	8	1.496				
	9	1.486				
	10	1.487				

## ■ 结论

使用 TOC-V WP 总有机碳分析仪建立了半导体用硫酸铜电镀液中有机碳的测试方法，TOC-V WP 通过高灵敏度检测与抗干扰设计，为半导体用硫酸铜电镀液中有机污染控制提供了可靠的技术支持。

岛津应用云

