

## RIE(Reactive Ion Etching)를 이용한 TEM 시편의 Carbon Contamination 제거

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

### 1. 서론

TEM(Transmission Electron Microscopy; 투과전자현미경)의 Gun으로 FEG(Field Emission Gun)를 사용함으로써 고전류의 집속된 전자빔을 쉽게 얻을 수 있게 되어 반도체 등의 미세구조 분석이 더욱 용이해졌다. 그러나 한편으로 집속된 고전류 전자빔은 시료의 국부적인 가열로 인한 Damage, 오염, 구조적인 변형 등을 일으키며, 특히 EDS(Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)를 이용한 조성분석 시에는 전자빔에 의한 Carbon Contamination으로 인하여 정확한 조성 분석에 큰 장애가 되고 있다(1,2). EDS 분석시 이러한 Carbon Contamination에 의한 문제를 방지할 수 있는 방법으로 Plasma Cleaner 등 여러 가지 방법들이 고안되어 있으나 본 논문에서는 Reactive Ion Etching(RIE) 장치를 이용하여 Carbon Contamination을 제거하는 기술을 개발하여 TEM, EDS, EELS, SEM 등으로 그 효과를 검증하였다.

### 2. 실험 방법

Silicon Wafer를 사용하여 Ion Milling 방법 및 FIB 방법으로 제작된 TEM 시료에 전자빔을 5초 ~ 300초 정도 집속하여 조사시키면서 Si, SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Al 등 물질에 따른 Carbon Contamination의 성장 속도를 EELS 분석에서 시료 두께 측정방법과 TEM, SEM Image로 각각 비교하였다. 그리고 Ion Milling 방법으로 제작된 TEM 시료의 일정한 영역에 전자빔을 5초 ~ 300초 동안 조사하여 Carbon Contamination 영역을 강제로 만든 후 RIE에서 Gas, Pressure, Power, Time 등의 조건을 Split하여 Plasma로 처리한 후 Carbon Contamination 영역이 제거되는 정도를 비교하여 최적의 Plasma 처리 조건을 설정하였다. 그리고 Plasma 처리한 시료에 다시 전자빔을 조사하여 Plasma 처리 전후의 Carbon Contamination의 성장 정도를 비교함으로써 Plasma 처리 효과를 검증하였다. 마지막으로 SEM 시편에 대해서도 Plasma 처리에 의한 Carbon Contamination의 제거 효과를 검증하기 위하여 Plasma 처리 전 후 각각 동일 조건으로 전자빔을 집속하여 Carbon Contamination 영역을 만든 후 SEM Image로 비교하였다. 실험 및 분석은 SAMCO사 RIE-10NR, Philips사 CM200FEG, EDAX사의 EDS, Gatan사 GIF (EELS), Hitachi사 S-5000

을 사용하였다.

### 3. 결과 및 고찰

그림 1a는 Ion Milling 방법 제작된 TEM 시료에서 Si에 대하여 전자빔을 집속하기 전 EELS Peak이며, 그림 1b는 300초 동안 전자빔을 집속하여 얻은 EELS Peak로서 Carbon Contamination으로 인하여 시편의 두께가 증가하였음을 보여주고 있다. 그림 2는 Ion Milling 시편 및 FIB로 제작된 시편에 0 ~ 300초 동안 전자빔을 집속시킨 후 EELS Peak로부터 시편의 두께를 측정하였을 때 물질에 따라 Carbon Contamination이 성장하는 정도가 다를음을 보여주고 있다. 그리고 Carbon Contamination은 초기에는 급격히 성장하다가 어느 정도 시간이 지나면 점차 성장 속도가 느려지며, SiO<sub>2</sub> 및 Si Layer가 다른 Layer에 비해 성장 속도가 빠른 것으로 나타났다. 또한 Ion Milling 시편에 비하여 FIB로 제작된 시편에서 상대적으로 Carbon Contamination의 성장하는 속도가 느림을 확인할 수 있었다. 그림 3은 물질에 따른 Carbon Contamination의 성장 정도를 TEM, SEM Image로 비교해 본 것으로서 그림 2의 결과에서와 마찬가지로 Carbon Contamination이 성장하는 속도가 동일 시료 내에서도 물질에 따라 서로 다를음을 보여주고 있다.

그림 4와 같이 Ion Milling 방법으로 제작된 TEM 시료에 전자빔을 5초 ~ 300초 동안 조사하여 Carbon Contamination 영역을 강제로 만든 후 RIE에서 Gas, Pressure, Power, Time 조건 등을 Split하여 Plasma로 처리한 후 Carbon Contamination 영역이 제거되는 정도를 TEM Image로 비교하여 RF Power(40watt)/Pressure(100mTorr)/Ar:O<sub>2</sub>(50sccm:25sccm)/Time(10min)의 최적의 조건을 설정하였다.

Plasma 처리시 Oxygen 혹은 Argon Gas 한 가지만 사용했을 때에는 Plasma 처리 전후 거의 차이가 없었으나 혼합 Gas를 사용하였을 때에는 Carbon Contamination이 더 잘 제거되었으며, RF Power 및 Pressure, Time이 증가할수록 제거 속도는 빨라지나 너무 증가하면 TEM 시편에 Damage가 발생하는 경우도 있었다. RIE를 사용하여 최적 조건으로 Plasma 처리 후에는 TEM Image를 관찰한 결과 그림 5와 같이 강제로 만든 Carbon Contamination 영역이 거의 사라졌음을 확인할 수 있었다. RIE에 의한 Plasma 처리의 효과를 검증하기 위하여 Plasma 처리한 시료에 다시 전자빔의 집속하여 Carbon Contamination의 성장 정도를 EDS Peak로 비교해 본 결과 그림 6과 같이 Plasma 처리 전에 비하여 Plasma 처리 후에는 전자빔의 노출 시간이 늘어나더라도 Carbon Peak은 거의 성장하지 않음을 확인할 수 있었다. 그림 7과 같이 SEM 시편의 경우에서도 마찬가지로 Plasma 처리 후에는 거의 Carbon Contamination 영역이 관찰되지 않는 것으로 보아 Plasma 처리에 의해 Carbon이 제거되었음을 확인할 수 있었다.

#### 4. 결론

Ion Milling 방법 및 FIB로 제작된 TEM 시편에 대하여 전자빔을 집속하여 물질별 Carbon Contamination의 성장 정도를 비교한 결과 물질별로 성장 정도에 차이가 있었으며, Carbon Contamination은 초기에는 급격히 증가하다가 점차 증가 속도가 감소하였다. 그리고 RIE 장치를 이용하여 Carbon Contamination을 제거할 수 있는 최적 조건을 설정하였으며, RIE로 Plasma 처리 후에는 TEM 시편 및 SEM 시편에서 다시 전자빔을 집속하여도 거의 Carbon Contamination이 일어나지 않음을 확인하였다.

#### Reference

1. Thomas C. Isabell, Paul E. Fischione, Catherine O Keefe, Murat U. Guruz, and Vinayak P. Dravid (1999) *Plasma cleaning and Its applications for electron microscopy.*
2. Grant JT, Walck SD, Scheltons FJ, Voevodin AA (1997)  
Surface science aspects of contamination in TEM sample preparation.

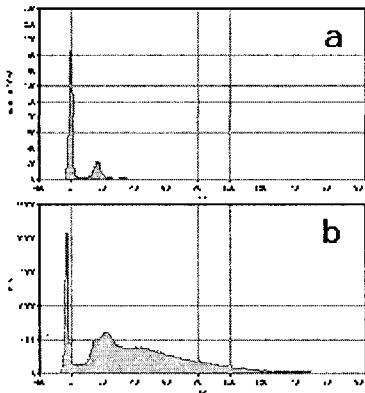


Fig. 1. EELS Zero-loss Spectrum (a)before  
(b)after 300sec Carbon Contamination

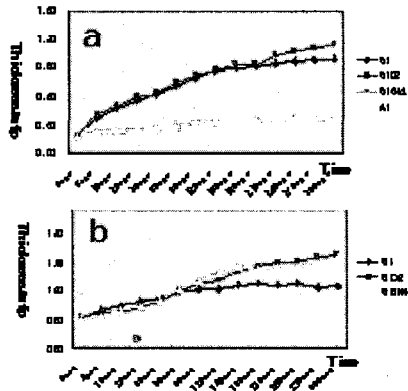


Fig. 2. Growth of Carbon Contamination  
depend on Time and Materials  
(a) Ion Milling Sample (b) FIB Sample

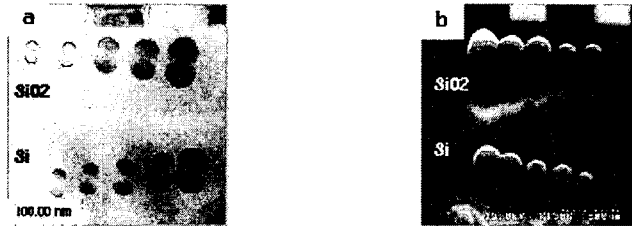


Fig. 3. Tilted TEM(a) & SEM(b) Images of Carbon Contamination at the Si, SiO<sub>2</sub>



Fig. 4. TEM Images of Silicon wafer before plasma etching

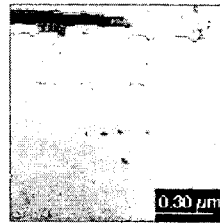


Fig. 5. TEM Images of Silicon wafer after 5 minutes of plasma etching

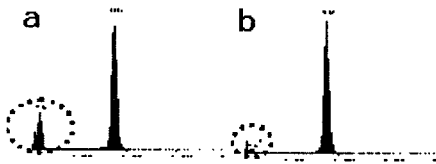


Fig. 6. TEM EDS spectra of Silicon wafer (a) before (b) after 5 minutes of plasma etching

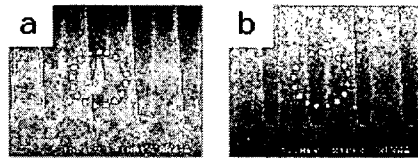


Fig. 7. SEM Images of silicon, (a) before (b) after 10 minutes of plasma etching