

TEM sample preparations of thin films 박막 재료의 TEM 시편 준비법

LG 종합기술원 정영우, 김현하, 이정수

1. 서론

반도체 산업이 다기능, 고집적화 되어감에 따라 소자 구성도 다층화, 박막화 되어가고 있다. 이 때 각 소자의 특성 및 물성 평가에 널리 이용되는 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscopy : TEM)은 계면에서의 반응상 관찰이나, 박막의 내부 구조 관찰, 계면 수직 방향으로의 원소 정량 분석 등이 가능하여 활발히 이용되고 있다. 하지만 다층 박막 재료들의 계면이나 내부 구조 관찰을 위해서 TEM 관찰용으로 제작된 시편은 다층 박막들이 거의 균일한 두께로 thinning 되어져야 한다. 본 연구에서는 최근 관심 받고 있는 반도체나 전자 재료들에 있어서 TEM 관찰에 적합한 시편 제작법과 향후 기술 발전 전망에 대해 살펴 보고자 한다.

2. 실험 방법

실험에 사용된 대부분의 시편들은 박막 재료의 단면 시편 준비법으로 널리 사용되는 rocking-angle ion-milling법을 이용하여 시편 제작을 하였다. Rocking-angle ion-milling법은 관찰을 원하는 film을 서로 마주 보도록 bonding한 다음 단면 방향으로 얇게 slicing, polishing한 후 ion-miller에 넣고 film interface axis(FIA)를 ion beam에 대해 수직하게 놓고 ion beam의 $\pm \omega$ 각도에서 시편을 rocking시켜 ion beam이 주로 FIA의 수직인 방향으로만 입사되도록 하여 ion-milling하는 방법이다. 이 방법은 다층 박막을 이루는 재료들 간의 sputtering rates의 차이로 인해 발생하는 differential thinning 현상을 줄이는데 효과적인 것으로 보고되고 있다.^{1,2} 하지만 각 층을 이루는 재료의 종류나, 결정학적 방위, 두께, 밀도 등에 따라 재료의 sputtering rate이 달라지므로³ system을 구성하는 재료에 맞는 적절한 rocking-angle값으로 조절해 가며 실험하였다. 그리고 polymer와 같이 ion-milling법이 부적합한 시편에 대해서는 시편을 resin으로 embedding하여 얇게 slicing하여 단면 관찰하는 ultramicrotomy법이나 기판을 polishing한 후 chemical etchant에 녹여내어 평면을 관찰하는 chemical etching법을 이용하였다. 또한 고집적화된 소자의 미소 부위 관찰을 위해서는 tripod polishing법이나 Focussed Ion Beam(FIB)법을 이용하였다.

3. 실험 결과

Multi-layer를 구성하는 물질들의 sputtering rates의 차이가 심한 경우 적정 rocking-angle 조건은 40°와 같은 작은 각도였고, 구성 물질들의 sputtering rates의 차이가 심하지 않은 경우 적정 rocking-angle은 80°와 같이 비교적 큰 각도에서 좋은 결과를 얻을 수 있었다. 그리고 W이나, sapphire와 같이 milling이 잘 되지 않는 재료나, 기판과 film 물질의 milling rates의 차이가 심한 경우 incident ion beam angle을 줄여 low angle ion-milling의 효과까지 도모하여 좋은 결과를 얻을 수 있었다.

또한 고집적화 되어가는 소자의 미소 부위의 단면 관찰용 시편 준비를 위해서 현재 FIB나 tripod polisher를 이용하여 시편 제작을 하고 있으나 FIB의 비싼 장비 가격과 ion beam에 의한 damage 문제에 대한 해결과, 그에 비하여 장비 가격은 싸지만 user friendly하지 못한 tripod polisher의 사용상의 문제점 해결이 향후 요구되고 있고 이를 위하여 현재 dimpler의 flatting tool과 ion-milling법을 combine하는 방법도 시도되고 있다. 그리고 다양화 되어가는 재료에 대해 적절한 epoxy의 개발과 시편 준비에 관한 적정 조건들을 data base화 시킨다면 시편 준비 기술 또한 반도체, 전자 산업과 더불어 더욱 발전되어갈 것으로 기대된다.

참고문헌

1. J. S. Lee, Y. W. Jeong and S. T. Kim, *Micros. Res. Tech.* **33**, 490 (1996).
2. 김현하, 정영우, 이정수, *Korean J. of Appl. Phys.*, Vol. 10, No.6, 599 (1997).
3. J. S. Lee, H. H. Kim, and Y. W. Jeong, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **480**, 29 (1997).