

半導体デバイスの評価・解析技術

山元清史・笹川 薫

㈱コベルコ科研

Analytical Techniques for Semiconductor Devices

Kiyoshi Yamamoto · Kaoru Sasagawa

In this paper, evaluation techniques for semiconductor devices such as LSI in various process stages are described. Concrete analytical examples are demonstrated on transmission microscopy, Rutherford backscattering spectrometry, secondary ion mass spectrometry, and Auger electron microscopy. Moreover, sample preparation techniques, especially for thin films, using focused ion beams, which are necessary for observing specific regions of semiconductor devices, are described.

まえがき = コンピュータ、通信機器など今日の電子機器にもちいられる半導体デバイスは、その製品の中枢機能となるため、高い品質と信頼性が要求される。しかし、LSI に代表されるように、デバイスサイズは年々縮小の方向にあり、現在主流になりつつある $0.25\mu\text{m}$ ルールが、1999年には $0.18\mu\text{m}$ ルールの本格量産へと移行する見通しであり¹⁾、素子の微細化やプロセスの複雑化がさらに進む。これにより、これまで無視できた微小パーティクルや微小欠陥、あるいは、新プロセス導入による未経験の不良モードといった、新しい問題が増加するであろう。こういった状況の中で、品質および信頼性を向上させるために、設計段階、製造段階、製品段階でさまざまな評価やデータ解析がおこなわれ、それらが素早くフィードバックされている。

本稿では、製造段階および製品段階における評価手法を簡単に述べ、さらに問題解決に有効な手段として物理的分析手法である、透過電子顕微鏡 (TEM)、ラザフォード後方散乱法 (RBS)、二次イオン質量分析法 (SIMS)、オージェ電子分光法 (AES) を紹介する。最後に、種々の解析に必要な試料の前処理技術について述べる。

1. 評価技術

1.1 製造プロセス段階での評価

ここでは、半導体デバイスの製造プロセス段階における評価技術について述べる。

原材料となる半導体結晶の純度は、デバイスの特性に大きく影響する要素であるが、電気的な測定のほか、化学分析 [原子吸光法や ICP (誘導結合プラズマ)- 発光分光法]、二次イオン質量分析法などの分析技術がもちいられている。

また、Si 結晶中の欠陥は、デバイスの微細化やウェハの大口径化が進んでいる現在では、信頼性に大きな影響を及ぼすようになっており²⁾、こうした欠陥とデバイスの特性の関係を把握する必要がある。欠陥には、転位、積層欠陥、析出物などがあるが、透過電子顕微鏡をもちいて評価することができる。

ウェハ表面の汚染、とくに重金属不純物は Si 結晶中

では格子間位置に入るため、繰り返しおこなわれる熱処理過程により拡散し内部欠陥の原因となる³⁾。これらの表面汚染の分析には、全反射蛍光 X 線分光法や ICP-質量分析法、TOF (飛行時間型)-SIMS などがもちいられている。

拡散・イオン注入工程で拡散・注入された不純物原子の深さ方向濃度分布は、デバイスの電気特性を決める重要なファクタである。この評価には、高感度でかつ深さ方向濃度分析が可能な SIMS が有効である。

金属膜および絶縁膜の成膜工程では、膜厚、膜質などをインラインで評価する必要があり、エリプソメトリーや蛍光 X 線分析装置がもちいられている。

このように、デバイスの品質および歩留りの向上には、製造段階における高度な評価技術が望まれる。第 1 表に、それぞれの製造段階で注目されるパラメータを評価

第 1 表 製造段階における技術項目と分析装置⁴⁾

Table 1 Technical check points for manufacturing and its analysis equipment

Technical Check Point	Parameters	Analysis Equipment
Cleaning	Metal Contamination (Organic ,Inorganic)	GCMS ,JCP-MS , TRXRF ,TOF-SIMS
Pattern Defects	Atmosphere (NO _x , SO _x ,NH ₃ , etc .)	IC ,FTIR ,GCMS ,
Film Deposition Defects	Organic Materials (Plasticizer ,Solvent)	GCMS ,FTIR ,TDS
Crystal Defects	Submicron Particles	TOF-SIMS
Increasing Uniformity	Surface Condition (Morphology ,Combination)	FEAES ,TEM-EDX
Quality and Thickness of Film	Damages (Substrate ,Insulating Films)	TEM ,AFM ,XPS , TOF-SIMS
Concentration Distribution	Crystal Conditions (Direction ,Grain Size)	TEM ,Life Time
Surface Condition	Impurities Density and Concentration Distribution (Water ,Organic Solvent)	TEM ,XRD ,FIB
	Charged or Not (Surface , Inside of Films)	TDS ,GCMS ,SIMS , TOF-SIMS
		SPV ,CV
Monitoring	Surface Condition (Morphology ,Combination)	TEM ,AFM ,XPS , TOF-SIMS
	Metal Contamination (Organic ,Inorganic)	GCMS ,JCP-MS , TRXRF ,TOF-SIMS
	Structure Shapes (Gate ,Contact)	TEM ,FIB ,SEM
	Damages (Substrate ,Insulating Films)	TEM ,Life Time

するための分析手法の例を示す⁴⁾。

1.2 製品段階における評価（故障解析）

次に、半導体デバイスの製品段階における評価である故障解析について、その手順と解析手法を説明する。

故障解析とは、電気的測定、物理的あるいは化学的な先端解析技術を組合わせて、発生した不良の原因を究明することである。故障品は通常数が少なく、ただ一つしかないことも多い。そのため、解析には十分な情報収集や確認をおこなうことが必要である。第1図に故障解析の手順を示す⁵⁾。

最終製品での故障解析は、外観観察、X線透視、開封、内部調査というすべての工程が必要である。外観観察では、実体顕微鏡、光学顕微鏡、走査電子顕微鏡（SEM）をもちいて、封止樹脂のクラックなどを検査する。内部の観察のためには、封止樹脂を開封しなければならない。これには、発煙硝酸（70～80℃）などの化学薬品を使う方法、あるいは熱的ストレスにより樹脂を割る方法が一般にもちいられる。

製造プロセスで、品質や歩留りを管理するためにおこなわれる故障解析は、通常ウェハレベルでの電気的テストにより不良であると認識されたデバイスが対象となる。故障箇所の特定には、電気的テストのみでなく、EB（電子ビーム）テスト、EBIC（電子線励起電流）法⁶⁾、OBIC（光励起電流）法、液晶観察法などがもちいられる。

上記の方法で特定した故障箇所について解析を進めていくが、最初に表面あるいは内部を光学顕微鏡で観察する。光学顕微鏡観察では、異物、断線、ショート、パターン不良などを確認することができる。

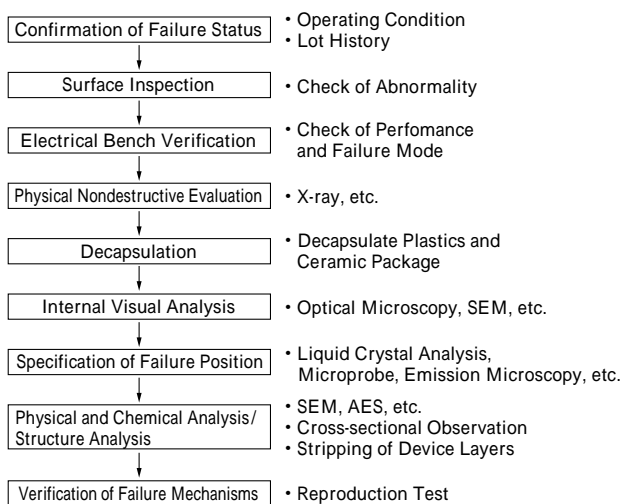
さらに内部に故障が存在する場合には、試料の一部をはぎ取り不良位置を露出させ解析する必要がある。これには、化学薬品をもちいるウェットエッチングや、反応性イオンをもちいるドライエッチングの手法をもちいる。所望の位置を観察するためには選択的に膜を除去する必要があるが、適当な条件を組合わせてエッチングする。エッチング液の一例を第2表に示す⁷⁾。このエッチングと光学顕微鏡、SEM観察を繰り返しおこなうことによって、不良原因や不良工程を明らかにすることができる。異物がある場合には、SEM-EDX（エネルギー分散X線分光法）、異物が微小（1μm以下）な場合にはAESにて同定することができる。

また、内部構造を明らかにするために、断面方向からSEMあるいはTEMによる観察を要する場合がある。これらの観察には試料作製が非常に重要となる。へき開、断面研磨のほか、最近では集束イオンビーム（FIB：Focused Ion Beam）をもちいた断面加工がおこなわれるようになってきている。

このように、製品段階においてもさまざまな解析手法をもちいて、デバイスの評価がおこなわれている。

2. 分析技術

ここまで、製造工程や製品段階でデバイスを評価するためにおこなわれる分析手法について簡単に説明してきたが、以下に、当社において実施している半導体デバイ



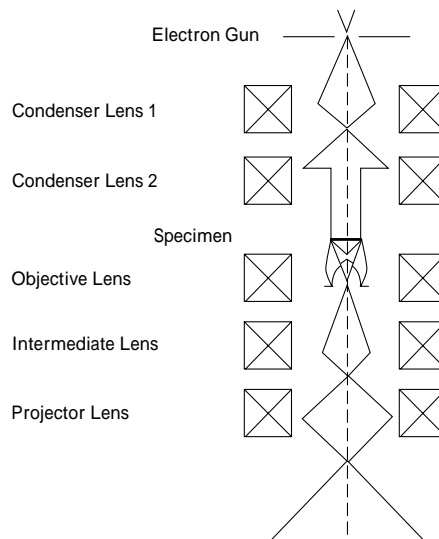
第1図 故障解析の手順⁵⁾

Fig. 1 Process of failure analysis

第2表 エッチング液⁷⁾

Table 2 Etching solution

Material	Etching Solution	Etching Rate
SiO ₂	28ml HF 170ml H ₂ O 113g NH ₄ F	100~250nm/min
PSG	Same as Above	550nm/min
Si ₃ N ₄	HF	100nm/min, 800
	H ₃ PO ₄	10nm/min, 180
Poly-Si	1ml HF 26ml HNO ₃ 33ml CH ₃ COOH	150nm/min



第2図 透過電子顕微鏡の概略図

Fig. 2 Schematic illustration of transmission electron microscope (TEM)

スの評価・解析手法について紹介する。

2.1 透過電子顕微鏡

透過電子顕微鏡（TEM：Transmission Electron Microscopy）は、分解能が高く原子レベルまで拡大して観察できる手法である。装置の構成を第2図に示す。加速した電子線を収束レンズにより調整し、薄膜化（0.1μm以下）した試料に照射する。試料を透過した電子線は対物レンズ、中間レンズ、投射レンズにより結像され、最終

的な像が蛍光板上に映しだされる。像の記録はフィルムへの直接露光によりおこなわれる。より感度の高いイメージング・プレートでの記録もおこなわれるようになっている。

TEM 観察のためには、試料を薄片化する必要があり、良質な試料を作製する技術が重要である。半導体デバイスについては、通常 Ar^+ イオンミリング⁸⁾ や集束イオンビーム (FIB) 加工により試料作製をおこなう。FIB 加工により特定箇所の TEM 観察が可能となる。

観察像から、結晶中の欠陥の有無、界面の構造、膜厚など多くの情報をえることができる。欠陥観察の例を写真 1 に示す。これは化合物半導体の単結晶中に見られるもので、解析の結果、積層欠陥であることがわかった。

高分解能観察法は、結晶構造を原子レベルで評価することができるため、薄膜、界面などの解析に有効な手段であるが、像解釈にはコンピュータシミュレーションをもちいるなど慎重な解析が必要である。

また、電子線回折像を解析することにより、結晶構造、結晶方位、欠陥などを評価することができる。制限視野絞りをもちいて試料の一部からの電子線回折像をえる。最近では、電子ビームを 1nm 程度に絞ったナノプローブを試料の一部に照射して電子線回折像をえることが可能になり、微小領域の構造解析が可能である。

このようなナノプローブをもちいて、EDX あるいは EELS (電子エネルギー損失分光) による極微小領域の組成分析が可能となっている。また、EELS をもちいた半導体の格子欠陥における電子準位の解析などもおこなわれている⁹⁾。

写真 2 に 64MDRAM のゲート酸化膜 (a) および誘電体膜 (b) の高分解能観察例を示す。試料作製は FIB 加工にて、 $0.2\mu m$ 程度のコンタクト中央を薄片化したものである。Si 基板の格子間隔を測定することによりゲート酸化膜の膜厚を知ることができる。

このように TEM では、半導体デバイスの評価において重要な、各素子の構造、構成元素、積層状態、結晶欠陥の有無などの情報をえることができる。

2.2 ラザフォード後方散乱分析法

ラザフォード後方散乱分析法 (Rutherford Backscattering Spectrometry) は、数 MeV に加速したイオン (通常 He^+) を試料に入射させ、試料物質の原子核と衝突して跳ね返されたイオンのエネルギーを分析することで、試料表面の情報をえる手法である。

この手法は、非破壊で比較的短時間 (30 分以内) に測定をおこなうことができることが特徴である。試料最表面から深さ $1\mu m$ 程度までの領域の構成元素と、深さ方向分布についての情報を、約 10nm の分解能でえることができる。また、標準試料を必要とせず、精度 5% 程度の定量が可能である。

これらの特徴により、エレクトロニクス材料としてもちいられている各種多層膜の、組成分析、密度測定、膜厚測定などに多用されている。また、チャネリング法をもちいて単結晶試料の結晶性や、界面の構造評価が可能となる。



写真 1 化合物半導体単結晶中の積層欠陥
Photo 1 TEM image of defect in compound semiconductor crystal

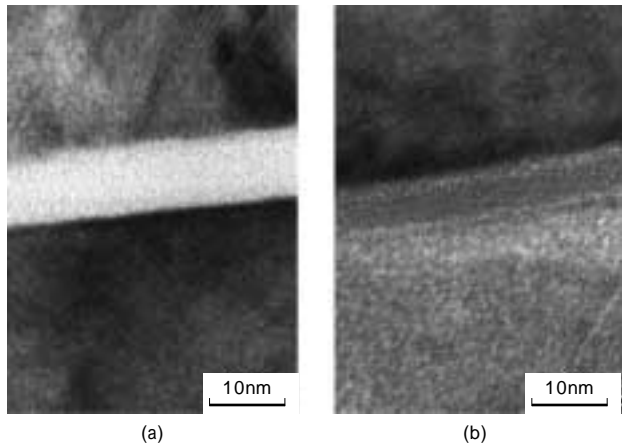
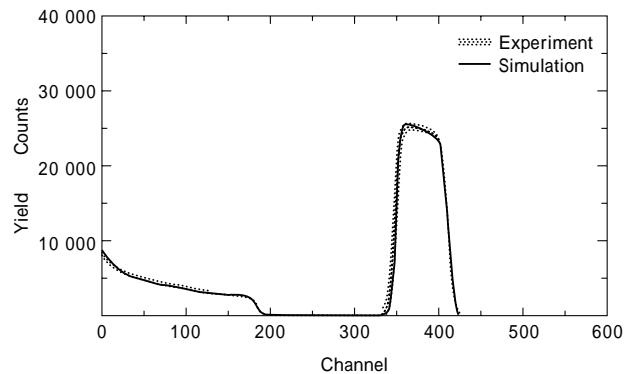


写真 2 DRAM メモリセルの断面観察例
Photo 2 TEM image of DRAM memory cell
(a) Gate Oxide, (b) ONO insulator



第 3 図 WN_x 膜の RBS スペクトル
Fig. 3 RBS spectra of WN_x film

第 3 図に WN_x 膜の組成分析例を示す。 WN_x 膜は、Cu 配線をもちいたデバイスにおいて、Cu の絶縁膜中への拡散防止、Cu と絶縁膜とのブランケットの役割を果たすバリア膜として注目されている。しかし、膜中の窒素含有量によって特性が大きく変化するため、窒素を定量的に知ることが重要である。ここでは、マグネトロンスパッタ (パワー: 250W, ガス圧: 5 mtorr, ガス圧比: Ar

/N = 4/1 (基板温度: 300 °C) をもちいて, W と N が 1:1 の組成比になるように Si 基板の上に成膜した試料を分析した。解析した結果, W: N が 0.56:0.44 の組成比である膜がえられていることがわかった。

2.3 二次イオン質量分析法

二次イオン質量分析法 (SIMS: Secondary Ion Mass Spectrometry) は, 試料表面に O_2^+ や Cs^+ などのイオンを照射し, 試料表面から放出されるイオン(二次イオン)を電界で引き出し, 質量分析することにより, 試料表面に存在する元素やその濃度を評価する手法である。質量分析計には二重収束型や四重極型があり, 最近では飛行時間型 (TOF: time of flight) ももちいられる。

SIMS は他の分析手法には見られない以下のような特徴を有する。

- (1) 高感度であり, ppm 以下の微量分析ができる。
- (2) 水素からウランまでの全元素の分析ができる。
- (3) 深さ方向分析ができる。
- (4) 同位体の分析ができる。
- (5) 面分析や三次元分析ができる。
- (6) 標準試料をもちいて定量分析ができる。

これらの特徴から, 半導体デバイスにおける微量なドーパント元素の深さ方向分布の解析には必要不可欠な分析手段となっている。

第 4 図に深さ方向分析の例を示す。Si 基板に ^{11}B を 30 keV, 10^{15} ions/cm² の条件でイオン注入した試料を測定したものであり, 5 桁以上におよぶ広いダイナミックレンジと, 10^{14} cm⁻³ 程度の低濃度まで検出できることがわかる。

2.4 オージェ電子分光法

オージェ電子分光法 (AES: Auger Electron Spectroscopy) は, 超高真空中で試料に電子ビームを照射し, 試料表面から放出されるオージェ電子を検出することで, 試料中に含まれる元素を分析する手段である。放出されるオージェ電子は, 固体中からの脱出深さが 0.5~2nm であるため, 単原子層レベルの分析が可能である。さらに, Ar^+ イオンビームによって試料表面をスパッタしながら分析することで, 深さ方向分析ができる。軽元素も分析が可能で, H, He 以外の全元素が検出できる。電子ビームを走査することで線分析, 面分析も可能である。分析領域は電子ビーム径に近く, 電界放出の装置をもちいれば 50nm の分解能がえられる。

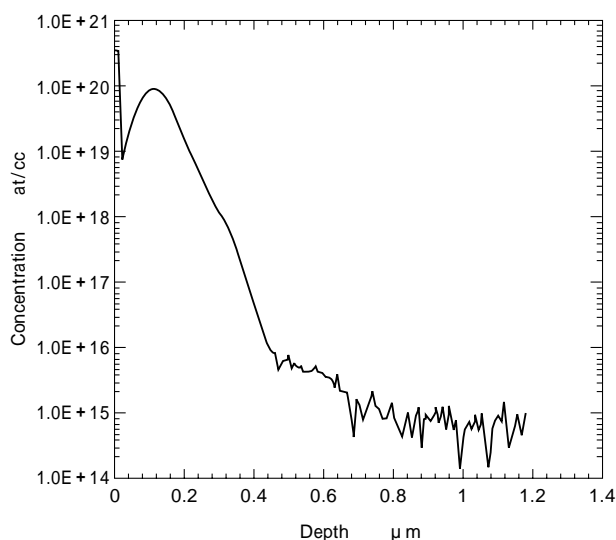
これらの特徴をいかして, EDX では検出できない, 半導体デバイス中の 0.1 μm 以下の異物や変成層の評価にもちいられる。

3. 試料作製法

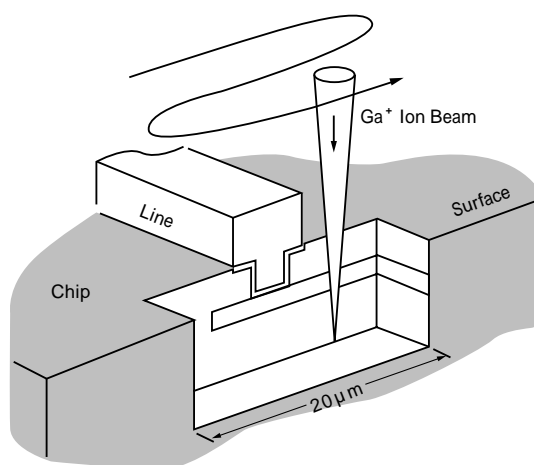
最後に, TEM, SEM, AES などによる解析のための, 前処理技術を紹介する。

3.1 へき開法

簡単な断面試料作製法としてへき開法がある。たとえば Si 単結晶でのへき開面は (110) 面および (111) 面であり, これらの方向にダイヤモンドなどでけがくことのできるきれいなへき開面がえられる。この方法によって, 半



第 4 図 Si 中の B の深さ方向分析
Fig. 4 Depth profile of B implant in Si



第 5 図 FIB 加工の概念図
Fig. 5 Method of sample preparation by FIB

導体デバイスの断面構造やエピタキシャル成長層の評価をおこなう。さらに, このへき開法とエッチング法¹⁰⁾を組み合わせることにより, エピタキシャル層や拡散の深さなどを評価することができる。

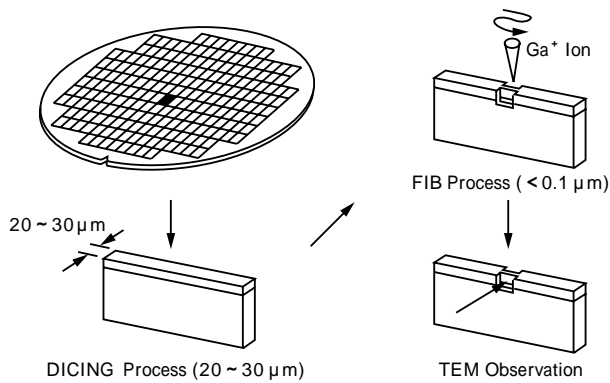
広範囲の観察領域をえられるが, 微小領域の位置特定は困難である。

3.2 断面研磨

目的とする断面を観察, 分析する場合には, 研磨法をもちいる。試料はそのまま, もしくは樹脂に埋め込んで研磨する。研磨時の機械的損傷を小さくするために, 密着性のよい樹脂を選択したり, 材料に応じた加工条件を選択する必要がある。治具をもちいて数 μm 程度の特定位置出しが可能であり, ワイヤボンディング不良部などの断面観察に適している。

3.3 集束イオンビーム加工

微小な異物, 特定不良箇所などの断面観察のための前処理として, 集束イオンビーム (FIB) 加工がもちいられている。第 5 図に FIB 加工の概念図を示す。 Ga^+ イオンを試料に照射して, 微小部を選択的にエッチングする。FIB は, 10nm 程度の分解能をもつ二次電子像がえられ



第6図 FIBによるTEM試料作製
Fig. 6 Process for TEM sample preparation

るため、目的とする位置の断面を精度よく出すことができる。SEM観察やAES分析の前処理として非常に有効な手法である。

TEM観察用の試料作製工程を第6図に示す。ダイシング加工により数10 μm 幅に試料を切り出し、FIB加工によって0.1 μm 以下の膜厚まで薄膜化する。この手法により1 μm 以下の特定不良領域、異種素材の多層膜など、これまで困難であった試料の前処理を簡便におこなうことができる。

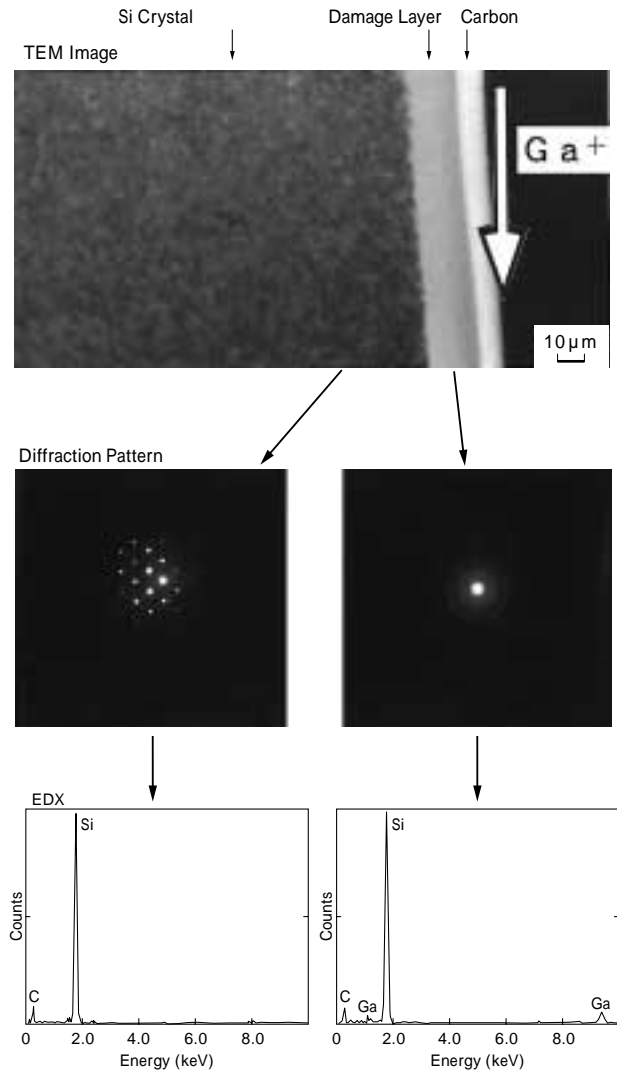
しかし、FIB加工ではGa⁺イオンの打ち込みによる試料表面へのダメージが懸念されており¹¹⁾、解析には十分な注意が必要である。第7図にダメージ層のTEM像および電子線回折像、EDXによる分析結果を示す。もちいた試料は、あらかじめSi単結晶をGa⁺イオンビームにより加工した後、加工面を真空蒸着したカーボンで保護したものである。その加工面に生じたダメージ層を観察するために、さらにFIBをもちいて薄片化した。ナノプローブによる電子線回折から、厚さ10~15nmの非晶質部分の存在が確認できる。この非晶質部分ではGaが高く検出されており、打ち込みにより生じたダメージであることがわかる。

以上見てきたように、対象試料や解析目的によって最適な試料作製手法を選択すること、および最適加工条件を設定することが重要であると思われる。

むすび=半導体デバイスの評価・解析手法の概要を紹介した。デバイスの微細化、複雑化が進むなかで、今後開発・製造プロセス段階から製品段階までの科学的な評価が重要になるであろう。今回紹介できなかった手法も含めて、これらの問題に対して適切な分析技術を応用して問題解決に役立てていきたい。

参考文献

- 1) 若林秀樹ほか：日経マイクロデバイス，(1996.10)。
- 2) 原央編：ULSIプロセス技術(1997)，p.185 培風館。



第7図 FIB加工におけるダメージ層と正常部層の比較
(TEM像+電子線回折像+EDX分析)
Fig. 7 Comparison of damage layer by FIB and Si matrix area
(by TEM image, diffraction pattern and EDX analysis)

- 3) 上浦洋一：シリコン結晶欠陥の基礎物性とその評価法，(1997)，p.157，リアライズ社。
- 4) 本山理一ほか：SEMIテクノロジーシンポジウム96講演予稿集2，(1996)，p.37。
- 5) 二川清ほか：デバイス・部品の故障解析，(1997)，p.17，日科技連。
- 6) 安食恒雄監修：半導体デバイスの信頼性技術(1996)，p.103，日科技連。
- 7) D. Platter：Basic Intergrated Circuit Failure Analysis Techniques，17th Ann. Proc. International/Reliability Physics Symposium，(1979)，p.248。
- 8) 青木茂ほか：日本結晶学会誌，26(1984)，p.236。
- 9) 竹田精治ほか：電子顕微鏡による半導体評価，日本電子顕微鏡学会関西支部技術研究会予稿集，(1994)，p.7。
- 10) 河東田隆編：半導体評価技術，(1997)，p.135 産業図書。
- 11) Leslie et al.：21st International Symposium for Failure Analysis，(1995)，p.353。