

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第6部門第1区分

【発行日】平成23年1月13日(2011.1.13)

【公表番号】特表2010-520465(P2010-520465A)

【公表日】平成22年6月10日(2010.6.10)

【年通号数】公開・登録公報2010-023

【出願番号】特願2009-552039(P2009-552039)

【国際特許分類】

G 01 N 1/32 (2006.01)

G 01 N 1/28 (2006.01)

【F I】

G 01 N 1/32

G 01 N 1/28

F

【手続補正書】

【提出日】平成22年11月17日(2010.11.17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料を固体材料から切出し、試料に構成された試料表面(3)を、イオンビーム(J)によって所定の入射角度で処理し、かくして、試料(1)のイオンビーム(J)の投射ゾーン(4)の範囲に、電子顕微鏡による試料(1)の所望範囲の観察(12)を実現できる所望の観察表面(20)が露出されるまで、イオンエッティングによって試料表面(3)から材料を切除する形式の、電子顕微鏡検鏡用試料(1)を作製する方法において、

少なくとも3つのイオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)が試料表面(3)において互いに少なくとも接触するか又は交叉して、上記試料表面に投射ゾーン(4)を形成するよう、少なくとも3つの不動のイオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)を所定の角度( )で相互に配向して試料表面(3)に導き、試料(1)も該イオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)も、移動されず、かくて、位置不变の状態で処理されることを特徴とする方法。

【請求項2】

斜切エッティング法にもとづき、イオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)で試料(1)を処理することを特徴とする請求項1の方法。

【請求項3】

ワイヤシャドウ法にもとづき、イオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)で試料(1)を処理することを特徴とする請求項1の方法。

【請求項4】

試料表面(3a, 3b)の切除のため、少なくとも3つのイオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)を、それぞれ、1つの試料側(3a, 3b)へ向けることによって、標準TEM試料(1)をイオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)で処理することを特徴とする請求項1の方法。

【請求項5】

移動されない複数のイオンビーム(J<sub>1</sub>, J<sub>2</sub>, J<sub>3</sub>)を異なる角度( , , )で試料表面(3)に導き、この場合、すべてのイオンビームが、投射ゾーン(4)において少なくとも接触されるか、重畳されることを特徴とする請求項1~4の1つに記載の方法。

**【請求項 6】**

投射ゾーン(4)内のイオンビーム(J1, J2, J3)の相互位置を調節でき、かくて、少なくとも1つのイオンビームの重畠度を調節できることを特徴とする請求項1～5の1つに記載の方法。

**【請求項 7】**

単一のイオン源によって、少なくとも2つのイオンビーム(J1, J2)を同時に形成することを特徴とする請求項1～6の1つに記載の方法。

**【請求項 8】**

それぞれ固有のイオン源によって、少なくとも2つのイオンビーム(J1, J2)を形成することを特徴とする請求項1～7の1つに記載の方法。

**【請求項 9】**

少なくとも1つのイオンビーム(J1, J2, J3)のイオンエネルギーおよび/またはイオン流密度を、個々に、調節および/または調整できることを特徴とする請求項1～8の1つに記載の方法。

**【請求項 10】**

イオンビーム(J1, J2, J3)のイオンエネルギーおよび/またはイオン流密度を、同一にまたは予め設定可能な異なる所定値に調節できることを特徴とする請求項1～9の1つに記載の方法。

**【請求項 11】**

少なくとも1つのイオンビーム(J1, J2, J3)の径を投射ゾーン(4)において調節できることを特徴とする請求項1～10の1つに記載の方法。

**【請求項 12】**

少なくとも1つのイオンビーム(J1, J2, J3)のパラメータ、即ち、イオンエネルギー、イオン流および/またはビーム径の少なくとも1つを変更することによって、予め設定可能なエッチングプロファイルを調節することを特徴とする請求項1～11の1つに記載の方法。

**【請求項 13】**

イオンビーム(J1, J2, J3)のイオンエネルギーを200eV～12eVの範囲に調節することを特徴とする請求項1～12の1つに記載の方法。

**【請求項 14】**

エッチング処理中において、観察手段、好ましくは光学顕微鏡または走査電子顕微鏡、によって高い解像度で、静止試料(1)を少なくとも一時的に観察することを特徴とする請求項1～13の1つに記載の方法。

**【請求項 15】**

前記イオンビームが少なくとも部分的に重畠されることを特徴とする請求項5に記載の方法。

**【請求項 16】**

エッチング処理中において、投射ゾーン(4)内のイオンビーム(J1, J2, J3)の相互位置を調節でき、かくて、少なくとも1つのイオンビームの重畠度を調節できることを特徴とする請求項6に記載の方法。

**【請求項 17】**

イオンビーム斜切エッチングの場合、10μm～100μmの範囲の間隔(空隙)をもって試料表面(3)に当接する平坦な表面を有するマスク(2)を使用し、かくして、双方の表面が、上記範囲に境界線を形成し、

その範囲に、イオンビーム(J1, J2, J3)の投射ゾーン(4)が位置し、イオンビームが、境界線が位置する平面(10)を形成し、

この平面(10)が、マスク(2)の表面に対して0°～10°の範囲に若干傾斜して配置されると共に、マスク(2)の表面が、試料表面(3)に対して直角に配置されることを特徴とする請求項2の方法。

**【請求項 18】**

イオンビーム ( J1, J2, J3 ) が、所定角度 ( ) の円切片を形成し、この角度が、 $10^{\circ} \sim 180^{\circ}$  の範囲にあり、すべてのイオンビーム ( J1, J2, J3 ) が、上記円切片の平面内にあることを特徴とする請求項 2 または 17 の方法。

#### 【請求項 19】

ワイシャドウ法の場合、ワイ ( 7 ) に平行である平面 ( 10 ) 内にイオンビーム ( J1, J2, J3 ) を導き、試料表面 ( 3 ) の垂線 ( N ) も、上記平面 ( 10 ) 内にあることを特徴とする請求項 3 の方法。

#### 【請求項 20】

イオンビーム ( J1, J2, J3 ) によって形成された平面 ( 10 ) を、法線 ( N ) に対して、 $\pm 20^{\circ}$  の範囲の角度 ( ) をなすよう、配置することを特徴とする請求項 3 または 19 の方法。

#### 【請求項 21】

イオンビーム ( J1, J2, J3 ) が、所定角度 ( ) の円切片を形成し、この角度 ( ) が、 $10^{\circ} \sim 180^{\circ}$  の範囲にあり、すべてのイオンビームが、上記円切片の平面内にあり、イオンビーム ( J1, J2, J3 ) を、表面法線 ( N ) に関して対称に設置して、処理することを特徴とする請求項 3 または 19 の方法。

#### 【請求項 22】

イオンビーム ( J1, J2, J3 ) を、試料 ( 1 ) の少なくとも 1 つの側で、円錐体外周面 ( 11 ) 上にあるよう配列し、イオンビームが統合される円錐先端が、少なくとも上記試料側で投射ゾーン ( 4 ) に当たることを特徴とする請求項 4 の方法。

#### 【請求項 23】

前記円切片を形成する前記所定角度 ( ) が  $30^{\circ} \sim 140^{\circ}$  の範囲にあることを特徴とする請求項 18 または 21 の方法。

#### 【請求項 24】

前記イオンビーム ( J1, J2, J3 ) のうち 2 つのイオンビーム ( J1, J2 ) を、表面法線 ( N ) に関して対称に設置して処理することを特徴とする請求項 21 の方法。

#### 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

この課題は、本発明にもとづき、請求項 1 の方法によって解決される。従属請求項に、有利な操作工程を定義した。なお、特許請求の範囲に付記した図面参照符号は専ら理解を助けるためのものであり、図示の態様に限定することを意図するものではない。以下に本発明の実施の形態の概要を述べる。

#### 【実施の形態】

##### 【形態 1】

試料を固体材料から切出し、試料に構成された試料表面を、イオンビームによって所定の入射角度で処理し、かくして、試料のイオンビームの投射ゾーンの範囲に、電子顕微鏡による試料の所望範囲の観察を実現できる所望の観察表面が露出されるまで、イオンエッティングによって試料表面から材料を切除する形式の、電子顕微鏡検鏡用試料を作製する方法において、少なくとも 2 つのイオンビームが試料表面において互いに少なくとも接触するか又は交叉して、上記試料表面に投射ゾーンを形成するよう、少なくとも 2 つ（好ましくは 3 つ）の不動のイオンビームを所定の角度 ( ) で相互に配向して試料表面に導き、試料も該イオンビームも、移動されず、かくて、位置不变の状態で処理される方法。

##### 【形態 2】

斜切エッティング法にもとづき、イオンビームで試料を処理する形態 1 の方法。

##### 【形態 3】

ワイシャドウ法にもとづき、イオンビームで試料を処理する形態 1 の方法。

[形態4]

試料表面の切除のため、少なくとも2つ（好ましくは3つ）のイオンビームを、それぞれ、1つの試料側へ向けることによって、標準TEM試料をイオンビームで処理する形態1の方法。

[形態5]

移動されない複数の、好ましくは3つの、イオンビームを異なる角度（，，）で試料表面に導き、この場合、すべてのイオンビームが、投射ゾーンにおいて少なくとも接触されるか、好ましくは少なくとも部分的に、重畠される形態1～4の1つに記載の方法。

[形態6]

好ましくはエッチング操作中において、投射ゾーン内のイオンビームの相互位置を調節でき、かくて、少なくとも1つのイオンビームの重畠度を調節できる形態1～5の1つに記載の方法。

[形態7]

好ましくはエッチング操作中において、投射ゾーン内のイオンビームの相互位置を調節でき、かくて、少なくとも1つのイオンビームの重畠度を調節できる形態1～5の1つに記載の方法。

[形態8]

それぞれ固有のイオン源によって、少なくとも2つのイオンビームを形成する形態1～7の1つに記載の方法。

[形態9]

少なくとも1つのイオンビームのイオンエネルギーおよび／またはイオン流密度を、個々に、調節および／または調整できる形態1～8の1つに記載の方法。

[形態10]

イオンビームのイオンエネルギーおよび／またはイオン流密度を、同一にまたは予め設定可能な異なる所定値に調節できる形態1～9の1つに記載の方法。

[形態11]

少なくとも1つのイオンビームの径を投射ゾーンにおいて調節できる形態1～10の1つに記載の方法。

[形態12]

少なくとも1つのイオンビームのパラメータ、即ち、イオンエネルギー、イオン流および／またはビーム径の少なくとも1つを変更することによって、予め設定可能なエッチングプロファイルを調節する形態1～11の1つに記載の方法。

[形態13]

イオンビームのイオンエネルギーを200eV～12eVの範囲に、好ましくは500eV～8eVの範囲に調節する形態1～12の1つに記載の方法。

[形態14]

エッチング処理中において、観察手段、好ましくは光学顕微鏡または走査電子顕微鏡、によって高い解像度で、静止試料を少なくとも一時的に観察する形態1～13の1つに記載の方法。

[形態15]

イオンエッチング前に、試料を観察手段に対し配向設定し、エッチング処理中、もはや移動しない形態1～14の1つに記載の方法。

[形態16]

エッチング処理中において、試料を冷却する形態1～15の1つに記載の方法。

[形態17]

イオンビーム斜切エッチングの場合、10μm～100μmの範囲の間隔（空隙）をもって試料表面に当接する平坦な表面を有するマスクを使用し、かくして、双方の表面が、上記範囲に境界線を形成し、その範囲に、イオンビームの投射ゾーンが位置し、イオンビームが、境界線が位置する平面を形成し、この平面が、マスクの表面に対して0°～10°の範囲、好ましくは0°～5°の範囲に若干傾斜して配置されると共に、マスクの表面

が、試料表面に対して好ましくは直角に配置される形態 2 の方法。

[ 形態 18 ]

イオンビームが、所定角度の円切片を形成し、この角度が、 $10^\circ \sim 180^\circ$  の範囲、好ましくは $30^\circ \sim 140^\circ$  の範囲、にあり、すべてのイオンビームが、上記円切片の平面内にある形態 2 または 17 の方法。

[ 形態 19 ]

ワイシャドウ法の場合、ワイヤに平行である平面内にイオンビームを導き、試料表面の垂線 (N) も、上記平面内にある形態 3 の方法。

[ 形態 20 ]

イオンビームによって形成された平面を、法線 (N) に対して、 $\pm 20^\circ$  の範囲、好ましくは $\pm 10^\circ$  の範囲、の角度 ( ) をなすよう、配置する形態 3 または 19 の方法。

[ 形態 21 ]

イオンビームが、所定角度 ( ) の円切片を形成し、この角度 ( ) が、 $10^\circ \sim 180^\circ$  の範囲好ましくは、 $30^\circ \sim 140^\circ$  の範囲にあり、すべてのイオンビームが、上記円切片の平面内にあり、好ましくは、2つのイオンビームを、表面法線 (N) に関して対称に設置して、処理する形態 3 または 19 の方法。

[ 形態 22 ]

イオンビームを、試料の少なくとも 1 つの側で、円錐体外周面上にあるよう配列し、イオンビームが統合される円錐先端が、少なくとも上記試料側で投射ゾーンに当たる形態 4 の方法。