

应用 MALDI-8030 检测光刻胶中酚醛树脂的分子量

MALDI-049

摘要：本文应用基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱仪 (MALDI-TOF) 对光刻胶样品进行分析，采用反-2-[3-(4-叔丁基苯基)-2-甲基-2-亚丙烯基]丙二腈 (DCTB) 基质，在正离子模式下进行数据采集，结果显示，在 m/z 1-3600 范围内，检测到一系列不同聚合度的质谱峰，相邻质谱峰平均相差约 120 Da，与酚醛树脂单体 $-(C_8H_8O)_n-$ 分子量相符，聚合物质谱分布模式与酚醛树脂理论结构式相符。结果表明 MALDI-TOF 适用于光刻胶中酚醛树脂的分子量表征和合成情况确认，分析过程具有无需复杂前处理、分析速度快、分析成本低的特点。

关键词：基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-TOF 光刻胶 酚醛树脂 分子量检测

技术特点：

- ❖ MALDI-TOF 用于光刻胶等半导体材料中树脂分子量的快速确认。
- ❖ MALDI-TOF 实验可灵活使用多种溶剂，在优化采集参数方面更便捷。

光刻胶是芯片制造中光刻工艺最重要的耗材，被称为半导体材料皇冠上的明珠，是半导体产业最关键的材料。光刻胶由树脂、光酸、溶剂和添加剂按一定比例混合而成，在光照下能发生一定的化学反应而形成曝光区和非曝光区在显影液中溶解度的差异，实现图形的转移。其中，光刻胶树脂是高分子聚合物，不仅是光刻胶的骨架，也是最核心的成分。树脂的单体种类和比例等结构设计、树脂的分子量、分散度等会影响光刻胶的曝光能量、能量窗口、耐蚀性等性能，即树脂的质量和稳定性决定了光刻“成画”的水平。因此光刻胶树脂对光刻胶的性能而言

至关重要。

基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱仪 (MALDI-TOF) 是高分子聚合物分析的经典方法，无需复杂样品前处理，上机检测速度快，检测的主要是化合物的单电荷峰，谱图相对简单，易于解析。

本文展示了应用岛津 MALDI 家族最新型号台式机 MALDI-8030 分析光刻胶的方法，在正离子模式下成功检测到光刻胶中酚醛树脂的信号。结果表明 MALDI-TOF 适用于光刻胶中树脂的分子量检测，为半导体材料的检测提供方法参考。

实验部分

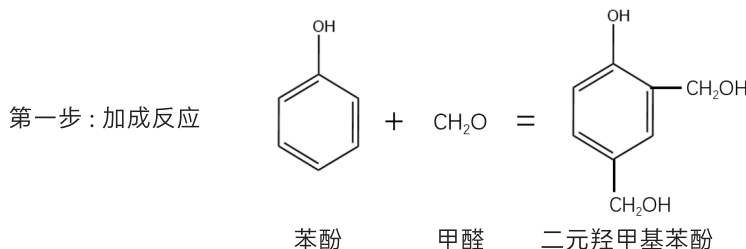
1.1 仪器

基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱仪 MALDI-8030

1.2 试剂与样品

基质：反-2-[3-(4-叔丁基苯基)-2-甲基-2-亚丙烯基]丙二腈 (DCTB)。

样品：光刻胶样品主要成分为酚醛树脂聚合物，酚醛树脂合成步骤见图 1，样品结构式信息如图 2，重复单元为 $-(C_8H_8O)_n-$ 。



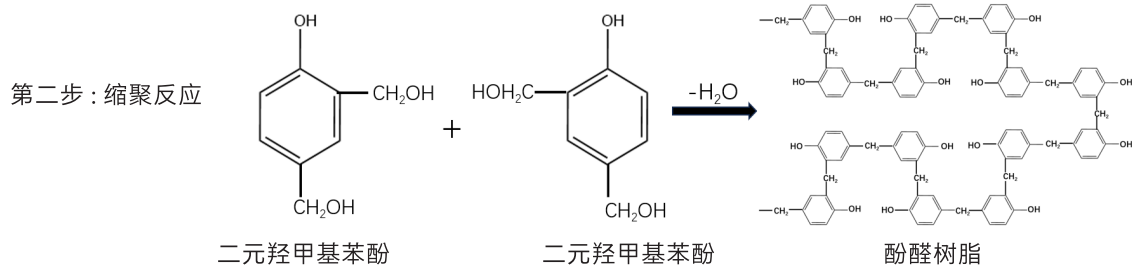


图 1 酚醛树脂合成反应

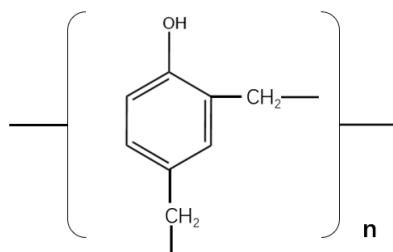


图 2 酚醛树脂结构式

1.3 分析条件

分析模式：线性正离子

扫描范围：m/z 1-3600

激光器：355 nm 固态激光器

激光能量：45

激光频率：200 Hz

■ 样品前处理

将光刻胶原液用丙二醇甲醚醋酸酯稀释 50 倍后作为样品工作液。用四氢呋喃 (THF) 将反 -2-[3-(4-叔丁基苯基)-2-甲基-2-亚丙烯基]丙二腈 (DCTB) 基质配制成 10 mg/mL 的基质溶液。用四氢呋喃 (THF) 将 AgTFA 配制成 5 mg/mL 的辅助盐溶液。将上述辅助盐溶液、样品工作液、基质溶液依次取 1 μ L 点在靶板上。待自然干燥后，将靶板送入质谱分析。

■ 结果与讨论

光刻胶样品主要成分为重复单元为 $-(C_8H_8O)_n-$ 的酚醛树脂聚合物，重复单元分子量约为 120 Da。光刻胶样品在正离子模式下进行质谱数据采集，质谱分析结果如图 3 所示，在 m/z 1-3600 范围内，检测到一系列不同聚合度的质谱峰，相邻质谱峰平均相差约 120 Da，与酚醛树脂单体 $-(C_8H_8O)_n-$ 分子量相符，聚合物质谱分布模式与酚醛树脂理论结构式相符。

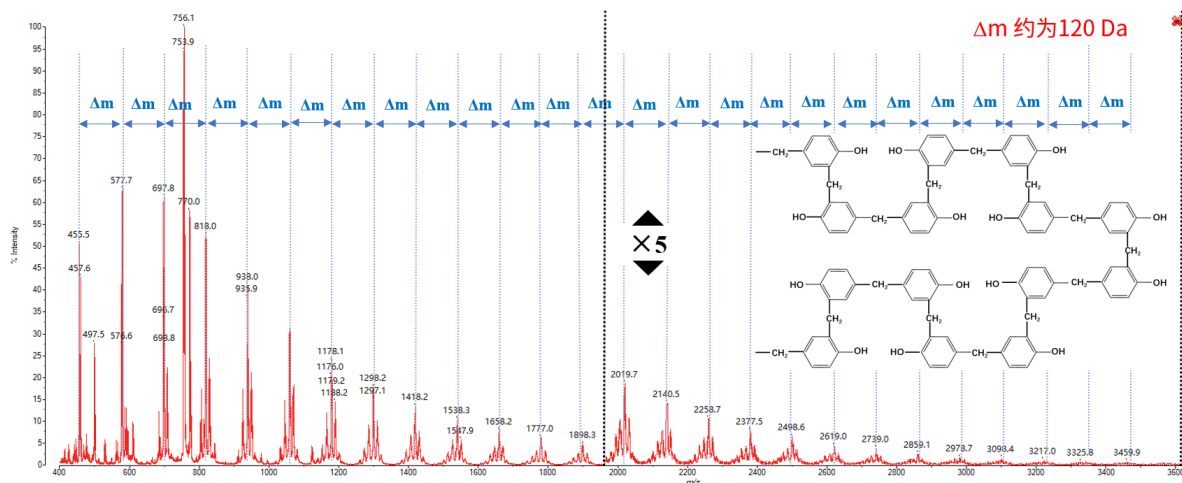


图3 光刻胶中酚醛树脂的质谱图 (m/z 1-3600)

■ 结论

本文应用岛津台式机 MALDI-8030 在正离子模式下对光刻胶样品进行分析，获得了其主要成分酚醛树脂的分子量信息，实现了 MALDI-TOF 对光刻胶树脂分子量分布、合成情况的快速确认。该方法无需复杂前处理，将光刻胶原液稀释后直接上样，具有分析速度快、成本低的特点。中国已进入芯片快车道，而光刻胶是半导体行业中不可或缺的“卡脖子”材料，本例为光刻胶树脂的分子量、分布范围等质量评价和质量控制提供方法参考，为集成电路、新型显示屏、印刷电路板等领域中半导体材料的合成质控提供新的检测思路。

岛津应用云

