マイクロプローブ電子分光による Al 配線の分析*

誉 田 忠 義**・小 林 郁 朗**

(昭和55年2月4日 受理)

The Analysis of Al Stripe
by an Electron Microprobe Auger Spectroscopy
Tadayoshi Honda and Ikuro Kobayashi

(Cooperative Laboratories, VLSI Technology Research Association

4-1-1 Miyazaki, Takatsu-ku, Kawasaki-shi, Japan)

(Received February 4, 1980)

An Electron Microprobe Auger Spectroscopy was applied to investigate interactions between Al film and thermally grown silicon dioxide (SiO_2) in order to examine the failure occurred for very thin Al film on SiO_2 surface during heating and stressing tests. It was found that the oxidation mechanism of Al film was different on Al film surface from that at the interface between Al and SiO_2 during heating in vacuum at 400–500°C for 30 min. Also, the depth of penetration of Al into SiO_2 was found to be unexpectedly large. As a result of stressing test, chained hillocks appeared along the direction of electron flow in the case of very thin Al film. This Phenomenon may be due to diffusion of Si into Al film by heating during device process.

1. まえがき

集積回路の高集積化には、デバイス寸法の微小化が必要とされており、Al 配線においてもパターン幅の縮小と共に膜厚の薄膜化が重要課題である。Al 配線の縮小や Al 配線の薄膜化で断面積が小さくなると故障問題が生ずる¹⁾。

Al 配線の故障解析には、通常加熱通電による加速試験が適用され、加速試験で故障した Al 配線は、TEM²⁾、活性化エネルギー³⁾等で検討されているが、オージェ分析による報告例は少ない。オージェ分析による Al 配線の故障解析については、従来のオージェ分析装置では、そのプローブ径が大きいため直接分析は不可能であった。しかしマイクロアナリシスの進歩により、微小領域での故障部分の検出及び化学組成の解析が容易となり、微細パターンの故障解析が可能となってきた。

本報は Al 配線の薄膜化によって生ずる故障要因を調べるため、熱処理と加速試験を行い、Al 及び Al- SiO_2 系において生ずる現象を、主にマイクロプローブ電子分光によって分析したものである。

2. 実験方法

試料は Si ウェハ上に熱酸化膜 0.2 μm 成長後、S-GUN により pure Al を下地加熱なしで、特に薄く 0.13 μm 、0.35 μm 、0.6 μm 及び 1 μm の厚さにそれぞれ蒸着した。Al 蒸着速度は 173 Å/min であり、それらの一部は熱処理実験とし、その他はチップに切断して、このチップを TO-5 のケースにマウントし、25 ϕ の Al 線でボンディング後 N_2 封止した。

加速試験に用いた Al 配線パターンは、配線幅 6 ~ 10 μm 、配線の長さ 500 μm で、一部配線幅 20 μm 、配線の長さ 100 μm のものを形成した。

Fig. 1 に試料加熱ホルダの外観写真を示す。熱処理は Fig. 1 に示した加熱ホルダに試料をのせ、高真空中 (5×10^{-9} Torr) にセット後行った。試料の加熱方法は、加熱プレート上に試料をのせて加熱する傍熱型とし、また試料表面の温度測定は、試料の近傍で測定する必要があるため、加工及び小形化が容易な熱電対を加熱ホルダ上部に接触導通型としてとりつけた。熱処理温度は 250°C、400°C 及び 500°C、熱処理時間は設定温度に昇温後 30 分間保持し、その後徐冷した。

加速試験に用いた温度及び電流密度は、それぞれ 200

* 昭和54年10月2日第40回応用物理学会学術講演会で一部発表

**超 LSI 技術研究組合共同研究所 (川崎市高津区宮崎 4 丁目 1 番 1 号)

Fig. 1 Photograph of a sample holder for heating.

~225°C, 2×10^6 A/cm²である.

オージェ分析は、試料室の圧力を Ar で 3×10^{-5} Torr の Ar ガス中で、スパッタエッチングを行いオージェスペクトルを XY レコーダで記録した。オージェスペクトルの測定に使用した一次電子線の加速電圧は 5 kV, 試料電流は $2 \sim 4 \times 10^{-8}$ A である。CMA の変調電圧は 5 V_{p-p}, 時定数は 1 秒で使用した。イオンエネルギーは 2 keV, エミッション電流は 20 mA である。

3. 実験結果と検討

Al 配線の故障解析の 1 つの手段として加速試験を用いた。加速試験は、温度と電流をパラメータとしているため、Al 配線に及ぼす工程中の熱処理と加速試験との関係を検討することが必要である。

温度による故障の解析には、工程中の熱処理が薄膜 Al に及ぼす影響を温度依存性により検討した。

Fig. 2 (a)~(b)に膜厚 0.13 μm の熱処理前後の Al 表面オージェスペクトルをそれぞれに示す。Al のピークは、(a)熱処理なし、(b)250°Cの熱処理の場合、67 eV に現われ、Al が単体となっている。しかし(c)400°Cの熱処理の場合、54 eV と 67 eV にスプリットし、わずかに Al の酸化物が形成されているのがみられる。そして、250°Cの熱処理でみられなかった Si と O のピークが、それぞれ 91 eV と 504 eV に顕著に現われ、Al 表面に Si が拡散していることがわかる。これは Al と SiO₂ の反応が 400°Cで既に起っていることを示しているが、反応温度について Black は 421°Cを報告しており⁴⁾、この温度差は反応層の測定方法の違いによるものと思われる。(d) 500°Cの熱処理の場合、Al (67 eV) は急激に減少するが、Al (54 eV) と O (504 eV) が増大して、Al 表面は Al₂O₃ がリッチとなっている。従って、Al と SiO₂ は 400°Cで急激に反応し、熱処理した薄膜 Al 表面では、空气中で生成した Al₂O₃ と SiO₂ からの Si 及び未反応 Al とが存在することが明らかになった。反応生成物について、Piggott らは Al₂O₃ と Si の存在だけを報告しており⁵⁾、Al が存在しないのは Piggott らが熱処理を 15 時間としているため Al と SiO₂ の反応が完結した結果と

Fig. 2 Auger electron spectra of Al film surface in Al/SiO₂ structure before and after heating in vacuum at various temperatures for 30 min. The Al film thickness of 0.13 μm.

考えられる。

熱処理で生成した Al₂O₃ と Si は、Al 配線の故障に影響を及ぼす。即ち Al 配線は Al の表面酸化で配線寿命が向上し^{6,7)}、また Si の有無で故障モードが異なると言われている⁸⁾。そこで熱処理後の Al 中の深さ方向分布をオージェ分析で調べた。

Fig. 3 (a)~(d)にそれぞれの熱処理における深さ方向分布の代表例を示す。Al (67 eV) は、(a)熱処理なし、(b) 250°Cの熱処理の場合、Al 中で通常みられるプロファイルを示しているが、(c)400°C、(d)500°Cの熱処理の場合、O (504 eV) に比べて小さくなり、ゆるやかなカーブを描きながら SiO₂/Si 界面付近まで分布しており、SiO₂ 中へ侵入していることがわかる。侵入の深さは次式で表わせる⁴⁾。

$$\text{Rate} = 3.18 \times 10^{17} \exp(-2.562/kT) \quad (1)$$

ここで $k = 8.62 \times 10^{-5}$ eV/T である。

Fig. 3 Auger depth profiles of Al/SiO₂ structure before and after heating in vacuum at various temperatures for 30 min. The Al film thickness was 0.13 μm .

(a) Non-heating (b) 250°C (c) 400°C (d) 500°C

(1)式を使用すると 500°C で $\text{Rate}=8.33\text{\AA}/\text{min}$ となる。従って、反応時間30分では、250 $\text{\AA}$ 程度となるはずであるが、(c), (d)における Al (67 eV) は、Al/SiO₂ 界面から SiO₂/Si 界面付近まで到達し、侵入は2000 $\text{\AA}$ 程度となっている。この侵入は SiO₂ 中の組成の欠陥、或は不均一な組成の存在等で、Al の反応速度が不均一となり、局部的に Al が Si 基板付近まで拡散したものと考えられ

る。

Al (54 eV) は、(c), (d)において試料表面から100~150 $\text{\AA}$ で最大となっており、Al 表面の酸化と界面付近の

Fig. 4 Scanning electron micrographs of failed Al stripe at various thicknesses on SiO₂ surface after stressing at $2 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$, at 200°C for (a)–(e) (a) Al 1 μm , 14 hrs. (b) Al 0.6 μm , 564 hrs. (c) Al 0.35 μm , 138 hrs. (d) Al 0.15 μm , 60 hrs. (e) Al 0.13 μm , 130 hrs.

酸化メカニズムが異なっていることを示している。Alの酸化には空気中の酸素によるものと熱処理によるものとかある。一般に空気中の酸素による Al の酸化厚は30~90Åであることが知られており⁹⁾、この酸化厚は、(c)、(d)の Al (54 eV) の変化点の酸化厚にほぼ一致を示している。従って、Al 表面層は空気中の酸素との反応で生成した酸化物で、内部の酸化層は SiO₂ の一部が熱分解した酸素で酸化したものと思われる。

Si (91 eV) は、400℃ 及び 500℃ の熱処理で共に Al 中でゆるやかなカーブを描き、SiO₂/Si 界面付近で急激に増大する分布を示している。

これらの結果より、400℃以上の熱処理では、Al の SiO₂ 中への侵入、Al の酸化及び Si の生成等が急激に起こり、熱処理で生成した Al₂O₃ と Si は試料中深さ方向に分布することがわかる。従って、熱処理で生成する Al₂O₃ と Si は配線抵抗の増加原因となり、故障モードを変えるものと思われる。

次に電流による故障の解析には、加熱通電による加速試験を適用し、この時の Al 膜中の組成変化を膜厚を変えて検討した。

加速試験で故障した Al 配線の代表的な SEM 像を Fig. 4 (a)~(e)に示す。(a)、(b)及び(c)の場合、void, hillock は Al 配線全体に分布し、故障位置もランダムに分布している。また数10 μm の whisker が(b)、(c)に現われ、典型的な Al 配線の故障モードを示しているが、一

Fig. 5 Auger electron spectra of Al stripe at various thicknesses after Ar⁺ sputtering. (a) before stress (b) after stress (a) Al 1 μm (b) Al 0.35 μm (c) Al 0.13 μm.

Fig. 6 Auger depth profiles in Al stripe 1 μm thickness on SiO_2 surface (a) before stress (b) after stress

方(d), (e)のような薄膜の場合, hillock は電子流に沿って局部的に連なって発生しているのが特徴である. hillock は Al 配線の電流密度や温度が急激に減少する部分で発生しやすいとされている¹⁰⁾. 従って, この場合の hillock の発生も Al 酸線の抵抗増加によるものと思われる. そこで各 Al 膜厚における加速試験前後の試料として膜厚 1 μm , 0.35 μm 及び 0.13 μm の Al 配線を用い Al 配線表面と深さ方向分布をオージェ分析で調べた.

Fig. 5 (a)~(c)にそれぞれ膜厚 1 μm , 0.35 μm 及び 0.13 μm の Al 配線オージェスペクトル結果を示す. 分析点は Al 配線上のフラットの部分を選んだ. Al 配線のオージェスペクトルは, (a), (b)の場合, 加速試験に関係なく 67 eV にピークが現われ, Al 単体に変化がないことを示すが, (c)の場合, 加速試験前後で 67 eV と 91 eV にピークが現われ, pure Al 中に Si が検出されていることがわかる. Si は Al 蒸着に pure Al を使用しているため, Al 膜厚に関係なく存在しないはずのものである. 従って, これは前述の Fig. 2(c)の結果より, 実装工程の熱処理で Al と SiO_2 が反応して生成した Si と思われる.

次に各 Al 膜厚における加速試験前後の深さ方向分布

の代表例を Fig. 6~8 に示す. Al (67 eV) は膜厚に関係なく加速試験前後で通常よくみられる深さ方向分布を示しているが, Si (91 eV) の分布は, Al 膜厚で異なり Al 膜厚依存性を示している. これは Si の生成量が実装工程の熱処理では少なく⁴⁾, しかもその温度では, Si は Al 配線表面に容易に拡散するため¹¹⁾, 単位体積当りの Si 濃度が Al 膜厚の増加と共に減少した結果と思われる.

Si (91 eV) は Fig. 6, 7 の場合, 加速試験に関係なく Al/ SiO_2 界面付近より立ち上がりを示しているが, Fig. 8 の場合, 加速試験前後で分布が異なっている. この Si は加速試験前では, Al 配線表面から深さ方向に一樣に分布を示しているが, 加速試験後では, Al 配線表面と Al/ SiO_2 界面に分離している. この分離は Al 中の Si が熱処理で Al 中に再分布するとの報告があり^{11,12)}, 加速試験中の熱処理で分離したものと考えられる.

4. むすび

SiO_2 上の Al 配線の薄膜化によって生ずる故障要因を調べるため, 熱処理と加速試験を行い, Al 及び Al- SiO_2 系において生ずる現象を, 主にマイクロプローブ

Fig. 7 Auger depth profiles in Al stripe 0.35 μm thickness on SiO_2 surface
(a) before stress (b) after stress

電子分光によって分析した。その結果次のことが明らかになった。

4.1 熱処理による影響

(1) Al には熱処理で状態変化がみられた。Al は 250 $^{\circ}\text{C}$ の熱処理の場合、単体 Al として存在するが、400 $^{\circ}\text{C}$ の熱処理の場合、単体 Al と酸化 Al とになり、Al と SiO_2 の反応は 400 $^{\circ}\text{C}$ で既に行っていることがわかった。この反応による生成物には、 Al_2O_3 、Si 及び未反応 Al が確認され、これらの元素、化合物の試料中での深さ方向は、ゆるやかなカーブを描き SiO_2/Si 界面付近まで分布した。

(2) この分布から Al 中への Si の拡散及び界面付近の酸化がわかった。この時 Al 表面の酸化と界面付近の酸化のメカニズムが異なること及び SiO_2 中への Al の侵入が予想したより数倍深くなっていることが見出された。

4.2 加速試験による膜厚依存性

(1) Al 配線の故障モードには、主に void, hillock 等があり、void は Al 膜厚に関係なくランダムに分布した

Fig. 8 Auger depth profiles in Al stripe 0.13 μm thickness on SiO_2 surface
(a) before stress (b) after stress

が、hillock は 薄膜 Al では、電子流に沿って局部的に連なって発生した。この現象は工程中の熱処理で、Al 配線中へ拡散した Si の存在によるものと思われる。

〔文 献〕

- 1) 山田, 浜岸, 吉岡: 日経エレクトロニクス **200** (1978) 104.
- 2) I.A. Blech and E. S. Meieran: Appl. Phys. Lett. **11** (1967) 263.
- 3) Francois, M. D'heurlle: Proceeding of IEEE **59** (1971) 1409.
- 4) Tames R, Black: 15th Annual Proceedings Reliability Physics (1977) 257.

- 5) K. Prabriputaloong and M. R. Piggott: Solid-State Science and Technology **121** (1974) 430.
- 6) 佐竹, 岡田, 横山, 白川, 沢口: 学振, 薄膜第131委員会第55回研究資料 (昭46—07) p. 1.
- 7) L. Berenbaum: Appl. Phys. Lett. **20** (1972) 434.
- 8) G. J. Van Gurp: Appl. Phys. Lett. **19** (1971) 476.
- 9) J. Liday, R. Harman and M. Vesely: Vacuum **27** (1977) 129.
- 10) James R. Black: IEEE Transactions on Electron Devices **16** (1969) 338.
- 11) Walter H. Class: Solid State Technology, June (1979) 61.
- 12) G. J. Van Gurp: J. appl. Phys. **44** (1973) 2040.