

中华人民共和国国家标准

GB/T 43798—2024

平板显示阵列用正性光阻材料 测试方法

Test method of positive photoresist for manufacturing of flat panel
display array

2024-03-15发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 测试条件 2

 4.1 环境条件 2

 4.2 试剂材料 2

 4.3 其他配套 2

5 测试项目 2

 5.1 胶膜云纹 2

 5.2 曝光量 4

 5.3 曝光测试观察图形完整性 6

 5.4 关键尺寸(CD) 6

 5.5 残膜率 7

 5.6 固含量 8

 5.7 液体颗粒计数 9

 5.8 粘度 10

 5.9 相对密度 11

 5.10 水分质量分数 11

 5.11 金属杂质含量 11

6 试验报告 13

前 言

本文件按照GB/T1.1—2020《 标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任，

本文件由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)提出并归口。

本文件起草单位：京东方科技集团股份有限公司、上海彤程电子材料有限公司、中国电子技术标准化研究院、阜阳欣卖华材料科技有限公司、江阴润玛电子材料股份有限公司、福建泓光半导体材料有限公司。

本文件主要起草人：杨澜、程龙、吴怡然、赵俊莎、曹可慰、李琳、吴京玮、岳爽、李璐、戈烨铭、何到、曾成财、袁晓雷。

平板显示阵列用正性光阻材料 测试方法

1 范围

本文件描述了平板显示阵列用正性光阻材料的测试方法。
本文件适用于液晶显示器件、有机发光显示器件等显示阵列制造用正性光阻材料的性能测试。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则
GB/T 25915.1 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级
GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法
GB/T37403 薄膜晶体管液晶显示器(TFT-LCD) 用四甲基氢氧化铵显影液
GB/T 39486 化学试剂 电感耦合等离子体质谱分析方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

曝光量 exposure energy

光阻材料单位面积吸收光能或其他辐照能的剂量。
注：用于衡量光阻材料对曝光的敏感程度，光学曝光中在给定的曝光光源强度条件下，通常通过曝光时间长短调整曝光量。

3.2

基底片 substrate

用于光阻材料涂布的衬底材料。
注：本文件中基底片可以是单品硅片，外延硅片，以及平板显示用玻璃片等。

3.3

前烘 softbake/prebake

光阻材料通过涂布过程后，通过烘箱或热板方式将光阻薄膜内溶剂挥发，形成曝光工艺过程所需胶膜的过程。

3.4

后烘 hardbake

光阻材料经过涂布-前烘-曝光-显影后，通过烘箱或热板方式进行烘烤的过程。
注：将光阻薄膜内溶剂进一步挥发，以便用于后续工艺。

3.5

胶膜云纹 coating film mura

因光阻材料的厚度或密度不均匀、光阻材料中存在异物、涂布工艺不稳定等原因造成胶膜表面形成

的云纹状图案。

注：胶膜是指光阻材料经过涂布和前烘工艺后留在基底片上的光阻薄膜。

4 测试条件

4.1 环境条件

环境条件按下列要求进行：

- 环境温度：23 °C±2 °C；
- 相对湿度：30%~70%；
- 洁净环境：应符合 GB/T25915.1 中规定的 ISO 5级及以上洁净环境。

4.2 试剂材料

测试中宜使用下列试剂材料：

- 2.38%四甲基氢氧化铵，应符合GB/T37403 相关规定；
- 电阻率不小于18 MΩ·cm 高纯水，应符合GB/T33087 相关规定；
- 六甲基二硅氮烷，纯度不小于99.0%。

4.3 其他配套

测试中宜使用下列配套材料或设备：

- 基底片：形状选用带切边圆形以及方形，大小采用平板显示阵列各世代尺寸；
- 烘箱：温度范围40 °C~200 °C。

5 测试项目

5.1 胶膜云纹

5.1.1 测试原理

正性光阻材料在经过涂布和前烘后，因厚度不均匀，在胶膜云纹观察灯的光照条件下，胶膜表面会呈现出云纹等形状。通过用胶膜云纹观察灯，将基底片在不同方向下倾斜10°~40°，可清晰观察到因厚度不均匀出现的云纹。胶膜云纹通常为朝多方向放射状且多条纹路，颜色呈较明显色差。

5.1.2 测试设备

应使用下列设备进行测试：

- 涂布烘烤机：具备旋转涂布或刮涂涂布方式的商用涂布烘烤机(旋涂转速要求10 r/min~6000r/min. 控制精度 1 r/min; 刮涂行进速度要求10 mm/s~200 mm/s,控制精度 0.1 mm/s),烘烤方式采用热板、烘箱或其他辐射加热(温度要求50℃~150℃)；
- 膜厚测定仪：测量范围不小于3 μm, 精度要求1 nm；
- 胶膜云纹观察灯：去除紫外线(波长不小于500 nm)的观察灯，照度大于20 lm。

5.1.3 测试步骤

胶膜云纹按照下列步骤测试。

- a) 将测试仪器开机，并预热30 min 以上。
- b) 将需要测试的正性光阻材料放置在实验室环境下恒温30 min 以上，确保与环境条件温度相近。

- c) 将待使用基底片放置在含有六甲基二硅氮烷气氛的烘箱内进行基底片前处理。
- d) 用涂布烘烤机在已经前处理的基底片上旋转涂布或刮涂涂布正性光阻材料，并使用预设温度（宜采用90℃~120℃，以110℃为最佳，控制精度±2.0℃）进行前烘，使用膜厚测定仪测量基底片上正性光阻材料膜厚，保证正性光阻材料膜厚为3,00 μm±0.02μm。
- e) 当使用旋转涂布，则将桌面型胶膜云纹观察灯放置好，观察灯调至20cm~40 cm高度，将涂布有合适膜厚的正性光阻材料基底片置于观察灯正下方观察，将基底片向不同方向倾斜10°~40°，以看清基底片表面反射胶膜云纹观察灯倒影为主，示意如图1所示；当使用平板显示制造产线刮涂涂布，则胶膜云纹观察按照制造产线观察灯使用说明条件进行。
-) 当采用旋转涂布则对照图2中合格示例与不良示例，记录旋转涂布胶膜云纹测试结果；当采用刮涂涂布则对照图3中胶膜云纹(Mura) 合格示例与红圈所示不良示例，记录刮涂涂布胶膜云纹测试结果。



图 1 桌面型观察灯观察胶膜云纹

合格示例	0				
不良示例					

图 2 旋转涂布胶膜云纹示例

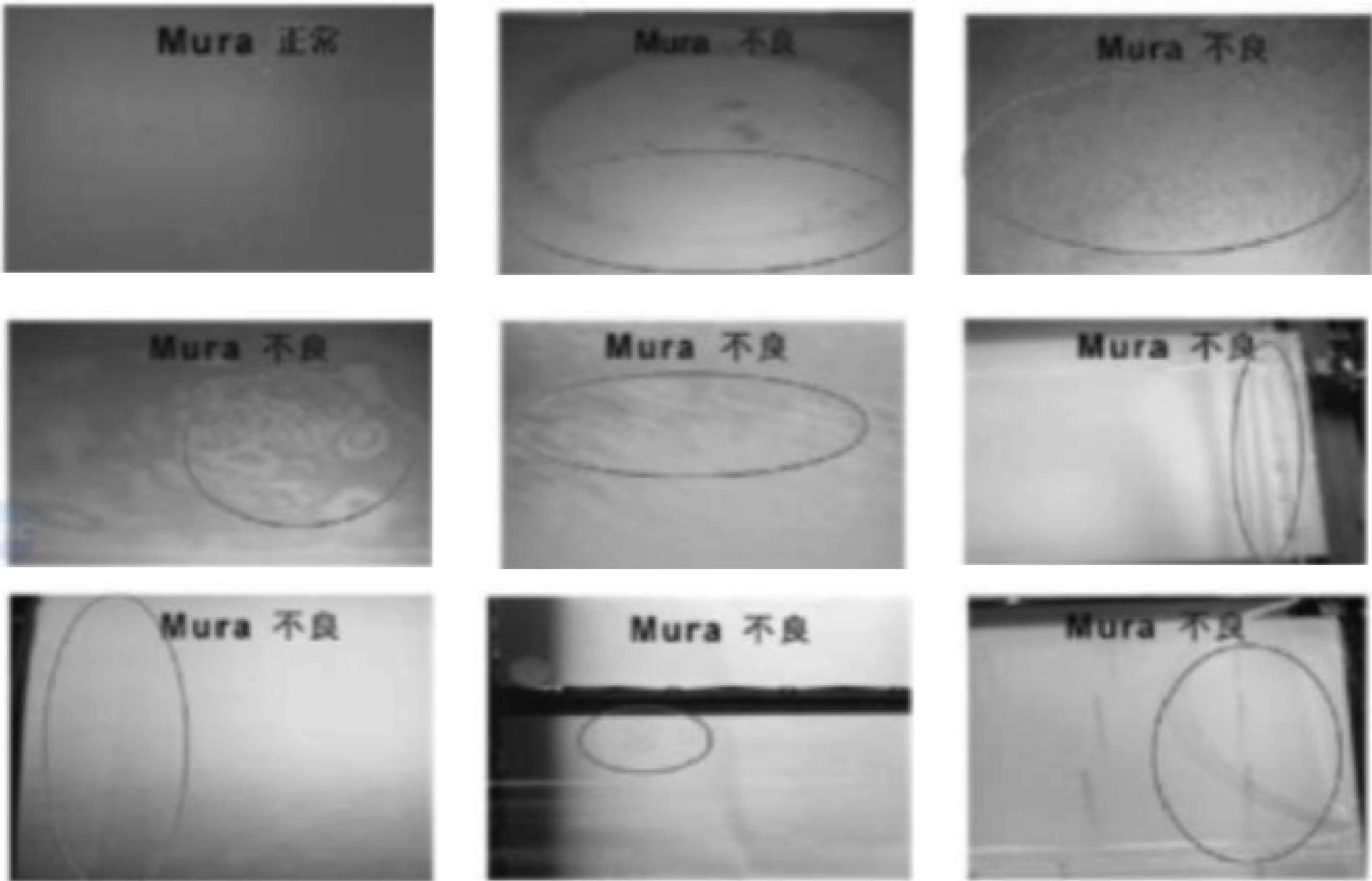
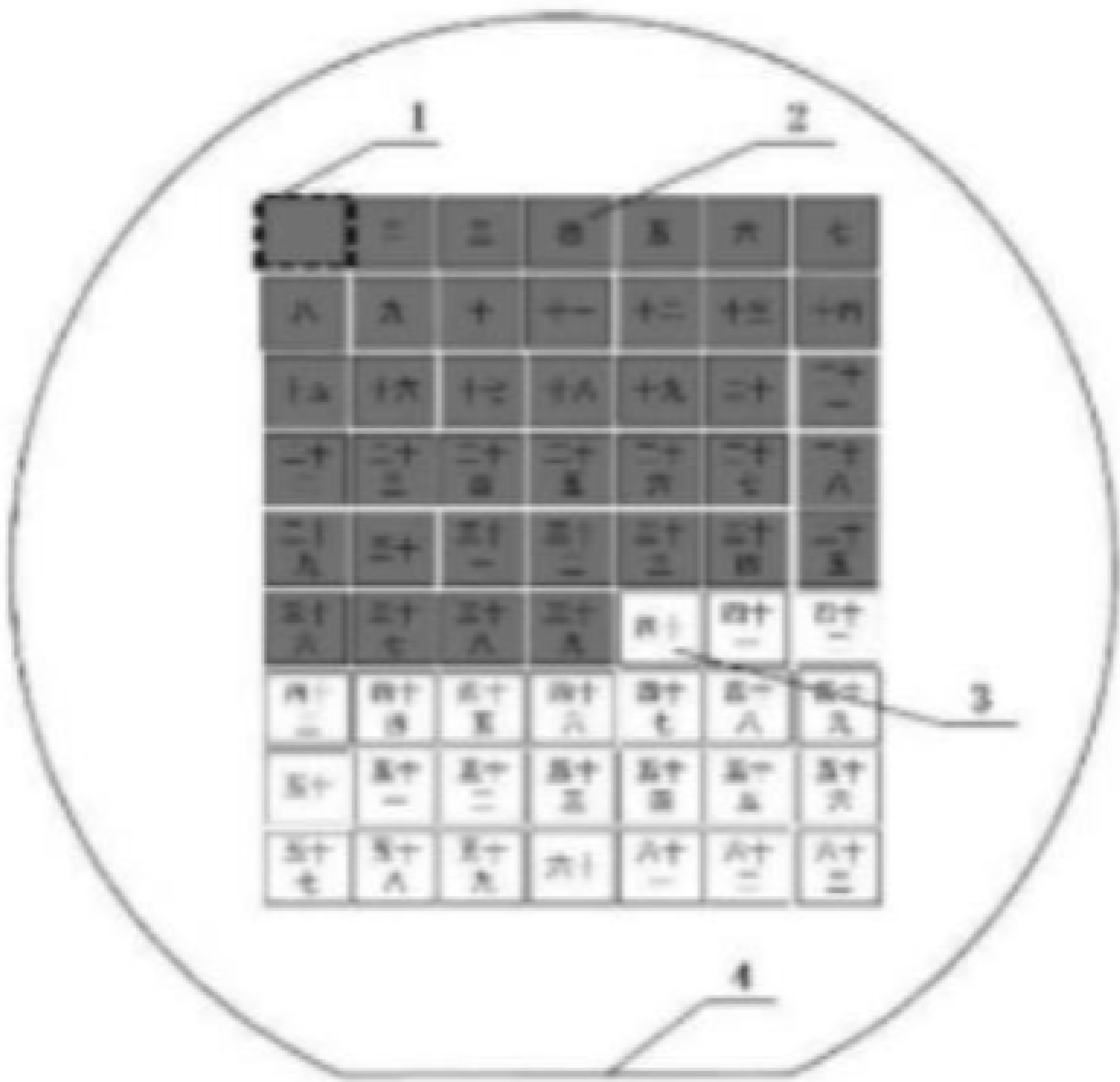


图 3 刮涂涂布胶膜云纹示例

5.2 曝光量

5.2.1 测试原理

正性光阻材料经过涂布和前烘后形成一定厚度的胶膜。胶膜曝光采用变化曝光量曝光，曝光方式可采取自动曝光或人工控制。感光后的光阻材料发生光化学反应，变为可溶于显影液的材料，第一个完全显影（即残余胶膜厚度为0）曝光区域对应的曝光量定义为正性光阻材料曝光量。图4为自动曝光曝光量测试原理示例。



- 标引序号说明：
- 1——曝光方格，随编号数字逐渐变大而曝光量变大；
 - 2——灰色格示意为光照位置未完全显去（即残留胶膜厚度大于0）的方格；
 - 3——白色格示意为光照位置完全显去（即残留胶膜厚度等于0）的方格；
 - 4——基底片平边或其他标记。

图 4 自动曝光哪光量测试原理示例

5.2.2 测试设备

应使用下列设备进行测试。

- a) 曝光机：曝光光源为波长为436nm 或365 nm 中的单一光源或包含这两种的宽谱光源；宜使用带曝光量自动步进功能的曝光机。
- b) 涂胶、烘烤和显影设备：具备旋涂或刮涂涂布方式的商用涂布烘烤显影设备(旋涂转速要求10r/min~6000 r/min,控制精度1 r/min; 刮涂行进速度要求10mm/s~200 mm/s,控制精度0.1 mm/s), 烘烤方式采用热板、烘箱或其他辐射加热(温度要求50℃~150 ℃), 控温精度0.1 ℃。显影方式采用喷淋或浸没式显影。
- e) 膜厚测定仪：测量范围不小于3 μ m, 精度要求1nm。
- d) 胶膜云纹观察灯：去除紫外线(波长不小于500 nm)的观察灯，照度大于20lm。
- e) 光罩版：外观尺寸满足曝光机使用，版图设计中需包含长度大于10 μ m的线，其他可包含但不限于孔、折线、块等。

5.2.3 曝光顺序

以放置平边或其他标记在下端为参考，从左至右，从上至下，每行最右端最后一格曝光后，曝光量增加转至下一行左边第一格。

5.2.4 测试步骤

5.2.4.1 带自动步进功能曝光机测试步骤

自动曝光曝光量测试按照下列步骤进行：

- a) 将测试仪器开机，预热30 min 以上；
- b) 将需要测试的正性光阻放置在实验室环境下恒温30 min 以上，确保与环境条件温度相近；
- e) 将待使用基底片放置在含有六甲基二硅氮烷气氛的烘箱内进行基底片前处理；
- d) 用涂布烘烤机在已经前处理的基底片上涂布正性光阻材料并进行前烘，使用膜厚测定仪测定基底片上正性光阻材料膜厚，保证正性光阻材料膜厚为3gm；
- e) 将膜厚合适的基底片在胶膜云纹观察灯下观察，选用涂布平整且无不良胶膜云纹的测试基底片；
- f) 设定起始曝光量(宜设定为设备默认最小曝光量)和曝光量步进值(根据所测定正性光阻材料的曝光量来定，宜为1mJ~100 mJ,可根据具体情况增加或减少), 对基底片进行步进曝光；
- g) 使用显影设备进行显影，固定显影时间(宜设定为60s, 可根据具体情况增加或减少), 对已经曝光好的基底片进行显影；
- h) 基底片显影结束后，按照曝光量步进递增的顺序，使用膜厚测定仪依次检测曝光区域中正性光阻材料光照位置残余胶膜厚度，记录第一次出现厚度为零的曝光区域对应的曝光量；
- i) 当出现光阻材料的曝光量小于起始曝光量，需要将曝光机曝光灯强度进行降低调整后，按照步骤 a)~h) 重新测试。

5.2.4.2 非自动步进功能曝光机测试步骤

非自动步进功能曝光机需采用人工控制曝光量方式，测试按照下列步骤进行：

- a) 执行5.2.4.1 a)~5.2.4.1 e)；
- b) 第一张基底片为起始曝光量(宜设定为设备默认最小曝光量), 后面每张基底片通过人工方式加大曝光量(根据所测定正性光阻材料的曝光量来定，通常为1 mJ~100 mJ, 可根据具体情况

- 增加或减少), 需要保证最终一张基底片的曝光量不小于光阻材料的曝光量;
c) 执行5.2.4.1 g)~5.2.4.1 h)。

5.2.5 结果计算

按照公式(1)计算曝光量:

$$E=EV_0+(N-1)XEV \dots\dots\dots (1)$$

式中:
E₀ —— 曝光量, 单位为毫焦(mJ);
EV₀ —— 起始曝光量, 即第一个曝光区域的曝光量, 单位为毫焦(mJ);
N —— 曝光量步进增加序列第一个全部显净(即残留胶膜厚度为0)区域的序号;
EV—— 步进曝光量或人工增加的曝光量, 即曝光程序中设定的曝光量步进值, 单位为毫焦(mJ)。
曝光量保留2位小数, 每次制作3个测试样品, 相对标准偏差(RSD) 应不超过5%。

5.3 曝光测试观察图形完整性

5.3.1 测试设备

测试应包括以下设备:

- a) 5.1.2, 5.2.2 中规定的设备;
- b) 放大倍率大于100倍光学显微镜或平板显示阵列制造设备中的自动光学测量仪。

5.3.2 测试步骤

正性光阻材料涂布、前烘、曝光和显影操作见5.2.4曝光量测试步骤, 不同之处为使用固定曝光量, 且为正性光阻材料的最佳曝光量(即供需双方约定的最佳工艺曝光量中心值)。

5.3.3 曝光测试观察图形

显影以后使用光学显微镜或自动光学测量仪观测基底片上正性光阻材料膜层形成光罩版上转移的图形, 以氧化铟锡基底片图形观测示例如图5所示。

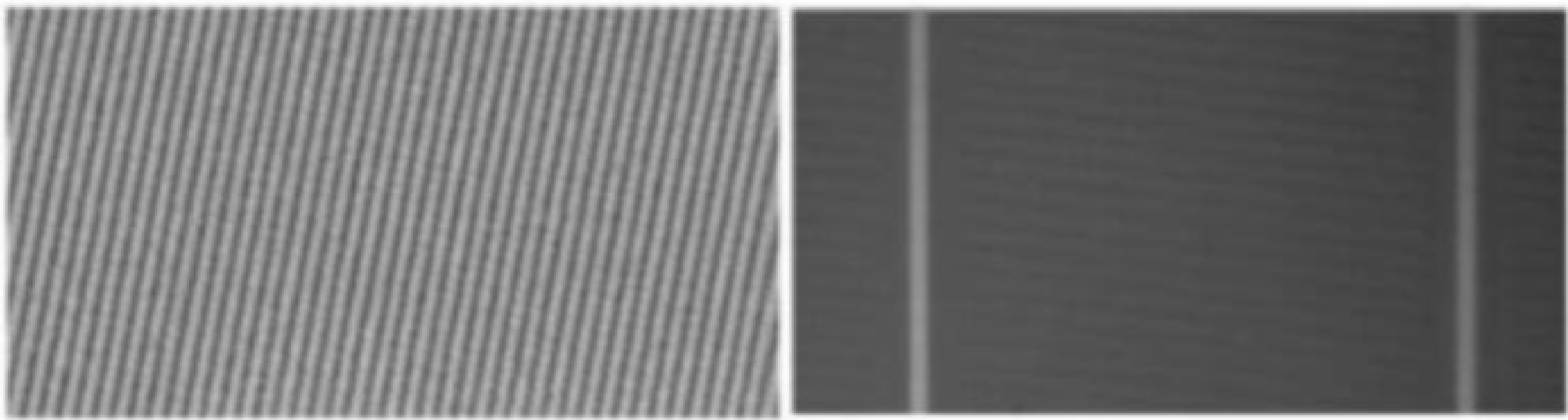


图 5 以氧化铟锡基底片图形观测示例

5.4 关键尺寸(CD)

5.4.1 测试设备

测试应包括以下设备。

- a) 5.1, 2, 5.2.2 中规定的设备。
- b) 放大倍率大于100倍光学显微镜或平板显示阵列制造设备中的自动光学测量仪。
- e) 带测量关键尺寸功能的光学或电子显微镜, 且测量范围不小于1 μm, 精度要求0,01 μm; 或平

板显示阵列制造设备中的带测量关键尺寸自动光学测量仪，且测量范围不小于1 μm，精度要求0.01 μm。

d) 后烘采用热板、烘箱或其他辐射加热(温度要求110℃~150℃,可根据工艺需求调整),控温精度0.1℃;刻蚀方式采用喷淋或浸没式。

5.4.2 测试步骤

5.4.2.1 显影后关键尺寸测量

正性光阻材料涂布、前烘、曝光和显影操作见5.2.4曝光量测试步骤，不同之处为使用固定曝光量，且为正性光阻材料的最佳曝光量(即供需双方约定的最佳工艺曝光量中心值)。使用带测量 CD 功能的光学、电子显微镜或带测量CD 自动光学测量仪测量基底片上正性光阻材料膜层形成光罩版上转移图形CD, 记为显影后CD 值。

5.4.2.2 刻蚀后关键尺寸测量

根据工艺标准要求将5.4.2.1 测试显影后 CD的基底片，进行显影后后烘和刻蚀过程。再进行同一区域相同图形 CD测量，记为刻蚀后 CD 值，如图6所示。

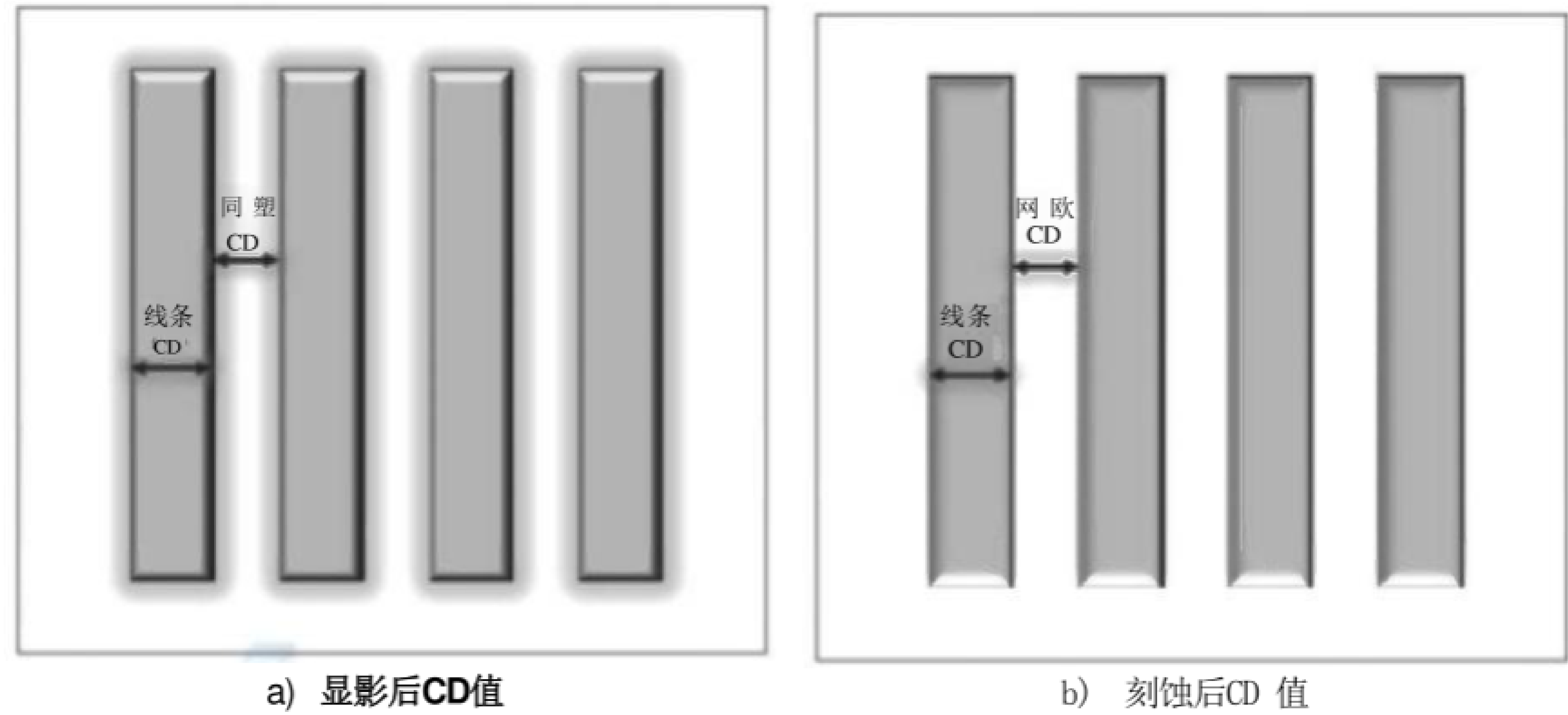


图 6 氧化锡基底片测量 CD 示例

5.4.3 刻蚀前后关键尺寸偏差

计算显影后CD 值和刻蚀后CD 值的差值(取绝对值),记为CD 偏差。可进行多次操作，将所测 CD 偏差数据组进行均值统计作为最终 CD 偏差。

5.5 残膜率

5.5.1 测试原理

正性光阻材料的原材料选择和配比不同，以及测试或使用设备环境、工艺条件的不同，会导致正性光阻材料在显影液中溶解度差异，影响胶材用量及最终膜厚，测量正性光阻材料膜层在显影前后膜厚值，计算残膜率。

5.5.2 测试设备

应使用涂布、烘烤和显影设备、膜厚测定仪和胶膜云纹观察灯，见5.2.2。

5.5.3 测试步骤

残膜率测试步骤如下：

- a) 重复胶膜云纹测试见5.1.3 a)～5.1.3 c)；
- b) 选用胶膜云纹合格和 $3.00\ \mu\text{m}\pm0.02\ \mu\text{m}$ 膜厚的基底片，不进行曝光直接使用显影设备的显影单元进行显影，膜厚值记为 T_2 ；
- c) 固定显影时间进行显影，宜采用60s；
- d) 显影结束后测量基底片上正性光阻材料胶层膜厚，记为 T_1 。

5.5.4 结果计算

按照公式(2)计算正性光阻材料残膜率：

$$a = \frac{T_2}{T_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- a ——残膜率，以百分数(%)表示；
- T_2 —— 显影后膜厚，单位为微米(μm)；
- T_1 —— 无曝光时膜厚，单位为微米(μm)。

膜厚值保留四位小数，残膜率保留2位小数，每次制作3个测试样品，相对标准偏差(RSD) 应不超过5%。

5.6 固含量

5.6.1 测试原理

通过烘烤将正性光阻材料中的溶剂去除，测定不挥发组分占总重的比例。

5.6.2 测试设备

应使用下列设备和用品进行测试。

- a) 设备：带排风系统的烘箱，可设定温度大于 140°C ；电子天平，精度不低于0.1 mg。
- b) 器具：称量皿，干燥器，耐热手套，计时器。
- c) 耗品：铝杯，滤纸，移液管，干燥硅胶。

5.6.3 测试步骤

5.6.3.1 干燥前称量

干燥前称量按照下列步骤进行：

- a) 将铝杯放入称量皿中，再放入滤纸；
- b) 将称量皿称重，记为 W_1 ；
- c) 将电子天平清零，用移液管取 $0.5\text{g}\pm0.05\text{g}$ 样品均匀撒入称量皿的滤纸中，称重并记录为 W 。

5.6.3.2 干燥后称量

干燥后称量按照下列步骤进行：

- a) 打开排风，设定烘箱温度 $140^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ；
- 注：目前使用的主要溶剂为二醇甲醚醋酸酯，使用 $140^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 进行测量因含量；如使用其他溶剂，使用低于溶剂沸点 $5^{\circ}\text{C} \sim 10^{\circ}\text{C}$ 的相近温度测量。
- b) 将称量皿放入烘箱里，干燥30 min；
- c) 30 min后，用耐热手套将称量皿取出，放入干燥器中冷却15 min；
- d) 干燥器中的硅胶需要保持有效，如果硅胶变色即代表变质，需立即更换；
- e) 冷却15 min后，取出称量，记录称量的质量，记为 W_3 ；
- f) 干燥30min 为二醇甲醚醋酸酯为溶剂的光阻材料建议干燥时间，如使用其他溶剂，可重复进行b)~d)，直至恒重为止。

5.6.4 结果

按照公式(3)计算固含量：

$$W_2 = \frac{(W_2 - W_1)}{W_1} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

- 式中：
- W_2 —— 固含量，以百分数(%)表示；
 - W_1 —— 铝杯+滤纸+称量皿质量，单位为克(g)；
 - W_2 —— 样品质量，单位为克(g)；
 - W_2 —— 铝杯+滤纸+称量皿+正性光阻材料不挥发物的质量，单位为克(g)。

5.6.5 结果数据处理

固含量数值保留2位小数，每个样品测定3次，样品结果极差要在0.4以内，3个结果求平均值。如果一个结果极差在0.4以上，只平均另外2个结果。如果3个数据的极差都在0.4以上，则重新进行测试。

5.7 液体颗粒计数

5.7.1 测试原理

设备开机后激光源发射出光源经过特定毛细管到达光源采集信号处，将正性光阻材料通过特定毛细管中，当光阻材料液体中出现颗粒时光源产生散射，通过统计散射面积和数量来计量测试颗粒数值。

5.7.2 测试设备

应使用液体颗粒计数器进行测试，管路系统和光散射计数系统能测定光阻材料，测量精度为 $0.3\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ ， 量程为0.1个/mL~10000 个/mL，相对误差不大于5%。

5.7.3 测试步骤

将装有正性光阻材料的容器静置30 min 以上，设定参数为 $0.3\mu\text{m}$ ，用计数器自身的液体输送装置将正性光阻材料液体通过液体颗粒计数器的检测单元，用计数器测试出大于 $0.3\mu\text{m}$ 的总颗粒数，单位为个/mL。

5.7.4 结果

读取液体颗粒计数器的测量值，单位为个/mL。

5.8 粘度

5.8.1 测试原理

本方法所指粘度为运动粘度。通过测量一定体积的正性光阻材料在重力作用下，通过粘度管上下刻度线的时间差来计算运动粘度。

5.8.2 测试设备

应使用下列设备和用品进行测试；

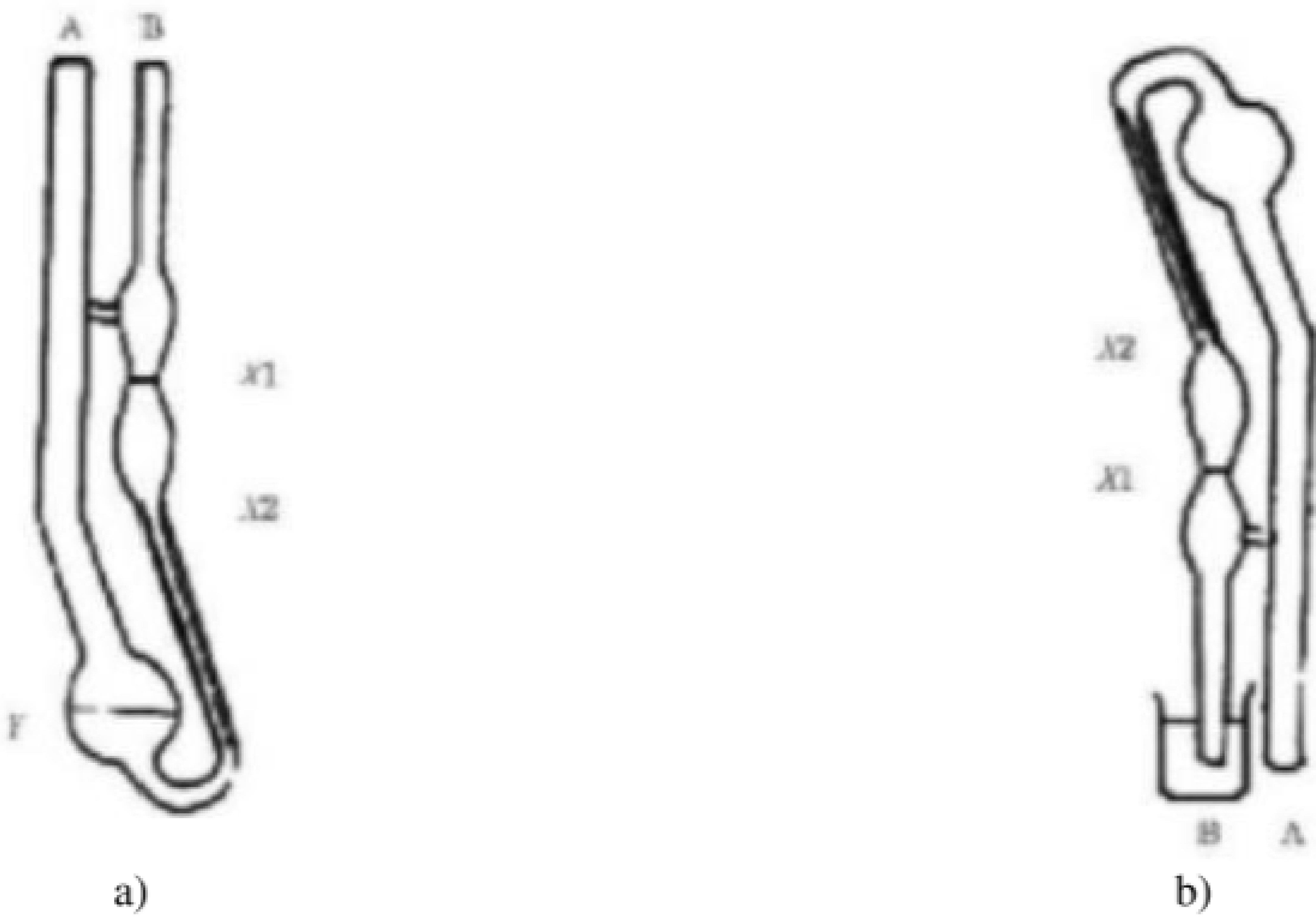
- a) 运动粘度计：宜使用自动型，测量范围 $0.5\text{ mm}^2/\text{s}\sim 8000\text{ mm}^2/\text{s}$ ；
- b) 恒温槽控温：测量范围 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，控温精度 $0.01\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 器具：运动粘度计配套粘度管，温度计，洗净瓶；
- d) 消耗品：手套，无尘纸。

5.8.3 测试步骤

5.8.3.1 取样步骤

取样步骤如下。

- a) 按图7a)所示正立放置粘度管，在管口A装胶管，按图7b)所示将粘度管倒立，使管口B前端浸入样品中，从管口A施负压吸取样品至标线X2以上，保持每次取样量相同。
- b) 将粘度管恢复正立放置，样品回流至Y处。
- c) 粘度管管口B前端用无尘纸擦拭干净。



- 标引序号说明：
- A ——安装负压管口；
 - B ——吸取样品管口；
 - X1—— 粘度管正置时上标线；
 - X2—— 粘度管正置时下标线；
 - Y—— 粘度管样品球中间刻度处。

图 7 粘度管取样示意图

5.8.3.2 测试步骤

按照下列步骤进行测试：

- a) 运动粘度计的恒温槽温度控制在25℃±0.03℃；
- b) 将装好样品的粘度管放入运动粘度计；
- c) 开始测试，并记录流出时间；
- d) 测定结束后清洗粘度管；
- e) 重复 a)~b) 测试步骤再测一次，记录流出时间，2次测得的流出时间差应小于0.2 s, 否则需重新测试。

5.8.4 结果

按照公式(4)计算运动粘度：

$$\gamma=y\times t \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- γ——运动粘度，单位为毫帕秒(mPa·s)；
- n——运动粘度计配套粘度管系数；
- t——流出时间，单位为秒(s),
- 连续测试3次，结果的相对标准偏差(RSD) 不超过2%，

5.9 相对密度

正性光阻材料的相对密度指其密度与标准大气压下4℃纯水密度的比值。使用自动密度计测量，恒温腔设定25℃(控制精度±0.02℃), 加入一定量正性光阻材料，由自动密度计自动测定出结果。

5.10 水分质量分数

正性光阻材料水分质量分数是指光阻材料中所含水的质量与总质量的比值。本方法宜使用卡尔费休法测量正性光阻材料中水分质量分数。将测定仪器放置在密闭且相对湿度不大于30%的环境中，启动测定仪器，用注射器取一定量正性光阻材料并称重，然后加入卡尔费休水分测定仪中，输入加入正性光阻材料的质量，自动测量出结果。

5.11 金属杂质含量

5.11.1 方法选择

本方法测量正性光阻材料中金属杂质，可使用电感耦合等离子体质谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪或无火焰(石墨炉)原子吸收分光光度计，三种设备中选择其一进行测试。选择电感耦合等离子体质谱仪测试法为仲裁法。

5.11.2 测试原理

当使用电感耦合等离子体质谱仪时，稀释后的正性光阻材料样品溶液进样后被喷成雾状，并随工作气体进入内管，穿过等离子体核心区，被解离为原子或离子。通过离子透镜系统、四极杆离子过滤器，选择不同质核比的离子来检测某个离子的强度，再通过建立相应元素标准曲线，对比标准曲线得出正性光阻中金属杂质含量。

当使用电感耦合等离子体发射光谱仪时，稀释后的正性光阻材料样品溶液进样后被喷成雾状并随

工作气体进入内管，穿过等离子体核心区，被解离为原子或离子并被激发，发射出特征谱线。谱线的强度与试样中相应元素的含量成正比，再通过建立相应元素标准曲线，对比标准曲线得出正性光阻中金属杂质含量。

当使用原子吸收分光光度计时，用设备取样针吸取稀释后的正性光阻材料样品溶液，将其注入石墨管内后升温，由光源辐射出具有待测元素特征谱线的光，通过试样中待测元素基态原子所吸收，由辐射特征谱线光被减弱的程度来测定试样中待测金属杂质的含量。

5.11.3 测试设备

不同类型的测试设备及精度要求分别如下：

- 电感耦合等离子体质谱仪；最低检出限不大于1pg/L；
- 电感耦合等离子体原子发射光谱仪；最低检出限不大于10 μg/L；
- 无火焰(石墨炉)原子吸收分光光度计；最低检出限不大于10pg/L。

5.11.4 测试步骤

5.11.4.1 试剂配制

本方法采用工作曲线法，按照下列步骤进行试剂配置。

- a) 标准曲线用标准液配制：用微量移液枪(微量移液枪针尖使用时需2次润洗)取0.06g (约60 μL, 误差不大于0.01 g)浓度为1 mg/L 混合标准液(混合标准液应使用有溯源的，且包含所需测量元素)置于配制容器中，并称量20 g(误差不大于0.01 g)ng/L 级(单项元素不大于100ng/L) 溶剂(可使用下述3种溶剂中的一种：①光阻溶剂二醇甲醚醋酸酯；②二醇甲醚；③二醇甲醚：二醇甲醚醋酸酯=7:3的稀释剂)加入配制容器中，摇匀后作为3 pg/L. 标准液。
- b) 按照 a) 方法制备浓度梯度标准液。当使用电感耦合等离子体质谱仪时，制备空白溶液、1pg/L、3μg/L、5pg/L、10pg/L、50μg/L 标准液。当使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪时，制备空白溶液、10 μg/L,20pg/L,30pg/L、50pg/L、100pg/L,300yg/L 标准液。当使用无火焰(石墨炉)原子吸收分光光度计时，制备空白溶液，3 pg/L、10pg/L、20 μg/L、30pg/L、50 μg/L、100 μg/L, 300 μg/L 标准液。
- c) 待测正性光阻材料样品配制：用微量移液管取一定量的正性光阻材料置于配制容器中，使用同配制标准液相同溶剂按照一定比例稀释，根据正性光阻材料的固含量，稀释倍率宜(2~100)倍。

5.11.4.2 金属杂质含量测试

使用电感耦合等离子体质谱仪时，按照GB/T39486 规定进行测试。使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪时，按照GB/T 23942 规定进行测试。

使用无火焰(石墨炉)原子吸收光谱仪时，按照下列步骤测试金属杂质含量。

- a) 在规定的无火焰(石墨炉)原子吸收光谱仪条件下，空烧石墨管，调零。
- b) 依次设置相应金属杂质元素的空心阴极灯、灵敏线、阴极灯电流、干燥温度、灰化温度、原子化温度、净化温度和时间。
- c) 将5.11.4.1中配制的标准液和待测样品转移至样品杯中，开始测试，无火焰(石墨炉)原子吸收光谱仪将分别测定上述溶液的吸光度或峰高值。
- d) 无火焰(石墨炉)原子吸收光谱仪软件，将自动以标准液的浓度为横坐标，以扣除空白溶液的吸

光度或峰高值后各浓度梯度标准液的吸光度或峰高值为纵坐标绘制工作曲线；并输入5.11.4.1的 b)中所配制的标准液的浓度。

- e) 输入5.11.4.1的c)中待测样品稀释倍率，软件将自动根据待测样品的吸光度或峰高值在工作曲线得出待测样品的金属杂质浓度。

5.11.5 结果

从金属杂质测试设备读取测量值。

6 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 测试引用标准编号(本文件编号)；
 - 样品名称；
 - 测试条件；
 - 测试日期；
 - 测试结果。
-

www.bzxz.net

免费标准下载网