

新世代穿透式電子顯微鏡試片製備技術於磁、光電及半導體元件實務應用

New Generation Technology of Specimen Preparation for Transmission Electron Microscope: Application in Magnetic, Optoelectronic, and Semiconductor Devices

黃榮潭、江正誠、殷開明、開執中、陳福榮

Rong-Tan Huang, Cheng-Cheng Chiang, Kai-Min Yin, Ji-Ju Kai, Fu-Rong Chen

近年來由於磁、光電及半導體產業於微小化製程技術的進步，使得穿透式電子顯微鏡 (transmission electron microscope, TEM) 因其高解析能力，而對這期間之製程控制、微結構失效分析等，扮演一舉足輕重的角色。然而，沒有高品質的 TEM 試片，也只是徒增巧婦難為無米之炊的歎噓。本文中，我們將引述一新世代 TEM 試片樣品製備技術—T 型研磨載具，細述 TEM 試片樣品製備上的訣竅。然後再從實務上，針對磁、光電及半導體元件，提出 TEM 試片樣品製備上的難題與解決之道，從而利用相應的 TEM 分析技術，攝取所需之結果。

As a result of the high resolution, transmission electron microscope plays a decisive role on fabrication controlling and failure analyses, *etc.* during the minimization of device. However, if there were no high quality TEM specimen, it would yield half the result with twice the effort. In this article, we introduce a new generation technology of specimen preparation for TEM, which is the T-tool tripod polisher wedge technique, and describe the tricks of TEM specimen preparation in detail. Afterwards, we also launch the difficulty and resolved methods of TEM specimen preparation for magnetic, optoelectronic and semiconductor devices from practical application. Accordingly, the expectant results could be obtained by using corresponding TEM analytic technique.

一、前言

自 1934 年 Ruska 氏在實驗室製作第一部穿

透式電子顯微鏡 (transmission electron microscope, TEM) 問世而發展至今。新一代的場發射式分析 TEM 結合了奈米電子束繞射 (例如 nanobeam

diffraction, NBD)、化學成分分析儀器 (例如 energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX) 與電子結構分析儀器 (例如 electron energy loss spectroscopy, EELS), 因而提供了原子級的解析率及訊息⁽¹⁾。隨著奈米尺度材料時代的來臨, 如何去得到空間解析度 (spatial resolution) 接近或小於奈米級的結構、成分訊息與材料基本性質也就愈發重要。因此, 對於次微米尺寸之半導體元件或奈米尺寸薄膜而言, 它是一理想的研究分析利器。另一方面, 由於 TEM 試片樣品製備技術的進步, 已經使得 TEM 分析技術的演進不再是僅單從儀器與理論上去增進 TEM 的解析率, 或著眼於學術上的研究運用, 而是伸展至如何實際去解決開發磁、光電或半導體等元件時出現的問題。這也改變了整個 TEM 運用觀點。TEM 不再是一僅能由研究單位或大學中才會提及的名稱。對磁、光電及半導體工業, TEM 變得如此重要以致於對製程開發與元件故障分析 (failure analysis), 其被視為是最可靠的對策。而且對侵權的審定, TEM 的影像通常是作為最有力的證據之一。在未來, 對磁、光電或半導體工業的材料研究與產業製程改良中, TEM 也將因為可以提供原子級的解析率及訊息, 而成為對微結構與故障分析及製程控制方面非常重要的設備。

一般來說, 運用 TEM 的原因不外是想藉用 TEM 的高解析能力去觀察分析某些特定點的結構或成分, 因此, 在 TEM 的觀察過程中, 提供完整、清晰兼之可大面積觀察並且還能以高解析倍率來觀察分析之高品質試片是必需的⁽²⁾。通常有兩種試片製備方式可利用來檢測磁、光電或半導體元件, 亦即平面觀察 TEM 試片 (plan-view TEM) 與橫截面 TEM 試片 (cross-section TEM)。平面觀察 TEM 試片需提供一相當大的薄膜表面之觀察面積, 可從中獲得晶粒尺寸、缺陷或析出物的分布訊息。橫截面 TEM 是一相當有用的製備方式, 其可用來直接精確量測薄膜厚度, 且可觀察階梯覆蓋情形 (step coverage)、離子佈植損傷 (implant damage)、蝕刻剖面曲線 (etch profile)、介層點填充 (via filling)、界面污染 (interface contamination)、故障分析與成分鑑定。雖然 TEM 有這麼樣的優點, 而且已經能常態支援業界作為製程改善的設備, 但

因為試片製備的難度以及昂貴的設備費用, 並不是很普及的被運用在所有的研究單位與產業單位上。而當磁、光電或半導體元件尺寸縮小至深次微米 (sub-half-micron regime), 甚至奈米時, 元件間的銜接也就愈加困難。典型的金屬化多層膜就需要改善接觸電阻 (contact resistance) 與附著性 (adhesion property), 甚且元件的效能對這些膜層的厚度和品質亦極為敏感。這些均增添 TEM 樣品製備的困難度。

本文中, 我們先回顧產業界目前運用 TEM 仍存在的一些問題, 並從介紹 TEM 試片樣品製備技術的演進而引述一精緻又先進之新世代 TEM 試片樣品製備技術—T 型研磨載具 (T-tool tri-pod polisher) 之楔型研磨技術 (wedge technique), 細述 TEM 試片樣品製備上的訣竅。然後進至本文的核心, 從實務上, 針對磁、光電及半導體元件之故障分析面臨的問題, 提出 TEM 試片樣品製備上存在的難題及其解決之道, 從而利用相應的 TEM 分析技術, 擷取所需之結果。最後我們利用結合聚焦離子束 (focused ion beam, FIB) 的定位優點與 T 型研磨載具之楔型研磨技術的薄區優勢, 來解決特殊定點之 TEM 試片製備上的難題, 而後進行 TEM 分析, 探求所欲知之訊息。

二、目前運用 TEM 對產業界提供服務仍需改善的問題

1. TEM 試片製備相當困難

幾乎 TEM 所要觀察分析的材料對象或業界的各種元件都不是單一材料所做成, 而是由很多種材料組成。各種研究對象材料或不同特性的元件, 通常是使用不同的材質在各種不同的製程運作下 (如沉積, 熱處理, 退火, 圖形化或內接) 所做出的, 這些材質在不同基材的上面所形成的厚度可能高達 10 μm , 而且材質軟硬均不同。如何讓這包含各種不同硬度的材質又高達 10 μm 的厚度的區域, 均能讓電子束穿透, 是 TEM 試片製備中一個挑戰。另外, 像半導體元件或光電元件, 其發生故障或失效可能是百萬個結構中的其中一個接觸點或介層點, 或是層與層於鍍膜時發生問題等所引起。因

此，故障分析通常要求針對某一特定位置做精確的平面或橫切面觀察分析。試片製備時必須能切中這問題點，找到癥結所在，而這正是挑戰所在。

2. 交件時間長

TEM 的分析，包含試片的製備、影像的擷取，到最後的分析等步驟，樣樣都需要特別的專業技術及花費大量的時間，所有產業都把製程時間當成第一生命，所有的製程在運作中發現問題，必須要在最短時間內克服解決，如果拖太久才能找到問題癥結，勢必影響整個運作的機制，因此 TEM 的功能性也必須要朝能快速交件才可以，無論影像是如何的清晰、完整，如果時間拖太久也沒什麼價值可言。這也是 TEM 分析最需要克服突破的重點，而時間的大量耗費，通常來自於試片之製備。

3. TEM 只能觀察小區域薄區

TEM 之觀察方式是針對試片內的結構特徵在高倍率下做觀察，擷取影像，若有特定需要，就在更高倍率下做高解析的研究分析。因此，只要試片上某個小薄區，其厚度達到要求條件即可以做分析，但在每一個元件中，可能含有數百萬個電晶體，或幾十層沉積膜。為了得到有效的統計資料，就得要針對元件中的結構做大量的採樣，不能只對少數幾個小區域做分析後就下論斷，如此不僅有失精確，而且易有誤導的情況產生。因此高品質的 TEM 試片不但要求完整、清晰，而且薄區要長又寬。

雖然 TEM 樣品的製備有其困難度，但無論如何要把磁、光電和半導體元件做成只有數百 Å 厚度的 TEM 試片，再用 TEM 找出其中各種不同材質的交互變化特性，甚至發現其存在的故障癥結點，在這方面 TEM 所能發揮的特殊能力是其他儀器無法比擬的。在接下來的文中我們將概述近年來 TEM 樣品之製備技術發展。

三、電子顯微鏡試片的製備方法

電子顯微鏡發展迄今，經過眾多專家學者的努力，發展出許多獨特又實際的試片製備方法。目前

一般較常被運用到的方法有三，概述於下。

1. Dimpling 與離子減薄技術⁽³⁾

這是一廣為人知而且實用的技術。此法是將試片用膠貼著後再用機械研磨到一個適當的厚度，之後切成適當的大小(約 3 mm × 3 mm)，最後裝載上離子減薄機 (ion miller) 中再修成更薄而適合觀察的厚度，這種試片製作方式適用於需要觀察分析的點是寬又連續性的形貌或是覆蓋薄膜 (blanket film) 的樣品。以此方式製備試片不需要昂貴的設備，而且試片品質較容易掌控。然而這種試片製備方式所提供之觀察薄區不大，而且無法達到定點的要求。

2. 聚焦離子束技術⁽⁴⁾

聚焦離子束 (FIB) 是設計來做定點觀察的實用技術，這種技術已被大量引用。此種方法是把高能量的鎵離子 (gallium ion) 聚集後，用來去除觀察點外兩邊的材質，而得到一個觀察的薄區。這是一可靠的定點試片技術，而且時間上的控制很有效率，品質也穩定。然而此法所得之觀察薄區亦不大，而且易因高能量的鎵離子而導致一些偽像 (artifact)。另外，FIB 之設備費用亦相當昂貴 (足與 TEM 比擬)，一般實驗室很難在設置 TEM 及其週邊設施後，仍有餘力添購此設備。

3. T 型研磨載具之楔型研磨技術

楔型研磨技術 (wedge technique) 是由 IBM 開始發展⁽⁵⁾，此技術是一種用矽材質透光做導引的研磨技術，從透光的位置、強弱把試片調整成為一個楔形。這種模式可以使得原本雜亂無法知道方向的研磨，成為一個可以控制方向的研磨技術，由於光穿透楔型矽材質如光穿過三稜鏡一樣會產生折射，進而從產生的彩虹顏色條紋和間距寬窄作為楔形的角度修正與試片厚度的觀察依據。如果試片在研磨的過程中不知道方向而任意傾斜或更換研磨角度方向，可能會導致試片產生不同方向與不同深淺的研磨面，使得試片在離子減薄 (ion milling) 之過程中因無法控制方向而造成試片扭曲，乃至無法得到理想的試片。這種技術提供了一種新思維，試片的研磨是可以控制方向、角度、高低以及試片的厚度，

也因此可以做出達到理想、能做高解析觀察的試片。尤有甚者，更足以提供進行能量損失譜儀分析 (EELS) 所需要的超薄試片。也因楔型研磨技術提供了較其他試片製備技術更強的可塑性，不但可以做平面研磨，也可以做橫截面研磨，更可做精準定點平面或橫截面研磨。

楔型研磨技術所衍生之工具稱之為三角研磨器 (tripod polisher)。藉助這種三角研磨器可僅由機械研磨拋光就能將試片磨薄至 $1\ \mu\text{m}$ 以下，目前這三角研磨器的楔型研磨技術已被廣泛的使用在 TEM 試片製備上，利用這工具可以直接機械研磨得到精確定點 SEM 的試片，而將此工具結合離子減薄機，則可以研磨得到精確定點 TEM 的試片，值得一提的是這種技術可以做出又長又寬的薄區。

本文介紹一種新的而由張宏先生針對 IBM 的三角研磨器所改良的新式研磨載具⁽⁶⁾，此研磨載具根據其外觀稱之為 T 型研磨載具 (T-tool)。T 型研磨載具相當輕巧，可以直接放在光學顯微鏡平台上做第一面和第二面的近距離觀察，而且減低在最後拋光時因載具重量對 TEM 樣品造成損害的機率。此外，也可以直接放在光學顯微鏡平台上做第一面和第二面的近距離觀察。這種技術不但可以精確做出理想的一般試片，同時兼具能提供定點與大範圍薄區的優勢，而且製作時間短，因此我們稱之為新世代電子顯微鏡試片製備技術。因本文中所有的 TEM 影像分析，都是利用 T 型研磨載具之楔型研磨技術所製備出來的試片而拍攝到的影像，於文中將會詳細說明這技術的運用。以下我們藉由對一般常用來檢測磁、光電或半導體元件之兩種觀察方式之試片製備，分別詳述這新世代電子顯微鏡試片製備技術，並細述 TEM 試片樣品製備上的訣竅。

(1) 橫截面 (Cross-Section) TEM 試片

先將欲觀察之材料或元件取下適當大小與形狀，然後覆蓋一片透明玻璃或矽晶片來保護被觀察的面，以免在研磨過程中受到破壞。透明玻璃或矽晶片與樣品用 G1 膠小心緊密黏貼在一起，以免產生空隙導致 G1 膠水有氣泡，然後用研磨盤將樣品修成約 $3\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ 的長條形，再用熱熔膠把樣品黏貼至 T 型研磨載具之 L 形連接片上，作第一

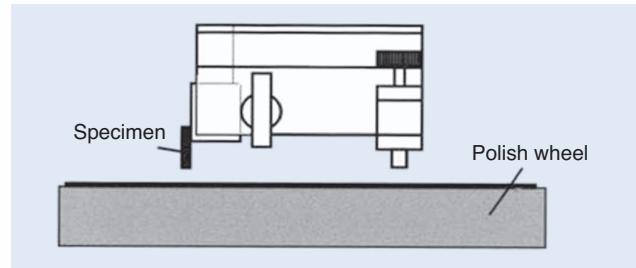


圖 1. T 型研磨載具平放在研磨台上做機械研磨。

面的研磨 (如圖 1 所示)。在研磨過程中依距離遠近不同的需求，更換各種不同顆粒的鑽石砂紙，依序為 $30\ \mu\text{m}$ 、 $15\ \mu\text{m}$ 、 $6\ \mu\text{m}$ 、 $3\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \mu\text{m}$ 及 $0.5\ \mu\text{m}$ ，最後以拋光液 ($0.05\ \mu\text{m}$ colloidal silica) 加以拋光。研磨過程中，隨時都可把 T 型研磨載具放在光學顯微鏡的平台上 (如圖 2 所示)，如此可以近距離觀察橫切研磨面在進行橫切研磨時是否有偏斜，也可觀察橫切研磨面與故障點接近的距離，這些修正程序可以由 T 型研磨載具上的兩個旋鈕來調整，使其以直線平行的方式前進到達所要的位置。第一面完成時，此橫截面必須光滑平整沒刮痕，若是定點試片就必須到達所需要的定點位置。

將第一面已拋光好的試片，用熱熔膠黏貼在 T 型研磨載具之長型連接片上 (如圖 3 所示)。再依照研磨第一面的方式使用 $30\ \mu\text{m}$ 鑽石砂紙作為研磨面，慢慢地把試片研磨到 $60\ \mu\text{m}$ 左右，然後換成 $15\ \mu\text{m}$ 鑽石砂紙作為研磨面，再慢慢地把試片研磨到 $30\ \mu\text{m}$ 左右，由於矽本身的材質特性會透光，此時再把 T 型研磨載具放在光學顯微鏡的平台上

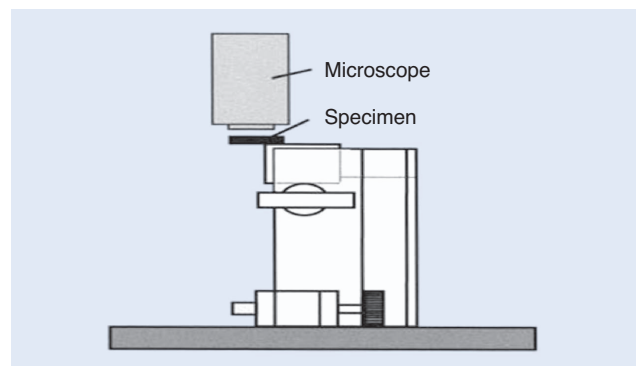


圖 2. T 型研磨載具平放在光學顯微鏡的平台上，用以觀察研磨橫切線。

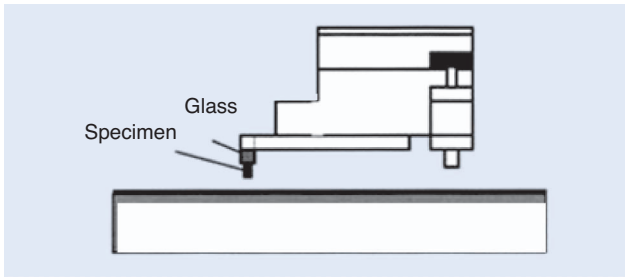


圖 3. 使用 T 型研磨載具的長型載具作第二面的研磨。

做近距離的觀察 (如圖 4 所示)。在研磨過程中依砂出現之光顏色的深淺距離遠近不同的需求，用旋鈕調整載具而把試片研磨成楔形，在這過程中更換各種不同顆粒的鑽石砂紙，依序為 $6\ \mu\text{m}$ 、 $3\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \mu\text{m}$ 及 $0.5\ \mu\text{m}$ ，最後以拋光液 ($0.05\ \mu\text{m}$ colloidal silica) 加以拋光。樣品研磨到最後會成為一片小薄膜，此時把長型連接片取下且泡在丙酮中除去熱熔膠，這步驟完成時將此薄膜用膠黏貼在銅環上，此為我們通稱的試片。當然在試片製備完成後也需要利用離子減薄機做最後的減薄及清潔動作。

(2) 平面 (Plan View) TEM 試片

首先將欲分析之材料或元件取下適當大小與形狀，再用熱熔膠貼在長型連接片的玻璃上 (如圖 3)。平面研磨的方式有二：一是單向研磨，此方式通常要保護被觀察的一面，因此這一面要面向玻璃；另一是雙向研磨，此方式通常不需要保護被觀察的一面，任意由哪個方向研磨都可以。研磨過程無需換面，僅依照研磨第一面的方式黏貼，並使用 $30\ \mu\text{m}$ 鑽石砂紙作為研磨面，慢慢地把長型樣品研磨到 $100\ \mu\text{m}$ 左右，再換成 $15\ \mu\text{m}$ 鑽石砂紙作為研磨面，慢慢地把樣品研磨到 $30\ \mu\text{m}$ 左右。之後依循上述研磨第二面之處理方式，直至製備成試片。

雖然上述基本的研磨動作流程，言簡易明，然而過程中仍有幾個需注意的細節。

- ① 矽晶片或透明玻璃和樣品黏合時要注意儘量使其密合，接觸面膠水太寬，在研磨過程中會發生膠水硬度強過矽晶片或透明玻璃，造成撕裂矽晶片或透明玻璃的現象。而且即使很小心也很幸運完成試片，但在使用離子減薄機減薄過

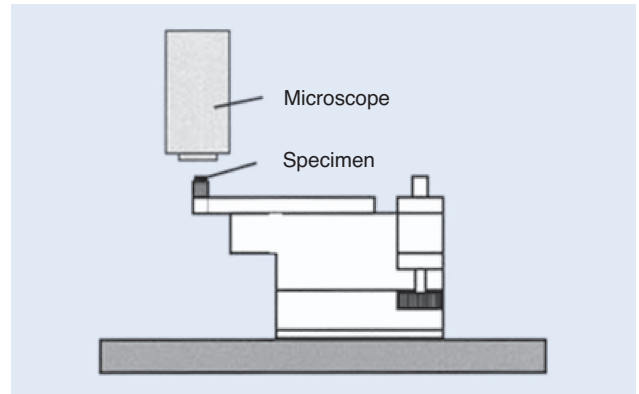


圖 4. T 型研磨載具平放在光學顯微鏡的平台上。

程中會發生因為膠水太寬變成硬度強過矽晶片或透明玻璃，形成減薄不均的現象。

- ② 矽晶片或透明玻璃和樣品黏合時要注意不能有氣泡產生，一但接觸面有氣泡，在研磨過程中，研磨的殘遺物會撕裂矽晶片或透明玻璃。矽晶片和樣品黏合時若膠水有氣泡，即使很小心也很幸運完成試片，但在離子減薄過程中會發生因為膠水有氣泡，進而從氣泡中撕裂破壞試片。
- ③ 研磨過程中要注意鑽石砂紙的更換程序，切勿跳號使用號數差距太大的鑽石砂紙，以免撕裂矽晶片或透明玻璃。而且鑽石砂紙更換時一定要注意研磨盤的清潔動作，切不可留下上一號數砂紙的殘渣。因為留下的殘渣會在砂紙背後造成突起物，而試片一壓下去研磨時很容易破裂。
- ④ 研磨過程中隨時要注意保持適當角度研磨，若是用太低的角度研磨，當最後試片完成時，會因為矽晶片或透明玻璃太薄而捲曲，致使其無法貼於銅環上。
- ⑤ 研磨過程中隨時要注意保持適當角度研磨，最好的判斷方式就是保留一半寬度之保護用矽晶片或透明玻璃，這樣不會因矽晶片或透明玻璃太薄所致之捲曲而無法貼於銅環上，也保留這些寬度作為離子減薄機減薄的緩衝區。

四、新世代 TEM 試片製備技術於磁、光電及半導體元件之實務應用

科技的發展日新月異，特別是以磁、光電與半導體為主的產業，經由不斷的引進開發新的製程技術，持續促使元件尺寸微小化至微米乃至奈米。在這發展過程期間，舉凡製程控制、微結構失效分析等，穿透式電子顯微鏡因為可以提供原子級的解析率及訊息，而成為對微結構與故障分析及製程控制方面非常重要的設備。新世代穿透式電子顯微鏡試片製備技術在此間而又是扮演怎樣的角⾊？以下我們將利用實務上的例子，闡明此試片製備技術所扮演角⾊的關鍵性及其貢獻。

1. 於半導體元件上之實務應用

隨著積體電路元件尺寸的縮小，元件內部的金屬線寬愈來愈小，相對的要求金屬連線和連接洞 (contact hole, via) 的深寬比 (aspect ratio) 愈來愈大，如此階梯覆蓋 (step coverage) 的要求也就愈高，相對的金屬沉積難度也提高。因此，如何有效控制、改善良率就成製程開發之首要課題。而半導體工業運用 TEM 的主要原因不外是想藉由 TEM 的高解析能力去觀察評估及監控分析各道製程步驟之精確，並對某些特定點的結構或成分進行分析，而提供改善良率的參考依據。所以在 TEM 的觀察過程中，提供完整、清晰兼之可大面積觀察並且還能以高解析倍率來觀察分析之高品質試片是必需的。

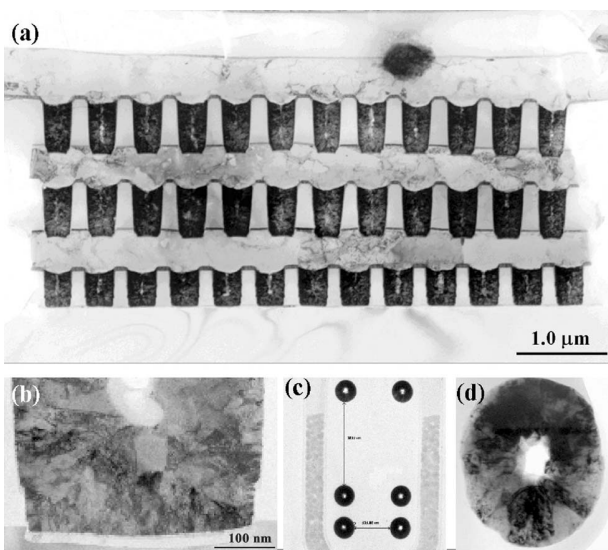


圖 5. 典型的鎢介層點之 (a) 橫截面與 (c) 平面影像；(b) 與 (d) 分別為其高倍率之清晰影像。

基本上進至銅製程的半導體產業，元件材料大致上包含有 Si、SiO₂、Cu、W、TaN 等材質，這些材質軟硬都不同。尤其是金屬內連線結構層數愈多，在基材的上面所形成的厚度愈高，更強化 W、TaN 等高硬度材料之結構強度，這些因素導致試片研磨時容易破裂。如何讓較軟的 L-K SiO₂ 介電材料及 Cu 導線與甚硬的金屬材料 W、Ta、TaN 混合在一起，而能夠在 TEM 的觀察中同時呈現清晰的影像，這是機械研磨 TEM 試片所面臨的一大挑戰。

解決之道，以 TEM 試片製備難度相當高之鎢介層點 (tungsten via) 為例，對於硬又難磨掉之鎢，除了利用 T 型研磨載具之楔型研磨技術並依循前述之方法步驟外，在機械研磨過程中加入雙氧水 (H₂O₂) 溶液來浸泡侵蝕 (etching) 鎢，時間數十秒至數分鐘不等。侵蝕過的鎢較易磨除⁽⁷⁾，透過不斷的氧化、拋光過程，就容易得到一致研磨平面，最後再利用離子減薄機做最後減薄動作，而得到我們所需之試片。典型的鎢介層點 (tungsten via) 之橫截面與平面影像分別如圖 5(a)–(d) 所示。利用 T 型研磨載具之楔型研磨技術，解決了試片研磨時容易破裂的難題後，我們同時得到了寬廣的觀察薄區 (如圖 5(a) 與 (c))，與更高倍率之清晰影像 (如圖 5(b) 與 (d))。此方式同樣亦適用於製備同時包含有不同軟硬程度之材質的 TEM 試片。圖 6 為對新 low-K 銅製程之雙鑲嵌 (dual-damascene) 結構依上述試片製備方式所得之 TEM 影像，六層金屬層經機械研

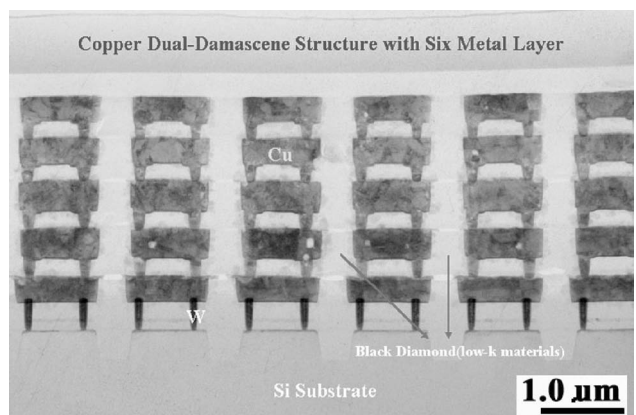


圖 6. 新 low-K 銅製程之雙鑲嵌橫截面 TEM 影像，六層金屬層經機械研磨後，並無脫落或剝離。

磨後，並無脫落或剝離，而是完整清晰的呈現在眼前。圖 7 為連接洞 (contact hole, via) 之 TEM 影像，即使是連接洞和鎢接觸點 (W contact) 間之強度、硬度差異，依上述試片製備方式仍能將之製備成功，因而可觀測沉積後之膜厚與階梯覆蓋情形。

2. 於 LED 光電材料之實務應用

高亮度發光二極體 (light emitter diode, LED) 及雷射二極體 (laser diode, LD) 材料一般常用 III-V 族氮化鎵 (GaN) 寬能隙 (3.4 eV) 藍光材料⁽⁸⁾。其發光區 (active layer) 從早期的 *p/n* 介面發展至雙異質結構和迄今之多層量子井結構 (multi quantum well, MQW)⁽⁹⁾，其亮度亦隨著結構之演進而增大。而 MQW 技術是將 GaN 摻雜不同 III 族元素，如鋁 (Al) 或銦 (In)，形成三元化合物氮化鋁鎵 ($\text{Al}_{1-x}\text{Ga}_x\text{N}$) 或氮化銦鎵 ($\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{N}$)，如此縮小了原先的能隙，使得電子與電洞易在這些摻雜層聚集，而在進行自發結合時放出光子。典型之 InGaN MQW LD 之結構及能隙示意圖如圖 8(a) 與 (b) 所示。藉由控制 Al 或 In 之濃度與摻雜層厚度則可調制成不同波長^(10,11)。

對於 III-V 族光電材料之 TEM 觀察，通常需縱深達數個 mm 之薄區 (包含磊晶緩衝層 (buffer layer) 與 MQW)，如若要統計其間的差排缺陷密度，觀察薄區的需求不僅是縱深要足夠，更得有橫寬的薄區。然而 III-V 族光電材料之 TEM 試片並不易製備。由於 III-V 族材料組成元素之電負度 (electro-negativity) 彼此差異較大，故帶有離子鍵傾

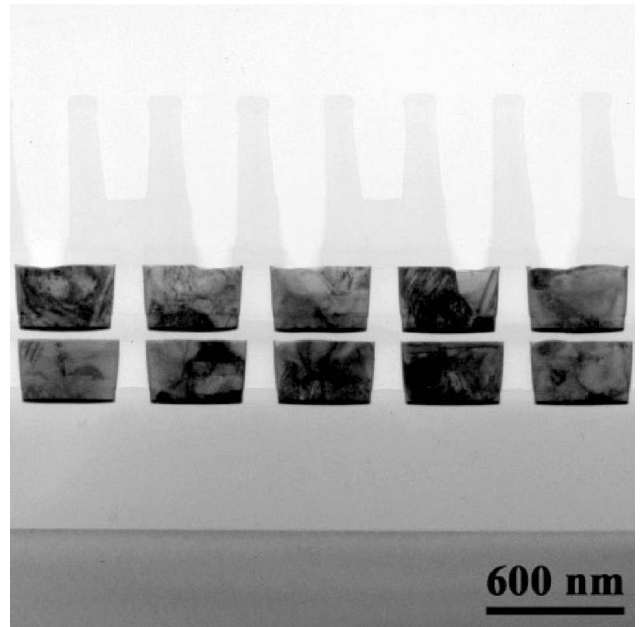


圖 7. 連接洞之橫截面 TEM 影像，連接洞經機械研磨後，並不因和鎢接觸點間之強度、硬度差異而脫落或剝離。

向之鍵結特性，而呈現容易脆裂之特質。再者，考量晶格之匹配度，III-V 族 GaN 一般是以藍寶石 (sapphire) 為基板，然而藍寶石的硬度卻高達 2100 kg/mm^2 ，遠大於 GaN⁽¹²⁾，這對 TEM 試片研磨形成極大難題。當研磨到較薄的厚度，若受太強外力很容易碎裂，加之寬深的薄區需求，這些均使 III-V 族光電材料之 TEM 試片製備難度更形嚴峻。解決之道是利用 T 型研磨載具之楔型研磨技術，依前述研磨步驟與注意事項，適當控制研磨厚度與方

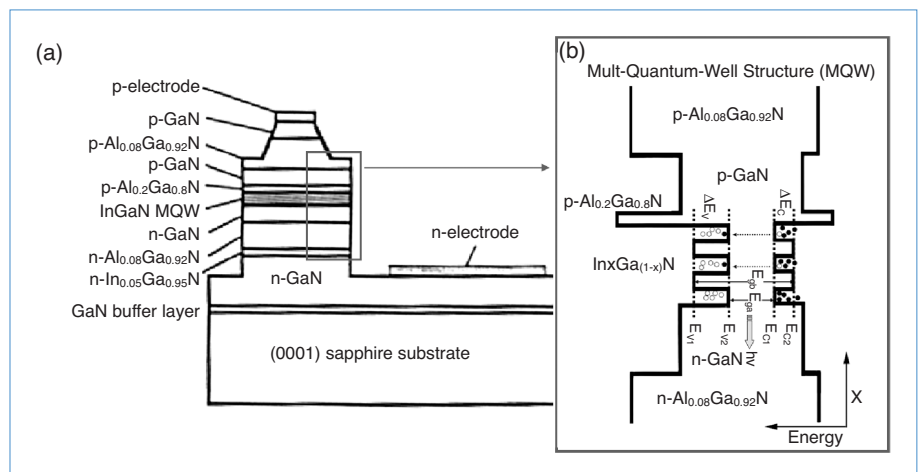


圖 8. (a) 典型之 InGaN MQW LD 之元件結構示意圖；(b) 為其能隙示意圖⁽⁸⁾。

向，再使用離子減薄機儘量於低角度、低電壓 (2–3 kV) 進行減薄，把試片控制在最佳的狀態，同時避免離子減薄機的氬離子所帶來的困擾和傷害。一般以氬氣離子來減薄 TEM 試片時，常會在 III-V 族材料化合物上形成許多偽像^(13,14)。非晶質 (amorphous) 區域的出現是常見偽像之一，其形成乃由於高能之氬氣離子 (5 kV 以上) 撞擊試片所造成，而當入射角度越大，非晶質現象越明顯。另外，研磨後之試片，當進行氬氣離子減薄時，III-V 族化合物之組成元素受氬氣離子減薄撞擊而脫離試片表面之速率並不相同。較高蒸氣壓之 V 族元素通常較易脫離表面，而使試片殘留過量之 III 族元素，因此容易形成選擇性侵蝕 (selective etching)，嚴重時易造成大量之金屬顆粒斑點，這會影響後續之成分分析與較高倍率之 TEM 觀測。改善之道除了前述使用離子減薄機於低角度、低電壓 (2–3 kV) 進行減薄外，尚可同時使用液態氮來冷卻試片，並將碘蒸氣通入氬氣中，藉由碘離子與殘留之 III 族金屬離子化合成揮發性氣體分子，然後透過真空幫浦將之帶走。

圖 9(a) 為 III-V 族 GaN-based LED 之 TEM 橫截面影像，其 MQW 與緩衝層之局部放大影像如圖 9(b) 與 (c) 所示。由圖 9(a) 可知，其磊晶層厚度約達 $4\ \mu\text{m}$ ，因此欲觀測其間的差排缺陷 (dislocation defect)，寬深兼之清晰的觀測薄區是必需的。差排的產生乃是為緩和成長磊晶 GaN 與緩衝層之間因晶格不匹配度所產生之應變而衍生之缺陷。一般而言，磊晶層中之材料缺陷通常是吸光之位置，若是缺陷密度過高則容易降低發光效率⁽¹⁵⁾。而且元件中一旦存在有大量之缺陷，當元件運作時，電流便不停的注入誘發電子並匯集至缺陷處，由於熱效應的影響使得大量缺陷成長，因而導致光輸出量遞減，終至光源不再輸出而終結使用壽命。此外，對於 III-V 族 GaN-based LED 之 TEM 橫截面觀察，除了觀測晶體缺陷外，各磊晶層之厚度變化亦是另一觀察重點，特別是 MQW。然而，對於磊晶成長之 III-V 族多層膜，由於結構相同且晶格間距差異很小，當繞射形成的對比太強時，反而會影響掩蓋因成分不同所貢獻之厚度訊息。因此必須將試片傾轉偏離正軸稍遠，降低繞射對比之影響，才能凸顯成

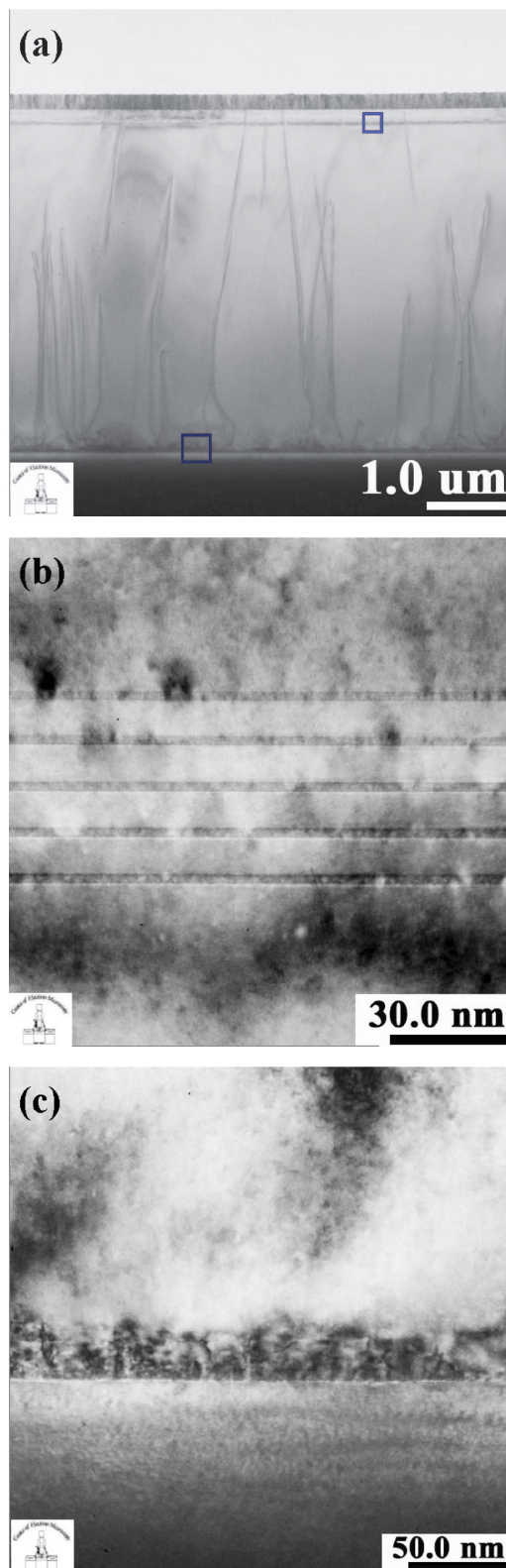


圖 9.(a) 為 III-V 族 GaN-based LED 之 TEM 橫截面影像，(b) 為 MQW 與 (c) 是緩衝層之局部放大影像。

分間之差異。再者，為避免投影誤差產生，多層膜界面必須平行電子束方向，如此一來，後續之試片傾轉僅能沿著平行界面方向做傾轉且稍偏遠離正軸，以獲取清晰之厚度訊息。以 III-V 族 GaN-based 磊晶層為例，當在進行 TEM 觀察操作時，我們先將試片傾轉至正軸 [11-20]，然後再沿著平行界面方向 [1-100] 傾轉來獲取清晰之厚度訊息。圖 9(b) 與 (c) 即為循此方法所得之 TEM 清晰影像，由此清晰之 TEM 影像，我們能精確量得 MQW 各層之厚度與緩衝層之厚度。

III-V 族 GaN-based LED 小晶片 (small chip) 之 TEM 試片製備亦是研磨技術上之一大挑戰。對侵權的審定，LED 小晶片之 TEM 影像通常又是最直接、有力的證據，同時也是逆向研發之方便法門。III-V 族 LED 小晶片於 TEM 試片製備上之難題，除了前述源自 III-V 族材料本身之問題外，主要還在於 III-V 族 LED 小晶片之尺寸乃小至 1 mm 以下，不易進行研磨處理。因為要將小於 1 mm 尺寸大小之試樣正確黏貼至研磨載具，經研磨、拋光後再轉貼至銅環 (Cu grid)，最後使用離子減薄機減薄，每一道手續均是考驗著操作者之技術、耐心與謹慎心，過程稍微的疏忽，都極易造成試片破裂、剝離或脫落，更遑論前述源自 III-V 族材料本身所衍生 TEM 試片製備上之問題。III-V 族 LED 小晶片於 TEM 試片製備上之難可見一斑。解決之道，係在製備之始需先加大小晶片的面積以方便黏貼，通常是在小晶片的背面貼上一片矽晶片 (約 3 mm × 5 mm)，另外在正面亦貼上一片相似大小之透明玻璃做為定點研磨的參考，再依前述試片製備方式完成試片。試樣完成時因已加大面積，因此可輕易的把薄膜貼在銅環上再進行離子減薄，銅環選擇內徑愈小愈好，如此可把小晶片的介面控制在正中央。而這其中的重要關鍵在於膠水的厚薄，最常見失敗的原因，在於膠水的厚度比小晶片橫切面的寬度還厚，使得膠水硬度強度超過薄膜本身硬度，以離子減薄機做減薄時，薄膜先破裂而得不到完整且能觀察的試片。

圖 10(a) 為 III-V 族 GaN-based LED 小晶片之 SEM 橫截面影像，其製備成之 TEM 橫截面影像如圖 10(b) 所示，圖 10(c) 為 TEM 試片再用離子減薄

機以低角度、低能量進行減薄後之影像，因此我們可進一步拍攝得 MQW 與其高解析度影像，如圖 10(d) 與 (e) 所示。緩衝層之局部放大影像亦清晰呈現於圖 10(f)。

3. 於硬碟磁性材料之實務應用

高密度磁記錄硬碟碟片材料一般是以鐵磁性鈷合金 (Co alloy) 做為磁性記錄層，此乃著眼於其具有高的飽和磁化量 (saturation magnetization) 與矯頑場 (coercivity)⁽¹⁶⁾。典型的水平記錄式 (longitudinal) 硬碟片之多層膜結構如圖 11(a) 所示。為了提升記

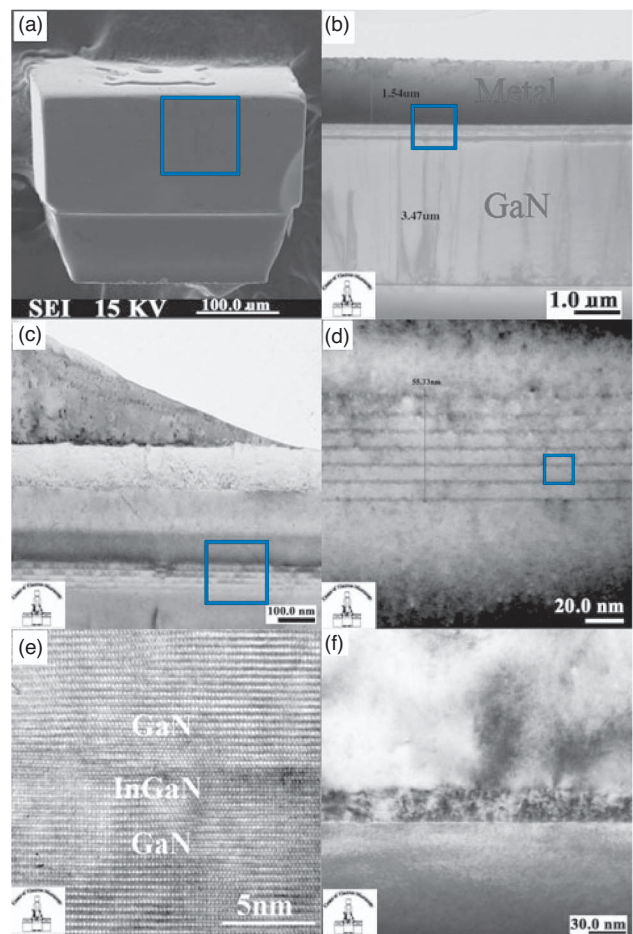


圖 10. (a) 為 III-V 族 GaN-based LED 小晶片之 SEM 橫截面影像；(b) 為其製備成之 TEM 橫截面影像；(c) 為 TEM 試片再用離子減薄機以低角度、低能量進行減薄後之影像；(d) 為 MQW 之高解析度影像；(e) 為緩衝層之局部放大影像。

錄密度 (areal density) 與訊號表現 (performance)，磁性記錄層通常添加鉻 (Cr)、鉑 (Pt) 等元素，並沉積 (deposit) 數層磁性層。在研究開發過程中，硬碟片之於 TEM 觀測通常會有平面與橫截面兩種 TEM 試片需求，前者是為量測統計晶粒大小 (grain size) 及其分布，後者可做為研究膜層厚度與成分分布變化。由圖 11(a) 亦可知，硬碟片之材料除了鈷合金磁性記錄層外，另外還包含有輕巧、易散熱之鋁-鎂合金 (Al-Mg alloy) 基材與做為加強機械強度、硬度之鎳-磷材料 (NiP)。這種基材為鋁-鎂合金的樣品，當研磨薄至一定的厚度時，若受太強外力鋁基材會有延展現象，甚至因延展捲曲而碎裂，導致無法取得完整試片。此現象尤其於製備平面 TEM 試片時更為明顯，延展現象會使晶粒形狀沿研磨方向產生變形，造成量測晶粒大小的誤差。解決之道無他，只能控制固定研磨角度、方向，並保持平穩加壓。通常在試片製備過程中，變換太多的角度而造成不同的研磨方向是產生延展變形之最主要原因。另外，試片在研磨時無法保持平穩的加壓，造成輕重不均的施力擠壓，形成試片不同斜面，也是試片延展後會使變形雪上加霜的另一個錯誤原因。

在排除研磨時之延展捲曲，經離子減薄機適當修薄後，所得之硬碟片之平面影像如圖 11(b) 所示。由圖我們可觀察到清晰之晶粒大小及其分布情形。藉此可於製程中，改善並適當控制晶粒大小的分布，而亦能對提升記錄密度與訊號表現有所助益⁽¹⁷⁾。當然，若欲精確得知晶粒大小，得量測足夠多之晶粒，這就需要相當寬廣的薄區。利用 T 型研磨載具之楔型研磨技術適足以達成這些需求，而這又是 FIB 技術所無法企及。圖 11(c) 為硬碟片之橫截面影像及其相應之成分分布，結合奈米成分分析 (nanobeam EDX) 後，我們即可知各磁性層厚度及組成元素成分。順帶一提，利用 FIB 技術製備 TEM 試片時，通常會鍍上一層鉑 (Pt) 來做為保護層，而硬碟片之磁性記錄層卻含有鉑，這容易造成成分定量上之誤判。

隨著磁記錄媒體往高存取密度發展，硬碟之讀取磁頭 (read head) 開發亦不斷地演進。畢竟高記錄密度之碟片還得有高靈敏度之讀取磁頭，才能將儲

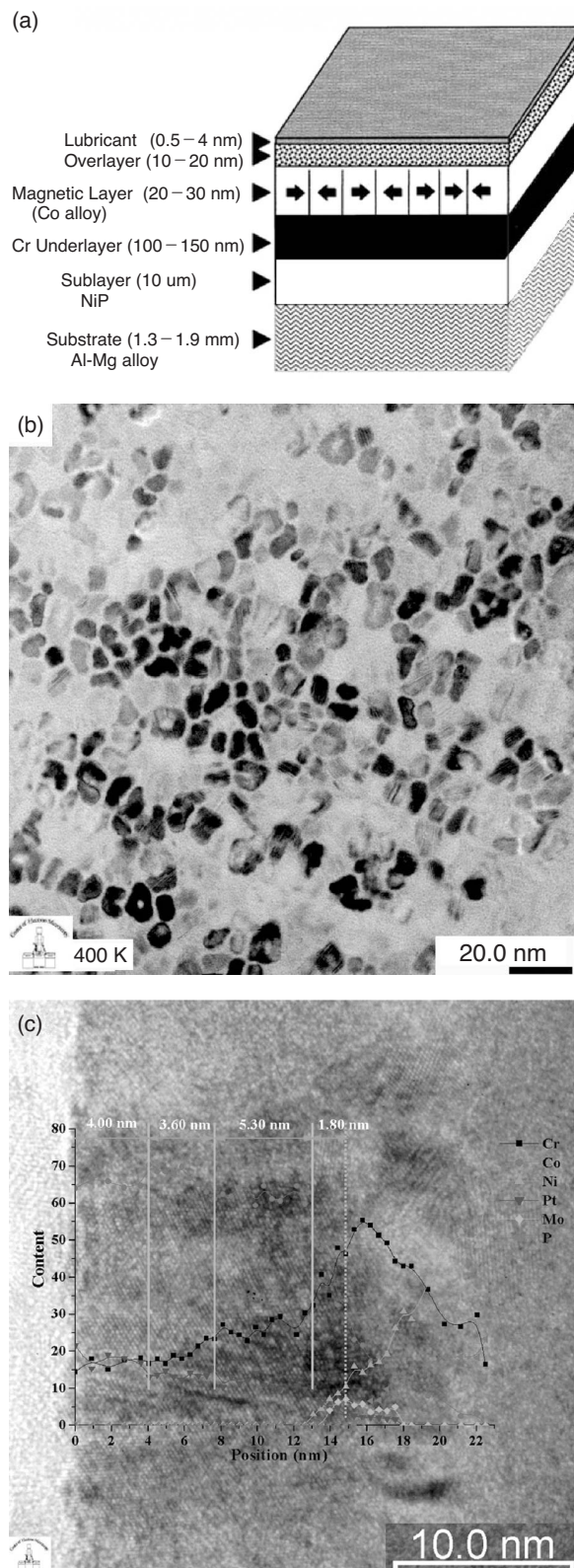
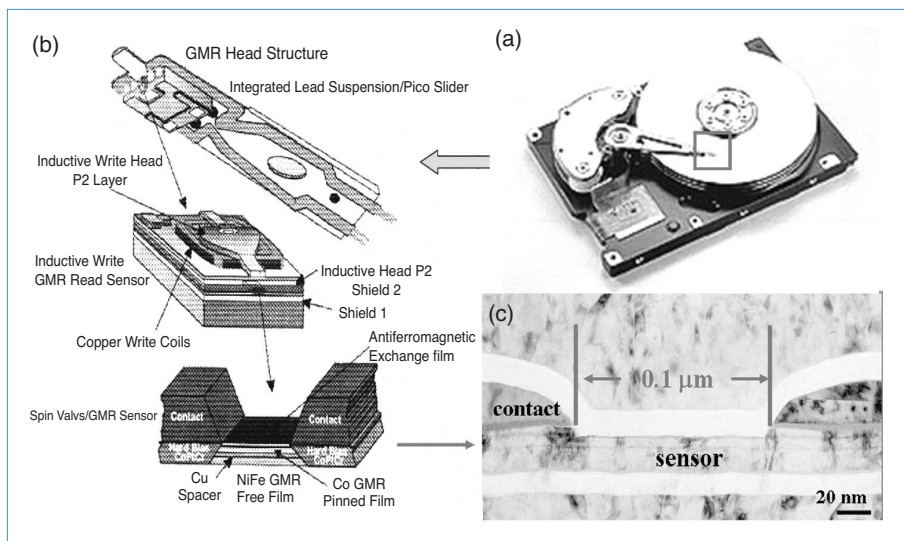


圖 11. (a) 典型的水平記錄式硬碟片之多層膜結構示意圖；(b) 硬碟片之平面影像；(c) 為硬碟片之橫截面影像及其相應之成分分布。

圖 12.

(a) 及 (b) 為硬碟中讀取磁頭之位置及結構形貌示意圖；(c) 為相對應之 TEM 影像。



存訊號讀出。近年來，存取密度已達 10 Gb/in^2 以上，這使得自旋閥感應區之薄膜尺寸勢必縮小至幾個奈米⁽¹⁶⁾，在此情形下，磁性超薄膜層之間的穩定性就益形重要。而具有高解析能力的高分辨電子顯微鏡 (high resolution TEM, HRTEM)，在此開發過程就扮演極重要的角色。然而，讀取磁頭的 TEM 試片製備，亦存在有類似 III-V 族 LED 小晶片之微小尺寸的難點。解決之道同樣利用 T 型研磨載具之楔型研磨技術，循之前製備處理 III-V 族 LED 小晶片之 TEM 試片之過程，以製備平面 TEM 試片方式處理之。圖 12(a) 及 (b) 為硬碟中讀取磁頭之位置及結構形貌示意圖，相對應之 TEM 影像如圖 12(c) 所示。讀取磁頭感應區之磁性多層超薄膜的組成一般為 NiFe、CoFe、Cu 等，這些材料結構相同、原子序相近、晶格間距差異極小，而且各膜層厚度甚至小至幾個原子層⁽¹⁸⁾。因此欲分析膜層厚度與各層間擴散現象，僅從 HRTEM 影像很難有結果。我們利用從 HRTEM 影像中之晶格間距變化的定量分析技術，結合奈米微區成分分析 (nanobeam EDX)，並發展一解捲 (deconvolution) 方法去改善奈米微區成分分析中之電子束延展效應 (beam broadening effect)⁽¹⁹⁾，最後再利用能量損失譜儀，萃取各元素分布以獲得實際之組成成分分布及確切的擴散訊息。關於詳細之分析技術介紹，限於篇幅可參考所附文獻^(20,21)。圖 13(a)–(e) 為利用上述方法分析讀取磁頭感應區所得之結果。薄膜厚度與成分分布訊息清楚地呈現其上。

五、精準定點觀察之 TEM 試片

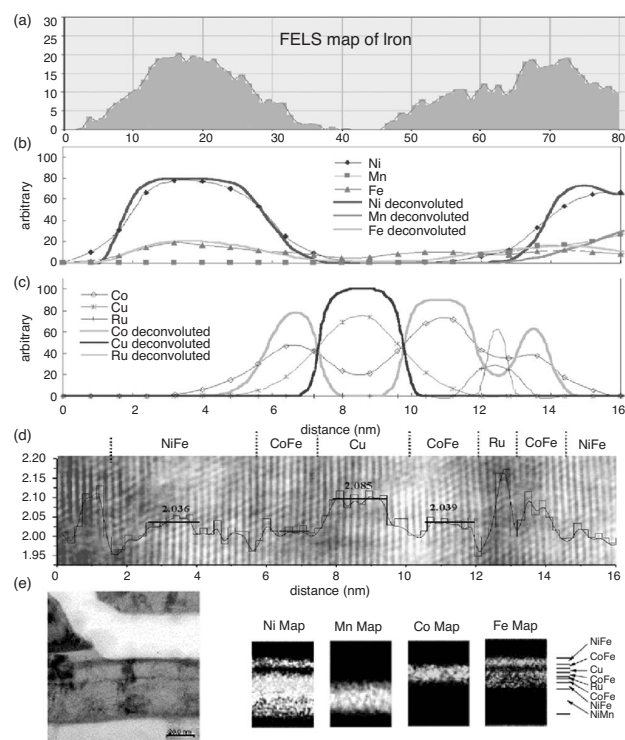


圖 13. (a)–(e) 為巨磁阻讀取磁頭感應區之橫截面 TEM 分析。(a) Fe 的 EELS map 分布，(b) 感應區內 Mn 和 Ni 之 EDX 反捲積後的成分分布，(c) 感應區內 Co、Fe、Cu 之 EDX 反捲積後的成分分布，(d) 為相關的 HRTEM 影像，(e) 各組成元素之 EELS map 分布。

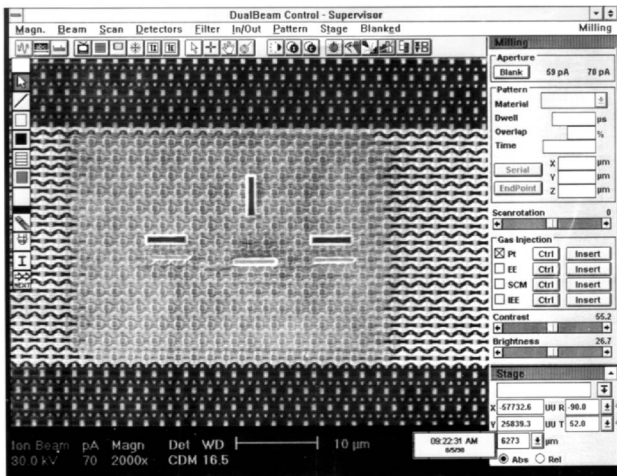


圖 14. 利用 FIB 做記號，橫的 FIB 記號是用來對準之橫切直線位置，而直的 FIB 記號是用來提醒橫切直線是否調整調成水平以及告知安全距離。

目前業界對於定點故障分析多所仰賴的製備方式是使用 FIB，雖然這是一種能快速準確得到定點試片之可靠技術，而且時間上的控制很有效率，品質也穩定，然而如前所述，此法所得之觀察薄區不大，而且易因高能量的鎵離子而導致一些偽像。如若結合 FIB 的定位優點和 T 型研磨載具之楔型研磨技術的薄區優勢，則勢必亦成爲一種極佳的試片製備技術。這種技術可以滿足故障分析的嚴格要求，不但可以快速找到故障點，也可以符合更進一步分析之薄區要求 (如 EELS)。此試片之製備是當量測發現有問題的位置，在確定位置後，利用 FIB 做記號，如圖 14 所示。橫的 FIB 記號是用來對準之橫切直線位置，而直的 FIB 記號是用來提醒橫切直線是否調整成水平以及告知安全距離。這樣方便於 TEM 觀察時快速正確找到目標，在此 FIB 的記號要注意不可太接近，以免受到電子束輻照時試片產生縮收而崩塌。

圖 15(a) 與 (b) 為針對某個特定之多晶閘極 (poly gate) 所做之 HRTEM 分析，利用 FIB 的定位優點，再發揮 T 型研磨載具之楔型研磨技術的薄區優勢，某個特定之多晶閘極的形貌剖面曲線 (shape profile) (圖 15(a)) 與閘極氧化層 (gate oxide) 的厚度 (圖 15(b)) 將一一呈現。

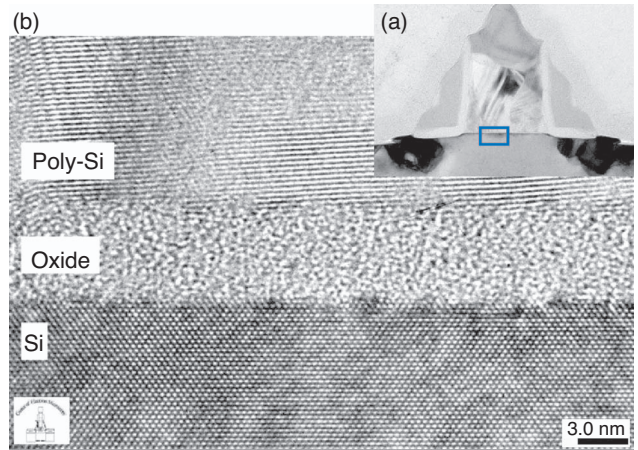


圖 15. 為針對某個特定之多晶閘極所做之 HRTEM 分析，(a) 為多晶閘極的形貌剖面曲線，(b) 為閘極氧化層的 HRTEM 影像。

六、結語

TEM 的實務運用於各類微電子工業曾是一大挑戰，雖然將 TEM 運用於元件觀察分析，也許不如 SEM 來得容易、廣泛，但也不是像一般人所想的那麼難。過去十年中試片製備技術的改進和突破，特別是試片製備的技術之進步，著實改變了 TEM 的使用現況與運用觀點。其運用已伸展至如何實際去解決開發磁、光電或半導體等元件時出現的問題。於本文中，我們運用這強而有力之新世代電子顯微鏡試片製備技術：T 型研磨載具之楔型研磨技術，解決了磁、光電與半導體元件極難製備的樣品，展現了其能有效控制研磨方向、製備出寬廣薄區的優勢。而且，透過密集的訓練，更是每個人能力均所能及。運用此技術，既能做成長達 2 mm 寬的薄區，又可以定點找到要觀察的故障點，也可把交件時程縮短到三至四個小時，甚至更短的時間。對任何一個電子顯微鏡實驗室而言，這是一經濟又實惠的技術。若能再結合 FIB 的定點優勢，擴大兩者間的優點，這無異是如虎添翼的夢幻組合，更能讓電子顯微鏡試片製備達到最高境界。

誌謝

本文作者特別要感謝國立清華大學工科系電子

顯微鏡中心的大力協助，並感謝吳才添先生與王雪琪小姐在寫作過程中之互動討論與建議。

參考文獻

1. L. Reimer, *Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis* (1982).
 2. H. Zhang, *Thin Solid Films*, **320**, 77 (1998).
 3. J. C. Bravman and R. Sinclair, *J. Electron Microscopy Tech.*, **1**, 53 (1984).
 4. S. Morris et. al., *Proceedings of ISTFA* (1991).
 5. J. P. Benedict, S. J. Klepeis, W. G. Vandygrift, and R. M. Anderson, *EMSA Bulletin*, Fall (1989).
 6. H. Zhang, *Micron*, **33**, 515 (2002).
 7. 劉耿明, 鄭晃忠, 材料會訊, **4** (3), 3 (1997).
 8. S. Nakamura and G. Fasol, *The Blue Laser Diode*, Berlin: Springer (1997).
 9. L. Esaki and R. Tsu., *IBM. Res. Rev.*, **14**, 61 (1970).
 10. Matsushita, H. Kiyoku, and Y. Sugimoto, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **35**, L74 (1996).
 11. S. Nakamura, N. Iwasa, and S. Nagahama, *Jpn. J. Phys.*, Part 2, **34**, L791 (1995).
 12. Q.-Y. Tong and U. Gosele, *Semiconductor Wafer Bonding Science and Technology*, 1st ed., New York: Wiley (1999).
 13. A. C. Wright, *Ultramicroscopy*, **83**, 1 (2000).
 14. A. Barna, B. Pecz, and M. Menyhard, *Micron*, **30**, 267 (1999).
 15. S. C. Jain, M. Willander, J. Narayan, and R. Van Overstraeten, *J. Appl. Phys.*, **87**, 965 (2000).
 16. R. L. Comstock, *Introduction to Magnetism and Magnetic Recording*, New York: Wiley, ch. 8 (1999).
 17. Robert C. O'Handley, *Modern Magnetic Materials: Principles and Application*, New York: Wiley, 699 (2000).
 18. X. Portier, and A. K. Petford-Long, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **32**, R89 (1999).
 19. D. B. Williams and C. B. Carter, in *Transmission Electron Microscopy*, New York: Plenum, ch. 36 (1996).
 20. R. T. Huang, F. R. Chen, J. J. Kai, I. F. Tsu, S. Mao, and W. Kai, *J. Appl. Phys.*, **89**, 7625 (2001).
 21. R. T. Huang, F. R. Chen, J. J. Kai, I. F. Tsu, S. Mao, and W. Kai, *J. Magn. Magn. Mat.*, **260**, 28 (2003).
- 黃榮潭先生為國立清華大學工程與系統學系博士，現任國立清華大學工程與系統科學系博士後研究員。
 - 江正誠先生畢業於國立空中大學，現任工業技術研究院工業材料研究所副研究員。
 - 殷開明先生為國立清華大學工程與系統科學系博士，現任國立清華大學工程與系統科學系博士後研究員。
 - 開執中先生為美國威斯康辛大學核子工程學博士，現任國立清華大學工程與系統科學系教授。
 - 陳福榮先生為美國紐約大學石溪分校材料科學博士，現任國立清華大學工程與系統科學系教授。
 - Rong-Tan Huang received his Ph.D. in engineering and system science from National Tsing Hua University. He is currently a post-doc researcher in the Department of Engineering and System Science at National Tsing Hua University.
 - Cheng-Cheng Chiang graduated from National Open University. He is currently an associate researcher in Materials Research Laboratories at Industrial Technology Research Institute.
 - Kai-Min Yin received his Ph.D. in engineering and system science from National Tsing Hua University. He is currently a post-doc researcher in the Department of Engineering and System Science at National Tsing Hua University.
 - Ji-Jung Kai received his Ph.D. in nuclear engineering from the University of Wisconsin-Madison, USA. He is currently a professor in the Department of Engineering and System Science at National Tsing Hua University.
 - Fu-Rong Chen received his Ph.D. in material science from Stony Brook University of New York, U.S.A. He is currently a professor in the Department of Engineering and System Science at National Tsing Hua University.