

# ICP-MS 法测定硅片表面 BPSG 中 B、P 含量

黄曜 黄郁芳 宗祥福  
(复旦大学材料科学系 上海 200433)

在半导体制造过程中, BPSG(硼磷硅玻璃)作为硅片表面的平整介质和钝化层,其作用是相当重要的, BPSG 中 B、P 的含量直接影响它的性质。B、P 的分析方法有多种, 较常用的为 ICP-AES。例如, 美国 Balazs 公司就是采用此方法检测 BPSG 中 B、P 含量, 过去国内的许多半导体公司都须将此类样品送到 Balazs 实验室去分析, 这样不仅分析费用大, 而且分析时间长。本文采用 HF、HNO<sub>3</sub> 溶液处理样品, 用 ICP-MS 方法对溶解下来的 B、P 进行检测, 取得了良好的结果, 并能及时为半导体公司服务, 节约了外汇和时间, 具有很大的实际应用价值。

## 1 样品处理

将硅片准确称重。将 1-2 滴浓 HF 溶液滴于硅片表面, 待表面溶解后, 用去离子水冲洗于聚四氟乙烯烧杯中, 再用 (1:1) HNO<sub>3</sub> 1ml 冲洗表面, 接着再用去离子水冲洗。将所有的洗液聚集在聚乙烯容量瓶中, 稀释至 100ml。待硅片干燥后再准确称重。

## 2 仪器参数的优化

分别调节雾化器、冷却气、辅助气的流速以及炬管位置、离子镜电压, 观察 B、P 标准溶液中的 B、P 计数以及空白背景计数的变化, 选择最佳实验条件。在 X 轴方向炬管位置的优化过程中我们发现, P 标准液随着 X 轴的变化在 350s 和 850s 处出现 2 个峰值, 而背景计数在 350s 处为最大, 由此看出 P 标准液在 350s 处的峰值是由背景干扰造成的, 因此我们将测量时 X 轴的位置定于 850s。

## 3 样品中 B、P 的测定

在仪器测试条件优化后, 用一组工作曲线对某半导体公司样品进行分析。由表中结果可见, 本实验室 ICP-MS 的测定结果与 Balazs 实验室的 ICP-MS 测量结果相比, 误差 < 5%。此外, 回收实验也表明回收率在 101%-103% 之间。

为了试验在用浓 HF 溶液处理样品的过程中是否有部分 B、P 以氟化物的形式而损失, 我们改用浓度为 (1:1) 的 HF 溶液处理样品, 测量结果与 HF 处理的样品结果相同, 说明此溶样方法在溶样过程中没有 B、P 挥发损失。

## 4 基体及背景干扰

试验表明, 含 Si 基体与不含 Si 基体的空白和标准溶液的信号响应基本一致, 所以 Si 对 B、P 的测量没有干扰。但我们也曾试验过用 MCN-ICP-MS 测量 B、P, 结果表明用 MCN 技术, Si 及 HF 基体对 B 有提升作用。

实验结果还表明, 空白溶液中 B、P 的含量近 70 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ , 事实上, 空白溶液是用去离子水及高纯 HF 和 HNO<sub>3</sub> 配制的, 其中不含这么高浓度的 B、P 含量。空白溶液中 B、

P 含量是由仪器背景计数造成的。背景浓度的存在影响方法的检测限，但由于此类样品的浓度都在  $1\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  左右，所以检测限的问题在此影响不大。此方法的检测限为  $2\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ，降低背景浓度，可进一步降低检测限。

表 1 BPSG 中 B、P 含量测试结果

	样品 1			样品 2		
	ICP-MS (本实 验室)	ICP-AES (Balazas 实验室)	误差	ICP-MS (本实 验室)	ICP-AES (Balazas 实验室)	误差
B%	3.60	3.49	3%	3.39%	3.43%	1%
P%	4.03	3.95	2%	4.10%	4.28%	4%

## The Analysis of Boron and Phosphorus in BPSG Films by ICP-MS

Huang Yao, Huang Yufang, Zong Xiangfu

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

### Abstract

Boron and Phosphorus doped oxides are important films in the processing of IC's, both as a planarization dielectric and as a passivation. The accurate analysis of dopants in these films is also of great importance to the analytical chemist. In this paper, Boron and Phosphorus are determined by ICP-MS after the films dissolved by HF, HNO<sub>3</sub>. The errors of the results and those gotten by ICP-AES from Balazs Lab are less than 5%.