

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАРОВ ВОДЫ В ПОДКОРПУСНОМ ПРОСТРАНСТВЕ МИКРОСХЕМ. КОМПЛЕКС МКМ-1

Федичкин И.Л.¹, Тюкальцев Р.В.², Никитина Т.А.²

ООО «ИТА»¹, ЗАО «Спектрмасс»²

Предложен новый методологический подход к проведению измерений по определению концентрации паров воды в подкорпусных пространствах ИС и устройств физической электроники. Разработана и внедрена аппаратура, позволяющая определять в условиях НИИ и промышленных производств количество влаги внутри герметизированных радиоэлектронных устройств с высокой точностью, а также создан инструмент для проведения исследований по определению влагосодержания различных материалов, применяемых в микроэлектронной промышленности. Разработано метрологическое обеспечение, реализован новый способ калибровки для количественного определения паров воды. Разработанная аппаратура (комплекс МКМ-1) позволяет проводить измерения, необходимые для выработки технических требований (стандартов) для новой продукции микроэлектроники.

ВВЕДЕНИЕ

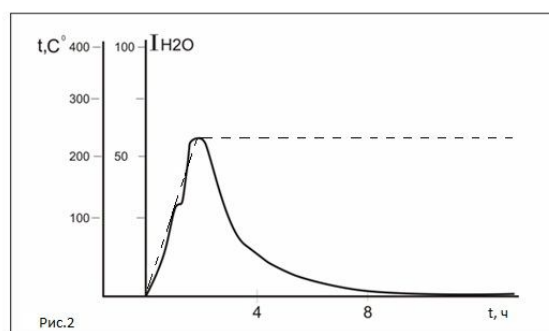
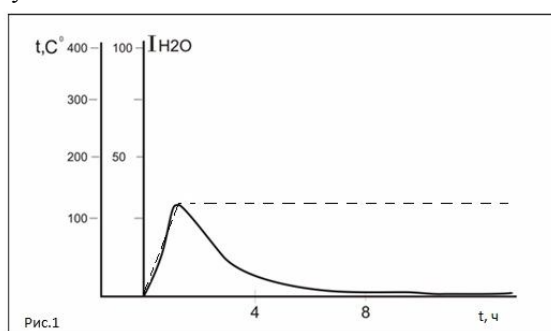
Увеличение степени интеграции современных микросхем предъявляет повышенные требования к качеству поверхности кристаллов и внутренних поверхностей корпусов для лимитирования негативных поверхностных процессов, приводящих к деградации электрических параметров, и коррозии металлических контактов и проводников(1). В работе (2) показано, что появление влаги внутри корпусов при обеспечении необходимой герметизации происходит из материалов, контактирующих с атмосферой внутреннего объёма (клеи, стеклоприпой и т.п.) и из пор конструкционных материалов (стеклокерамика, керамика, металлические покрытия). Количество воды в корпусе ИС также зависит от влажности и температуры среды, в которой происходила герметизация. По применяемому в микроэлектронике стандарту ОСТ 11 073.013-2008 уровень содержания влаги внутри корпуса должен быть не более 0,5 объемного процента при температуре 100°C. По стандарту MIL-STD-883G перед испытаниями образец выдерживается 24 часа при температуре 100°C. Это необходимо для того, чтобы влага, находящаяся в адсорбированном состоянии перешла в объём подкорпусного пространства микросхемы для дальнейшего её корректного учёта. Как показали наши замеры на разработанной аппаратуре - это время является избыточным, поскольку при прогреве типичных корпусов ИС до 120°C не менее 98% молекул воды десорбируются с поверхностных слоёв подложки и конструкционных материалов ИС за 8 часов. Проведённые нами исследования состава парогазовой фазы находящейся над корпусами различных ИС (представленных предприятием «Микросборка» г. Зеленоград) показали на присутствие в ней гидроксильной группы ОН, содержание которой в различных образцах микросхем было от 0,1% до 0,35%, независимо от количества присутствующих молекул H₂O. Источником их появления являются различные клеевые и полимерные структуры, применяемые при фиксации кристалла, корпусировании и т.п. Необходимо учесть, что химическая активность гидроксильной группы ОН превышает активность молекул воды, поэтому представляется актуальным при проведении контрольных испытаний микросхем на допустимое содержание влаги, контролировать концентрацию гидроксильной группы ОН.

ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕСОРБЦИИ ВОДЫ ИЗ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИНТЕГРАЛЬНЫХ СХЕМ

Для изучения физико-химических процессов на молекулярном уровне успешно применяются методики, базирующиеся на использовании масс-спектрометрической аппаратуры. Как показано в работе (3), масс-спектрометрический метод позволяет детально изучать кинетику процессов, связанных с поглощением или выделением веществ поверхностью твёрдых тел. При этом обнаружено, что в ряде случаев процесс десорбции характеризуется несколькими стадиями с различной энергии активации. В работе (4) были выполнены первые измерения, позволившие проводить изучение свойств межфазных областей посредством анализа тонкого слоя молекул, адсорбированных на подложке, а также проводить исследования прочности адгезионного соединения и условий его формирования. Мы рассмотрели процессы кинетики термодесорбции для основных конструкционных материалов интегральных микросхем, как металлов, так и неметаллов. В работе (5) было показано, что в обычных условиях на поверхности металлов всегда присутствует хемо- и физически адсорбированная вода, удерживаемая за счёт силы водородных связей. Авторы установили, что термодесорбция воды с поверхности металлов

происходит в две стадии. На первой стадии удаляется физически адсорбированный слой воды. Максимум на кинетической кривой находится в интервале 140-180°C для разных металлов. Количество физически адсорбированной воды составляет $(4-5) \cdot 10^{14}$ молекул на 1 см^2 площади поверхности. На второй стадии термодесорбции с поверхности удаляется хемосорбированная вода (максимум на кинетической кривой в интервале 340-360°C). Количество десорбированной воды неодинаково для разных металлов и зависит от их каталитической активности. При исследовании кинетики десорбции воды с неметаллических поверхностей, таких как, керамика, кварц, стёкла обнаружилось, что при нагревании физически адсорбированная вода удерживается на поверхности до 200-300°C, а в области более высоких температур происходит удаление гидроксидов путём взаимодействия гидроксидов с образованием молекулы воды(4). Изолированные гидроксиды удаляются с трудом и сохраняются на поверхности до весьма высоких температур.

Как результат обобщения предыдущих работ нами были проведены термодесорбционные исследования содержания паров воды в керамических подложках микросхем. Подготовленный образец ИС, с внешней поверхности которого была удалена значительная часть влаги, помещался в вакуумную камеру масс-спектрометрического комплекса МКМ-1. В высоком вакууме производилась финишная очистка внешней поверхности от следов влаги, содержание H_2O и сопутствующих газов в вакуумной камере контролировалось масс-спектрометром в режиме реального времени. После окончательного удаления следов влаги с внешних поверхностей микросхемы, производилось вскрытие корпуса и измерение количества воды, находившейся в подкорпусном пространстве. Далее производился при постоянном монотонном нарастании температуры равномерный нагрев вскрытого корпуса и запись ионного тока H_2O и газовых компонент. Результаты измерений приведены на рисунках 1,2, где представлены графики термодесорбции воды из корпусов микросхем 572ПА1Б (керамический корпус). В первом случае (см. рис.1) рост нагрева прекращался после выхода интенсивности ионного тока воды на горизонтальный участок (при 120°C), далее скорость нагрева сбрасывалась и поддерживалась указанная температура. Изменение температуры показано пунктиром. По этому графику был определён первый локальный максимум десорбции воды из внутренних поверхностей корпуса микросхемы, определяемый механизмом физической десорбции. На основе полученных данных была проведена оценка соотношения количества воды находившейся в объёме и влагосодержания внутренних поверхностей корпуса.



На рис. 2 показано выявление второго локального максимума соответствующего температуре 230°C, связанного с другими адсорбционными процессами. Измерения проводились аналогично первому процессу, т.е. стабилизация температуры происходила при 230°C. Аналогично были получены локальный и абсолютный максимумы при 320°C и 380°C, что соответствует выходу воды из глубинных слоёв материала, но применительно к микроэлектронике эти процессы теряют актуальность. Практическим выводом из проведённых экспериментов является определение минимального времени, необходимого для перемещения сорбированной влаги в паровую фазу. То есть время подготовки микросхемы к проведению испытаний на определение концентрации паров воды можно сократить втрое.

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД КОНТРОЛЯ СОСТАВА ПАРОГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ В ПОДКОРУСНОМ ПРОСТРАНСТВЕ ГЕРМЕТИЗИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ.

Для обеспечения динамического контроля состава парогазовых смесей использовался времяпролётный масс-спектрометр собственной разработки (б). Как известно, работа масс-спектрометра включает в себя ионизацию газовых молекул, последующее разделение образовавшихся ионов по времени пролёта их от источника, где они получают ускорение в электрическом поле к детектору, где происходит их регистрация, сопровождаемая измерением ионных токов соответствующих масс (m/e), с последующей коррекцией полученных данных на коэффициенты относительной чувствительности (процедура калибровки) индивидуальных веществ. Последовательность проведения измерений следующая: соответствующим образом подготовленный образец (микросхема или радиотехнический модуль) помещается в шлюзовую камеру, герметизируется и откачивается до вакуума 1×10^{-6} торр. Далее с помощью магнитного транспортёра образец перемещается в изолированную область с более высоким вакуумом (1×10^{-8} торр - камеру вскрытия, где находится ионизационный источник масс-спектрометра) для того чтобы минимизировать влияние фона, и, соответственно, погрешности измерения процентного состава газов в объёме проколотого образца. По достижении необходимого уровня фона по воде (18 а.е.м.) прокалывающее устройство по заданной программе, зависящей от размеров и внутреннего объёма образца, создаёт микротечь в корпусе микросхемы. Парогазовая смесь через контролируемое отверстие попадает в область ионизации масс-спектрометра контролируемым и заранее рассчитанным потоком. На мониторе можно наблюдать графики интенсивности газовых компонент. При соблюдении всех подготовительных процедур графики газов и паров воды после кратковременного переходного процесса (для средних размеров микросхем он составляет 5-10 сек) будут «идти во времени» с неизменным наклоном (т.е. вода будет вести себя как газ не сорбируясь и не десорбируясь на стенках вакуумной камеры), что будет соответствовать достоверному замеру.

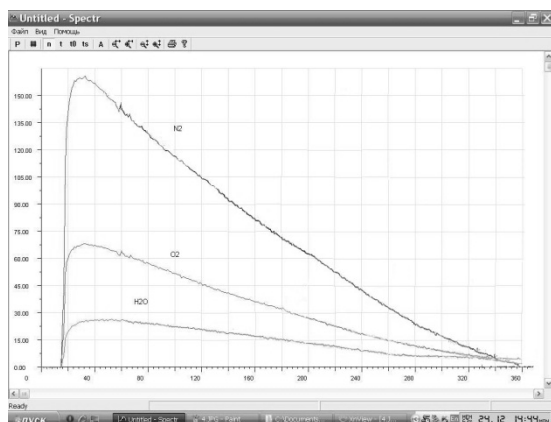


Рис.3

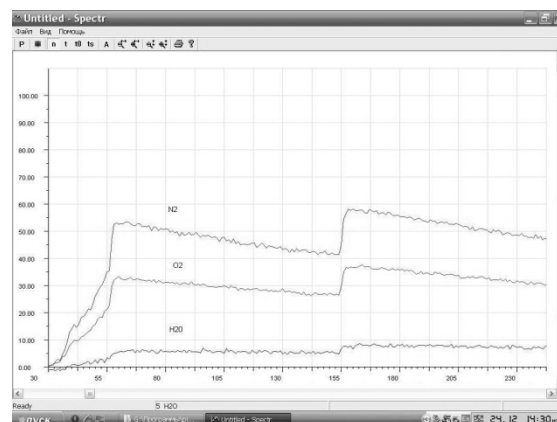


Рис.4

Когда требуется высокая точность замера, процесс доводится до конца, т.е. до полного истечения парогазовой смеси из образца, и по отношению площадей под графиками компонент считается процентный состав смеси рис.3. Если для испытаний достаточно погрешности (5-10)%, то берутся мгновенные значения ионных токов после установления стационарного режима истечения рис. 4. Для получения коэффициентов относительной чувствительности, обеспечивающих высокую точность определения влагосодержания, нами был разработан и внедрен метод калибровки: использование фиксированных калибраторов которые приспособлены к камере и проколоты таким же способом, что и реальные образцы. Объёмы калибраторов выбираются от 0.01 см^3 до десятков см^3 . Для повышения точности замера необходимо, чтобы объёмы образца и калибратора были одного порядка.

ВЫВОДЫ

1. Создан комплекс для проведения исследовательских работ по изучению десорбционных свойств материалов применяемых в микроэлектронике.
2. Разработанная аппаратура позволяет проводить дальнейшие исследования по выявлению факторов, влияющих на снижение работоспособности ИС, в частности влияние гидроксильной группы ОН.

3. Представленное оборудование позволяет проводить исследования, необходимые для выработки технических требований (стандартов) для новой продукции микроэлектронной промышленности. Выявлены дополнительные требования к подготовке образцов при проведении контроля содержания влаги, влияющие на точность проведения замера.

4. Разработанный комплекс позволяет проводить измерения по определению концентрации паров воды в подкорпусных пространствах ИС и устройств физической электроники с высокой степенью точности. Комплекс пригоден для проведения контроля качества при производстве ИС.

ЛИТЕРАТУРА

1. Чернышев А.А., Кутовязцев С.А., Бутурлин А.И. Контроль влажности в корпусах интегральных микросхем. Зарубежная электронная техника 1987г. №2
2. М. Горлов, В. Емельянов и др. Контроль содержания паров воды внутри корпусов интегральных микросхем. Компоненты и технологии №6, 2004г.
3. Регель В.Р., Муинов Т.М., О.Ф. Поздняков ФТТ т 4, 2468 (1962г.)
4. Байков Л.Г., Поздняков О.Ф., Пух В.П., Регель В.Р., Редков В.П. Исследования десорбции воды с поверхности стекла методом масс-спектрометрии Известия АН СССР «Неорганические материалы» Том XI, Москва 1975г.
5. О.Ф. Поздняков, А.О. Поздняков, В.Р. Регель Экспериментальное моделирование механической и термической стабильности межфазной области полимер подложка. ФТТ 28,5,924 (2005г.)
6. Н.Н. Аруев, А.А. Богданов, М.И. Петров, А.М. Полянский, В.В. Полянский, Р.В. Тюкальцев, И.Л. Федичкин Масс-спектрометрические исследования процесса электронно-лучевого доокисления. ПЖТФ, 2009, том 35 выпуск 14

Федичкин Игорь Леонидович
+7 812 9142388
if@spectromass.ru
www.spectromass.ru