

第4章 微分析技术

引言

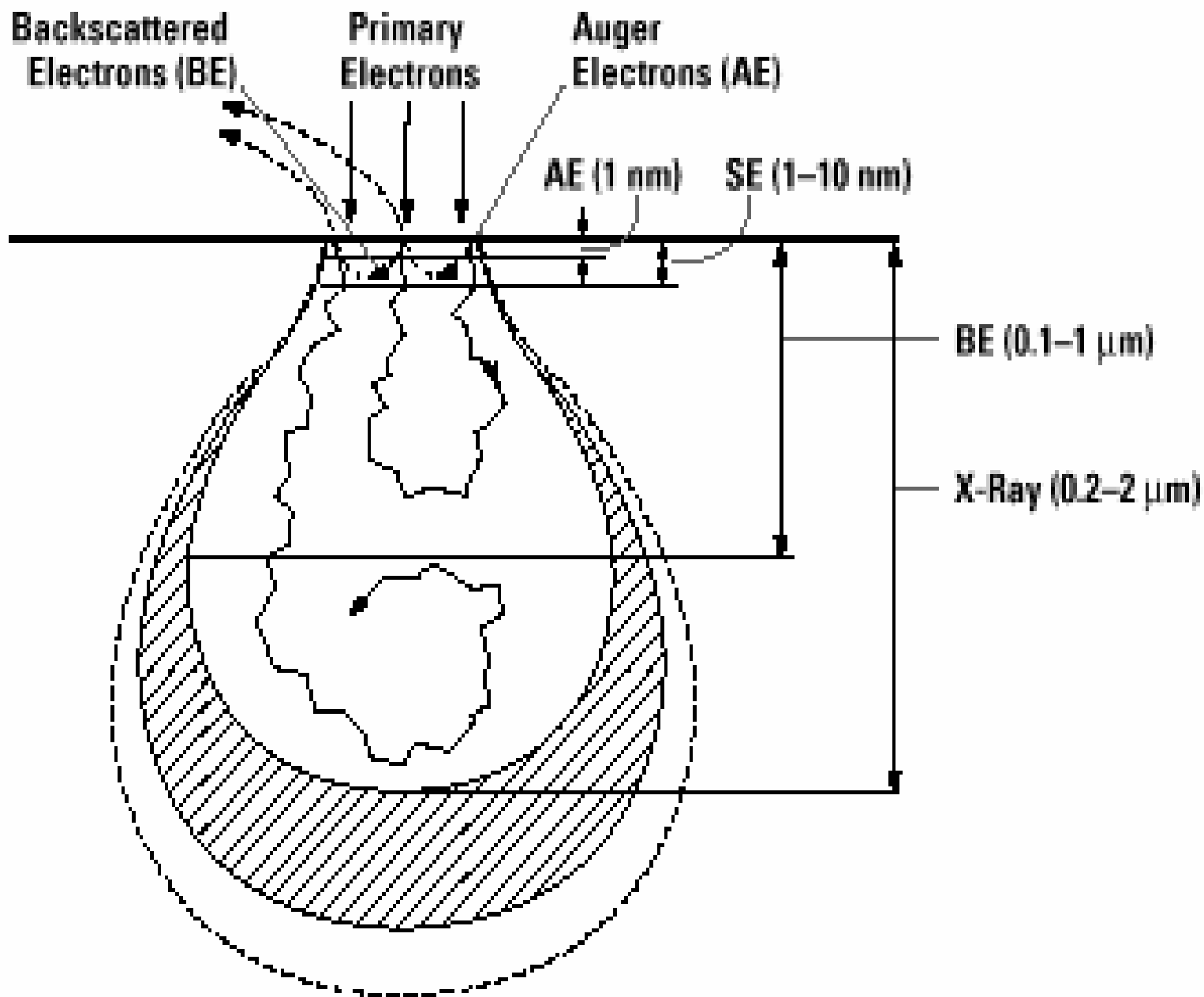
- 微分析技术综合了电子束、离子束、激光束和X射线等分析技术。
- 检测元器件和材料中表面、界面及体内的微区形貌、结构、组份及杂质分布。
- 微分析多数工作是检查特征形状：图形线条边沿的锐度、特征以及定位失准等。可用光学、扫描电子和透射电子显微技术观测。三种方法的最大放大倍数分别为1k、50k和500k倍，放大倍数范围相互交叠，因此，特征形貌绝大部分都可得到仔细检查。

4.1 电子显微镜和X射线谱仪

4.1.1 电子束与固体表面的作用

- 一定能量的电子入射到固体表面时，将受到多次散射。
- 由于原子质量远大于电子质量，电子受到散射后只改变方向而未损失能量的叫弹性散射，既改变方向又损失能量的散射叫非弹性散射。

入射电子束与固体表面相互作用产生的各种信息示意图



背散射电子

- 入射电子经多次弹性或非弹性散射后，基本上保持原来能量而又能逃逸离开表面的称为背散射电子。

二次电子

- 入射电子由于能量较高还可使表层原子电离而放出二次电子，这些二次电子主要来自原子外层价电子，也有一些是内层电子。实际的二次电子只指其所带能量为5eV以下的那些逸离表面的电子。

俄歇电子

- ▶ 失去电子的原子处于受激状态，其能量较高，经过一定时间后要弛豫退激，即自发地跃迁到能量较低的状态。弛豫方式主要有俄歇电子发射和特征X射线发射，前者是指外层电子跃迁到内层空穴的同时，将多余能量传给另一外层电子，如果能量足够，就使后者发射出来成为俄歇电子。
- ▶ 俄歇电子发射涉及三个能级，氢及孤立锂原子不可能产生俄歇电子。
- ▶ 俄歇电子携带能量与涉及的三个壳层有关，所以带有元素的特征能量。

特征X射线

- ▶ 当原子弛豫时，若将多余的能量以光子辐射的形式放出，其能量关系有如下式：

$$h \nu = E_1 - E_2$$

式中 E_1 为被填充的能级上的电子束缚能， E_2 为填充电子原来能级上的束缚能， ν 为光辐射频率， h 为普朗克常数。

- ▶ 光子具有特定能量（与发射该光子的元素有关），所以称为特征X射线。

4.1.2 扫描电镜 (SEM)

扫描电镜主要性能指标

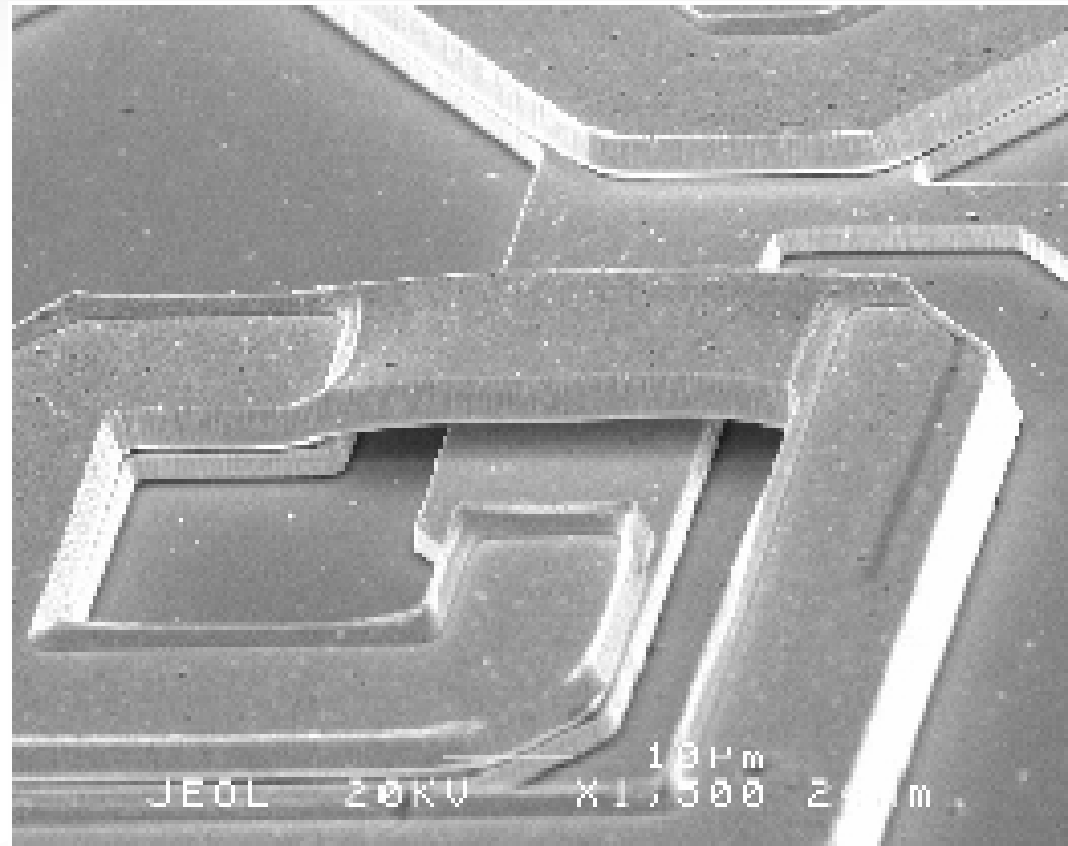
- ▶ SEM的放大倍数可在50万倍~20万倍之间连续调节。
- ▶ SEM没有成像透镜，不存在聚焦平面的问题，所以景深长，视野大，图像清晰，富于立体感，可观察各种表面凹凸不平的细微结构。
- ▶ SEM的二次电子分辨率在2~10nm（一般光学显微镜的分辨率为0.1~0.2 μm ）。
- ▶ 束斑小，分辨率高，但束斑小了，束流降低，信号减弱，检测困难。

应用

1) 二次电子像

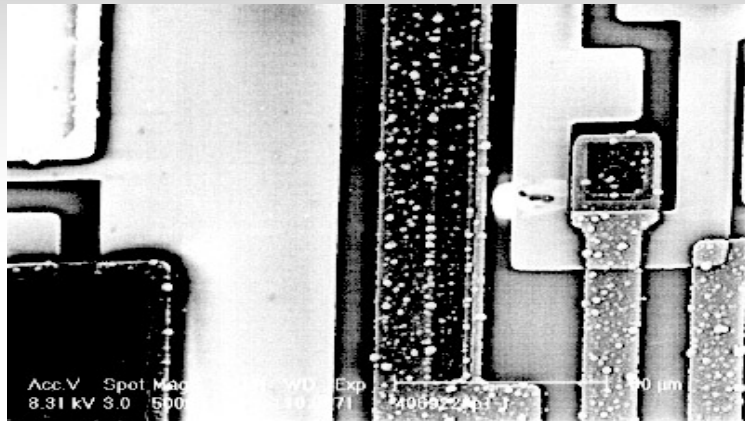
- ▶ 二次电子试样表面发出的电子总称，但一般仅指其能量较低（小于50eV）的电子。
- ▶ 二次电子像的明暗不同直接反映出物体表面凹凸不平状况，可用于观察样品的表面形貌。

- 一空气桥的二次电子像（45°角）

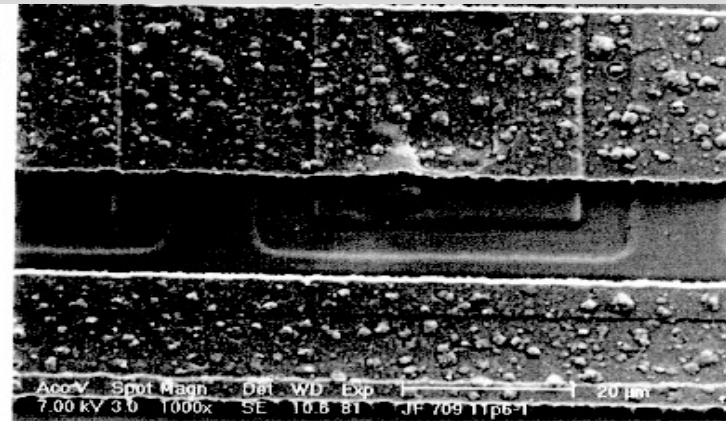


- ▶ 表观形貌可有效地检验芯片表面各种微细加工图形和线条情况，立体观察和尺寸测量。观察硅片的层错、位错和抛光情况等。
- ▶ 表面各处电位不等可引起二次电子数量的变化，由表面电位分布所引起的反差（衬度），称二次电子像的电压反差。利用这种电压反差，可研究PN结及半导体器件工作状况如开路、短路等。
- ▶ 如试样为芯片截面，由于试样成分不同，掺杂浓度不同，二次发射系数不同，据此可观察异质结及外延层界面的位置，外延层厚度及均匀性。

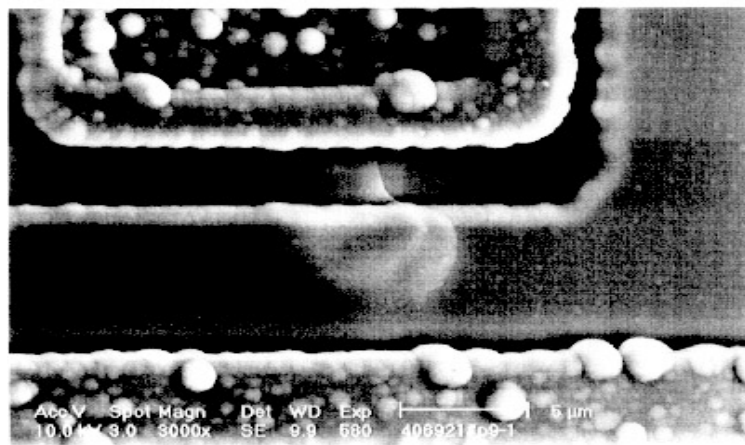
图为SEM放大1 000倍拍下的某微处理器芯片两层金属布线的照片。图中显示出过电损伤引起电源线被烧毁的情况。芯片经过反应离子腐蚀，去除了表面钝化层和两次金属化层之间的介质隔离层。



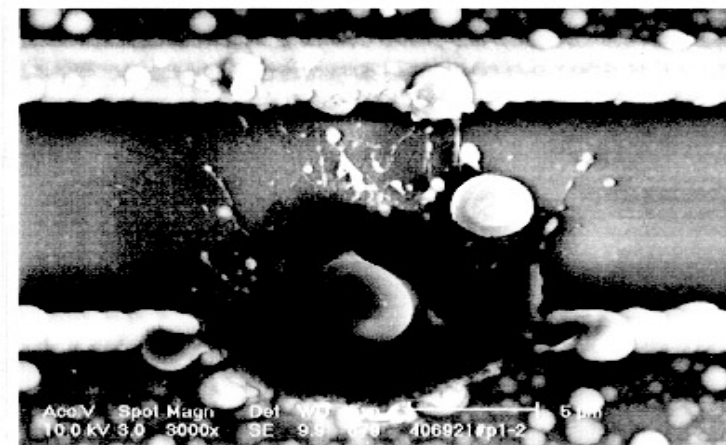
图C1 CC4069电路PN结横向击穿



图C2 CC4069电路PN结纵向击穿



图C3 CC4069电路氧化层丝状击穿



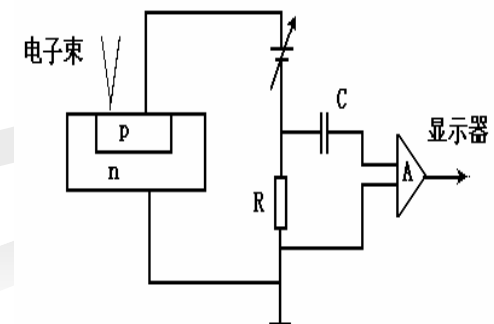
图C4 CC4069电路铝线熔融爆炸

2) 背散射电子像

- ▶ 在50~5000nm深度内，入射电子与原子弹性碰撞而发生大角度偏转，其中有些电子被散射到样品外，称为背散射电子。
- ▶ 背散射电子能量较高，自由程较大，逸出深度为 $1\mu\text{m}$ ，所以分辨率较小，约 $0.5\mu\text{m}$ 。
- ▶ 背散射电子像有两种，一种是形貌像，观察表面凹凸状态，如台阶、线条、图形及刻蚀窗口的高低、表面平整度、各种缺陷、腐蚀坑的形状和深度等；另一种是成份像，由于背散射电子的发射率与样品表面层的“平均”原子序数有关，可反映样品的化学成分分布的差异。
- ▶ 它的最佳几何分辨率可达20nm，原子序数分辨率可达0.12。

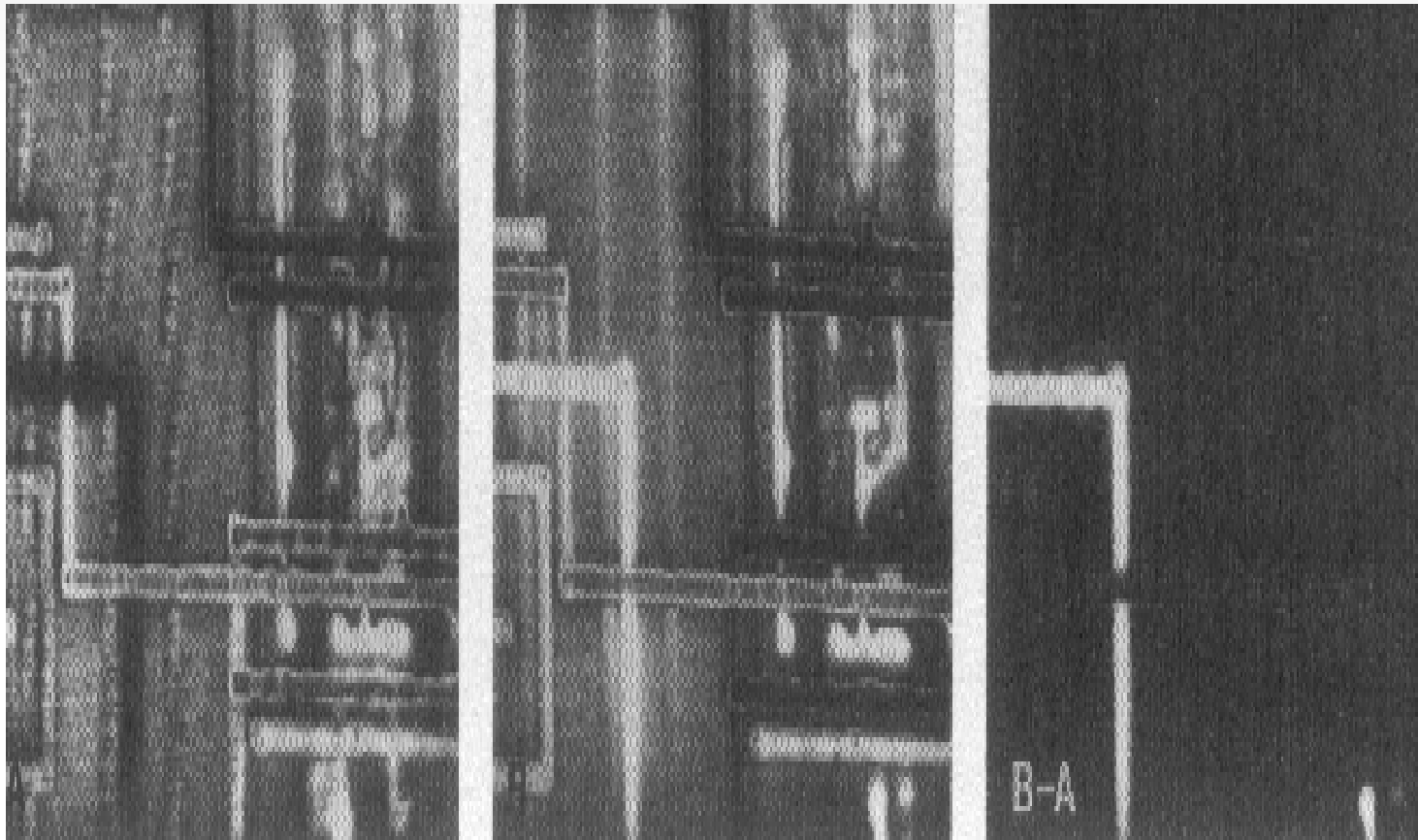
3) 电子束感生电势像

- 当高能电子束照射到有势垒的半导体样品时，会在势垒区的两边产生电荷的积累和电子束感生电势。
- 当外电路电阻很大近于开路时，感生电势最大，形成感生电势像。
- 感生电势像用于研究PN结的位置、形状、尺寸，以及PN结的质量；对材料中的原生晶体缺陷及二次缺陷，也可做成PN结或肖特基结后研究。
- 负载电阻很小时相当于短路，感生电势趋近于零，感生电流最大，形成感生电流像，也称EBIC像。
- EBIC还可用来测量pn结结深。它比磨角染色法方便，既不破坏样品，又可反复测试。
- 测量pn结的结深，其精度可达 $0.05\ \mu\text{m}$ 。



图是微电子电路芯片上局部的正常芯片和失效芯片的电压衬度像。

两个正常芯片的电压衬度差像是全黑的，在电压衬度差像中出现的图像就能确定出芯片内部的故障的部位。



4.1.3 电子探针 X 射线显微分析

- 具有一定能量的电子束照射到样品上，组成元素受激发而发射特征 X 射线，测定射线的频率高低或强度，就可进行试样成分的定性或定量分析。所以又称 X 射线发射频谱（XES）分析。
- 按测定 X 射线的能量谱和 X 射线波长衍射谱的两种方法，X 射线谱仪包括 X 射线能量色散谱仪和 X 射线波长衍射谱仪。

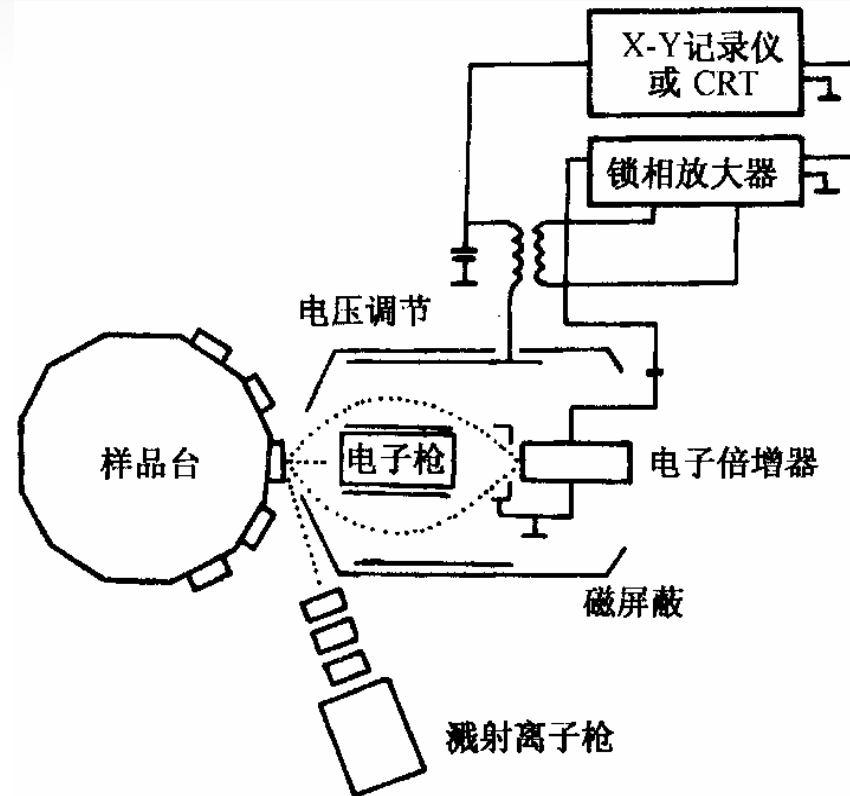
4.1.4 透射电镜（TEM）工作原理

- 电子图像上产生的明暗差异称为图像的衬度（反差），反差可表示为两点信号之差与信号本身之比。反差大于10%的图像人眼才可分辨。
- TEM衬度原理有三：
 1. 由于试样厚度不同或质量不同，引起入射电子的散射不同所形成的散射衬度。由于试样很薄（ $<300\text{ nm}$ ），透过样品的电子经成像、投影、放大，在荧光屏上得到电子显微像。
 2. 由样品内与晶体性质有关的电子衍射特征所决定的衍射衬度；晶体试样的各衍射点构成电子衍射花样（图）可用于晶体结构研究。
 3. 由相位差不同引起的相位衬度。

4.2 俄歇电子能谱 (AES)

4.2.1 俄歇电子能谱仪的工作原理

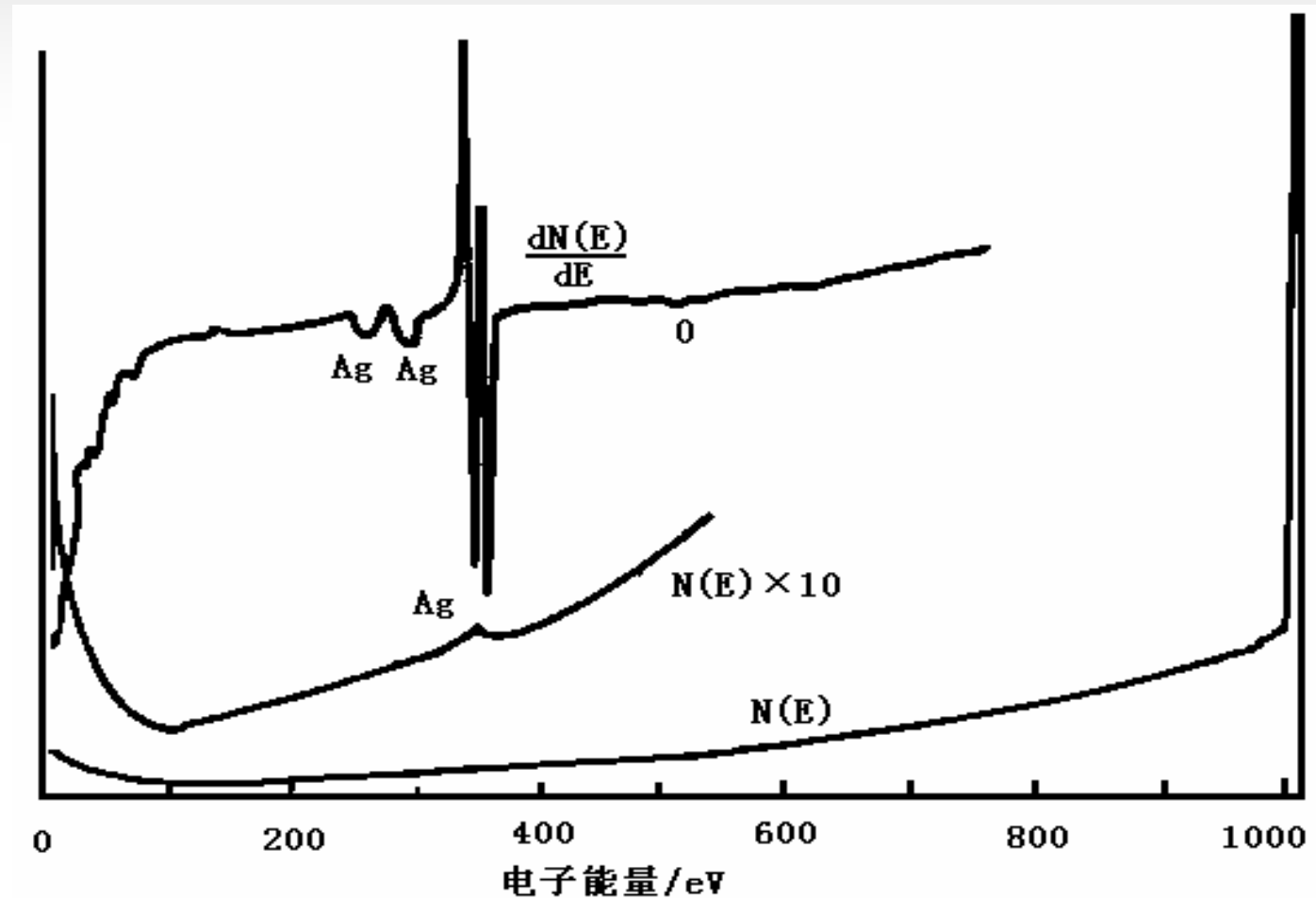
- 能谱是指按照粒子所带能量而展开的图谱。
- 能量分析器用静电或磁对俄歇电子根据能量进行色散或偏转，检测出来的俄歇电子信号，经放大与处理，记下的图形即是俄歇电子能谱。



俄歇谱有两种：

1. 二次电子的能量分布曲线 $N(E) \sim E$ 称为积分谱。
2. $dN(E)/dE \sim E$ 称为微分谱。

图示
出银
的这
两种
谱



4.2.2 俄歇电子能谱 在失效分析中的应用

- ▶ 俄歇仪的能量分辨率为0.3%~1.2%，分析灵敏度在0.1%左右，可检测的面浓度为(10^{12} ~ 10^{13})个原子/cm²，所以检测杂质时的灵敏度不是很高。
- ▶ AES 的应用范围：分析深至10 μm左右的表面层；分析与表面有关的现象；分析薄膜的组成及其生长过程；分析晶粒间界；检查合金接触质量、涂层质量、键合质量以及防止失效、提高产品合格率等。

1. 样品的制备

- ▶ 分析样品平整度好、避免分析中引起表面污染。薄膜样品要求表面平整清洁、针孔少，且均匀致密。

2. 分析表面污染情况

- ▶ 图为不同清洗工艺后的俄歇谱。样品经抛光、掺硼硅片，电阻率为 $10 \Omega \cdot \text{cm}$ ，厚度 0.76mm 。

不同清洗工艺的表面俄歇谱

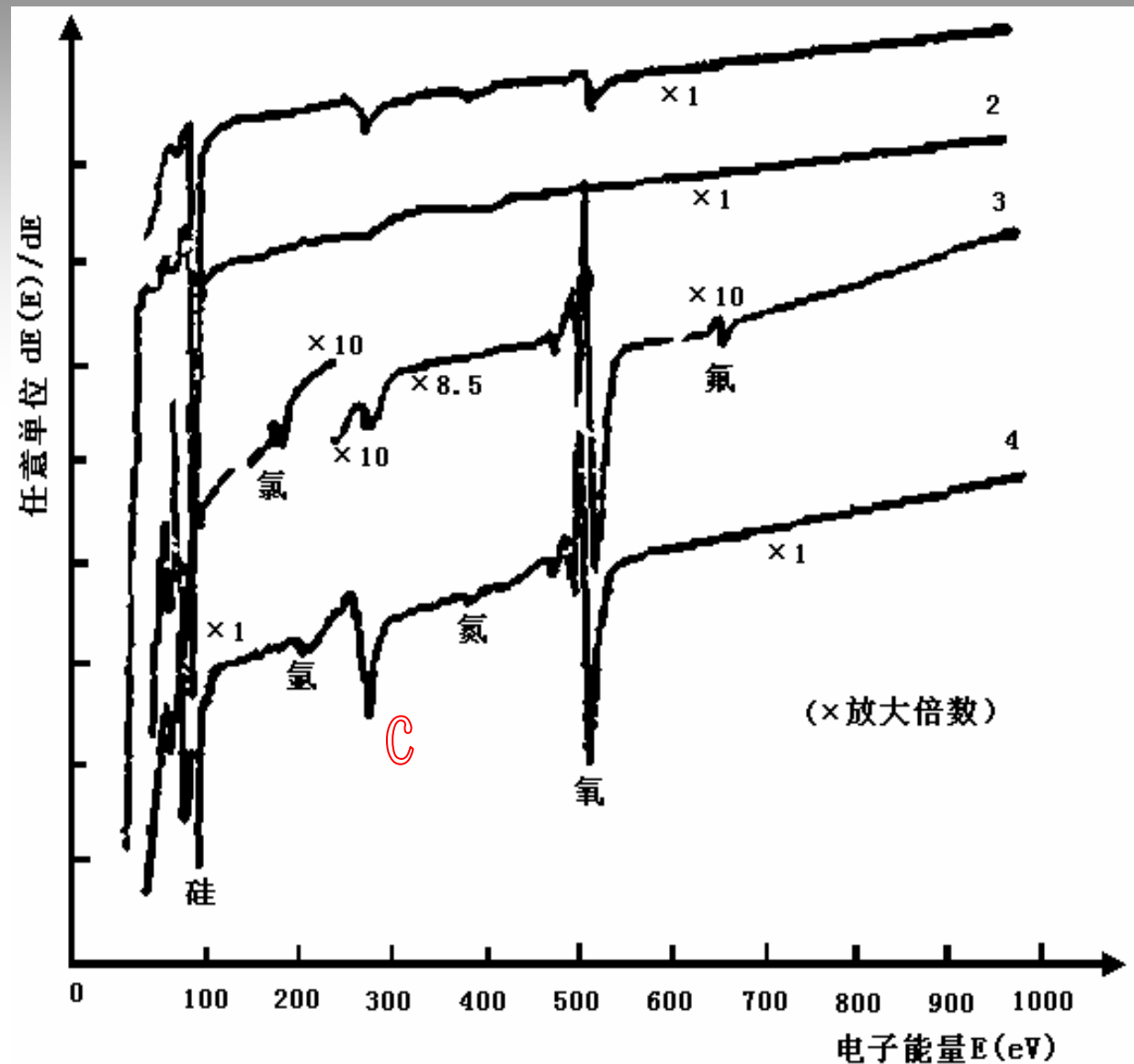
曲线1: 化学清洗液。

曲线2: 氩离子轰击硅片表面。

曲线3: 等离子体腐蚀硅片后。

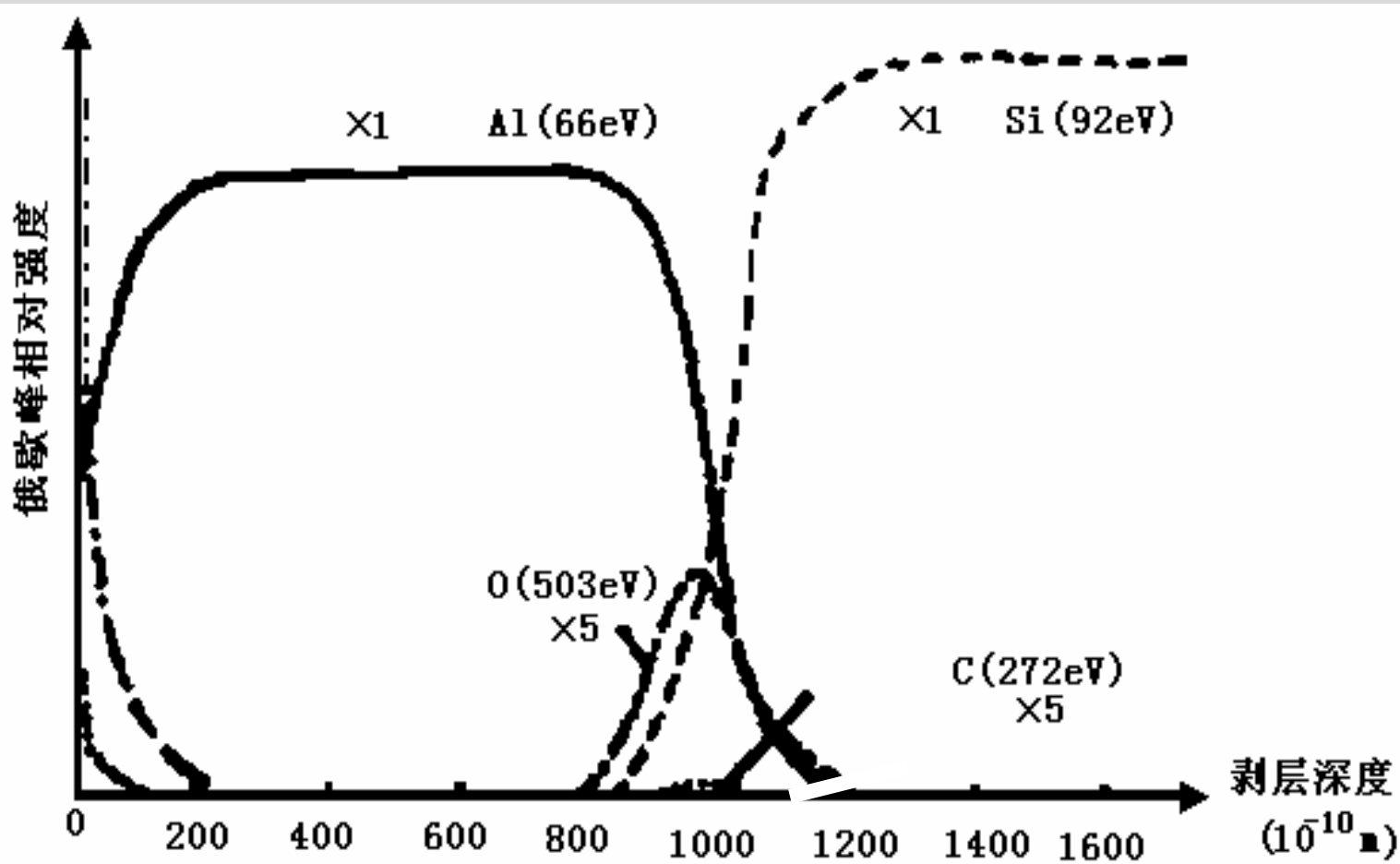
曲线4: 未经清洁处理的硅片。

结果, 氩离子轰击硅、等离子体腐蚀得到高质量的硅表面, 化学清洗存在碳的沾污。



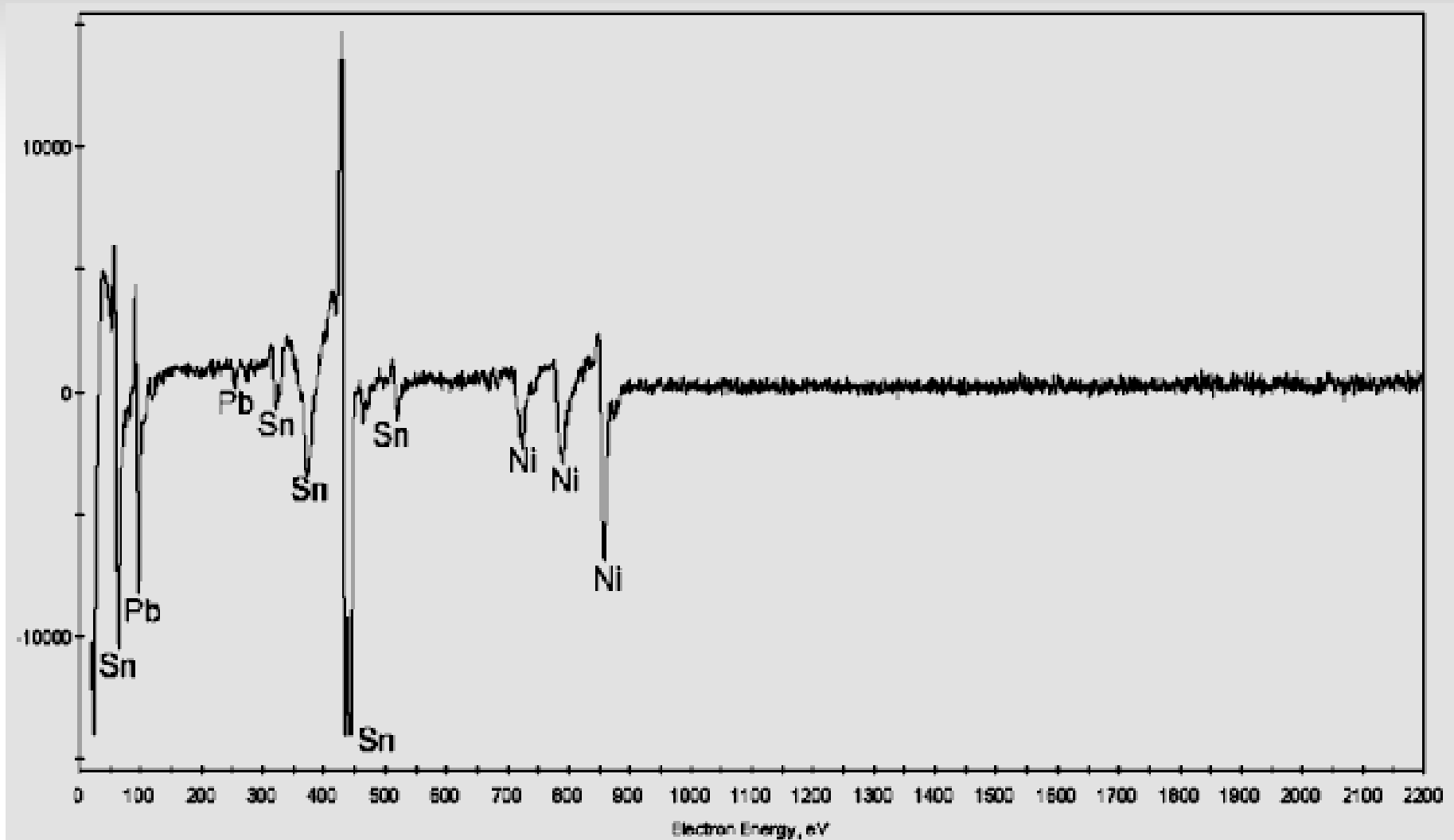
3. 金属-半导体合金接触特性分析

图 A1-Si合金接触区的AES剖面分析结果



表明在界面区存在较多的碳和氧杂质，这是造成接触电阻增大的原因。

Ni渗入Sn-Pb焊料表面的扫描 俄歇电子能谱



4.3 二次离子质谱 (SIMS)

4.3.1 离子质谱

- ▶ 质谱—按照离子具有的质量而展开的图谱。
- ▶ 二次离子质谱方法：

用聚焦的一次离子束（如 Ar^+ 、 O^- 、 Cs^+ 等）轰击样品，把材料从表面溅射出来，然后对离子（二次离子）性的组分进行质量分析并加以检测（图8-16）。

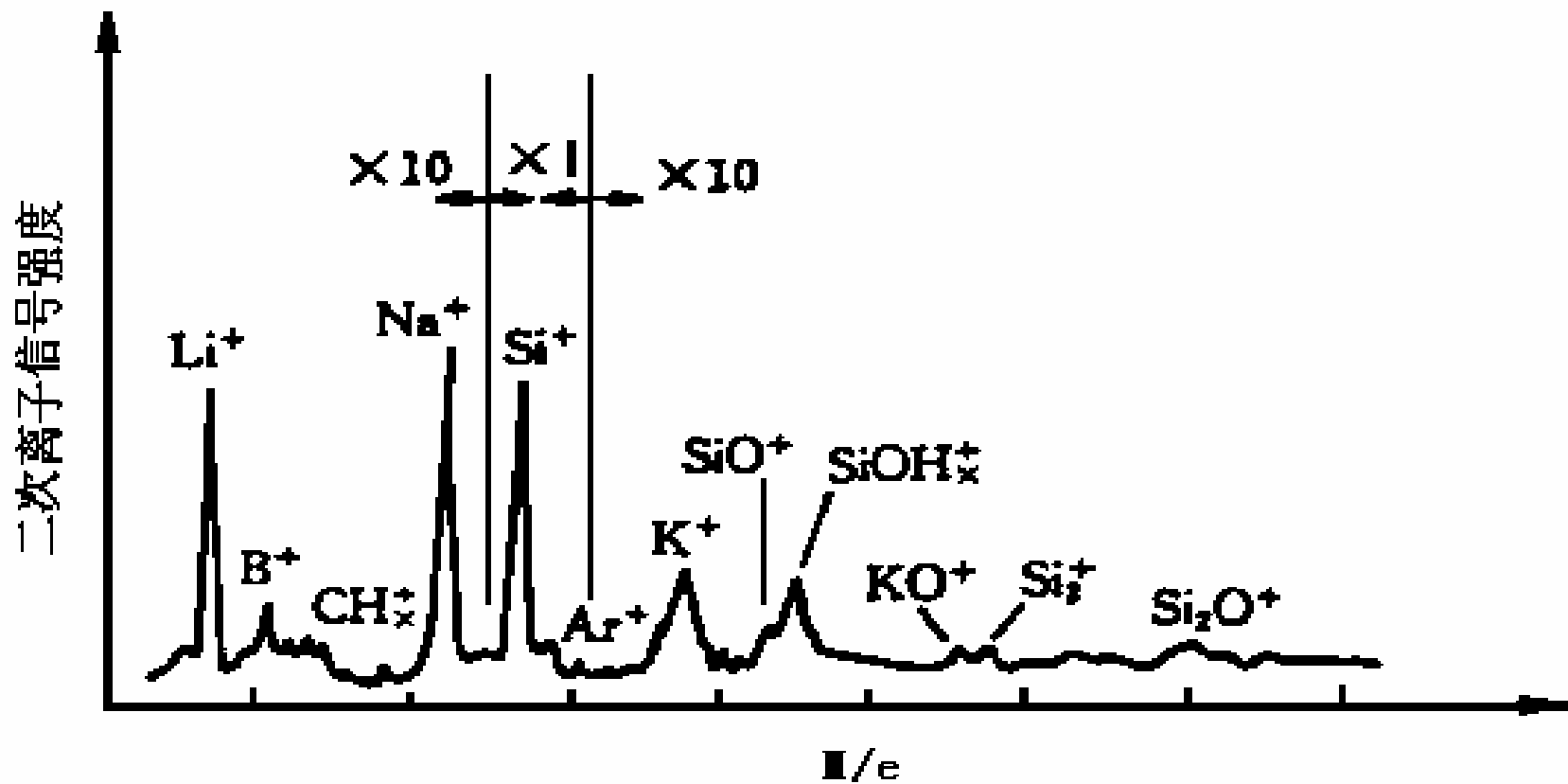
4.3.2 SIMS在失效分析中的应用

- SIMS用于对材料进行二、三维成分分析及痕量杂质分析，它具有以下优点：
 - 1) 可进行直径 $1\ \mu\text{m}$ 以下的固体表面微区 $1\sim 2\text{nm}$ 厚的表面薄层分析，也可测量纵向浓度分布。溅射辐射的速率从每分钟零点几个纳米到几百纳米。
 - 2) 灵敏度一般比俄歇电子能谱高三个数量级，可分析痕量杂质。绝对灵敏度为 $10^{-10}\sim 10^{-19}\text{g}$ ，相对灵敏度一般为百万分之一（1ppm），对一些轻元素可达十亿分之一（1ppb）。
 - 3) 能分析所有元素以及同位素，也可以分析能产生正负各次电荷态离子的复合原子或分子。

SIMS在失效分析中的应用

- ▶ SIMS最早成功的检测出 SiO_2 膜中的 Na^+ 。如在 SiO_2 层钝化膜中，根据C-V测试发现有可动电荷。进行俄歇分析，只有Si, C及O峰，因AES的检测灵敏度较低，只有0.1%。
- ▶ 进行二次离子质谱分析得到的质谱图（下图）不仅有 SiO_2 , Si^+ , SiO^+ , Si_2^+ 等峰，还出现 Na^+ , K^+ , Li^+ 峰，表明 Na^+ 等存在是 SiO_2 中产生可动电荷引起集成电路失效的原因。

集成电路SiO₂钝化层的二次离子质谱图



离子微分析方法研究各种清洗方法清洗后，硅研磨片表面的杂质残存量。

碱性溶液煮沸，并超声清洗，去除效果却很好。

研磨材料常用钢铝石、碳化硅等微粒，若残留在硅片表面，在以后的热扩散等工艺中，会侵入硅片内部，对器件电性能和可靠性产生影响。



清洗方法	与 ²⁸ Si的峰高比 (×100)						
	Na	Mg	Al	K	Ga	Mn	Fe*
三氯乙烯超声	12~250	250~470	930~1300	2~40	400~800	5~11	120~260
丙铜超声	44	300	>1000	6.3	500	6.9	140
去离子水超声	3.2	240	>1000	1.3	330	5.4	110
沸王水	3.7	280	>1000	1.6	400	7.3	120
沸碱性液超声	17	未测到	未测到	未测到	未测到	未测到	12