

Preparation of Noise(Si K Peak) Free FIB-TEM Sample for EDS Analysis

최진태, 김종협, 최근영, 박주철, 이순영
(주)하이닉스반도체 메모리(연) 분석개발팀

1. 서론

DRAM 등 반도체 Device의 집적도가 향상되어감에 따라 불량이나 Defect의 Size도 점점 작아지고 있으며, 미소 영역에 대한 분석 Need도 점점 증가하고 있다. Defect 등 특정 영역을 분석하기 위해서는 일반적으로 FIB 및 Dicing Saw를 이용하여 Sample을 제작한 후 TEM으로 분석 하고 있으며, 미소 영역에 대한 성분분석에는 EDS(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)가 널리 사용되고 있다. FIB 와 TEM(EDS)을 결합한 이 분석 방법은 비교적 빠른 시간 내에 특정 부위에 대한 성분 분석이 가능한 등 많은 장점이 있지만(1, 2) EDS를 이용한 성분 분석시 Sample의 Bulk로부터 Noise(Si K Peak)가 발생하거나, Sample상의 위치나 Loading 방법에 따라 Sample에서 발생된 특정 X-ray가 Bulk에 의해 Blocking되어 상대적으로 Low Energy X-ray의 흡수가 일어나 미소 영역에 대한 정확한 조성 분석에 큰 장애가 되고 있으며, Low Energy X-ray의 흡수를 피하기 위해서는 Sample을 특정 방향으로 Tilt해야 하므로 Thin Layer나 Nano Scale 계면 분석의 경우 Layer간 Overlap으로 인하여 분석에 어려움이 있다. 최근 FIB-TEM Sample 제작시 Lifting 방법 등 Dicing Saw를 사용하지 않는 Sample 제작 방법도 사용되고 있지만 아직 여러 가지 많은 문제점을 안고 있으며, Sample 제작시 Sample의 얇은 부분이 한쪽 끝으로 가도록 제작(U-Shape)하여 특정방향으로 기울여 분석함으로써 일반 FIB-TEM Sample(H-Shape)에 비하여 EDS 분석시 Noise를 90% 이상 감소시킬 수 있었다는 보고(3)도 있으나 아직 특정 Point를 Dicing Saw로 이와 같이 Cutting하는데는 어려움이 있으며, Sample Tilt시 Layer간 Overlap에 의한 문제라든가 Low Energy X-ray의 흡수에 의한 문제는 여전히 남아있다.

본 논문에서는 Dicing Saw 및 FIB를 이용한 TEM Sample 제작시 Dicing Saw Cutting 방법 및 FIB Milling 방법을 개선하여 EDS 분석시 Noise와 상기 여러 가지 문제점이 발생하지 않는 Sample 제작 방법을 개발하여 EDS 분석시 정확도를 높이고자 하였다.

2. 실험 방법

일반적인 FIB-TEM Sample 제작 과정은 그림 1과 같으며, 그림 2는 기존 Sample 제작

방법에서의 EDS 분석시의 여러 가지 문제점들을 해결하기 위하여 Dicing Saw Cutting 방법을 개선한 것으로서, Dicing Saw로 시료의 한쪽 끝 부분에 분석하고자 하는 부분의 Thickness(T) 및 Width(W)가 $20\mu\text{m}(W) \times 100\mu\text{m}(T) \sim 20\mu\text{m}(W) \times 20\mu\text{m}(T)$ 이 되도록 Cutting 하였다. 그 다음 과정으로 그림 3(a)에서와 같이 FIB에서 Milling시 Depth(D)를 Sample별로 바꾸어 가며 $T/2 : D = 5:1 (=11.3\text{도})$ 에서 부터 $T/2 : D = 1:5 (=78.7\text{도})$ 가 되도록 Milling 하였으며, 또한 그림 3(b)에서와 같이 Sample의 얇은 부분이 두께(T)의 Center부분에 있지 않고 한쪽으로 치우치게 Milling하였다. 그림 4는 완성된 FIB-TEM Sample에 대한 SEM 사진으로서 Cu-Grid에 부착되어 Sample 전체의 모습과 FIB로 Milling된 부분을 확인할 수 있다. FIB-TEM Sample은 Al과 Cu에 대하여 각각 제작하였으며, Sample의 형상, 그림 5에서와 같이 Sample의 Loading 방향, Tilt 각도 및 물질의 종류에 따라 동일 Beam 조건에서 Si Bulk로부터 발생하는 Noise(Si K Peak)의 량을 비교 분석하여 최적의 시료 제작 조건을 확인하고자 하였다. 마지막으로 Monte Carlo Simulation을 통하여 Simulation 결과와 EDS 분석 결과를 비교하여 해석하고자 하였다. FIB-TEM Sample 제작은 Disco사의 Dicing Saw(DAD521)과 Micrion사의 FIB(Micrion2500)를 사용하였으며, 분석은 Philips사의 TEM(CM200FEG)과 EDAX사의 EDS(CM200 147-10)를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

Dicing Saw Cutting에 의해 일반 FIB-TEM Sample에서 Thin Area 양쪽 측벽에서 발생하는 Noise를 완전히 제거할 수 있었다. 그림 6(a)는 Al에 대하여 (T/2:D의 비)와 시료의 Loading 방향에 따라 Si Bulk로부터 발생하는 Noise(Si K Peak) 량을 그래프로 그린 것으로서 가 커짐에 따라 점차 Noise 발생량이 줄어들어 $=63.4\text{도}(T/2:D = 1:2)$ 이상에서는 거의 Noise 발생이 없음을 알 수 있었다. 그림 6(b) 및 6(c)는 각각 $=18.3\text{도}(T/2:D = 3:1)$ 및 $=71.7\text{도}(T/2:D = 1:3)$ 일 때의 Al에서 얻은 EDS Spectrum이다.

그림 7(a)는 Cu에 대하여 분석한 것으로서 Al의 경우에서와 마찬가지로의 변화에 따라 점차 Noise의 발생량이 줄어들고 있음을 나타내고 있으며, 그림 7(b) 및 7(c)는 각각 $=18.3\text{도}(T/2:D = 3:1)$ 및 $=71.7\text{도}(T/2:D = 1:3)$ 일 때 Cu에서 얻은 EDS Spectrum이다. Cu의 경우는 Al에 비하여 동일 조건에서 상대적으로 더 많은 Noise가 발생하고 있으며, $=71.7\text{도}(T/2:D= 1:3)$ 이상에서도 완전히 사라지지 않고 약간씩 남아 있는 것을 알 수 있다. 또한 Al과 Cu 모두 가 작을 때는 Sample의 Loading 방향이나 Sample의 Tilt 각도에 따라 Noise Peak의 발생 정도가 차이 나지만 가 커지면 점차 그 차이도 감소하여 $=63.4\text{도}(T/2:D =1:2)$ 이상에서는 거의 비슷함을 알 수 있다. 따라서 일반 FIB-TEM Sample과 비교해 볼 때 본 Sample 제작 방법은 물질에 따라 다르지만 가 충분히 크면 Noise 발생이 거의 없으며, Sample의 Tilt나 Loading 방향에 따라 Bulk의 Blocking에 의해 상대적으로Low Energy X-ray의 흡수로 Spectrum이 왜곡되는 문제나 Layer간 Overlap

으로 인한 문제를 피할 수 있기 때문에 Thin Layer나 Nano Scale의 계면 등 미소 영역의 조성을 EDS로 정확히 분석할 수 있음을 알 수 있다.

그리고 그림 3(b)에서와 같은 방법으로 Sample을 제작하여 Thin Area가 아래쪽으로 가도록 하여 분석할 경우에도 그림3(a)의 경우와 비슷한 결과를 얻을 수 있었다. 따라서 대부분의 Noise는 FIB-TEM Sample의 Thin Area의 아래쪽에서 Forward Scattered Electron이 Sample(Si Bulk)과 충돌하여 발생하며, Back Scattered Electron이나 Fluorescent X-ray 등 Thin Area 위쪽에서 발생하는 Noise는 거의 없음을 알 수 있다. 그림 8은 Al 및 Cu의 Thin Film(1000 Å)에 대하여 Monte Carlo 방법으로 Electron Scattering을 Simulation한 결과로서 Al에 비하여 Cu의 경우가 훨씬 더 Scattering이 많이 일어남을 알 수 있다. 그림 9는 일정한 각도() 이상으로 Electron이 Scattering되는 확률을 그래프로 나타낸 것으로서 그림 6(a) 및 그림 7(a)의 Noise 발생 경향과 일치하며 Sample에 입사되는 전체 Electron 중 High Angle로 Scattering되는 수 천 ~ 수만분의 1 정도의 Electron들에 의해 수~수십%의 Noise가 발생함을 알 수 있다.

4. 결론

FIB-TEM Sample의 EDS 분석시 가장 큰 문제점인 Si Bulk로부터 발생하는 Noise(Si K Peak)를 줄이기 위해서 Dicing Saw Cutting 방법 및 FIB Milling 방법, Material(Al, Cu), 분석 조건 등을 바꾸어 가며 Noise 발생 정도를 비교 분석하였으며, Noise의 발생 Mechanism과 Noise의 대부분을 줄일 수 있는 최적의 Sample 제작 조건을 확인하였다. 그리고 본 Sample 제작 방법을 적용하면 Noise 뿐만 아니라 Tilt에 의한 계면의 겹침이나 Low Energy X-ray의 흡수로 인한 문제점도 해결할 수 있어 EDS를 이용한 특정 부위 미소 영역에 대한 성분 분석에서 분석의 신뢰도를 한층 높일 수 있게 되었다.

5. Reference

- 1) N. Nikawa: J. Vac. Sci. & Technol. B 9 (1991) 2566.
- 2) J. Szot, R.Hornsey, T. Ohnishi and S. Minagawa: J. Vac. Sci. & Technol. B 10 (1992) 575.
- 3) M. Saito, T. Aoyama, T. Hashimoto and S. Isakozawa: Jpn. J. Appl. Phys. Vol.37(1998) pp.355-359.

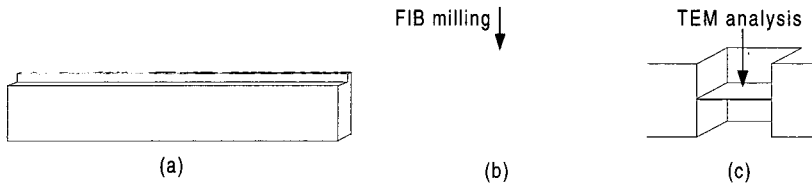


Fig. 1 Procedure of conventional FIB-TEM sample preparation
(a) dicing saw cutting (b) FIB milling (c) TEM analysis

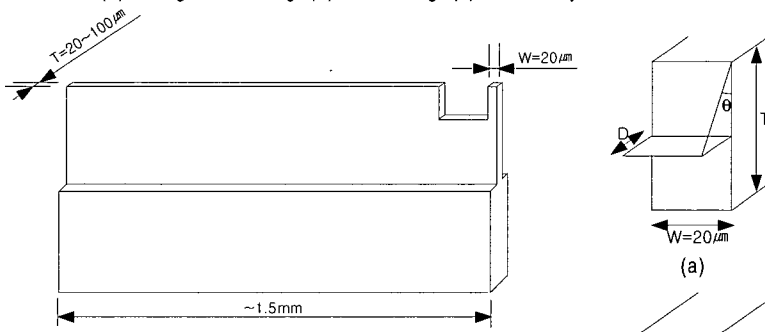


Fig. 2 New specimen shape for EDS analysis

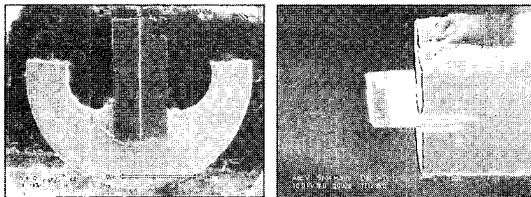


Fig. 4 SEM images of FIB-TEM samples

Fig. 3 Schematic diagram of FIB milled specimen
(a) thin area located at center region
(b) thin area located at side region

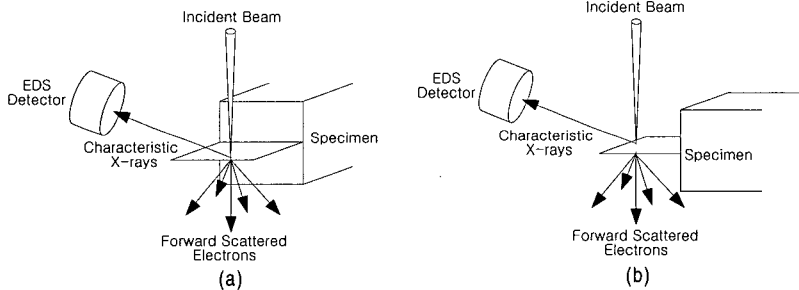


Fig. 5 Configuration for (a) perpendicular loading and (b) parallel loading of FIB-TEM sample against EDS detector

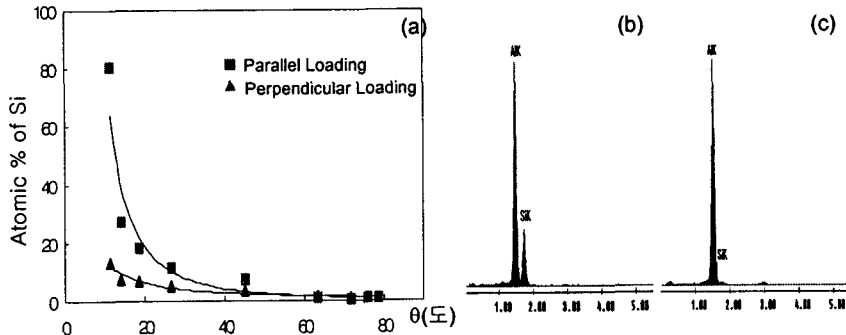


Fig. 6 (a) Si K noise peak ratio according to θ and sample loading direction in (b) EDS spectrum for $\theta=18.3^\circ$ (T/2:D=3:1) (c) EDS spectrum for $\theta=71.7^\circ$ (T/2:D=1:3)

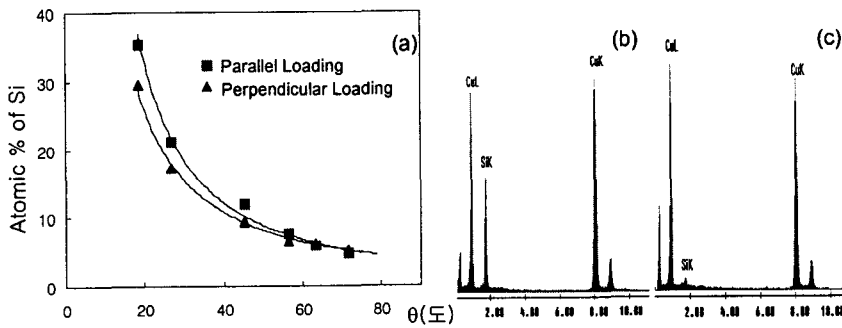


Fig. 7 (a) Si K noise peak ratio according to θ and sample loading direction in Cu (b) EDS spectrum for $\theta=18.3^\circ$ (T/2:D=3:1) (c) EDS spectrum for $\theta=71.7^\circ$ (T/2:D=1:3)

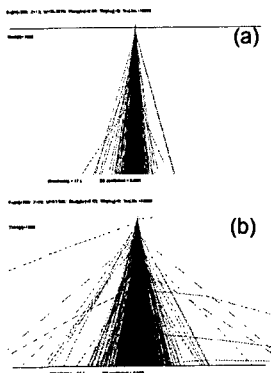


Fig. 8 Electron scattering in (a) Al and (b) Cu by Monte Carlo Simulation

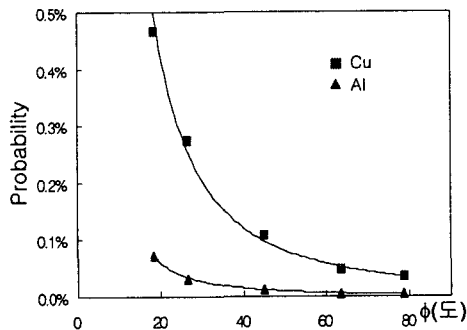


Fig. 9 Angular dependence of electron scattering probability ($\phi=0$ at the surface normal)