# 原子級半導體製程整合 in-situ 檢測設備技術

# The *in-situ* Measuring Technologies Applied on Atomic Layer Deposition

陳建維、張展源 Chien-Wei Chen, Chan-Yuen Chang

本技術將 X 射線光電子能譜儀 (X-ray photoelectron spectrometer, XPS) 結合原子層沉積系統 (atomic layer deposition, ALD)、原子層蝕刻系統 (atomic layer etching, ALE) 和快速高温退火系統 (rapid thermal processing, RTP) 等先進製程模組,並搭配自主開發的晶圓傳輸系統,使樣品可於各模組間進行真空傳輸。除了具備設備自動化的優勢外,最主要目的是要最大程度避免晶片在送至分析腔體的傳送過程中與大氣接觸,利用高真空的條件排除外在環境對晶片表面可能產生的物理、化學或是其它汙染等影響,進而取得最接近樣品原始狀態的真實數據。我們在此平台上已驗證了低含氧 ALD 薄膜製程的開發,這是過往單機型的 ALD 設備在沉積此類對水氧高敏感的薄膜製程時難以突破的瓶頸。除此之外,包含薄膜的硫化、氟化、退火乃至電漿還原等製程也藉由與近臨場成分分析技術的搭配,得到高可靠度的化學能譜變化或是成分分析結果,而透過本技術與傳統非臨場分析方法的對照,在多項數據都呈現出此分析方法確實能克服部份環境的影響與干擾。

This technology integrates an X-ray photoelectron spectrometer (XPS) with advanced process modules namely an atomic layer deposition (ALD) system, an atomic layer etching (ALE) system, and a rapid thermal processing (RTP) system and incorporates a self-developed wafer transfer system that enables vacuum transfer of chips between each module. In addition to the advantages of equipment automation, the primary objective is to minimize the chip's exposure to the atmosphere while it is being transferred to the analysis chamber. By maintaining high-vacuum conditions, potential physical, chemical, or other forms of contamination from the external environment are eliminated, thereby obtaining data that closely represents the sample's original state. Using this platform, we have successfully validated the development of low-oxygen ALD thin-film processes an achievement that addresses the longstanding challenges faced by standalone ALD tools in depositing highly water- and oxygen-sensitive films. Moreover, processes such as film sulfidation, fluorination, annealing, and even plasma reduction can be precisely monitored in near-real time, yielding highly reliable chemical spectroscopic and compositional analysis results. Comparisons with conventional ex-situ methods consistently demonstrate that this approach can indeed overcome certain environmental influences and interferences, providing more accurate and representative data.

# 一、前言

在半導體製程中,隨著奈米級及原子級製程技術的持續發展,如何在愈來愈嚴苛的尺寸限制下,維持高品質、低汙染、可精準調控的薄膜成長與分析,便成為業界和學術界共同關切的焦點。傳統製程模式中,往往是先完成薄膜沉積,再將樣品取出並置於另一臺獨立的分析設備進行檢測;如此一來,樣品勢必接觸到外界環境或大氣,導致表面發生不可逆的汙染、氧化或吸附各種分子等效應,最終增加工序複雜度與實驗變數,甚至無法百分之百確定品質不變。此外,針對尺寸越來越小、厚度甚至不到 5 nm 的先進製程來說,任何微小的外界汙染或不必要的步驟,都可能大幅影響元件電性表現與製程良率。

國研院國家儀器科技研究中心 (國儀中心) 多年來致力於各式製程設備與分析技術之研發,涵蓋真空系統設計、製程設備整合,以及量測分析等領域。在國內半導體產業蓬勃發展的帶動下,中心的研究團隊開啟一項重要任務:將原子級製程技術 (如 ALD、ALE、RTP、電漿處理、硫化或退火等) 與先進檢測設備 (如 XPS、RGA) 有規劃地整合在同一個平台上,避免樣品從製程到分析的過程中曝露在大氣環境。自 2020 年起,團隊正式著手建置自研自製的「6 吋叢集式先進原子級製程暨近臨場成分分析平台」,並陸續完善該平台的功能與應用範疇。

所謂的「叢集式 (cluster)」結構,指的是以中央傳輸腔體為核心,連接多個獨立的製程或分析模組 (module)。藉由高真空或超高真空環境,讓晶圓或試片能無縫切換到不同的腔體,而毋須取出接觸大氣。這種架構可最大程度降低薄膜汙染以及工序中反覆清潔的需要,也可減少空間與時間成本。目前,「6吋叢集式先進原子級製程暨近臨場成分分析平台」已成功推廣至國內學術研究機構與光電/半導體廠,更多次實際協助產學研團隊解決研發中的關鍵問題,在半導體材料開發與薄膜製程領域達成多項突破性成果。

# 二、技術平台介紹

整個 6 吋叢集式設備平台,結合了智慧晶圓傳輸與控制系統、四組不同用途的 ALD 或 ALE 製程腔體、一台快速升溫製程 RTP 模組,以及一套 *in-situ* XPS (近臨場 X 射線光電子能譜)分析系統。此平台能夠同時滿足以下幾種需求:

- ALD 製程:包含高介電常數 (HK) 氧化物與氮化物等先進薄膜成長。
- 電漿 ALE 製程:針對奈米級薄膜或特定材料進行精準蝕刻。
- RTP 製程:如高溫退火、氫退火或特定硫化等功能。
- *in-situ* XPS 分析:可於真空環境下進行角解析 (angle-resolved) 與極淺層縱深分析,大幅降低分析誤差和表面汙染。

整合式叢集設計讓薄膜一旦成長完成,即可立即傳送到其他模組進行進一步製程或分析,省卻暴露大氣的繁瑣流程。在進行多層次、多步驟製程時,更可顯著提升實驗效率與數據可靠度。以下將針對平臺各主要組成進行更詳細介紹。

#### 1. 智慧晶圓傳輸與控制系統

#### (1) 系統核心:多腔體智慧串接

此「五邊形多腔體晶圓傳輸腔體 (transfer chamber)」為整套叢集式設備的中樞。它的結構設計藉由國內廠商技術支援完成,從鋁材選擇、機構設計到機電整合都在在顯示國內供應

鏈對高階真空設備製造的能力。目前此傳輸腔體可同時銜接四組 ALD 或各類先進製程/分析系統模組,並額外配備一組 load/unload 腔體以便 6 吋晶圓或試片的取放。

# (2) 實現局部國產化

由於真空傳送機械手臂 (vacuum robot) 屬關鍵組件,技術門檻高,全球市場多由美、日幾家廠商主導。本平台的真空機械手臂使用日本 Rorze 產品,但除了此關鍵零件,其餘零組件則完全由國內自行設計與製造,大幅提升在地製造含量,也為未來進一步開發國產真空機械手臂奠定基礎。

#### (3) 精準控制與自動化

同時也導入了智慧控制系統,可以在使用者介面上監控各個閥門、機械手臂位置、真空 狀態與溫度等關鍵參數,並可自動或半自動執行晶圓在不同模組間的傳輸,保證整個生產或 研發流程更加穩定,減少人為操作誤差。

# 2. HK/Oxide ALD 專用製程系統

高介電常數氧化物 (High-k/Oxide) 已是下一世代半導體元件的關鍵材料之一。該 ALD 系統著重於 HK/Oxide 成長,支援 6 吋晶圓基板加熱至  $\leq$  450 °C,並在腔體低容積 (3 L 以內) 下實現高均匀度與低汙染。上腔體可用於電漿輔助沉積,使得薄膜成長溫度有效降低,對於熱敏感性基板、先進封裝及 3D 結構非常有利。此系統包含多路可控氣體管線,例如  $N_2$  carrier、 $N_2$  purge、 $H_2O$ 、TMA (trimethyaluminium)、Hf MO (metal organic)、Zr MO 等。透過零冷區管路加熱至  $\geq$  150 °C,可避免前驅物在管路中冷凝或分解;而腔體腔壁與上蓋保持在  $\geq$  120 °C,能進一步穩定成長環境、確保成膜品質。另外,在晶圓載盤邊緣設置浸潤式進氣機構,以調節 ALD purge 與 pulse 時的氣體停滯時間,讓薄膜分佈更加均匀。

#### 3. Nitride ALD 專用製程系統

在半導體產業中,氮化物材料 (如 AIN、GaN、TiN 等) 因其高熱穩定度、優秀電性或可靠度,在先進邏輯晶片及功率器件中地位舉足輕重。然而,氮化物的 ALD 製程通常要求更嚴苛的除水除氧環境,以確保材料純度與介面品質。為此,國儀中心開發的氮化物專用 ALD 系統,同樣可將 6 时晶圓基板加熱至  $\leq$  450 °C 且保有 3 公升以下的小腔體設計。同時,透過配備渦輪幫浦 (turbo pump) 抽至高真空、在  $N_2$  氣體管路加裝水氧純化器,以及 RGA (殘餘氣體分析儀) 進行即時監測等手段,進一步確保整個製程過程中水氧含量極低,避免高含氧或氮氧化物生成。

# 4. PEALD + ALE 製程系統

PEALD (plasma enhanced ALD) 是藉由電漿來增強前驅物的反應活性,能在相對較低的溫度下實現薄膜成長;ALE 則是原子層級的蝕刻技術,可在極小的蝕刻深度尺度上達到高選擇性與原子級平坦度。國儀中心將這兩種技術合併到同一腔體,形成 PEALD + ALE 雙功能製程系統。此系統同樣支援 6 吋晶圓,可加熱至  $\leq 550\,^{\circ}\mathrm{C}$ ,並加入各式電漿氣氛以擴充製程搭配性。

該腔體具備  $N_2$  carrier、 $N_2$  purge、 $H_2O$ 、TMA、 $CF_4$ 、Ar、 $H_2$  及  $O_2$  等可控流量管路,管路溫度均維持在  $\geq 120$  °C。在蝕刻製程中,可針對  $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、ZnO 及 AlN 等材料進行高精度控制,避免過度蝕刻或損傷基材表面。此平台也可做電漿參雜 (plasma doping) 與氟化等反應,協助產學研單位在極微細線寬及多層堆疊結構下,開發新的製程整合方法。

# 5. RTP 製程系統

在傳統熱退火爐 (furnace) 或常見之立式退火系統中,晶圓必須達到特定溫度後再行處理,整體加熱與降溫的過程往往耗時,且其間可能導致材料元素擴散或過度氧化。RTP可大幅縮短升溫與降溫時間,精準掌控熱處理的持溫時間與氣氛組成,對於尖端製程相當關鍵。國儀中心建置的 RTP 系統採用石英燈管作為熱源,可快速將 6 吋晶圓基板加熱至  $\leq$  1000 °C,並能在高溫時由真空機械手臂直接取片,減少不必要的等待時間。配置之氣體管線包含  $N_2 \times Ar \times O_2 \times NH_3 \times Ar/H_2$  與純  $H_2$  等,可根據需求調整氣氛組成,實現不同氧化還原反應。腔體壁與上蓋採水冷與氣冷機制,以確保系統穩定運作。該系統亦具備硫化功能,可對  $WO_3$  及其它金屬氧化物在高溫環境下進行硫化轉化,產生  $WS_2$  或  $MoS_3$  等二硫化物結構。

# 6. in-situ XPS 分析系統

XPS 為常用且成熟的表面化學分析技術,可定量元素組成並解析元素價態及鍵結,廣泛應用於材料科學與半導體領域。然而,一旦把樣品從沉積腔體取出接觸空氣,表層可能發生氧化或吸附雜質,使分析結果與實際製程結束時的樣貌產生誤差。因此,能夠在高真空中直接進行「近臨場」XPS 測量,是觀察原始界面與了解材料真實狀態的關鍵技術。

國儀中心所研發的 *in-situ* AR XPS 系統,首次在國內達成「真空腔體模組化設計」,可在製程結束後立即將樣品傳遞至 XPS 分析腔體,避免外界汙染,並兼具角解析 (angle-resolved, AR) 功能。此系統的上下模組均可客製化,未來若需擴充其它光源或檢測模組,只需更換上蓋或擴充模組即可。載台中心配備法拉第杯 (Faraday cup) 設計測量帶電粒子入射強度以鎖定最佳掃描區域,對於極淺層 (< 1 nm) 薄膜深度成分分析更是不可或缺。



圖 1. 國儀中心自研自製六吋叢集式製程/分析平台。

# 三、研究成果

在此部分,將舉例說明本平台與各研究團隊合作所獲得的代表性成果,包括透過 ALD/Oxide/Nitride 製程形成高品質超薄膜、二維材料電晶體研發、薄膜氟化或硫化等各種製程創新,以及藉由 *in-situ* XPS、RTP、PEALD + ALE 所完成的重要技術突破。

# 1. 薄膜氟化製程:開發超薄氧化銦 (In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 電晶體

氧化銦近年因其具備 n 型透明半導體特性而備受注目,對於未來的顯示面板、感測器和記憶體等應用相當關鍵。國儀中心協助陽明交通大學連德軒教授與台積電團隊,成功將  $In_2O_3$  通道層控制在 5 nm 以下,並可精準調控電性。由於在 < 5 nm 超薄尺度時,任何前驅物選擇、表面缺陷及製程參數都變得極其敏感。經過多次測試與優化,在本平台的 HK/O Oxide ALD 系統中恰當設定成長周期、前驅物流量與脈衝持續時間後,使得極薄膜仍然展現均匀穩定的電性。後續利用本平台的  $CF_4$  電漿蝕刻/氟化功能,將氟元素成功植入  $In_2O_3$  薄膜裡,再經 in-situ XPS 分析與電性量測,觀察到 In 3d 鍵結能上移約 0.5 eV,表面組成與導電特性亦發生改變,進而達成對通道層閾值電壓 (Vth) 之精準控制。此研究已在 Advanced Materials  $^{(1)}$  期刊發表,同時也在 IEEE Electron Device Letters  $^{(2)}$  、ACS Applied Materials & Interfaces  $^{(3)}$  及 SRC Techcon  $^{(4)}$  等重要刊物與國際會議發表系列成果。

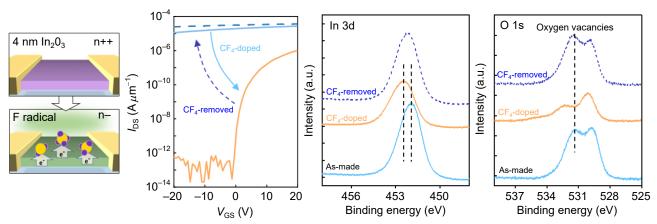


圖 2. 氟元素植入 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜後之電性曲線及 In 3d、O1s 圖譜變化<sup>(1)</sup>。

# 2. 先進二維材料 nanosheet 元件製程研發

二維材料 (如石墨烯、 $MoS_2$ 、 $WS_2$  等) 因其具有原子級厚度與優異電性,被視為未來半導體及超高速元件的候選材料。然而,在 2D 材料上成長閘極介電層常會碰到 pinhole、介面缺陷或不均匀成核等問題。藉由本平台的 ALD 系統,我們能在 2D 材料表面低溫沉積無孔洞 (pinhole-free) 介電層 (如  $Al_2O_3$ 、 $HfO_2$ ),並成功製作等效氧化層厚度 (EOT) 僅 1 nm 的二維材料元件。同時,運用 ALD 在三維結構的優異階梯覆蓋性,團隊亦在 GAA (gate-all-around) 架構下實現了 nanosheet 形態的 2D 電晶體,大幅提升元件控制能力與縮小化潛力。該研究由國儀中心與台積電、陽明交通大學合作,相關成果已陸續在 Nanotechnology 期刊與 IEDM (International Electron Devices Meeting) 等頂尖會議上報告。

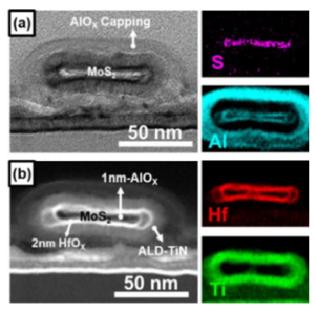


圖 3. 單層 MoS<sub>2</sub> 與超薄原子層沉積閘極介電層之 TEM 影像<sup>(5)</sup>。

# 3. 介電參雜低電阻奈米碳管 contact 製程研發

奈米碳管 (carbon nanotube, CNT) 憑藉其超高載子遷移率與機械強度,被視為下一世代低功耗、可撓式元件的重要材料。然而,CNT 與金屬接觸通常存在較高的蕭特基障壁(Schottky barrier),造成接觸電阻居高不下。為解決此問題,國儀中心與台積電、陽明交通大學合作,利用本平台所能提供的電漿或 ALD 製程,在 CNT 表面沉積一層介電薄膜 (如 AlN),並透過固態參雜方式削減接觸障壁。最終成功在接觸長度僅 20 nm 條件下,實現 N型 CNT 的低阻值接觸 (圖 4)。此外,也可藉由調整薄膜厚度和成分,達到 n/p 對稱化的場效電晶體設計。此研究於 2023 年度的 IEDM<sup>(7)</sup> 發表,是在奈米碳材料應用上的重要進展。

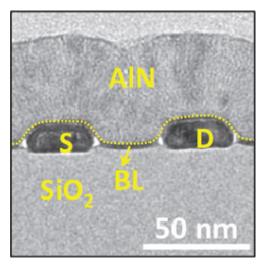


圖 4. 奈米碳管上 Pd contact、AIN 與阻障層 (BL) 的 TEM 影像<sup>(7)</sup>。

# 4. ALD 氮化物薄膜製程開發

ALD 氮化物成膜極度仰賴去除水氧污染,並在沉積與量測過程中嚴密掌控真空度及殘留氣體。若在成膜完成後暴露於大氣,氮化物易於表面吸附或形成氧化物/氮氧化物,導致元件特性偏離預期。本平台利用 *in-situ* 量測技術,針對 20 nm AlN 薄膜做測試:當樣品沉積完成後立即進行 XPS 分析,結果顯示表層氧含量僅約 5%;然而,同片樣品若暴露於空氣,再重新置入真空進行分析,氧含量即刻攀升至 30.5%,碳含量亦顯著增加。從這個對照可知,一般在大氣中取得的表面分析數據,很可能並非真實製程條件下 AlN 薄膜的本質特性。因此,*in-situ* 分析對於優化氮化物製程,乃至於釐清氧汙染來源極具實質幫助。



圖 5.20 nm ALD AIN 薄膜經 in-situ 與 ex-situ 分析的差異。

# 5. 薄膜硫化製程

特定金屬氧化物薄膜如  $WO_3$ 、 $MoO_3$ 等,若能經過高溫或電漿硫化而轉化為對應的金屬二硫化物  $(WS_2, MoS_2)$ ,可拓展至二維半導體或催化等應用。然而,硫化物薄膜極易與空氣中水氣或氧分子反應,使其失去原先性質。國儀中心在平台內部架設硫化模組,能於真空環境下直接將  $WO_3$  薄膜進行高溫硫化,再藉由 in-situ XPS 測量追蹤化學組成變化。根據 W 4f 與 S 2p 光電子能譜,可觀察到 W-O 鍵結減少而 W-S 鍵結增多;Raman 與 AFM 分析也證明了二維  $WS_2$  flake 的生成 (圖 6)。有關成果已於 E-MRS (歐洲材料研討會) 及 AVS ALD/ALE International Conference (9) 發表。

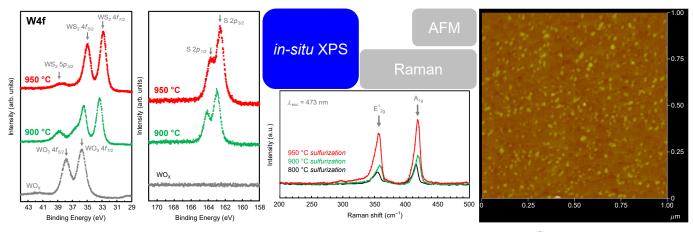


圖 6. WO<sub>3</sub> 薄膜硫化後分別進行 in-situ XPS、Raman 與 AFM 分析<sup>(8)</sup>。

# 6. 氣氛退火製程

為進一步調整材料組成或改善薄膜品質,退火是常見的後段製程。然而,在傳統退火爐或大氣中操作,仍可能在降溫或夾帶空氣的過程產生氧化。本研究利用平台內 RTP 或 RTA (rapid thermal annealing) 腔體於低溫下配合 forming gas (如  $N_2/H_2$ ) 退火,觀察到  $In_2O_3$  薄膜之

O/In 原子比例由 2.1 降至 1.8。更特別的是,in-situ XPS 分析顯示 In3d 價態發生明顯變化,而若試片再與空氣接觸後,此變化將大幅回復。可見 in-situ XPS 在此類退火研究中,能提供關於「真實表面化學態」的關鍵資訊,否則一旦暴露外界環境,許多微妙的化學鍵結訊息將被蓋掉或扭曲。

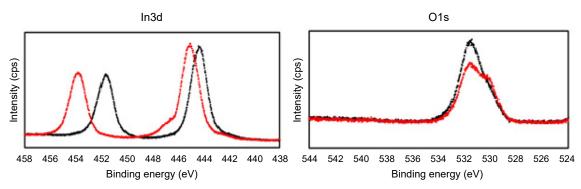
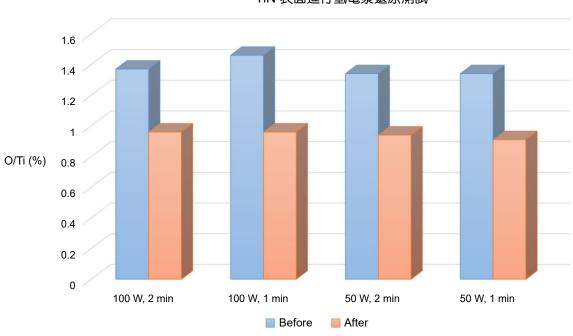


圖 7. In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 退火前 (黑色曲線) 與退火後 (紅色曲線) 之 In 3d 與 O1s 圖譜

# 7. 電漿還原反應

金屬/氦化物薄膜若暴露於空氣中的水氣,易形成氧化物/氦氧化物而喪失原有特性。電漿還原製程能有效還原材料組成。透過 *in-situ* 分析平台測試 TiN 表面經不同功率/處理時間氫氣電漿還原的效果(圖 8),結果顯示薄膜中氧含量可明顯降低。



TiN 表面進行氫電漿還原測試

圖 8. TiN 表面經氫電漿還原後之測試結果。

# 四、結論

「6 吋叢集式先進原子級製程暨近臨場成分分析平台」的建立,標誌著國內在半導體 先進製程與分析技術整合的重大進展。該平台透過中央轉移腔體將多項 ALD (Oxide/Nitride/ PEALD + ALE)、RTP、電漿處理及 *in-situ* XPS 緊密結合於一體,使研究人員可在高真空下 無縫銜接不同製程步驟,最大化降低薄膜汙染與界面退化的風險。此種「製程-量測一體 化」概念,已成為先進半導體技術的重要發展趨勢,特別對於 2 nm 及更先進節點,或對 含有 2D 材料、超薄氧化物/氮化物介面的後摩爾時代 (More Moore & More than Moore) 製 程,具有不可或缺的角色。

透過此平台,國儀中心已與多個學術與產業團隊共同完成了多項具突破性的研究,包括:

- 1. 製作超薄 In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 電晶體通道層,搭配 CF<sub>4</sub> 電漿氟化調控 Vth。
- 2. 高效能二維材料 nanosheet/GAA 結構,實現 EOT 僅 1 nm 的閘極介電層並成功運作。
- 3. CNT 介電參雜,降低 N 型接觸電阻至先前難以企及的標準。
- 4. AIN 薄膜高純度製程, in-situ 分析排除大氣汙染因素。
- 5. WO, 薄膜硫化成長 WS, , 同步觀測其相轉變。
- 6. 各類氧化物/氮化物退火與電漿還原,得以在原子層級掌握其表面與深度組成。

這些成果已在國際期刊與研討會中大量曝光,並獲得學術界與產業界的高度重視。未來,國儀中心將持續升級與擴充此平台功能,如增加其它先進前驅物蒸氣源、可見一紫外光電漿源、或結合同步輻射光源配合光電子能譜 (synchrotron-based PES),進一步強化對材料表面與界面結構的掌握,也可能朝著 8 吋或 12 吋晶圓尺寸拓展,讓研發單位與量產廠商能更無縫對接。

整體而言,臺灣作為全球半導體產業重鎮,不僅要在量產技術領域領先,也須兼顧最先進的研發創新。而國儀中心持續致力於開發自研自製之關鍵儀器、設備與分析技術,不但能提升國家在先進製程儀器的自製率與供應鏈韌性,更能為全球半導體生態系與次世代材料研究注入強勁推力。相信藉由「6 吋叢集式先進原子級製程暨近臨場成分分析平台」的穩定運行與深化應用,未來將有更多令人驚豔的尖端技術與元件原型在臺灣誕生,帶動國際間更深化的產學合作與技術交流。

#### 參考文獻

- 1. Yu-Cheng Chang et al., Advanced Materials, 37 (5), 2413212 (2024).
- 2. Kris K. H. Lin et al., IEEE Electron Device Letters, 45 (1), 60 (2024).
- 3. Sung-Tsun Wang et al., ACS Applied Materials & Interfaces, 16 (4), 5302 (2023).
- 4 Shih-Chieh Chen et al., "Atomically thin impedance switches for 6G communications", SRC techcon. (2023).
- 5. Bo-Jhih Chou et al., Nanotechnology, 35 (12), 125204 (2024).
- 6. Yun-Yan Chung et al., "Monolayer-MoS2 Stacked Nanosheet Channel with C-type Metal Contact", 2023 International Electron Devices Meeting (IEDM), December 9-13, (2023).
- Nathaniel Safron et al., "Low N-Type Contact Resistance to Carbon Nanotubes in Highly Scaled Contacts through Dielectric Doping", 2023 International Electron Devices Meeting (IEDM), December 9-13 (2023).
- 8. C.Y. Chang\*, B.H. Liu, C.W. Chen, H.P. Chen, K.A. Chiu, C.Y. Su, Y.H. Lin, "Post-sulfurization process for WOx thin film", E-MRS annual meeting (2024).
- 9. Chan-Yuen Chang *et al.*, "Surface morphology analysis for WOx thin film after post-sulfurization", , *AVS ALD/ALE International Conference*, August 4-7, (2024).

# 作者簡介

陳建維先生為國立陽明交通大學電機工程博士,現為國家實驗研究院國家儀器科技研究中心副研究員。

Chien-Wei Chen received his Ph.D. in Institute of Electronic and Electrical Engineering from National Yang Ming Chiao Tung University. He is currently an Associate Researcher at National Center for Instrumentation Research, NIAR.

張展源先生為國立清華大學物理所博士,現為國家實驗研究院國家儀器科技研究中心助理研究員。 Chan-Yuen Chang received his Ph.D. in Institute of Physics from National Tsing Hua University. He is currently an Assistant Researcher at National Center for Instrumentation Research, NIAR.