

TEM 样品制备中离子束对样品的损伤分析

褚维群^{1,2}, 郭 炜¹

(1. 上海交通大学 微电子学院, 上海 200030;

2. 上海贝尔阿尔卡特有限公司, 上海 201206)

摘 要:针对 TEM 样品制备过程中离子束对样品的损伤所产生的“非晶化”影响进行分析和研究。在总结已有成果的基础上, 得到一些新的突破: 通过可信、简便的制样方法, 可以直接观察到“非晶层”; 可以量测聚焦离子束制备的可供 TEM 分析的 IC 硅衬底样品的极限厚度。通过一系列自主设计的实验, 得到如下结果: 离子束的能量对“非晶层”厚度的影像非常大; “非晶层”的厚度与切割时离子束的加速电压有关, 与离子束电流及入射角度等基本无关。

关键词: TEM 样品制备; 非晶化; 聚焦离子束

中图分类号: TN405.98⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1673-629X(2008)02-0223-03

Analysis for Sample by FIB in TEM

CHU Wei-qun^{1,2}, GUO Wei¹

(1. Microelectronic School, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China;

2. Alcatel Shanghai Bell Co., Ltd., Shanghai 201206, China)

Abstract: It has been reported that a sample prepared by ion beam milling has a sandwich structure with amorphous on two sidewalls and crystal in the middle. In this paper, the sandwich structure of such a single crystal TEM sample was studied experimentally. A novel method was invented to prepare the sample, which facilitates the direct observation of amorphous layers on the sidewall. Another fabrication process were also reported. The sandwich structure can be observed directly in TEM with this sample. Get results via a series of preciseness and convenient experiments. The ion beam energy is the dominant factor that affects the damaged layer thickness. The damage layer thickness is constant with different beam currents and the sample tilt angle. But the ion beam acceleration voltage affects it.

Key words: TEM sample preparation; amorphous; focus ion beam

0 引 言

IC 产业发展至今, TEM 已成为任何一个先进的 IC 制造厂不可或缺的研究、分析工具。尤其是当制程逐步向深亚微米发展, 沉积的薄膜越来越薄, 对器件性能的影响越来越小时, 对于分析工具解析度的要求就越来越高。TEM 高解析度、高精度的优点, 使得其在 IC 制程监控、失效分析等方面的应用愈发普遍和重要。

为了适应 IC 制造企业中使用材料的特殊性和满足 IC 制造企业对效率的苛刻要求, 目前, IC 制造企业中 TEM 分析样品的制备大都需要用到离子束^[1]。一方面, 离子束使得 TEM 样品的制备更加精准和高效; 另一方面却也给 TEM 样品的分析带来了诸多的困扰

和限制。这些困扰和限制, 主要因于 TEM 样品制备过程中离子束对样品的损伤。

“非晶化”就是离子束损伤中的一种, 它限制了 TEM 样品的厚度。一个好的 TEM 样品应该具备两项主要的特质:

1) 人为造成的影响比较少, 能够保证样品信息的真实性;

2) 成像清晰, 衬度明显。当需要观测的目标越来越细微时, 第二项特质通常要求样品越薄越好^[2]。

选用晶体的样品来做研究, 是因为晶体对这种损伤十分敏感, 也利于观察。因此, TEM 样品“非晶化”的问题, 已经越来越受到业界的关注, 也成为一个急需解决的问题。无论对于科学研究还是实际应用, 其意义都是非常重大的。

通过离子束对晶体样品的实验所产生的直观损伤进行分析和研究, 从而可以进行更多的量化的计算和讨论。

收稿日期: 2007-05-16

作者简介: 褚维群 (1975-), 女, 上海人, 硕士研究生, 工程师, 研究方向为集成电路设计与制造; 郭 炜, 教授, 主要研究方向为集成电路设计。

1 “非晶层”厚度的研究

FIB(Focus Ion Beam)^[3]制备 TEM 样品过程中,在样品侧壁形成的损伤是不容易在 TEM 里面被观察到的。图 1 所示的是一个经过 FIB Pre-thinning 方法制备后的 TEM 样品。需要观察的区域是图示中中间 $15\mu\text{m}$ 的区域,这一区域在制样过程中被减薄。减薄的过程中,样品的侧壁被 Ion Beam 损伤,从 Z 方向看下去,图 1 中下部分相当于样品的顶视示意图。可以看到被离子束减薄的部分,其实是由上下被损伤后形成的“非晶层”和中间的单晶层组成的“三明治”结构。被减薄的区域最后厚度约为 $0.2\mu\text{m}$,足够 TEM 观察^[4]。

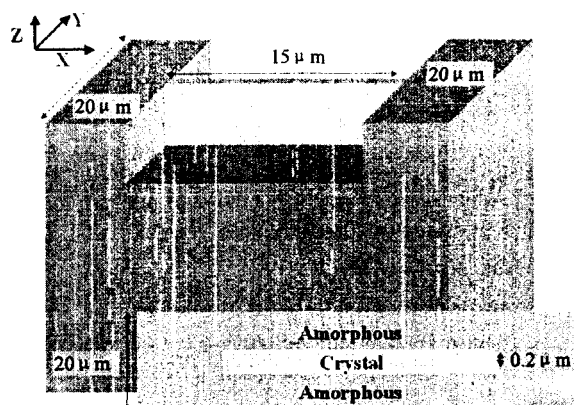


图 1 FIB Pre-thinning 方法制备后的 TEM 样品图

TEM 的电子束是沿着 Y 方向垂直于 XZ 平面投影,最后在 XZ 平面上的屏幕上成像。也就是说 TEM 的电子束是穿透“非晶层”、“晶体层”、“非晶层”,最后投影。需要注意的是,样品上需要观察的区域,在 Y 方向厚度约 $0.2\mu\text{m}$,所以在 TEM 里面成像时电子束可以在 Y 方向穿透样品。通常的思维模式下,会想到要观察 Y 厚度方向的“非晶层”,比如需要在 TEM 里面,从 Z 方向观察样品的话,就必须将样品再减薄,使之在 Z 方向的厚度变为 $0.2\mu\text{m}$ 。因为,此时样品在 TEM 里面,不需要从 X 方向观察,所以在 X 方向,样品厚度没有要求。这样的话,样品最后会变成一个 $X(X) * 0.2\mu\text{m}(Y) * 0.2\mu\text{m}(Z)$ 的超细棒。或者要从 X 方向观察样品的话,就必须将样品再减薄,使之在 X 方向的厚度变为 $0.2\mu\text{m}$,这样样品就是一个 $0.2\mu\text{m}(X) * 0.2\mu\text{m}(Y) * Z(Z)$ 的超细棒。显然这样的一个超细棒,无论制作还是取放都是相当困难的。所以说,这种离子束在 TEM 样品侧壁形成的损伤是不容易被观察到的^[5]。

2 实验

在图 1 的基础上,沿着 X 方向在要观察区域切割

样品,就可以在样品 X 方向的侧壁形成“非晶层”,因为样品在 Y 方向厚度还是 $0.2\mu\text{m}$,故可以看到 X 方向形成的损伤层。所以主要的设计理念是在一般制样的基础上,只是在 X 方向形成新的损伤,还是从 Y 方向观察 X 方向形成的损伤,而不是执著地去要求看 Y 方向的损伤层。

以上过程简述下来如图 2 所示,是一个普通 TEM 样品的顶视图,图示中的绿色薄片就是需要观测的部分,其厚度足够 TEM 观察。如果将样品按图示方法再做截取,即截出放大部分的图样,先将两边截空,然后用离子束在左右方向进行切割,就可以得到一个四面都有损伤的样品,如图所示被红线包围的绿色薄片。在 TEM 观察方向,黑色圈圈标出来的部分投影之后就可以量测出“非晶化”层的厚度。

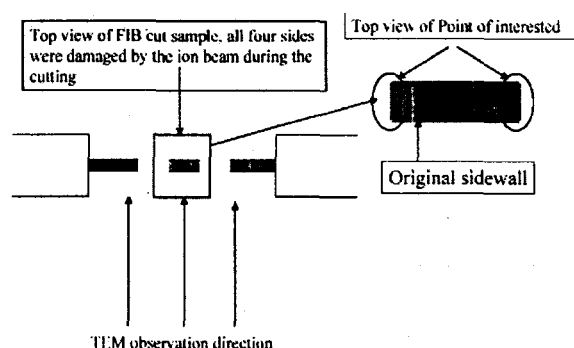


图 2 “非晶化”层样品的示意图

当然,在实际的实验过程中,因为涉及到样品污染的问题,样品的实际制作过程,并不可能完全按照实验设计去做。

3 实验分析

在制作“非晶化”层后,通过进一步的实验,观察在离子束加速电压、离子束电流大小、离子束的切割角度不同的条件下的“非晶层”厚度。

(1)离子束加速电压对“非晶化”层厚度的影响:经过一系列的实验,我们得到“非晶化”层的厚度主要取决于离子束的能量。 30kV 加速电压的离子束造成的“非晶化”层厚度约为 23nm ,如图 3(a)所示; 10kV 加速电压的离子束造成的“非晶化”层厚度约为 11nm ,如图 3(b)所示。

(2)离子束电流大小对“非晶化”层厚度的影响:如表 1 所示,电流大小基本不影响“非晶化”层的厚度。

表 1 离子束电流大小对“非晶化”层厚度的影响

电子束电流 (pA)	30	100	300	1000
“非晶化”厚度 (nm)	23.6	23.9	24.0	23.5

我们尝试在 30kV 的加速电压下,电流分别为

30PA,100PA,300PA,1000PA,最后得到的“非晶化”层厚度基本相同。当然也要注意,在实际的TEM分析当中,用不同电流大小的离子束做最后细切的时候,得到的TEM图像的质量还是有所不同。通常,用比较小的电流精修过的样品,得到的TEM影像会更均匀、细腻;大电流修过的样品一般都比较粗糙、模糊。这种差别可能是和被切割物质的反溅、离子束的粗细、离子束的步进大小、离子束的作用时间等因素相关。从实验结果看,离子束电流的大小是不会影响“非晶化”层厚度的。

(3)不同的倾斜角度对“非晶化”层厚度的影响:倾斜角度基本不影响“非晶化”层的厚度。在离子束加速电压和离子电流大小相同的条件下,没有倾斜角度和倾斜 ± 3 度的时候,量得的“非晶化”层厚度都是23.1nm。在倾斜 ± 1 度, ± 2 度时,结果也都在23nm左右。所以我们认为,倾斜角度基本不影响“非晶化”层的厚度。

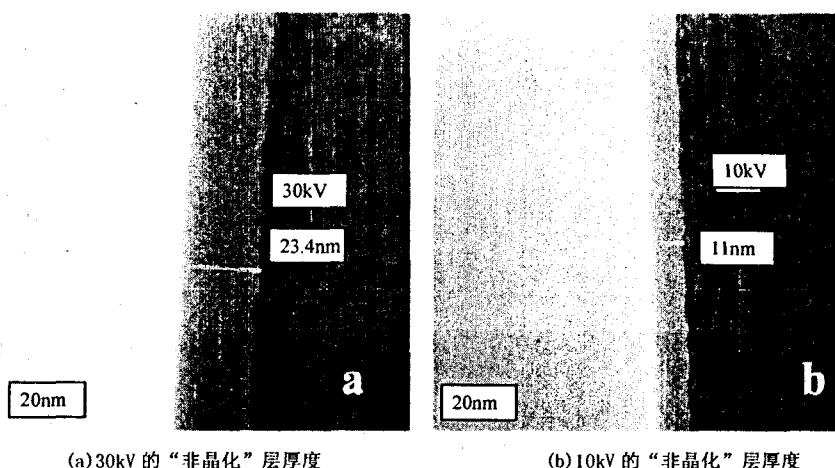
(4)不同的单晶材料对“非晶化”层厚度的影响:在其它条件一样的时候,在不同材料上形成的“非晶化”层的厚度基本一样^[6]。通过30kV加速电压、300PA离子束电流、0倾斜角度,在锗材料上量得的“非晶化”层厚度约为22nm。

从上面的实验结果,可知,倾斜角度不会对“非晶化”层厚度造成影响,但是倾斜的角度会对样品上下厚度的均匀性造成影响。如图4所示,从a到d分别是倾斜0, ± 1 , ± 2 , ± 3 后得到的结果,可以看到倾斜 ± 1 度时样品上下厚度的均匀性最好。

4 结 论

可见,TEM样品制备过程中,离子束会对样品形成损伤,并且影响最后TEM的观察。故对“非晶层”研究的最主要目的应该是怎样减弱或者消除它。

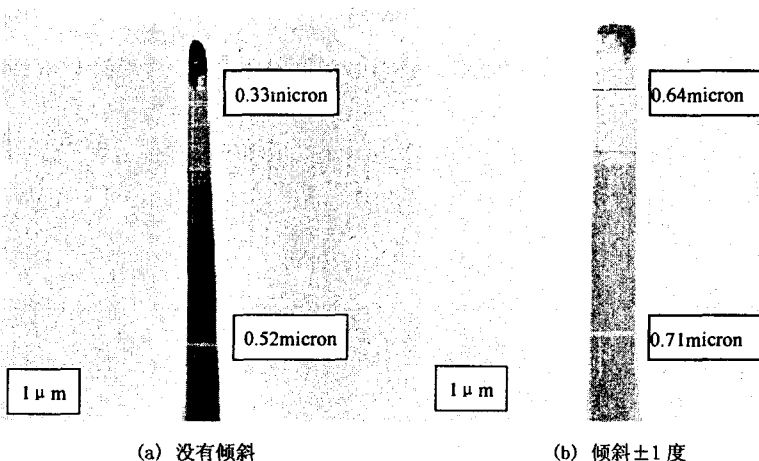
以上论述的实验方法可以直接看到“非晶层”。并



(a)30kV的“非晶化”层厚度

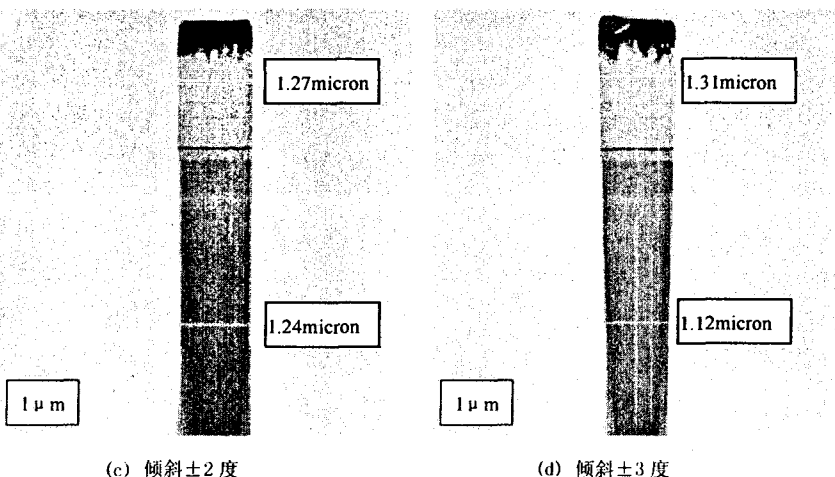
(b)10kV的“非晶化”层厚度

图3 “非晶化”层厚度



(a) 没有倾斜

(b) 倾斜 ± 1 度



(c) 倾斜 ± 2 度

(d) 倾斜 ± 3 度

图4 倾斜角度对样品上下厚度均匀性的影响

且从实验结果中确认离子束的能量对“非晶层”厚度的影像非常大,所以已经可以找到一个方向,即降低TEM样品制备过程中的离子束加速电压,来减少“非晶层”的厚度制备,进而减弱“非晶层”对TEM观察影响。事实上,这种方法因为简单可行,已经开始逐步被FIB的生产厂商所接受。目前,多家厂商已经开始

(下转第229页)

2.2 开发工具

(1)Java 允许环境 Sun Java J2sdk1.5。因为要运行 JSP 和 Servlet,首先要在机器上安装 Java 环境,而 Sun Java J2SDK 是 Sun 公司免费为用户提供的 Java 语言软件开发工具包,它包含了所有编写运行 Java 程序所需要的工具:Java 基本组件、库、Java 编译器、Java 解释器、小型应用程序浏览器以及一些用于开发 Java 应用程序的有关程序等。

(2)Apache Tomcat5.5。这是 Apache Group Jakarta 小组开发的一个免费服务器软件,适合于嵌入 Apache 中应用,而且它的源代码可以免费获得,并可以自由地对其进行扩充,它小巧灵活,占用系统资源少,很适合小型项目的开发。

3 结束语

网络考试是考试形式多样化的一种体现,它实现无纸化、提高阅卷效率、降低教师的工作量和劳动强度。文中介绍的是一种有别于在校学生的适合于企、事业单位员工的在线考试系统,可通过网络实行异地考试,不但提高了考试的效率,而且在某种程度上提高了企、事业单位的整体工作效率。本考试系统可以同时供多人进行远程网上在线考试,与目前较流行的两

类在线考试系统有所不同,一类是学校中使用的针对在校学生的考试系统,这种考试系统更强调管理功能,如对不同系科、专业学生的分类,试卷的分类管理,历史学籍档案成绩的查寻,补考、重修成绩的登记、管理;另一类是证书考试系统,更强调考试系统的安全性、实用性,主要侧重于题库随机出题的功能,对题库的管理要求较高,如各类题目的难易度、知识点的覆盖面、不同级别证书的要求等。而本系统与上述两种系统既有类似之处,又有自己的特点,本系统强调考试时间的灵活性,考题范围针对某特定企(事)业单位,比较单一,但可以通过改变数据库内容的方法推广到不同的企(事)业单位使用。

参考文献:

- [1] 陆垂伟,周松林,李芳,等.基于 J2EE 的网络考试系统的设计与实现[J].计算机应用与软件,2006(10):139-143.
- [2] 黄理,李积善,曹林有,等.用 JSP 轻松开发 Web 网站[M].第 2 版.北京:科学出版社,2006.
- [3] 廖若雪.JSP 高级编程[M].北京:机械工业出版社,2001.
- [4] 徐洁磐,张剌,封玲.现代数据库系统实用教程[M].北京:人民邮电出版社,2006.
- [5] 胡永飘,梁荣光,张勇.JSP 技术及其在 OA 系统中的应用[J].计算机技术与发展,2006,16(1):204-206.

(上接第 225 页)

推出 10kV、5kV 的离子束切割,并将此作为一个大的卖点,以顺应 IC 制程发展的趋势对失效分析手段提出的挑战。降低 TEM 样品制备过程中的离子束加速电压可以减小“非晶层”的厚度,但毕竟还不是治本之法,低能量的离子束同样也会损伤样品,引入不必要的人为影响。所以更为有效,并且简单可行的方法也在讨论当中。

最理想的方法,还是开发类似于 Pt dep 和 EE Etch 这样的 GIS 配方。正常状况下,Pt dep 是通过离子束解离 Pt 的有机挥发气体,沉积 Pt 的。通过电子束进行解离也是在应用中经常用到的一种手段,只是电子束解离沉积的速度比较慢。使用电子束最大的优点就在于电子束基本不会对样品形成损伤。如果能够开发用电子束进行解离,然后进行 etch 的 GIS,这样不会损伤到样品。但是这种 GIS 的蚀刻选择比不是最优化的。这种 GIS 配方的优点在于清除彻底,并且无污染,操作也会很方便。在 FIB 里面减薄样品之后,插入 GIS 的针,处理一下,取出样品,就可以放入 TEM 观察。对比之前的降低离子束加速电压的方法,这种方法用到的是电子束,所以清除更彻底。

由于设备、材料和相关知识的限制,这些想法都只在设想中,还需要进一步的学习和研究。

参考文献:

- [1] 陈世朴,王永瑞.金属电子显微分析[M].北京:机械工业出版社,1985.
- [2] Langford R M, Petford-Long A L. Preparation of TEM cross-section specimens using FIB milling[J].J. Vac. Sci. Technol., 2001,19(5):2186-2193.
- [3] Ishitani T, Koike H, Yaguchi T, et al. Implanted gallium-ion concentrations of focused-ion-beam prepared cross sections[J].J. Vac. Sci. Technol., 1998,16(4):1907-1913.
- [4] McCaffrey J P, Phaneuf M W, Madsen L D. Surface damage formation during ion-beam thinning of samples for transmission electron microscopy[J].Ultramicroscopy, 2001,87:97-104.
- [5] Kato N I, Kohno Y, Saka H. Side-wall damage in a transmission electron microscopy specimen of crystalline Si prepared by focused ion beam etching[J].J. Vac. Sci. Technol., 1999,17(4):1201-1204.
- [6] 汪建民.材料分析[M].北京:中国材料科学学会出版社,1998:175-236.