



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2004 001 173 B4 2005.09.15**

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2004 001 173.7**
 (22) Anmeldetag: **05.01.2004**
 (43) Offenlegungstag: **04.08.2005**
 (45) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: **15.09.2005**

(51) Int Cl.⁷: **G01N 1/28**
G01N 23/22, G01N 1/44

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
3D-Micromac AG, 09114 Chemnitz, DE

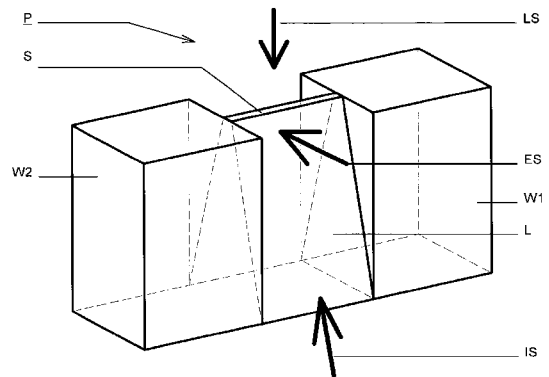
(74) Vertreter:
**Bauer, S., Dipl.-Ing. Faching. f. Schutzrechtsw.,
 Pat.-Anw., 09661 Hainichen**

(72) Erfinder:
**Höche, Thomas, Dr., 06120 Halle, DE; Hänel, Jens,
 Dipl.-Ing., 04720 Döbeln, DE; Petsch, Tino,
 Dipl.-Ing., 09127 Chemnitz, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
 gezogene Druckschriften:
DE 41 12 375 A1
US 56 56 811 A
US 61 94 720 B1
Patent Abstracts of Japan JP 9-96595 A;
Patent Abstracts of Japan JP 2002-39926 A;
Patent Abstracts of Japan JP 11-160210 A;

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von zur Untersuchung mittels Transmissionselektronenmikroskopie geeigneten Proben**

(57) Zusammenfassung: Es ist Aufgabe der Erfindung, die Effizienz bei der Präparierung von Elektronentransparen-ten für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskope geeigneten Proben zu erhöhen. Die Aufgabe der Erfindung wird gelöst, indem in einer Vakuumkammer das Material mittels Ultrakurzpulslaserablation bis auf einen verbleibenden Steg abgetragen und anschließend der verbliebene Steg unter flachem Winkel mit Edelgas-Ionen beschossen werden. Unter Ultrakurzpulslasern werden vorzugsweise Pico- oder Femtosekunden-Laser verstanden. In Vorbereitung der Ultrakurzpulslaserablation wird zunächst durch das zu untersuchende Material ein Schnitt geführt, die zu untersuchende Stelle etwa in der Mitte der Oberfläche markiert und sodann die derart geschaffene Rohprobe auf einer Haltevorrichtung befestigt. Bevorzugt erfolgt die Abtragung mittels Maskenprojektionslaserablation in der Weise, dass beiderseits der markierten Stelle das Material über die gesamte Dicke abgetragen wird und lediglich ein an der Oberfläche wenige Mikrometer breiter Steg verbleibt, wobei zur einfachen Anpassung an die Bearbeitungssituation vorteilhaft die Kantenlängen der Projektionsmaske veränderbar sind.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft das Gebiet der Qualitätssicherung und Defektanalyse mittels Transmissionselektronenmikroskopie.

[0002] Vor einer Untersuchung mittels Transmissionselektronenmikroskopie ist es erforderlich, den zu untersuchenden Bereich des Materials elektronentransparent zu präparieren. Für den Fall, dass Details im Sub-Mikrometer-Bereich nicht notwendig getroffen werden sollen, ist ein Verfahren zur Probenpräparation bekannt, wonach zunächst eine wenige 100 µm dicke Scheibe mechanisch von dem zu untersuchenden Material abgetrennt und anschließend planparallel geschliffen sowie einseitig poliert wird. Die unpolierte Seite erhält dann eine geschliffene und polierte Mulde, so dass eine Materialdicke von 10 bis 20 µm verbleibt. Das überschüssige Material wird abschließend durch beidseitigen Beschuss vorzugsweise mit Argon-Ionenstrahlen mit einer Energie von 0,2 bis 10 keV unter einem Winkel von 1 bis 10 ° bis zur Perforation abgetragen. Der das entstandene Loch begrenzende Bereich ist elektronentransparent und damit geeignet, mittels Transmissionselektronenmikroskopie untersucht zu werden. Für den Fall, dass bestimmte Bereiche, etwa konkrete Defektbereiche, zielgenau präpariert werden müssen, genügt die Perforationspräparation nicht mehr. Ein dafür geeignetes bekanntes Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass auf die interessierende Stelle nach mechanischem Ausschneiden des sie umgebenden Bereichs aus dem zu untersuchenden Material ein Molybdän-Draht aufgeklebt und anschließend das Material senkrecht mit Argon-Ionenstrahlen beschossen wird, bis der Draht abgetragen ist. Aufgrund der wesentlich geringeren Ätzrate des Molybdäns gegenüber dem umliegenden Material wird das Probenmaterial seitlich des Drahtes schneller abgetragen als der Draht, so dass ein von dem Draht abgeschatteter Bereich verbleibt, der als elektronentransparenter Steg ausgebildet und somit geeignet ist, mittels Transmissionselektronenmikroskopie untersucht zu werden. Ein die Präzision weiter verbesserndes bekanntes Verfahren wird als Focussed-Ion-Beam-Zielpräparation bezeichnet. Ein mechanisch vom zu untersuchenden Material abgetrennter Streifen wird bis auf eine Dicke von ca. 50 µm plan geschliffen und auf eine Haltevorrichtung aufgeklebt. In der Ionenstrahlanlage werden mit einem fokussierten rasternden Gallium-Ionenstrahl mit einer Energie von wenigen keV bis einigen zehn keV beiderseits einer verbleibenden Lamelle quaderförmige Einschnitte erzeugt. Die Lamelle hat eine Dicke von weniger als 0,1 µm und ist, da elektronentransparent, geeignet, mittels Transmissionselektronenmikroskopie untersucht zu werden. Zur Verminderung von Gallium-Implantation wird an der Stelle der späteren Lamelle vor dem Beschuss mit Gallium-Ionen eine ca. 5 µm breite und 1 µm dicke Platin-Schutzschicht aufgebracht. Das Verfahren zeich-

net sich durch hohe Präzision aus, wobei die Möglichkeit besteht, die Focussed-Ion-Beam-Zielpräparation in einem Raster-Elektronenmikroskop zu beobachten. Die Präparation nicht leitender Proben ist allerdings nur bedingt möglich, da Aufladungen entstehen können, die zur Ablenkung des Bearbeitungsstrahls führen, wenn die Oberfläche nicht mit negativ geladenen Teilchen geflutet wird. Die hohen Anschaffungs- und Betriebskosten stellen ein nicht unerhebliches Investitionsrisiko dar, zumal wegen der relativ geringen Abtragungsraten die Effizienz von Focussed-Ion-Beam-Anlagen derzeit noch nicht befriedigen kann. Der Beschuss mit Gallium-Ionen führt darüber hinaus zur Ausbildung amorpher Schichten an den Schnittflanken, die bis über 10 nm dick sein können und damit Abbildungen mit hoher Auflösung nicht unwesentlich beeinträchtigen würden, wenn nicht nachfolgend mittels eines in einem flachen Winkel auftreffenden Ionenstrahls nachgeätzt würde.

Stand der Technik

[0003] Weitere Lösungen zur Präparation von Proben sind zum einen bekannt aus der JP 09096595 A, wonach in ein Halbleiter-Substrat ein zur Untersuchung mittels Transmissions-Elektronenmikroskopie geeignetes Fenster eingebracht wird, indem das Substrat mit einem Excimer-Laser bestrahlt wird. Eine andere Lösung ist aus der JP 20020399 A bekannt. Ein Halbleiter-Substrat wird von einer Seite auf eine vorbestimmte Dicke geschliffen, wobei ein Steg mit dem zu untersuchenden Bereich herausgearbeitet wird. Mittels eines hochauflösenden Excimer-Lasers wird mit Hilfe einer Maske der Untersuchungsbereich als Steg durch Abtragung herausgearbeitet und dann durch anisotropes Ätzen auf die gewünschte Stärke verringert. Aus der JP 11160210 A ist eine weitere Untersuchungsprobe und deren Präparation bekannt. Zunächst wird ein Probenstück aus einem Si-Substrat gesägt. Die zu beobachtende Stelle wird als Mitte markiert. Die Oberfläche des Si-Substrates wird geschliffen und anschließend mit einem Laserstrahl in mehreren Schritten in einem Bereich zu einem dünnen Film abgetragen, wobei der Dünnschichtbereich beidseitig an freie Bereiche grenzt. Die bekannte Lösung ist geeignet, die Entstehung von Röntgenstrahlung durch während der Untersuchung auftretende Elektronenstrahlen weitgehend zu verringern. Aus US 6,194,720 B1 sind eine Probe zur Untersuchung mit Transmissions-Elektronenmikroskopie und ein Verfahren zu deren Herstellung bekannt. Die Probe wird mit zwei voneinander unabhängigen Untersuchungsbereichen versehen, wobei der erste Bereich als dünne Membran durch Abtragung mittels fokussierten Ionenstrahls, der zweite Bereich hingegen als spitz zulaufende Ecke des Substrats mittels beidseitigen Schleifens ausgebildet wird. Nach der US 5,656,811 sind ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung einer Probe für die Untersuchung mittels eines Transmissions-Elektronenmikroskops vor-

gesehen. Ein Probenbereich wird mittels eines über die Probe geführten und die Probe bestrahlenden gebündelten Ionenstrahls zu einem dünnen Film abgetragen. Dabei wird eine auf der Probe als Abbildung eines zweiten Ladungsträgerstrahls angebrachte Markierung zur Kennzeichnung einer Position beobachtet. Die Abbildung wird mittels eines über die Probe geführten und die Probe bestrahlenden Ladungsträgerstrahls außerhalb des zu einem dünnen Film abzutragenden Bereichs der Probe angebracht. Während des Abtragens der Probe zu einem Dünnfilmbereich wird die Abweichung des gebündelten Ionenstrahls durch Vergleich mit der Markierung kompensiert. Die zur Durchführung des Verfahrens vorgesehene Anordnung umfaßt Steuermittel zur Überwachung eines Strahlbereichs des gebündelten Ionenstrahls auf der Probe, so daß die Abtragung der Probe zu einem als dünner Film entstehenden Bereich nicht den Oberflächenbereich der Probe betrifft, auf dem die Markierung aufgebracht ist und Mittel zur Kompensation der Abweichung des gebündelten Ionenstrahls während der Abtragung anhand der Markierung. Ein weiteres bekanntes Verfahren zur Herstellung von Transmissionselektronenmikroskop-Querschnitts-Zielpräparaten zeigt die DE 41 12 375 A1 mit dem Ziel, die Effektivität des Sputterprozesses im Raster-Ionenmikroskop zu erhöhen und zusätzliche Bearbeitungsschritte zur Glättung der im Transmissionselektronenmikroskop zu durchstrahlenden Fläche zu vermeiden, um insgesamt Präparationszeit einzusparen. Eine mechanisch vorpräparierte Probe wird in ein Raster-Ionenmikroskop eingebracht, die zur Untersuchung im Transmissionselektronenmikroskop vorgesehenen Gebiete werden im Abbildungsmodus lokalisiert und das für die Abbildung im Transmissionselektronenmikroskop störende Material wird unter speziellen Rasterbedingungen im Bearbeitungsmodus entfernt, indem das Material beiderseits des zu untersuchenden Gebiets am Rand der zuvor mechanisch schräg geschliffenen Probe beginnend abgetragen wird und derart der zu untersuchende Bereich als Mittelsteg übrig bleibt.

Aufgabenstellung

[0004] Es ist daher die Aufgabe der Erfindung, die Effizienz bei der Präparierung von elektronentransparenten für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie geeigneten Proben zu erhöhen.

[0005] Die Aufgabe der Erfindung wird nach der Lehre des Hauptanspruchs gelöst, indem in einer Vakuumkammer das Material mittels Ultrakurzpuls-laserablation bis auf einen verbleibenden Steg abgetragen und anschließend der verbliebene Steg unter flachem Winkel mit Edelgas-Ionen beschossen werden. Unter Ultrakurzpuls-lasern werden vorzugsweise Pico- oder Femtosekunden-Laser verstanden.

[0006] Weiterbildungen und vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

[0007] In Vorbereitung der Ultrakurzpuls-laserablation wird zunächst durch das zu untersuchende Material ein Schnitt geführt, die zu untersuchende Stelle etwa in der Mitte der Oberfläche markiert und sodann die derart geschaffene Rohprobe auf einer Haltevorrichtung befestigt. Vorteilhaft liegt die Schnittbreite im Bereich von 100 µm, wobei der Schnitt mechanisch, die Markierung der zu untersuchenden Stelle hingegen optisch ausgeführt wird und die Rohprobe auf einen halbierten Stützring aus Keramik oder Kupfer als Haltevorrichtung aufgeklebt wird.

[0008] Bevorzugt erfolgt die Abtragung mittels Maskenprojektions-laserablation in der Weise, dass beiderseits der markierten Stelle das Material über die gesamte Dicke abgetragen wird und lediglich ein an der Oberfläche wenige Mikrometer breiter Steg verbleibt, wobei zur einfachen Anpassung an die Bearbeitungssituation vorteilhaft die Kantenlängen der Projektionsmaske veränderbar sind. Es hat sich gezeigt, dass mit Maskenprojektions-laserablation Ablationsraten von bis zu 0,005 mm³/min erreichbar sind. Nimmt man jedoch eine geringere Effizienz wegen geringerer Ausschöpfung der zur Verfügung stehenden Leistung in Kauf, kann die Abtragung durchaus mittels fokussierten Laserstrahls erfolgen.

[0009] Eine weitere vorteilhafte Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass der Steg vor dem überschüssiges Material beseitigenden Argon-Ionen-Beschuss mit einer metallischen Leiterbahn versehen wird, so dass während des Ionen-Beschusses anhand der Ermittlung der Leitfähigkeit eine Regelung des Ionenstroms erfolgen kann.

[0010] Vorteilhaft ausgestaltet wird die Erfindung, indem die zu untersuchende Stelle im Beobachtungsbereich eines in der Vakuumkammer angeordneten Raster-Elektronenmikroskops angeordnet wird. Dadurch sind präzise der Bearbeitungsbereich lokalisier- sowie die Ionenstrahl-lätzung terminierbar. Um einen kleinen Keilwinkel von nahe 0 ° des elektronentransparenten Steges zu erhalten ist es vorteilhaft, das zu untersuchende Material in der Vakuum-Kammer euzentrisch kippbar anzuordnen.

[0011] Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich durch hohe Präzision aus und kann bei Metallen, Halbleitern oder Isolatoren gleichermaßen eingesetzt werden. Zur erfindungsgemäßen Herstellung einer in der Qualitätssicherung bzw. zur Defektanalyse üblichen, für Hochauflösungs-Transmissionselektronenmikroskopie geeigneten Probe ist ein Zeitaufwand von ca. einer Stunde erforderlich.

Ausführungsbeispiel

[0012] Anhand der Zeichnung wird die Erfindung beispielhaft erläutert. Die Zeichnung zeigt eine nach der Erfindung hergestellte Probe P. Die Probe P weist drei Bereiche auf, einen ersten Seitenblock W1, einen zweiten Seitenblock W2 und eine zwischen den beiden Seitenblöcken W1 und W2 befindliche Lamelle L, deren Stirnseite als nur wenige Mikrometer breiter Steg S ausgebildet ist. Die Lamelle L verjüngt sich dabei keilförmig bis zur Stegbreite. Die Probe P entsteht, indem zunächst mechanisch ein etwa 100 µm breiter Schnitt durch ein zu untersuchendes Material geführt wird. Die zu untersuchende Stelle wird dabei etwa mittig optisch markiert. Nach dem Aufkleben der Rohprobe auf einem halbierten Stützring wird die Rohprobe in einer Vakuumkammer unter Anwendung eines Rasterelektronenmikroskops positioniert. Danach erfolgt im Vakuum die Abtragung des Materials links und rechts von der markierten Untersuchungsstelle über die gesamte Probendicke mittels Ultrakurzpuls-Laserablation. Die Laserstrahlen LS werden senkrecht auf die Probenoberfläche maskenprojiziert, so dass an der Oberfläche der wenige Mikrometer breite Steg S verbleibt. Anschließend wird durch entgegengesetzt und unter flachem Winkel gerichteten Beschuss mit Argon-Ionen IS das überschüssige Material entfernt. Damit ist die Probe P im Bereich des Steges S elektronentransparent und somit zur Untersuchung in einem Hochauflösungstransmissionselektronenmikroskop geeignet. Zur Verdeutlichung zeigt die Zeichnung die Richtung der Elektronenstrahlung ES bei der Untersuchung.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Präparation von Materialproben für die Transmissionselektronenmikroskopie durch Abtragen des Materials mittels Ultrakurzpuls-Laserablation in einer Vakuumkammer in einer Weise, dass ein schmaler Steg verbleibt und anschließend der verbliebene Steg unter flachem Winkel mit Edelgas-Ionen beschossen wird, so dass der Steg elektronentransparent ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in Vorbereitung der Ultrakurzpuls-Laserablation zunächst ein Schnitt durch das zu untersuchende Material geführt wird, die zu untersuchende Stelle etwa in der Mitte der Oberfläche markiert wird und das zu untersuchende Material auf einer Haltevorrichtung befestigt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Schnittbreite im Bereich von 100 µm liegt.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Schnitt mechanisch erfolgt.

5. Verfahren nach Anspruch 2, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Markierung der zu untersuchenden Stelle optisch erfolgt.

6. Verfahren nach Anspruch 2, 3, 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass das zu untersuchende Material auf einem halbierten Stützring aufgeklebt wird.

7. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Ultrakurzpuls-Laserablation mittels Maskenprojektion erfolgt, indem das Material neben dem verbleibenden Steg über die gesamte Dicke abgetragen wird, so dass der entstandene Steg wenigstens an der Oberfläche eine Breite von weniger als 10 µm aufweist.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Kantenlängen der Projektionsmaske veränderbar sind.

9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass Material in der Weise abgetragen wird, dass die verbleibende Lamelle einen viereckigen Querschnitt aufweist.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Ultrakurzpuls-Laserablation mittels eines fokussierten Laserstrahls erfolgt, indem das Material neben dem verbleibenden Steg über die gesamte Dicke abgetragen wird, so dass der entstandene Steg wenigstens an der Oberfläche eine Breite von weniger als 10 µm aufweist.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass Material in der Weise abgetragen wird, dass die verbleibende Lamelle einen viereckigen Querschnitt aufweist.

12. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Steg vor dem Edelgas-Ionen-Beschuss mit einer metallischen Leiterbahn versehen wird, anhand deren Leitfähigkeit die Regelung des Edelgas-Ionenstroms erfolgt.

13. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die zu untersuchende Stelle im Beobachtungsbereich eines in der Vakuumkammer angeordneten Raster-Elektronenmikroskops angeordnet wird.

14. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das zu untersuchende Material in der Vakuum-Kammer euzentrisch kippbar angeordnet ist.

15. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Laserimpulse der Ultrakurzpuls-Laser eine Pulsbreite im Pico-

bis Femtosekundenbereich aufweisen.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

