

ICP-MS 法定量分析硅片表面金属杂质含量

黄 曜 , 黄郁芳

(复旦大学材料系, 上海 200433)

Determination of Metallic Contaminants on Silicon Wafer Surfaces by ICP-MS

HUANG Yao, HUANG Yu-fang

(Department of Materials Science, Fudan University, Shanghai 200433, China)

Abstract: Metallic contaminants can cause deterioration in the performance and yield of semiconductor devices, so the removal and control of metallic contaminants on silicon wafer is an important aspect of semiconductor device manufacturing. Metallic contaminants on silicon wafer surfaces of dissolved in HF and HNO₃ mixed solution were detected by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Six trace metals on six wafers were measured with detection limits ranged from 10⁹-10¹¹ atom·cm⁻².

Keywords: inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS); metal contaminants; silicon wafer

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997 (2007) 增刊-56-02

在半导体生产过程中, 硅片表面金属离子的污染可使二极管、晶体管性能变差, 反向饱和电流迅速加大, 甚至有可能使整个管子报废, 器件完全失效^[1]。因此, 分析测试硅片表面金属离子的含量对监控硅片表面的清洁度至关重要。

本工作采用 HF+HNO₃ 溶解硅片表面金属离子, 再用 ICP-MS 法对溶液中 6 个重要金属离子进行检测^[2]。

1 实验部分

1.1 仪器

标准 VG Elemental PQ3 ICP-MS (带 Plasma Screen)

仪器工作条件

	常规等离子体	冷等离子体
RF 功率	1 300 W	650 W
采样深度	7.5 mm	12.5 mm
辅助气	0.7 L·min ⁻¹	0.7 L·min ⁻¹
冷却气	15 L·min ⁻¹	15 L·min ⁻¹
雾化气	0.83 L·min ⁻¹	0.95 L·min ⁻¹
接口锥	Ni	Ni

1.2 工作环境

万级净化室, 百级净化工作室, 18.3 MΩ·cm 超纯水, MOS 纯试剂。

1.3 样品处理

用 HF (1+1) 及 HNO₃ (1+1) 混合溶液处理 8 英寸硅片表面, 将处理液收集到聚四氟乙烯烧杯中, 用少量去离子水冲洗表面, 将溶液一并收集到烧杯中, 加热蒸至近干。加 2 mL 稀 HNO₃, 再次蒸干, 加入少量 HNO₃ (1+1) 溶解杯底残渣, 加水定容至 10 mL。同时配制空白溶液。

2 结果与讨论

2.1 样品测试

处理后的样品溶液由于其中的金属离子含量不高, 实验结果表明, 几乎不存在基体干扰的问题, 因此可采用外标法对其中的金属元素进行检测。

本研究对硅片表面的 Cr, Ni, Cu, Al, Fe, Na 六种金属元素污染进行了定量分析。对 Cr、Ni、Cu、Al 四种元素可采用常规等离子体, 而对 Fe 元素, 由于常规等离子体焰中 ⁵⁶(ArO) 对 ⁵⁶Fe 的干扰, 用常规等离子体无法对其进行检测, 在此改用冷等离子体条件。在冷等离子体中, RF 功率降低到 650 W 左右, 加上 Plasma Screen 屏蔽炬, 使等离子体中多原子离子 ⁵⁶(ArO) 的浓度降到很低, 减少了 ⁵⁶(ArO) 对 ⁵⁶Fe 的干扰, 使 ⁵⁶Fe 的检测限大大降低。在冷等离子体中, ²³Na 的背景也大大降低, 所以本研究对 Fe、Na 的测定均采用冷等离子体条件。实验结果表明, ICP-MS 对溶液中 Na、Fe、Cr、Ni、Cu 的检测限可达 0.5~40 ppt, 对 Al 的检测限较高, 为 0.4 ppb, 这是由于空白溶液中含有较高的 Al。

2.2 硅片表面金属杂质浓度

根据溶液中所检测出金属元素的含量, 按照硅片的表面积, 将它们换算成硅片表面金属元素的沾污量 (atom·cm⁻²), 结果列于表 1。结果表明, 此方法对硅片表面 Cr、Ni、Cu、Al、Fe、Na 的检测限可分别达到 5.0 × 10⁹、1.3 × 10¹⁰、3.0 × 10⁹、2.8 × 10¹¹、7.9 × 10⁹、1.0 × 10⁹ atom·cm⁻²。

表 1 硅片表面金属杂质含量及检测限 (atom·cm⁻²)

元素	结果						检测限
	1	2	3	4	5	6	
Cr	2.1 × 10 ¹⁰	<	<	<	<	<	5.0 × 10 ⁹
Ni	<	1.6 × 10 ¹²	<	1.3 × 10 ¹²	7.5 × 10 ¹¹	1.1 × 10 ¹²	1.3 × 10 ¹⁰
Cu	2.4 × 10 ¹¹	<	<	<	<	<	3.0 × 10 ⁹
Al	<	3.5 × 10 ¹³	<	7.1 × 10 ¹¹	<	<	2.8 × 10 ¹¹
Fe	1.3 × 10 ¹³	4.8 × 10 ¹²	5.8 × 10 ¹²	<	<	<	7.9 × 10 ⁹
Na	1.9 × 10 ¹²	1.1 × 10 ¹²	4.4 × 10 ¹⁰	3.7 × 10 ¹¹	<	7.5 × 10 ¹¹	1.0 × 10 ⁹

参考文献:

- [1] TAKIZAWA R, NAKANISHI T, OSHAWA A. Degradation of metal-oxide-semiconductor devices caused by iron impurities on the silicon wafer surface[J]. J Appl Phys, 1987, 62 (12): 4 933-4 935.
- [2] FUCSKO J, TAN S S, BALAZS M K. Measurement of trace metallic contaminants on silicon wafer surfaces in native and dielectric silicon oxides by vapor phase decomposition flow injection inductively coupled plasmas-mass spectrometry[J]. J Electrochem Soc, 1993, 140 (4): 1 105-1 109.