Nouvelle méthode de microanalyse des composants électroniques

F. Bénéière

► To cite this version:

F. Bénéière. Nouvelle méthode de microanalyse des composants électroniques. *Revue de Physique Appliquée*, 1977, 12 (11), pp.1805-1809. 10.1051/rphysap:0197700120110180500 . jpa-00244405

HAL Id: jpa-00244405

<https://hal.science/jpa-00244405>

Submitted on 1 Jan 1977

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
 Physics Abstracts
 07.50 — 73.00 — 66.30

NOUVELLE MÉTHODE DE MICROANALYSE DES COMPOSANTS ÉLECTRONIQUES

F. BÉNIÈRE

Laboratoire de Physique des Matériaux, I. U. T., 22302 Lannion, France

(Reçu le 12 mai 1977, accepté le 19 juillet 1977)

Résumé. — Nous avons mis au point une méthode de microanalyse des circuits intégrés, en particulier ceux à substrat de silicium. Cette méthode qualitative et quantitative permet de déterminer la distribution des atomes à l'intérieur et à la surface du substrat. Elle combine les avantages de la précision du sectionnement mécanique ($1\ \mu$ à $1\ %$ près) et de la sensibilité de l'analyse par les méthodes nucléaires (10^{-9} à 10^{-12} g).

Abstract. — We have realized a microanalytical method which applies to the integrated circuits, especially to those with a silicon substrate. This qualitative and quantitative method gives the distribution of the atoms inside and over the substrate. It combines the advantages of the precision of the mechanical sectioning ($1\ \mu$ within $1\ %$) and of the sensitivity of the nuclear methods of analysis (10^{-9} - 10^{-12} g).

1. Introduction. — La microanalyse des circuits intégrés peut se subdiviser en deux parties :

a) analyse des éléments introduits dans le substrat, par exemple par diffusion, implantation ou au cours de la croissance ;

b) analyse des éléments déposés en couches minces sur le substrat, par exemple par évaporation sous vide.

Chaque point peut être repéré par les coordonnées x, y, z de la figure 1. Le but de l'analyse est de mesurer la concentration $C_i(x, y, z)$ de l'élément i . Les deux caractéristiques de l'analyse sont d'une part la sensibilité et d'autre part le pouvoir de résolution spatial sur x, y et z . Or, dans leur recherche d'une intégration de plus en plus poussée, les constructeurs prévoient pour 1980 la réalisation de circuits à un million de transistors par centimètre carré. Une telle miniaturisation a deux conséquences pouvant être catastrophiques pour le circuit :

a) la distribution spatiale $C_i(x, y, z)$ devient de plus en plus délicate et nombre de circuits sont à rejeter ;

b) la moindre évolution de C_i en cours de fonctionnement en raison des phénomènes d'électromigration et diffusion peut conduire à la dégradation du composant ou à la rupture des connexions.

Il en résulte que la détermination des concentrations C_i est un problème fondamental dans l'industrie électronique, aussi bien dans la préparation des composants (diffusions localisées, métallisations à plusieurs niveaux

FIG. 1. — Vue de face et vue de dessus d'un substrat de silicium avec la partie de plaquette à analyser.

[Silicon wafer (horizontal and vertical sections). The hatched area is the portion to be analysed.]

séparées par des couches d'oxyde ou d'isolant, etc...) que dans la fiabilité des composants (rupture par électromigration, etc...).

2. Situation par rapport aux autres méthodes de microanalyse. — Il est commode de séparer les méthodes déjà existantes en deux catégories :

2.1 MÉTHODES D'ANALYSE SELON L'AXE OZ. — La distribution de Ci en fonction de z , quoique fondamentale (profils de diffusion...) n'est pas déterminable par la méthode que nous nous proposons de décrire. Cette question est du ressort des microsondes (microsonde ionique, spectroscopie Auger, spectroscopie de photoélectrons X, ...) associées à un décapage ionique progressif. La résolution spatiale sur z est de l'ordre de la dizaine de nanomètres mais la sensibilité de quelques dizaines de ppm au mieux. Au contraire les méthodes utilisant les isotopes radioactifs et un sectionnement électrochimique [1] autorisent des analyses qui pour la même résolution spatiale ont une sensibilité de 1 ppm.

2.2 MÉTHODES D'ANALYSE SELON LES AXES OX ET OY. — La distribution de Ci en fonction de x ou y peut être déterminée à l'aide des microsondes en déplaçant l'échantillon — ou mieux — le faisceau de particules incidentes comme dans le microscope électronique à balayage.

Des phénomènes intrinsèques aux matériaux limitent la résolution spatiale à environ un micron. La sensibilité limite dépend de la méthode, de l'élément étudié et du matériau l'environnant ou le supportant. Le signal que constitue le faisceau d'ions (sonde ionique), le faisceau de rayons X (sonde électronique de Castaing) ou le faisceau d'électrons secondaires (spectroscopie Auger) est en outre directement proportionnel au nombre d'atomes frappés par le faisceau de particules incidentes. Si on fixe la résolution à un micron, on ne peut guère espérer une limite de sensibilité inférieure à la centaine de ppm dans les cas favorables.

La méthode que nous proposons possède une résolution spatiale sur l'une des coordonnées x ou y égale à un micron. L'analyse peut être effectuée successivement selon les deux axes si l'on dispose de deux échantillons car la méthode est malheureusement destructive. Par contre, à résolution spatiale égale, la sensibilité est abaissée à un ppm, ce qui correspond à une quantité de matière limite détectable de l'ordre du picogramme dans un volume de silicium égal à $(x = 1 \mu\text{m}) \times (y = 2\,000 \mu\text{m}) \times (z = 200 \mu\text{m})$.

3. Principe de la méthode. — La présente méthode s'inspire directement de la méthode de mesure des coefficients de diffusion dans les cristaux ioniques [2] avec les particularités suivantes propres aux circuits intégrés sur substrat de silicium.

Les impératifs de l'industrie électronique conduisent à fabriquer le silicium monocristallin avec une pureté chimique et une perfection cristallographique sans égales. Cette pureté chimique est très précieuse pour l'analyse par activation. De plus, l'isotope radioactif du silicium produit au cours de l'activation neutronique du silicium naturel selon la réaction

possède une période de décroissance radioactive de

seulement 2,62 h. Après un délai de 26 h, cette radioactivité a décru d'un facteur mille, ce qui est un deuxième point très favorable à l'analyse par activation du silicium.

Malheureusement, la dureté du silicium cristallin est telle que son sectionnement mécanique en tranches parallèles pouvait sembler impossible. Ce sont d'une part ce sectionnement du silicium, finalement réalisé avec succès grâce à un outil au diamant et à un rapport convenable entre les dimensions de l'outil de coupe et de l'échantillon, et d'autre part la récupération de la matière découpée qui constituent les aspects les plus originaux de la méthode. Ces remarques sont mises en application dans la méthode de la manière suivante :

3.1 UTILISATION DES TRACEURS RADIOACTIFS. — L'élément dont on veut déterminer la distribution dans le plan xy au cours des différentes étapes de fabrication et de fonctionnement du composant est :

— soit marqué par un isotope radioactif avant son introduction dans le composant,

— soit radioactivé dans un flux de neutrons ou de particules chargées de façon à transformer une partie des atomes en atomes radioactifs selon la méthode de l'analyse par radioactivation [3].

3.2 SECTIONNEMENT MÉCANIQUE. — La partie de plaquette à étudier est isolée du reste de la plaquette à l'aide d'un *scriber* ⁽¹⁾ ou d'un laser, puis radioactivée. Elle est alors noyée dans un bloc de résine époxy usiné selon schéma (Fig. 2).

FIG. 2. — Enrobage de la partie de plaquette à analyser. Le sectionnement est effectué parallèlement au plan ABCD.

[Moulding of the wafer piece inside a resin block. The silicon is divided into sections parallel to the ABCD plane.]

Le bloc est monté sur un microtome spécialement conçu pour le découpage des substances dures. L'outil de coupe est un monocristal de diamant d'une largeur de 6 mm. Le plan de coupe est imposé par l'appareil, le

(1) Dispositif de sectionnement des plaquettes à l'aide d'une pointe de diamant déplacée par une vis micrométrique.

rasoir étant fixe. Le plan yoz de l'échantillon est amené parallèlement au plan du rasoir grâce au montage sur rotule à l'aide d'une lunette autocollimatrice.

Au cours de chaque passage de l'échantillon (Fig. 3) le diamant attaque la résine avant de rencontrer le silicium. La résine forme une feuille mince qui s'enroule sur elle-même. Lorsque le silicium est attaqué à son tour, il est transformé en une poudre très finement divisée qui par attraction électrostatique s'enferme à l'intérieur de la pellicule plastique qui continue à s'enrouler.

FIG. 3. — Sectionnement du bloc de résine et du silicium. L'outil de coupe est un diamant. Le parallélisme du plan de coupe au plan ABCD est assuré par une lunette autocollimatrice en orientant l'étau monté sur rotule. Les deux mouvements, élévation de l'étau par pas d'un micron et translation de l'ensemble par rapport à l'outil de coupe, sont figurés par les flèches.

[Slicing of the silicon in its resin block. The cutting tool is made in a diamond single crystal. The parallelism between the diamond blade and ABCD is performed with an auto-collimating telescope by orientating the vice mounted on a knee-joint. The two motions, raising of the vice by one micron steps and motion of translation of the vice relative to the blade is indicated by the arrows.]

Le copeau est recueilli automatiquement dans un porte-échantillon d'une chaîne de comptage de radioactivité.

A chaque passe, l'échantillon est élevé d'un nombre égal à un ou plusieurs microns par l'intermédiaire d'une vis micrométrique, ce qui détermine l'épaisseur Δx de coupe.

Les techniques de comptage de la radioactivité permettent ensuite de connaître d'une part la nature, et d'autre part la concentration des éléments déposés sur le silicium avec la sensibilité des méthodes nucléaires (10^{-9} - 10^{-12} g).

Remarque. — Comparaison avec l'autoradiographie.

Des autoradiographies ont été réalisées sur les composants soumis aux mêmes conditions d'irradiation. La partie intéressante est dans l'ensemble bien révélée car la concentration (de l'ordre de 10^{19} atomes/cm²) est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à la limite de sensibilité. Cependant, il est souvent nécessaire dans la technologie des circuits intégrés d'examiner la solution de continuité des différents composants (exemples : étude de l'effet d'ombre sur une métallisation évaporée à travers un masque, étude des limites des zones insulées par photolithogravure, évolution des zones diffusées sous l'action du passage du courant ou d'un échauffement, etc...). Dans ce cas, la résolution spatiale de l'autoradiographie est insuffisante. En effet, la résolution spatiale des meilleures émulsions est déjà de plusieurs microns. En outre, il faut tenir compte des rayons diffus lorsque le radio-élément est émetteur de rayons autres que des *alpha* ou des *bêta* mous. Dans ce cas, on devra préférer la présente méthode qui permet de mesurer indépendamment les concentrations dans des zones d'une largeur égale à un micron.

4. Etalonnage. — L'étalonnage de la méthode doit porter d'une part sur l'une des coordonnées d'espace x ou y et d'autre part sur la concentration C_i .

4.1 ÉPAISSEUR DE COUPE. — Le composant est découpé en tranches perpendiculaires à l'axe OX. La mesure de l'épaisseur d'une coupe ainsi que la reproductibilité de l'épaisseur des coupes consécutives sont obtenues après étalonnage du système de découpage. Dans ce but, un parallélépipède de résine soigneusement usiné et de masse volumique

$$\rho = 1,158 \pm 0,003 \text{ g/cm}^3$$

est sectionné en mille tranches, chacune étant pesée avec une balance sensible au microgramme. La section S est égale à $1,600 \pm 0,002 \text{ cm}^2$. De la masse des mille coupes égale à $0,18596 \pm 0,00001 \text{ g}$, on obtient le pas de la vis micrométrique $e = 1,004 \pm 0,005 \text{ } \mu\text{m}$. La déviation standard mesurée sur les masses des mille coupes est inférieure à $0,01 \text{ } \mu\text{m}$, ce qui montre que le découpage conduit à des sections d'un micron à un pour cent près.

4.2 CONCENTRATION. — Nous avons mentionné les deux variantes de la méthode : marquage isotopique ou radioactivation. La quantité d'atomes recueillis dans la partie sectionnée se déduit de la mesure de la radioactivité connaissant le rapport isotopique (cas du marquage) ou par application de l'équation théorique (cas de l'activation) :

$$m = \frac{A \times M}{36 \times \sigma \times J} \frac{\exp(\lambda \times t_2)}{1 - \exp(-\lambda \times t_1)} \times \frac{1}{RC \times AI \times PM} \quad (1)$$

m : masse en gramme de l'élément radioactif,
 M : masse atomique de l'élément radioactif,
 A : radioactivité de la partie sectionnée exprimée en nombre de désintégrations par minute,
 σ : section efficace en barns,
 J : flux de neutrons par cm^2 par seconde,
 λ : constante radioactive,
 t_1 : durée de l'irradiation,
 t_2 : délai entre le comptage et la sortie de pile,
 RC : rendement du compteur dans le domaine d'énergie considéré,
 AI : abondance isotopique de l'isotope activable,
 PM : probabilité du mode de désintégration utilisé.

La sensibilité de la méthode dépend ainsi évidemment de l'atome étudié. A titre d'exemple, si on prend pour sensibilité limite la valeur de A égale à deux fois le mouvement propre, on obtient pour l'irradiation du cuivre soumis 24 h à un flux $J = 3 \times 10^{13}$ une sensibilité égale à 0,02 ng pour un comptage effectué 24 h après la sortie de pile.

5. Applications de la méthode. — 5.1 ANALYSE EN x, y DES ÉLÉMENTS DANS LE SUBSTRAT. — Une partie de plaquette, dont l'épaisseur est z , est découpée à l'aide d'un *scriber* ou d'un rayon laser sur une largeur Y . Le sectionnement au microtome s'effectue perpendiculairement à l'axe x par tranches parallèles d'épaisseur δx égale à un ou plusieurs microns. On déduit la concentration moyenne $\overline{C_{(x)}}$ en atomes par unité de volume de la masse m contenue dans chaque section à partir de la relation

$$\overline{C_{(x)}} = \frac{m \cdot N_A}{M} \times \frac{1}{\delta x \cdot Y \cdot Z} \quad (2)$$

où N_A est le nombre d'Avogadro et M la masse atomique.

Exemple : Nous avons testé la méthode sur un substrat ordinaire de silicium n , d'épaisseur

FIG. 4. — Mesure de la concentration en antimoine d'un substrat de silicium uniformément dopé sectionné perpendiculairement à l'axe ox en coupe d'un micron.

[Measurement of the antimony content of a silicon substrate uniformly doped and sliced normally to the ox axis into one micron sections.]

$Z = 0,44$ mm uniformément dopé par de l'antimoine à la teneur de $3,8 \times 10^{17}$ atomes/ cm^3 . Un ruban de largeur $Y = 2$ mm a été irradié dans un flux de $3,5 \times 10^{13}$ neutrons/ cm^2/s pendant 7 jours. Après un délai de 6 jours, l'échantillon est sectionné en tranches d'un micron d'épaisseur. Les quantités d'antimoine sont déduites de la radioactivité γ des pics de l'antimoine-122 et de l'antimoine-124 respectivement situés à 0,57 et 0,60 MeV. Les résultats d'une série de cent sections consécutives sont portés sur la figure 4. On peut remarquer que l'activité est pratiquement constante. Ce résultat — logique puisque l'échantillon est uniformément dopé — prouve la régularité et la précision du sectionnement de la plaquette de silicium.

5.2 ANALYSE EN x, y DES ÉLÉMENTS DÉPOSÉS SUR LE SUBSTRAT. — Les connexions assurées par des métallisations constituent un point faible des composants en raison de phénomènes d'électromigration. Notre méthode permet de suivre le transport de métal en cours de fonctionnement.

Exemple : Métallisation de cuivre.

Sur un substrat de silicium p légèrement dopé au bore (inactif aux neutrons thermiques) un dépôt de cuivre de $0,56 \mu$ a été déposé par évaporation sous vide. Des bandes de largeur $Y = 2$ mm ont été irradiées 24 h dans un flux de 3×10^{13} neutrons/ cm^2/s et découpés par pas de 2μ . La quantité de cuivre retirée à chaque coupe est déduite de la mesure de la radioactivité γ de l'isotope cuivre-64 due au photon d'annihilation (0,511 MeV). Le comptage est effectué 58,5 h après la sortie de pile. Les résultats (Fig. 5) sont très comparables à ceux de la figure 4 montrant la même régularité du sectionnement d'une couche mince déposée à la surface d'une plaquette de silicium.

FIG. 5. — Mesure de la quantité de cuivre d'un ruban déposé par métallisation sous vide sur un substrat de silicium sectionné en coupes de deux microns.

[Measurement of the copper amount of a strip deposited by evaporation under vacuum on a silicon substrate and sliced into two microns sections.]

Le fait que l'outil de coupe (monocristal de diamant) sectionne avec la même régularité le silicium massif et les couches minces déposées sur le silicium peut être attribué à la qualité de l'enrobage de résine.

Sur le plan quantitatif, on peut comparer les valeurs de la masse de cuivre

— d'une part calculée à partir de la masse volumique ρ et des dimensions géométriques :

$$m = \rho x \delta x \cdot Y \cdot e = 20,1 \pm 0,2 \text{ ng}$$

— d'autre part déduite de la moyenne des mesures de radioactivité :

$$m = 22 \pm 2 \text{ ng}.$$

Ce remarquable accord prouve en outre que l'intégralité de la matière sectionnée est correctement récupérée.

6. Conclusion. — La présente méthode de microanalyse combine les avantages de la précision du sectionnement mécanique et de la sensibilité analytique des méthodes nucléaires. Elle est applicable en particulier aux circuits intégrés à base de silicium, les plus communs à l'heure actuelle.

Ses inconvénients sont d'une part la relative longueur de l'analyse et d'autre part son caractère destructif. Aussi dans le cas où la sensibilité des autres méthodes physico-chimiques d'analyse est suffisante, celles-là seront préférables pour leur vitesse d'exécution.

Par contre, l'évolution incessante de la technologie

électronique vers une intégration de plus en plus élevée entraîne simultanément des besoins d'analyse sur des quantités de matière de plus en plus petites. La présente méthode peut alors donner des résultats incomparables.

A titre d'exemple, signalons que nous avons pu mesurer la charge efficace Z^* du cuivre dans l'aluminium aux températures d'utilisation pratique des transistors de puissance utilisant des connexions d'aluminium dopé par du cuivre [4].

En effet, les microsondes n'avaient permis de traiter le problème qu'au-dessus de 300 °C, température à partir de laquelle les quantités de matière transportées deviennent suffisantes pour leur sensibilité.

Remerciements. — Nous tenons à exprimer notre gratitude au Centre National d'Etudes des Télécommunications qui dans le cadre du Contrat Interne de Recherche 75-29 a permis la réalisation de ce travail. Nous remercions le Dr J. Y. Le Traon, Ingénieur au C. N. E. T. de Lannion, le Dr K. V. Reddy (I. I. T. Madras, Inde) et le Dr D. Kostopoulos (Université d'Athènes, Grèce) pour leurs précieux conseils et leur assistance technique, ainsi que le Dr P. Albert, Directeur des Recherches du Service du Cyclotron (Orléans) pour ses très judicieuses remarques.

Bibliographie

- [1] OSBORNE, C., LARRABEE, J. et HARRAP, B., *Anal. Chem.* **39** (1967) 1144.
 - [2] MAPOTHER, D., CROOKS, N. H. et MAURER, R. J., *J. Chem. Phys.* **18** (1950) 1231.
 - [3] ALBERT, P., *L'analyse par radioactivation* (Gauthier-Villars Paris) 1964.
 - [4] BENIÈRE, F., LE TRAON, J. Y., KOSTOPOULOS, D. et REDDY, K. V., *J. Appl. Phys.*, à paraître.
-