

## Quantitative Analyse innerer Grenzflächen (FFG Collective Research)

**Innere Grenzflächen (Interfaces) spielen nicht nur in der Halbleiterbranche sondern bei allem, was mit elektronischen Bauelementen, Mikroelektroniklösungen und -systemen zu tun hat, eine wichtige Rolle. Bei kleinen Strukturgrößen und geringen Schichtdicken können Abweichungen, die nur wenige Nanometer groß sind, bereits schwerwiegende Auswirkungen auf die Funktionsfähigkeit eines Produktes haben. Im Zuge eines FFG Projekts werden in enger Zusammenarbeit mit fünf Industriepartnern bestehende Analysemethoden im Bereich der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) am ZFE Graz weiter- und neuentwickelt, um diese kritischen Übergangsbereiche besser zu verstehen.**

### Projektbeschreibung

Ziel des Projektes ist es, Messverfahren in der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und verschiedene quantitative Auswerteverfahren zu optimieren, um für aktuelle Fragestellungen von Unternehmen, die sich mit der Entwicklung und Herstellung von elektronischen Bauelementen befassen, detailliertere Untersuchungen von Grenzflächen möglich zu machen. Das ZFE kooperiert im Rahmen dieses von der FFG geförderten Projektes mit fünf Unternehmen.

### Projektidee

Für viele Unternehmen, die sich mit der Herstellung und Weiterverarbeitung von Produkten, die aus mehreren Materialien zusammengesetzt sind, befassen, ist die Möglichkeit, innere Grenzflächen von Materialien und Werkstücken mit hoher Genauigkeit untersuchen zu können, von elementarer Bedeutung. Insbesondere bei der Produktion von elektronischen Bauelementen können, bedingt durch die kleinen Strukturgrößen und Schichtdicken (oftmals nur einige wenige Nanometer) bereits Abweichungen und Defekte im Bereich weniger Atomlagen gravierende Auswirkungen auf die Funktionsfähigkeit des Produktes haben. Durch die in dieser Branche üblichen hohen Stückzahlen kommt es durch einen systematisch auftretenden Defekt rasch zu großen Ausfallsraten, die nur durch konsequente Qualitäts- und laufende Prozesskontrolle und -entwicklung vermieden bzw. verringert werden können.

Da die angesprochenen Defekte und sonstige eigenschaftsbestimmende Phänomene bereits im Nanometerbereich große Auswirkungen haben können, sind für die detaillierte Untersuchung dieser Grenzflächen Methoden mit hoher Ortsauflösung notwendig. Hier kommt die Transmissionselektronenmikroskopie ins Spiel. Schließlich bietet sie neben der notwendigen Auflösung auch eine Reihe von analytischen Untersuchungsmöglichkeiten, die Aufschluss über die elementare Zusammensetzung der einzelnen Bereiche geben. Dabei gewinnt die quantitative Analyse im Vergleich zur rein qualitativen Untersuchung zunehmend an Gewicht – um genaue Informationen über die Grenzfläche zu erhalten, ist es nicht mehr ausreichend zu wissen, welche Materialien sich hier befinden, das Untersuchungsergebnis muss auch genaue Informationen über das Mengenverhältnis der Bestandteile zueinander liefern.

Projektgegenstand ist dabei die Untersuchung von Zusammensetzung und Struktur innerer Grenzflächen von Materialien und Bauteilen sowie von dort auftretenden Effekten (Diffusion, Bildung von Zwischenphasen, Entstehung von Defekten etc.), die in weiterer Folge gravierende Auswirkungen auf die Qualität der Produkte haben können.

Für derartige Messungen verwenden wir verschiedene Methoden der hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskopie. Nur so können diese Phänomene, die wenige Atomlagen um die Grenzschicht herum betreffen, mit der notwendigen Auflösung quantitativ hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung untersucht werden.

Im Rahmen dieses Projektes kommt u.a. eine am ZFE neu verfügbare Technik für sogenannte *In situ*-Untersuchungen erstmals für Grenzflächen-Fragestellungen zum Einsatz: Durch das Heizen der Probe während der laufenden TEM-Untersuchung können unterschiedliche Prozesse direkt im Multischichtsystem mit hoher Auflösung beobachtet werden, was Rückschlüsse auf Vorgänge innerhalb des Bauelementes während des Betriebs zulässt.

Das Projekt ist in unterschiedliche Arbeitspakete (AP) untergliedert, die thematische Fragestellungen widerspiegeln; von ihnen hängen wiederum die zu verwendenden Analysemethoden ab. Die Industriepartner stellen Bauteile und Testproben direkt aus ihren laufenden Entwicklungsprozessen zur Verfügung, sodass die gewonnenen Ergebnisse unmittelbar in diese Prozesse einfließen können.

## Projektergebnisse

Für jede im Zuge des Projektes von den Partnern eingebrachte Fragestellung muss eine an das Material angepasste Herangehensweise entwickelt werden: Nur, wenn Probenpräparation, Untersuchungsmethodik und Datenanalyse optimal aufeinander abgestimmt sind, können aus den Ergebnissen verlässliche Rückschlüsse gezogen werden.

Daher lag im ersten Forschungsjahr ein Schwerpunkt auf der Optimierung und Weiterentwicklung der TEM-Probenpräparation (AP 1) inklusive der Einführung von bisher am ZFE noch nicht verfügbarer Methoden. Im zweiten Jahr wurden diese Methoden laufend verbessert und an die zu untersuchenden Materialsysteme angepasst, sowie Präparate für erste *In situ*-Versuche hergestellt. Diese Arbeiten wurden vor allem in der Focused Ion Beam (FIB) durchgeführt, sowie an einer erst kurz vor Projektbeginn angeschafften speziellen Anlage zur Nachbehandlung und Optimierung von FIB-Proben (Fischione NanoMill).

Ziel war die Herstellung von möglichst dünnen (< 50nm) und artefaktfreien Proben, da diese für die geplanten hochauflösenden STEM-Untersuchungen (STEM steht für *Scanning Transmission Electron Microscopy*; das bedeutet, dass mit dem Elektronenstrahl zusätzlich über die Probe gerastert wird) unbedingt notwendig sind.

Die Arbeitspakete 2 und 3 befassen sich über die gesamte Projektdauer hinweg mit der Untersuchung der unterschiedlichen Proben mit STEM, unter Berücksichtigung dafür eventuell notwendiger Weiterentwicklungen der Messmethodik mit speziellem Augenmerk auf die zerstörungs- und artefaktfreie Evaluierung des Übergangsbereiches zwischen unterschiedlichen Schichten.

Untersuchungsgegenstand im AP 2 waren vor allem die Übergangsbereiche in unterschiedlich zusammengesetzten bzw. behandelten Siliziumsystemen in ihr jeweiligen natives oder ein

technisch aufgewachsenes Oxid; Schwerpunkt war u.a. die Optimierung der Untersuchungsmethodik und der elektronenmikroskopischen Simulation von Grenzflächen.

Von besonderem Interesse waren dabei die nur wenige Atomlagen dicken Übergangsbereiche sowie Zwischenschichten bzw. Dotierstoffanreicherungen mit weniger als einer Monolage Schichtstärke. Die genaue Ausformung dieser Schichten ist von großer Bedeutung für die Arbeitsweise des fertigen Bauteiles.

Die unten gezeigten Abbildungen illustrieren einige Ergebnisse aus dem Projekt: Die erste Untersuchung zeigt den Übergangsbereich zwischen Silizium und Siliziumdioxid, eine der wichtigsten Grenzflächen in einem Halbleiterbauelement. Die ersten paar Atomlagen über dem Silizium-Kristall (dessen Atomsäulen deutlich an den weißgrauen Punkten im mittleren Bild erkennbar sind) weisen eine andere chemische Bindungsumgebung auf als das restliche Oxid, das weiter vom reinen Siliziumsubstrat entfernt liegt – das Oxid liegt in unterschiedlichen Oxidationsstufen vor. Auf Basis dieses Unterschiedes lässt sich mithilfe von Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS) feststellen, wie breit dieser Übergang ist, und ob diese Breite für unterschiedliche Herstellungsparameter variiert (rechts).

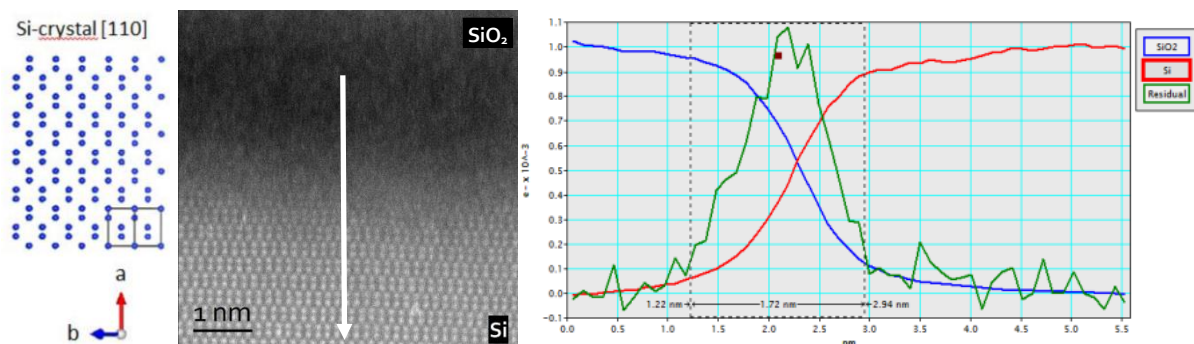


Abbildung 1

Kristallstruktur des gezeigten Silizium-Kristalls in der Orientierung [110] (links), atomar aufgelöste STEM-Untersuchung der Grenzfläche zwischen Silizium und Siliziumoxid (Mitte), Analyse der Breite des Übergangsbereiches aus hochaufgelösten EELS-Daten des mit dem Pfeil markierten Messbereiches (rechts) (© ZFE)

Auch das zweite Beispiel zeigt eine atomar aufgelöste Untersuchung an einer Grenzfläche in einem Halbleiterbauelement: Ähnlich dem oberen Beispiel hat der Übergangsbereich zwischen Siliziumkarbid und dem darauf aufgebracht Siliziumdioxid eine mit EELS darstellbare Signatur. Zusätzlich kann hier der während der Herstellung eingebrachte Stickstoff sichtbar gemacht werden, der sich (weniger als eine Atomlage!) im Interface-Bereich angereichert hat. Aus der Untersuchung geht hervor, dass diese Stickstoffanreicherung nicht über den gesamten Übergangsbereich verteilt vorliegt, sondern unmittelbar an der Grenzfläche. Bei dieser Untersuchung war es wichtig zu zeigen, dass sich unterschiedlich behandelte Bauteile (mit bzw. ohne Stickstoff) nur anhand der hier deutlich erkennbaren Stickstoffschicht unterscheiden, aber ansonsten keine weiteren strukturellen Unterschiede aufweisen.

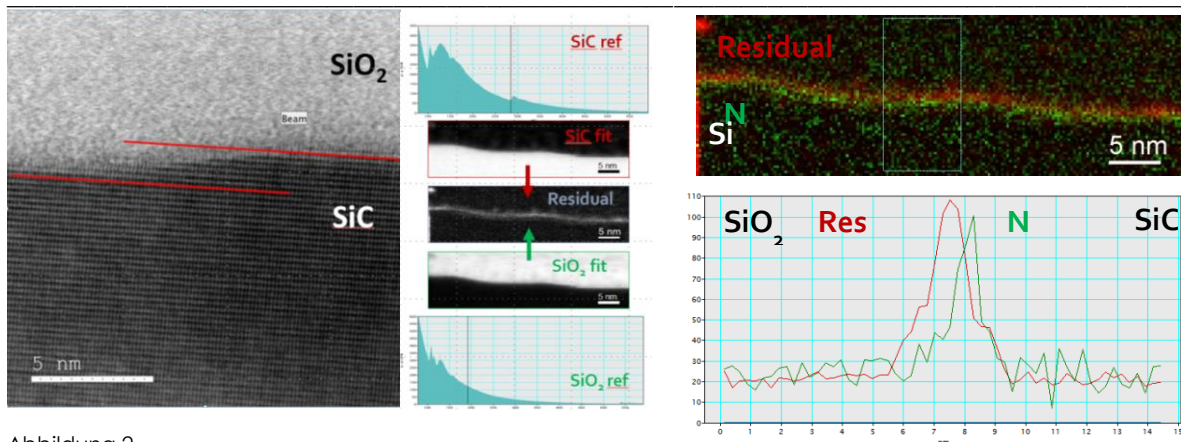


Abbildung 2

Atomar aufgelöste STEM-Untersuchung der Grenzfläche zwischen Siliziumcarbid und Siliziumoxid (links), 2D-EELS-Analyse der Grenzfläche zur Darstellung der Bereiche SiC/ Übergang/SiO<sub>2</sub>, Analyse der Breite des Übergangsbereiches aus hochaufgelösten EELS-Daten von Silizium und Stickstoff (<1 Atomlage) (© ZFE)

Am ZFE neue dynamische Untersuchungen im TEM (*in situ*) liegt im Fokus des Arbeitspaketes 4: Hier werden Alterungsprozesse und Defektentstehung durch *In situ*-Messungen an elektronischen Bauteilen direkt beobachtet. Solche Untersuchungen erlauben erstmals in Österreich einen hochaufgelösten Einblick in Mechanismen, wie etwa das Versagen von Barrierschichten in Halbleiterbauelementen unter Temperaturbelastung. Die Anschaffung der dafür notwendigen Infrastruktur und der damit verbundene Know-how-Aufbau waren Teil dieses Projekts.

Das Arbeitspaket 5 („Quantitative Datenanalyse“) dient der Evaluierung und Weiterentwicklung unterschiedlicher Methoden der quantitativen Analyse für die Auswertung und Quantifizierung der erfassten Daten (in Abhängigkeit von der Aufnahmemethode). Dies umfasst bei Bedarf auch Simulationen, die Korrelation mit anderen Messmethoden, speziell abgestimmte Testmessungen sowie Literaturrecherche. Außerdem werden in diesem Arbeitspaket gegen Schluss des Projektes die bisher erarbeiteten Methoden verfeinert und zusammengeführt, um sie in möglichst gut dokumentierter Form in anderen Projekten und Publikationen verfügbar zu machen.

Einen wesentlichen Projektbestandteil bildet schlussendlich die Dissemination der im Laufe des Projektes gewonnenen Erkenntnisse hinsichtlich der weiterentwickelten Untersuchungs- und Auswertemethodik: Durch entsprechende Veröffentlichungen sollen sie auch anderen Mitgliedern der Branche (vor allem auch KMUs) zugänglich gemacht werden.

Des Weiteren sind bzw. waren DissertantInnen und Masterstudierende involviert, sodass Ergebnisse aus dem Forschungsprojekt auch in eine Reihe von Abschlussarbeiten einfließen.

Nach Abschluss des zweiten Projektjahres werden die Projektergebnisse auf der Website des ZFE zur Verfügung gestellt.

---

## Projektinformationen

- Projektname: Quantitative Analyse innerer Grenzflächen
- Beteiligte Institute:
  - Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz
- Weitere Partner:
  - ams AG
  - AT&S Austria Technologie & Systemtechnik AG
  - EPCOS OHG
  - Infineon Technologies Austria AG
  - Lam Research AG
- Projektverantwortliche: Dr. Evelin Fisslthaler (evelin.fisslthaler@felmi-zfe.at)
- Dauer des Projekts
  - Forschungsjahr 1: 1.4.2015 bis 30.6.2016 (FFG Projektnummer 850220)
  - Forschungsjahr 2: 1.7.2016 bis 31.10.2017 (FFG Projektnummer 859238)

Von Evelin Fisslthaler