

判讀偽訊號/分析能峰重疊

EDS能譜判讀精準材料解析

鮑忠興

隨著半導體製程已逼近物理極限，各國大廠不斷從材料著手想要突破研發瓶頸。材料分析對於改善半導體缺陷、提升製程良率，是非常重要的關鍵。現今的工程師想要解析微奈米材料時，經常會使用電子顯微鏡加裝X光能量散布能譜儀(X-ray Energy Dispersive Spectroscopy, EDS)，透過這項工具可同時鑑定微奈米區域的組成成份，進一步解析材料。

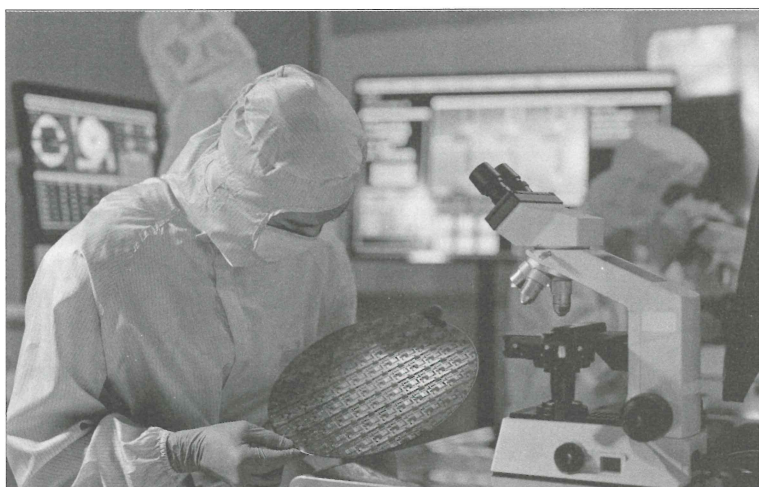
但由於EDS的能量解析度較低，在EDS能譜中經常會發生能峰重疊，或是試片因

電子束散射後產生被稱為「迷走X光」的偽訊號，這兩大問題都是造成材料成分分析會產生誤差的因素。本文將說明如何聰明判讀EDS能譜中銅訊號的真偽，辨別能峰重疊並分析出正確的成分分布圖。

電子顯微鏡能量散布能譜成份分析簡介

本文中會提到兩種電子顯微鏡，包含掃描式電子顯微鏡(SEM)和穿透式電子顯微鏡(TEM)，但是以探討後者為主。如表1所示，和其他裝設於電子顯微鏡的成份分析儀相比，雖然EDS的能量解析度比較低，但由於它的操作方式和後續資料處理都相對簡單，價格也最便宜。因此EDS在材料分析領域廣為應用在微區成份分析，尤其是半導體工業界。

從圖1可以看出SEM和TEM中的EDS分析最主要的差別。SEM使用的試片是塊材型，電子擴展效應^{1、2}使產生特性X光訊號的體積大很多，造成對應的空間解析度因此下降。另外，由於儀器使用上的特性，SEM/EDS分析時經常可以改變操作的電壓，範圍從5~30 KV，可以查看樣品在不同深度結構上的變化。而TEM/EDS



隨著半導體製程已逼近物理極限，材料分析對於改善半導體缺陷、提升製程良率，是非常重要的關鍵

通常是固定在例行的操作電壓，無機固態材料分析領域通常使用二十萬伏特(200 KV)。

判讀EDS能譜中迷走X光

因為EDS的能量解析度只有130電子伏特(eV)，所以能峰重疊在EDS能譜中經常發生，如何判斷重疊的能峰真正歸屬是本文的主題之一。另一種典型偽訊號稱為迷走X光(Spurious X-Rays)，源自入射電子束被散射後，激發其他試片區域或試片承載具而產生的X光訊號。

如圖2(a)所示，當SEM的試片表面是凹凸不平時，有一些X光會來自非電子束直接照射的區域，這些被散射電子擊中的地區如果組成和主分析區無異，則沒有甚麼問題。但如果組成和主分析區不同，則會產生令人困惑的元素能峰。因為試片粗糙表面引起的迷走X光的情況相當複雜，所以在SEM/EDS分析中，除了破斷面分析外，都會將試片研磨拋光，形成平滑的表面，從根本上去除產生迷走X光的可能性。

本文將只討論TEM/EDS分析中的迷走X光。在TEM中產生的迷走X光如圖2(b)所示，從圖2(b)中可以看出，主要的迷走X光就是來自承載試片的銅環和物鏡。由物鏡產生的迷走X光，另稱為系統X光(System X-rays)^[3]，因為物鏡是TEM系統本身的元件。透過在EDS偵測器前方增設準直器(Collimator)後，以高角度進入EDS偵測器的系統X光，在新型的

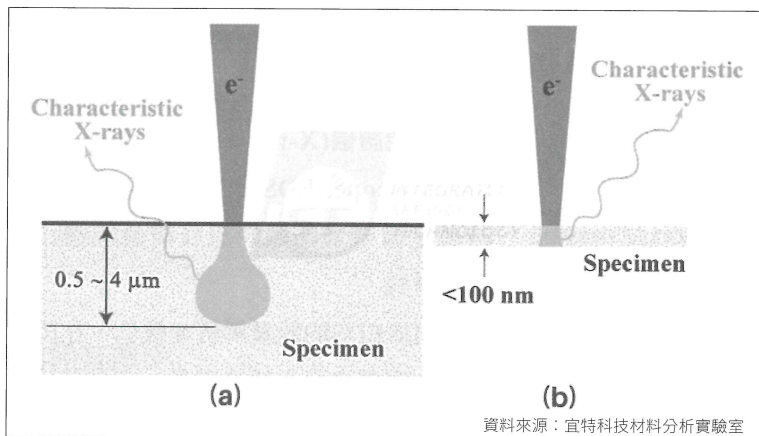
TEM/EDS系統中已經被排除至可忽略的程度。

接下來要討論的主題以銅環產生的迷

表1 電子顯微鏡成份分析儀的性能比較

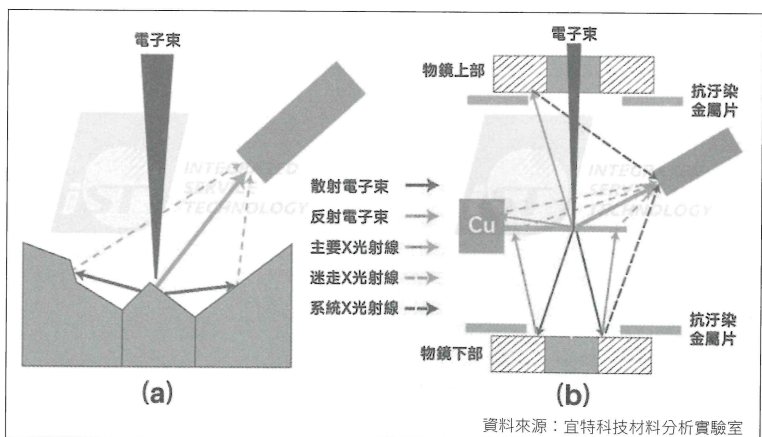
| 成份分析儀 | 能量解析度 | 空間解析度 | 價格 |
|-------|--|---------------------------------------|-------|
| Auger | ~ 7 eV | ~ 10 nm | - |
| EDS | ~ 130 eV | 3 ~ 10 nm for TEM ~ 100 nm for SEM | 1 |
| EELS | (a) ~ 0.9eV (b) 0.3 ~ 0.5 eV (c) 0.14 eV | ~ 1 nm (TEM/STEM) | 2 ~ 3 |

資料來源：宜特科技材料分析實驗室



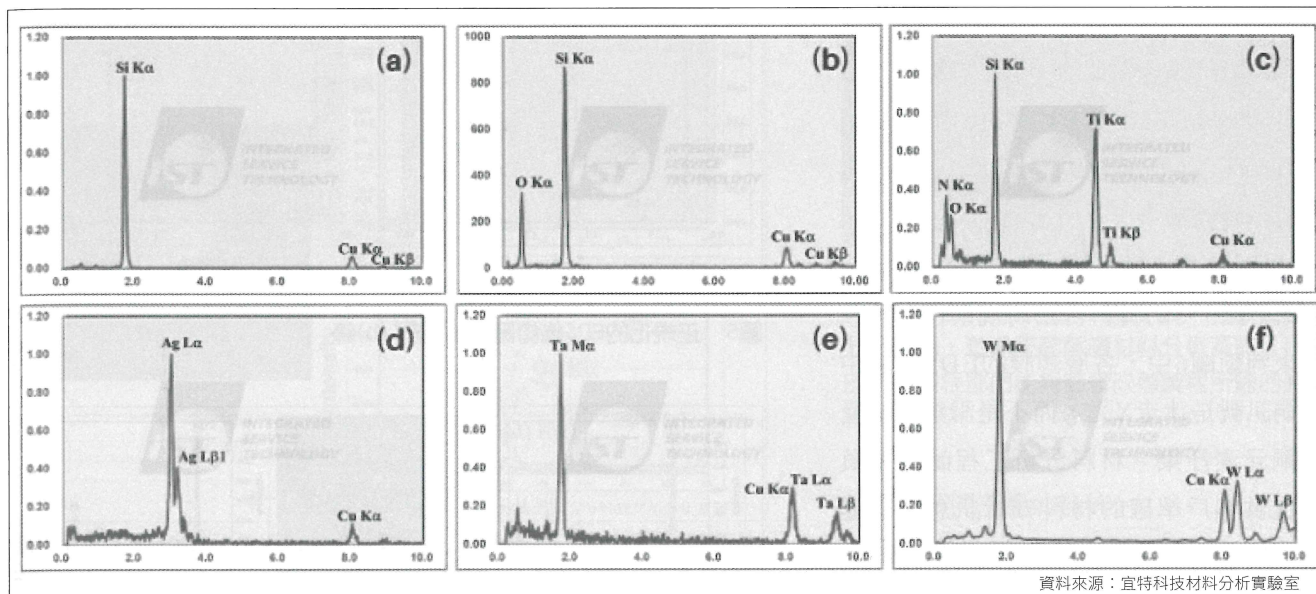
資料來源：宜特科技材料分析實驗室

圖1 試片形貌和產生X光訊號體積的示意圖



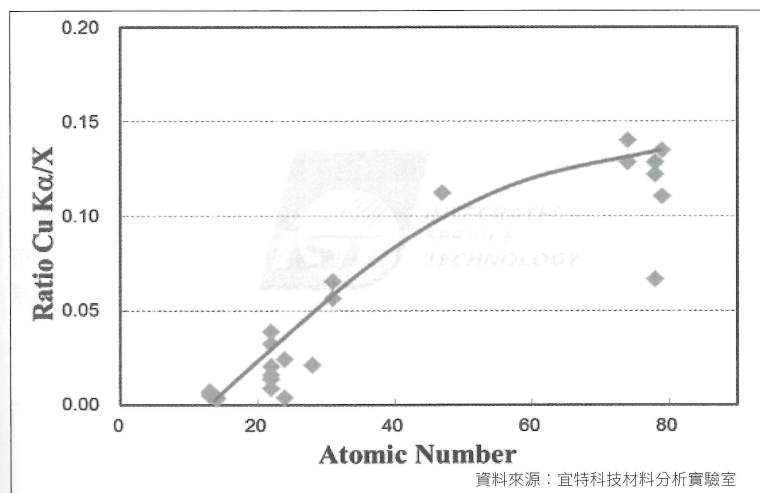
資料來源：宜特科技材料分析實驗室

圖2 EDS分析產生迷走X光的示意圖。(a)粗糙表面的SEM試片；(b)TEM試片和物鏡室



資料來源：宜特科技材料分析實驗室

圖3 正規化的EDS能譜圖。(a)矽；(b)二氧化矽；(c) 二氧化矽+氮化鈦；(d)銀；(e) 二氧化矽+氮化鈦；(f)鎢。Cu K_α能峰的高度隨被分析材料的平均原子序增大而提高



資料來源：宜特科技材料分析實驗室

圖4 銅訊號強度和主元素訊號強度比值隨原子序變化的趨勢圖

走X光為主，因為銅環是最廣為用於承載TEM試片，所以在許多TEM/EDS能譜中，都可以看到銅的能峰，如圖3中的EDS能譜所示。如果承載試片的銅環改成鎳環，迷走X光就變成鎳X光。

圖3顯示6個正規化(Normalization)的

EDS能譜，仔細觀察這些EDS能譜，這些能譜中的銅X光訊號有二大特點。

1.只有Cu K_α能峰(8.040 KeV)，沒有Cu L_α能峰(0.930 KeV)。

2.Cu K_α的能峰強度(Peak Intensity)大致上隨分析材料的平均原子序增大而增強。收集一系列用銅環承載的試片的TEM/EDS能譜並加以分析後後，得到如圖4的曲線趨勢圖。

圖4的橫軸是原子序，縱軸是Cu K_α的能峰強度和該EDS能譜中主元素能峰強度的比值，例如：Si K_α或Ta M_α。圖4中的資料清楚顯示在沒有銅元素的試片中，Cu K_α仍然可見，其能峰強度確實會隨被分析材料的原子序增大而增加，只是二者的關係並非是簡單的線性關係。Cu L_αX光不是沒有產生，只是沒有足夠的能量溢出銅環。在TEM試片中純銅區域產生

的EDS能譜如圖5(a)所示，Cu L_α能峰比Cu K_α能峰高。類似地，從一純鎳的區域獲得的TEM/EDS能譜如圖5(b)所示，Ni K_α能峰和Ni L_α能峰的高度相仿。正規化指的是將能譜中所有的訊號除以最大的訊號，使最大訊號強度等於1。

綜合圖3~5的資料得出的規律性，可以用來判斷圖6中，各層薄膜的EDS能譜中的銅訊號是迷走X光，而不是濺鍍靶材受到銅元素污染。材料分析工程師應要負責提供客戶準確的材料分析訊息，透過正確解讀材料分析資料，研發部門和製程部門能夠節省改善製程所需的時間和資源。

分辨能峰重疊並萃取出成分分布

如上所述，在半導體元件STEM/EDS分析中最常見的能峰重疊為Si K_α(1.740 KeV)/Ta M_α(1.709 KeV)/W M_α(1.774 KeV)，如圖7所示。圖7包含三組正規化的EDS能譜，分別為Si/Ta/W，當三者疊放在一圖時，Si K_α/Ta M_α/W M_α三個能峰重疊無法區分。在半導體元件前段製程中，鎢栓/矽化物/矽基板連結一起，形成一種重要的電路結構，如圖8(a)所示。

如果使用原始未經運算處理的EDS資料，沿橘色箭頭產生的EDS直線成份分布圖(Line Profiles)將會如圖8(b)所示，將鎢栓的W M_α當成矽的訊號，產生一組錯誤的資料。經過適當地運算，分離Si K_α和W M_α後，EDS直線成份分布圖才會變成如圖8(c)所示的結果。

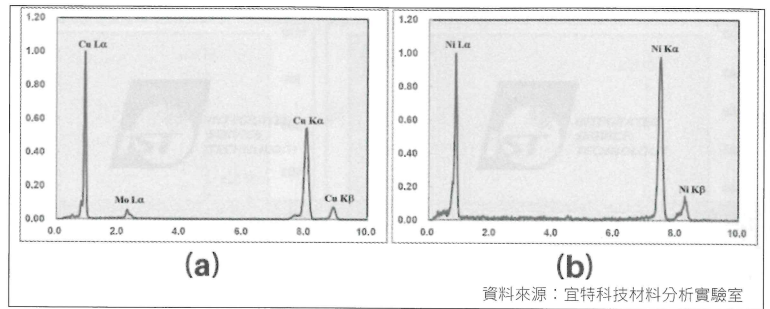


圖5 正規化的EDS能譜圖。(a)銅；(b)鎳

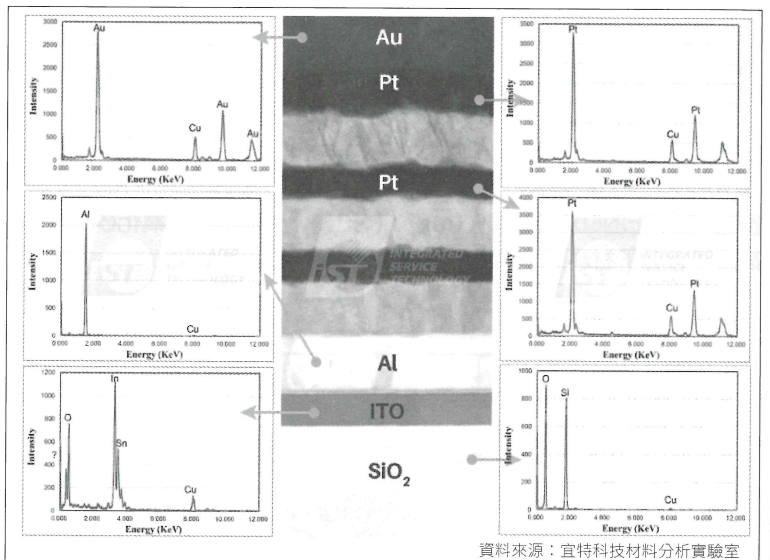


圖6 多層薄膜材料的STEM/EDS分析。對應各層薄膜的EDS能譜都只有Cu K_α的能峰，沒有Cu L_α的能峰；並且Cu K_α的高度隨薄膜材料的平均原子序增大而提高

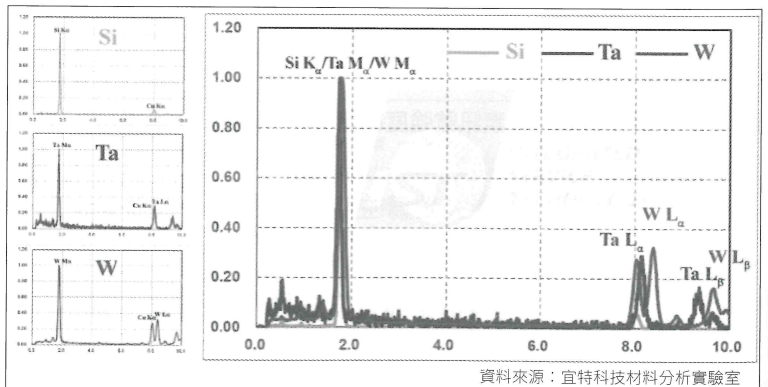


圖7 正規化的EDS能譜，Si、Ta、W。左側三個個別EDS能譜垂直排列，右側三個EDS能譜重疊放置

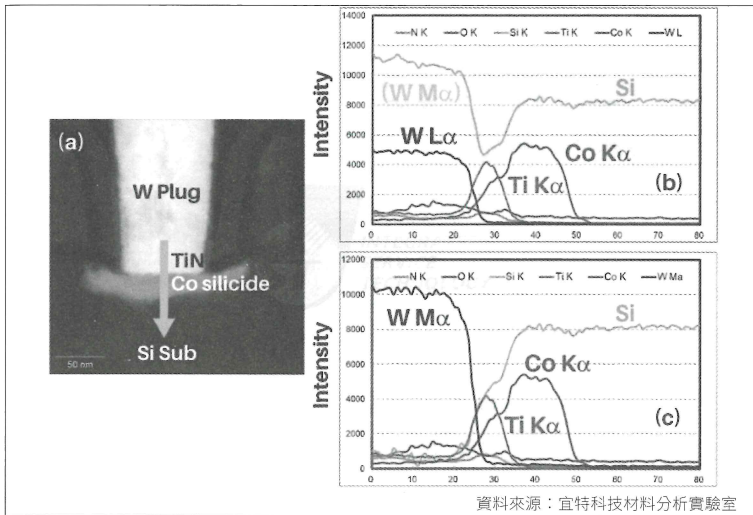
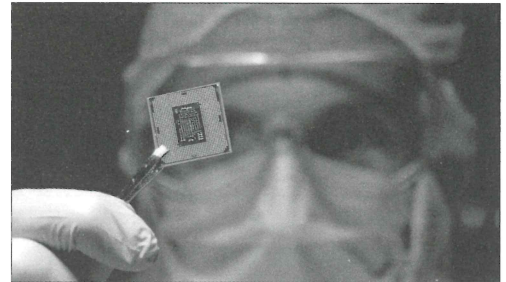


圖8 半導體元件STEM/EDS分析。(a)STEM 影像，紅色箭頭標示STEM/EDS分析路徑；(b) 原始EDS直線成份分布圖；(c) 運算後的EDS直線成份分布圖

目前EDS大廠的EDS控制軟體都有運算處理重疊能峰的能力。不過這些運算幾乎都是以能譜影像(Spectrum Image)為對象，而非個別EDS能譜或直線成份分布圖。所以攝取STEM/EDS能譜影像後，必須先將原始能譜影像的資料運算後，產生一組運算後的能譜影像，再萃取出直線成份分布圖資料，才會是正確的資料。

如果直接從原始能譜影像萃取出直線成份分布圖資料，或用STEM/EDS直接執行直線成份分布模式分析，結果將如圖8(b)所示。利用 $W L_{\alpha}$ 的數據和 $W M_{\alpha}$ 與 $W L_{\alpha}$ 的比值做簡單的數學運算，即可分離 $W M_{\alpha}$ 和 $Si K_{\alpha}$ 的訊號強度得到正確的直線成份分布圖。圖8(c)的結果即是筆者利用圖8(b)中的數據自行運算的結果。直接執行直線成份分布分析，而不用先進的能譜影像分析技術的優點是可以省下許多儀器收集訊號的時間，缺點是EDS軟體無法反卷



材料分析工程師應要負責提供客戶準確的材料分析訊息，透過正確解讀材料分析資料，研發部門和製程部門能夠節省改善製程所需的時間和資源

積運算解開重疊的能峰。

TEM/EDS除了用於本文中提到的材料元素分析，TEM/EDS亦可應用於材料濃度的成份定量分析。解決方案如EDS定量分析技術「EDS自我校正定量分析法」，是宜特材料分析實驗室自行開發的一項技術之一。透過利用待分析物周圍已知成份，進行自我校正計算，可提高EDS定量分析的準確度。校正後的結果比只使用EDS內建軟體計算的結果更準確。

(本文作者任職於宜特科技)

參考資料

- [1] R. E. Lee, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, published by PTR Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey (1993).
- [2] Joseph J. Goldstein and Harvey Yakowitz, Practical Scanning Electron Microscopy, 3rd edition, published by Plenum Press, New York (1977).
- [3] D. V. Williams and C. B. Carter, Transmission Electron Microscopy, published by Plenum Press, New York, (1996).