



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 220 454 A5

4(51) H 01 J 37/30

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP H 01 J / 265 397 7

(22) 18.07.84

(44) 27.03.85

(31) 3520/83

(32) 12.10.83

(33) HU

(71) siehe (73)

(72) Barna, Árpád, Dipl.-Ing.; Reisinger, György, Dipl.-Ing.; Zsoldos, Lehel, Dr. Dipl.-Phys., HU

(73) Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai Kutató Intézete, 1047 Budapest, Főti út 56, HU

(54) Einrichtung zur Ionenstrahlbearbeitung von Festkörperproben und die Ionenquelle zur Einrichtung

(57) Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur Ionenstrahlbearbeitung von Festkörperproben, insbesondere zur Verdünnung von elektronenmikroskopischen Proben. In der Einrichtung sind die beiden beiderseits der Probe angeordneten Ionenquellen nicht miteinander verbunden, sondern sind um die mit der Drehachse der zu verdünnenden Probe zusammenfallende gemeinsame Drehachse und um weitere parallele Achsen unabhängig voneinander verdrehbar und auf diesen Achsen verschiebbar gelagert. Die Achsen sind in einer sog. Dreieinführung gelagert, wodurch eine genaue Zentrierung der Ionenquelle und des zweckmäßig aus Titan bestehenden Probenhalters ermöglicht wird. Zur Vermeidung einer unnützen Wärme- und Strahlungsbelastung der Probe entsprechen die verwendeten Ionenquellen einem fokussierenden Elektrodensystem, das aus zwei gegeneinander gerichteten Steigerwald-Elektronenkanonen besteht. Die Ionenquellen besitzen eine in der Mitte mit einer Öffnung versehene Anode, an deren beiden Seiten Hohlraumkathoden angebracht sind. Fig. 1

Einrichtung zur Ionenstrahlbearbeitung von
Festkörperproben und Ionenquelle hierfür

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur Ionenstrahlbearbeitung von Materialproben oder zur Entfernung von Oberflächenschichten, die mit einer Ionenquelle versehen ist, welche zur Erzeugung von Ionenstrahlen mit kleinem Durchmesser ($\ll 1$ mm) und großer Stromdichte geeignet ist.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Die Ionenstrahlzerstäubung bei der Herstellung von Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie wird seit etwa 1960 angewandt. (H. Dücher und W. Schlette: Über die Herstellung von durchstrahlbaren Metallfolien durch Ionenätzung. Coll. Int. du C.N.R.S. Nr. 1113, 83-90 Bellevue /1962/). Über die Verfahren und die Verdünnungseinrichtungen kann aus den folgenden, zusammenfassenden Literaturangaben ein guter Überblick gewonnen werden: H. Bach: "Die Anwendbarkeit des Ionenstrahlätzens bei der Präparation für die Elektronenmikroskopie"

G. Schimmel, W. Vogell: "Methodensammlung der Elektronenmikroskopie", Wiss. Verlag. MBH, Stuttgart 1970, Punkt 2.4.2.1,

J. Francks: "Ion Beam Technology Applied to Electron Microscopy", (Advances in Electronics and Electron Physics, Vol. 47. Ed. L. Marton: Acad. Press. New York 1978, Seiten 1 bis 48.

Das gemeinsame Kennzeichen der bekannten Einrichtungen besteht darin, daß an beiden Seiten der zu verdünnenden Materialprobe zwei einander gegenüberliegende, fest zueinander angeordnete Ionenquellen verwendet werden, wobei die Ionenquellen mit dem ebenfalls fest angeordneten, in seiner Ebene drehbar angeordneten Probenhalter um eine Tangente herum gemeinsam drehbar sind. So ergibt sich die Möglichkeit, die Probe gleichzeitig auf beiden Seiten, entweder mit der optimalen Zerstäubungsgeschwindigkeit (in einem Winkel von ca. 70°) oder mit dem optimalen Polierwinkel (ca. 85°) zu verdünnen. Der Verdünnungsprozeß wird mit einem außerhalb des Zerstäubungsraumes angebrachten optischen Mikroskop beobachtet. Häufig werden Laser- oder andere automatische Prozeßunterbrecher angewendet. Die Einrichtungen benutzen als Ionenquellen entweder Hohlraumkathodenquellen (z.B. C.G. Croket: A glow discharge ion gun for etching, Vacuum 23, 11-13 /1973/), oder mit einem Magnetfeld kombinierte Spiegelkathodenquellen (z.B. D. J. Barber: Thin Foils of Non-Metals Made for Electron Microscopy by Sputter-Etching, J. of Materials Sci. 5, 1-8 /1970/). Sie können aber auch Sattelfeld - elektrostatische Quellen (z.B. J. Franks: A saddle field ion source of spherical configuration for etching and thinning applications, Vacuum 24, 489-491 /1974/) enthalten. Wegen des relativ großen (≈ 1 mm) Ionenstrahldurchmessers ist die mit

den bekannten Einrichtungen erreichbare Zerstäubungsgeschwindigkeit gering (z.B. beträgt sie bei Si $10 \mu\text{m}$ Stunde).

Auf Grund der fest zueinander angeordneten Ionenquellen und des feststehenden Probenhalters ergeben sich weitere nachteilige Folgen.

- a) Wegen des feststehenden Probenhalters kann mit dem Beobachtungsmikroskop der Ablauf des Zerstäubungsvorganges auf der Rückseite nicht kontrolliert werden.
- b) Wegen der Fixierung der Ionenquellen zueinander und ihrer gemeinsamen Drehebene zu dem Probenhalter ergeben sich folgende Schwierigkeiten:

- Die während des Betriebes der Quellen auftretenden Aufladungen lenken die austretenden Ionenstrahlen von der mechanischen Zentriachse ab, so daß der Ionenstrahl nicht an der gewünschten Stelle der Probe angreift. Dies wird durch den relativ großen Ionenstrahldurchmesser kompensiert, aber diese Lösung steigert in ungünstiger Weise die in der Probe auftretenden Strahlungsschäden und die Wärmebelastung der Probe.
- Häufig darf in der Halbleitertechnik, bei Untersuchungen von dünnen Schichten usw. die Probe nur auf der einen Seite verdünnt werden. Wegen der festen Quellenanordnung muß in diesen Fällen die eine Ionenquelle ausgeschaltet werden, was eine Verlängerung der Verdünnungszeit zur Folge hat.

Ziel der Erfindung:

Ziel der Erfindung ist die Beseitigung der obigen Nachteile und die Bereitstellung einer Lösung, die im Hinblick auf ihre Poliereigenschaften vorteilhafter als die bisher bekannten Lösungen ist.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Zur Erreichung des gestellten Zieles wurde eine Einrichtung zur Ionenstrahlbearbeitung von Festkörperproben, zweckmäßig zu ihrer Verdünnung entwickelt, die in ihrem Vakuumraum einen die zu bearbeitende Probe tragenden Probenhalter und wenigstens zwei Ionenquellen enthält, wobei die Probenhalter und die Ionenquellen um eine zentrale Drehachse schwenkbar zueinander gelagert sind.

Gemäß der Erfindung sind die Ionenquellen unabhängig voneinander um weitere Drehachsen schwenkbar und auf diesen verschiebbar gelagert. Mit Hilfe der Erfindung kann die optimale Betriebsgeometrie sicher und leicht eingestellt bzw. kann diese während des Betriebes korrigiert werden. Unter diesen Umständen kann bei der Ionenstrahlverdünnung der Durchmesser des Ionenstrahles kleiner als 0,1 mm gewählt werden, so daß z.B. im Falle eines bei 87° liegenden, nahezu streifenden Einfallendes der Strahl nicht über das zu verdünnende Gebiet hinausreicht. Dagegen kann gleichzeitig im Interesse einer schnelleren Verdünnung der Probe ohne bedeutende Erwärmung der Probe und des Probenhalters die Stromdichte bis zu 20 mA/cm^2 gesteigert werden.

Vorgesehen ist weiterhin eine verbesserte Ionenquelle, die auf der Erkenntnis beruht, daß die das in die

Ionenquelle eingeleitete Gas ionisierenden Sekundärelektronen sehr wirksam durch zwei einander gegenüberstehende, den an sich bekannten, sog. Steigerwald-Elektronenkanonen entsprechende Elektrodensysteme fokussiert werden können. (K.H. Steigerwald: Optik 5, 469 /1947/).

Die Ionenquelle ist zur Erzeugung von Ionenstrahlen mit großer Stromdichte und kleinem Durchmesser geeignet und enthält eine in der Mitte mit einer Öffnung versehene Anode. An beiden Seiten der Anode ist eine Hohlraumkathode angeordnet. Beide Teile der Hohlraumkathode sind auf der der zugekehrten Seite mit einer Verengung und auf der anderen Seite mit einem sich bis zur Anode erstreckenden, zweckmäßig konischen Teil versehen.

Ausführungsbeispiele:

Nachstehend wird die Erfindung an Hand vorteilhafter Ausführungsbeispiele unter Bezugnahme auf die Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1: ein kinematisches Schema der erfindungsgemäßen Einrichtung,

Fig. 2: eine Ansicht der Dreheinführung der Einrichtung,

Fig. 3: einen Schnitt entlang der Linie A-A gemäß Fig. 2,

Fig. 4: eine Ansicht des Probenhalters der erfindungsgemäßen Einrichtung,

Fig. 5: einen Schnitt entlang der Linie B-B
der Fig. 4,

Fig. 6: eine Schnittdarstellung einer äußeren
Form der Ionenquelle,

Ein mögliches kinematisches Schema der erfindungsgemäßen Einrichtung ist in Fig. 1 dargestellt. Die im Vakuumraum angebrachten, voneinander unabhängigen Ionenquellen I1 und I2 werden von der Dreheinführung 1 mittels der auf ihr angebrachten weiteren Drehachsen 2, 3 und 4 gehalten. Ein zur Aufnahme der zu bearbeitenden Probe 5 dienender Probenhalter 6 wird von einem ebenfalls im Vakuumraum untergebrachten Motor 7 um seine eigene Achse gedreht, und zwar um die zur Achse der Dreheinführung 1 senkrechte Achse. Der Probenhalter 6 mit dem Motor 7 ist auch um die mit der Dreheinführung 1 zusammenfallende Drehachse 8 drehbar. Unterhalb des Probenhalters ist eine kleine Lichtquelle 9 angeordnet, und oberhalb desselben ein Mikroskop 10, mit dem die Wirkung des Ionenbeschusses auch während des Betriebes beobachtet werden kann.

Die Lage des Angriffspunktes der auf die Probe auftretenden Ionenstrahlen kann geändert werden, indem die Ionenquellen I1 und I2 um die Drehachsen 2 und 4 etwas gedreht werden oder auf dieseⁿ etwas verschoben werden. Zur Änderung des Beugungswinkels der Ionenquellen I1 und I2 wird die Ionenquelle I2 um die Drehachsen 3 und 4 in entgegengesetzter Richtung verdreht. Schließlich kann die Änderung des Einfallswinkels der Ionenstrahlen sowohl durch eine Drehung der Dreheinführung 1 als auch durch eine Drehung des Probenhalters 6 um die Drehachse 8 erfolgen.

Eine mögliche Ausführungsform der Dreheinführung 1 zeigen die Fig. 2 und 3. Ein Körper 11 der Dreheinführung 1 ist unter Einfügung eines die Vakuumdichtung sichernden O-Ringes 12 und einer Teflonunterlage 13 mittels eines Gewinderings 14 an der Wand einer Vakuumkammer 15 schwenkbar befestigt. Zwischen den beiden exzentrischen Bohrungen des Körpers 11 ist in die größere, ähnlich wie oben beschrieben, eine ebenfalls drehbare Einlage 16 eingepaßt, auf der, ebenfalls exzentrisch, eine weitere Bohrung ausgebildet ist. Diese Einlage 16 bildet die Drehachse 3. In den beiden kleinen Bohrungen sind die Drehachsen 2 und 4 der Ionenquellen gelagert, wobei diese Drehachsen 2 und 4 jeweils drei Bohrungen enthalten, die zur Zuführung des Kühlwassers und des in die Ionenquellen einzuleitenden Gases dienen. Die Gewinderinge 17 bzw. 18 an der Einlage 16 bzw. an dem Ende der Drehachse 4 dienen ebenso wie der Gewindering 14 zum Regulieren des auf die Dichtungsringe einwirkenden Druckes. Der Körper 11 bzw. die Einlage 16 und die Drehachsen 2 und 4 können mittels der Arme 19 bzw. 20 und 21, 22 von außen verdreht werden.

Am Ende der Drehachse 2 ist ein weiterer Gewindering 23 angeordnet, der sich gegen den Körper 11 abstützt. Durch Verdrehen desselben kann die Drehachse 2 parallel zu sich selbst verschoben werden. Das Verschieben der Drehachse 4 macht den weiter unten erklärten verschiebbaren Probenhalter überflüssig.

Eine mögliche Ausführungsform des zur Probenaufnahme dienenden Probenhalters 6 zeigen die Fig. 4 und 5. Der Motor 7 treibt den sich im Sitz 24 drehenden verzahnten Ring 25 an. Zwischen zwei daran befestigten Halteplatten 26 und 27 liegt eine Einlageplatte 28 mit dem zur Aufnahme der zu verdünnenden Probe 5 geeigneten Gesenk 29. Die Halteplatte 26 ist so ausge-

bildet, daß die Einlageplatte 28 mittels der auf der Halterplatte 27 befindlichen vier Bohrungen 30 in jeder Richtung verschoben werden kann, so daß unter dem Mikroskop jeder Punkt der zu verdünnenden Probe 5 in den Drehmittelpunkt geschoben werden kann.

Der nach der oben erläuterten Methode ausgebildete flache (ca. 1,5 mm dicke) Probenhalter 6 ermöglicht z.B. einen Ionenbeschuß mit einem Neigungswinkel von 87° zur Normalen und zwar von beiden Seiten.

Es ist vorteilhaft, wenn das Material der Halteplatten 26, 27 und der Einlageplatte 28 des Probenhalters 6 Titan ist, welches unter der Einwirkung des Ionenstrahles nur in geringem Maße zerstäubt, wobei eine weitere vorteilhafte Eigenschaft darin besteht, daß die Einschlagstelle der Ionen sichtbar wird, da Titan unter der Einwirkung von Ar-Ionenstrahlen sichtbares Licht emittiert.

Der Längsschnitt einer möglichen Ausführungsform der Ionenquelle zeigt Fig. 6.

Die gemeinsame Anode 33 liegt zwischen den beiden einander gegenüberstehenden Kathodenteilen 31 und 32 des auf Erdpotential liegenden drehsymmetrischen, fokussierenden Elektrodensystems und ist zur Erhöhung des Ionenstromes auf der Probenseite mit einer asymmetrischen konischen Anodenbohrung 34 versehen.

Die schnell zerstäubenden Teile des Kathodensystems können ohne völlige Auseinandernahme der Ionenquelle ausgetauscht werden. Ähnlich sind die mittleren Teile der Anode austauschbar, deren Haltering 35 über Porzellanisolatoren 36 an der Grundplatte 37 des Gehäuses befestigt ist. Zum leichteren Instandhalten besteht das Ge-

häuse aus drei Teilen. Von diesen ist der mittlere Teil 38 mit einem Gewinding 40 an einem die gesamte Ionenquelle haltenden Kühlwasserrohr 39 befestigt, an dem auch eine Gaseinführung 41 angeschlossen ist. Die Grundplatte 37, die auch einen Hochspannungsanschluß 42 trägt, kann zusammen mit der Anodenarmatur ausgeschraubt werden. Ähnlich ist auf der Austrittsseite der den Kathodenteil 31 tragende Deckel 43 ausschraubbar.

Wie Versuche gezeigt haben, bildet sich in der so aufgebauten Ionenquelle ein ionisierter Kanal mit kleinem Durchmesser und großer Stromdichte, und daraus ergibt sich, daß der austretende Ionenstrahl ebenfalls einen kleinen Durchmesser hat und sich kaum verbreitert. Dadurch kann die erforderliche Stromdichte leicht gesichert werden (z.B. zur Erreichung einer Geschwindigkeit von etwa $50 \mu\text{m}/\text{Stunde}$ bei Si). Es kann auch mit Ablenkungselektroden, die hinter der Austrittsöffnung angebracht sind (nicht dargestellt), eine Raster-Ionenquelle verwirklicht werden. Der tatsächliche verdünnende Ionenstrom, auf dem isolierten Probenhalter oder der ^{mit} diesem zusammenhängende Ionenstrom kann mit Hilfe einer auf einer beliebigen Seite angeordneten Anfangselektrode gemessen werden.

Durch die erfindungsgemäße Lösung wurden folgende Vorteile erzielt:

a) Die Ionenquellen I1 und I2 können gegenüber der Probe und zueinander verschwenkt werden und sind unabhängig voneinander zentrierbar. Dadurch ergeben sich folgende Möglichkeiten.

- die beiden einander gegenüberstehenden Ionenquellen können bei gleichzeitigem Betrieb die Probe sowohl von der Vorderseite als auch von der Rückseite aus verdünnen,

- bei zweckmäßiger Anwendung des aus den Ionenquellen austretenden schmalen Ionenstrahles mit großer Stromdichte wird die Probe bei Beschuß unter einem kleinen Winkel, bezogen auf ihre Berührungsebene, nur auf der entsprechenden Stelle vom Ionenstrahl berührt, so daß neben der hohen Zerstäubungsgeschwindigkeit die Strahlenbelastung der Probe gering bleibt,
 - mit den beiden einander gegenüberstehenden Ionenkanonen kann bei einer von einer Seite verdünnten Probe, wo der Drehmittelpunkt des Probenhalters gegenüber dem Angriffspunkt der Ionenstrahlen verschoben ist, ein Ringbereich in die Probe geätzt werden (im Fall einer Quelle ergibt sich eine Oberflächenstruktur, die die Transmissionselektronenmikroskopuntersuchungen stört).
- b) Der Probenhalter kann senkrecht zur Ionenkanone verschoben werden und ist auf seiner Achse drehbar, weiterhin kann innerhalb des Probenhalters der Drehmittelpunkt der zu verdünnenden Probe eingestellt werden. Dadurch ergeben sich folgende Möglichkeiten:
- die Zerstäubung an der Probenrückseite kann mit einem optischen Mikroskop kontrolliert werden.
 - zusammen mit der erwähnten Möglichkeit einer Ätzung des Ringbereiches bzw. bei Berücksichtigung der Intensitätsverteilung des Ionenstrahles ist die Ausbildung eines Untersuchungsbereiches für die Transmissionselektronenmikroskopie mit relativ großem Durchmesser ($\leq 0,5$ mm) möglich,
 - die Verdünnung eines nicht unbedingt in der Probenmitte liegenden, vorher ausgewählten Gebietes (Zielpräparierung) ist gegeben.
-
- d) Der durch die Einwirkung des Ionenstrahles leuchtende Probenhalter ermöglicht die genaue Einstellung der Ionenkanonen bzw. der Lage des Probenhalters bzw. eine schnelle Korrektur der während des Betriebes durch Ladungseinwirkungen erfolgenden Ionenstrahlverschiebungen.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Einrichtung zur Ionenstrahlbearbeitung, insbesondere zur Verdünnung von Festkörperproben, die mit einem Vakuumraum versehen ist, in dem ein die zu bearbeitende Probe tragender Probenhalter und mindestens zwei Ionenquellen untergebracht sind, wobei der Probenhalter und die Ionenquellen relativ zueinander um eine zentrale Drehachse drehbar gelagert sind, gekennzeichnet dadurch, daß die Ionenquellen (I1, I2) unabhängig voneinander um zwei weitere Drehachsen (2, 4) drehbar und auf diesen verschiebbar gelagert sind.
2. Einrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Drehachsen (2, 4) der Ionenquellen (I1, I2) parallel zueinander verlaufen und in einer gemeinsamen, in einer den Vakuumraum begrenzenden Wand angeordneten Dreheinführung (1) gelagert sind.
3. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 2, gekennzeichnet dadurch, daß der Probenhalter (6) um eine mit der Achse der Dreheinführung (1) zusammenfallende Drehachse (8) drehbar und auf dieser verschiebbar gelagert ist.
4. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß eine den Probenhalter (6) in seiner eigenen Ebene drehende Vorrichtung vorgesehen ist, wobei der Probenhalter eine Verschiebung des Drehmittelpunktes der Probe (5) ermöglicht.
5. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß der die Probe unmittelbar umgebende Teil des Probenhalters (6) aus Titan besteht.

6. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß die Ionenquellen (I1, I2) mit einer den austretenden Ionenstrahl ablenkenden, steuerbaren Einrichtung versehen sind.
7. Ionenquelle, insbesondere für die Einrichtung nach Anspruch 1, zur Erzeugung eines Ionenstrahles von großer Stromdichte und kleinem Durchmesser, die mit einer in ihrer Mitte mit einer Öffnung versehenen Anode und einer Hohlraumkathode mit zwei auf beiden Seiten der Anode angeordneten Kathodenteilen versehen ist, gekennzeichnet dadurch, daß beide Kathodenteile (31, 32) auf der der Anode (33) zugekehrten offenen Seite mit einer Verengung (44) und auf der dieser gegenüberliegenden Seite mit einem in Richtung der Anode in den Hohlraum hineinreichenden konischen Teil (45) versehen sind.
8. Ionenquelle nach Anspruch 7, gekennzeichnet dadurch, daß die Anode (33) mit einer konischen Zentralbohrung (34) versehen ist, die mit einem sich in Richtung des auf der Austrittsseite der Ionenquelle liegenden Kathodenteils (31) vergrößernden Durchmesser ausgebildet ist.
9. Ionenquelle nach einem der Ansprüche 7 und 8, gekennzeichnet dadurch, daß der auf der Austrittsseite der Ionenquelle angeordnete Kathodenteil (31) eine sich nach innen verbreiternde Austrittsöffnung (46) besitzt.
10. Ionenquelle nach einem der Ansprüche 7 bis 9, gekennzeichnet dadurch, daß hinter der Austrittsöffnung (46) des Kathodenteiles (31) eine oder mehrere Ablenkungselektroden untergebracht sind.

- Hierzu 5 Blatt Zeichnungen -

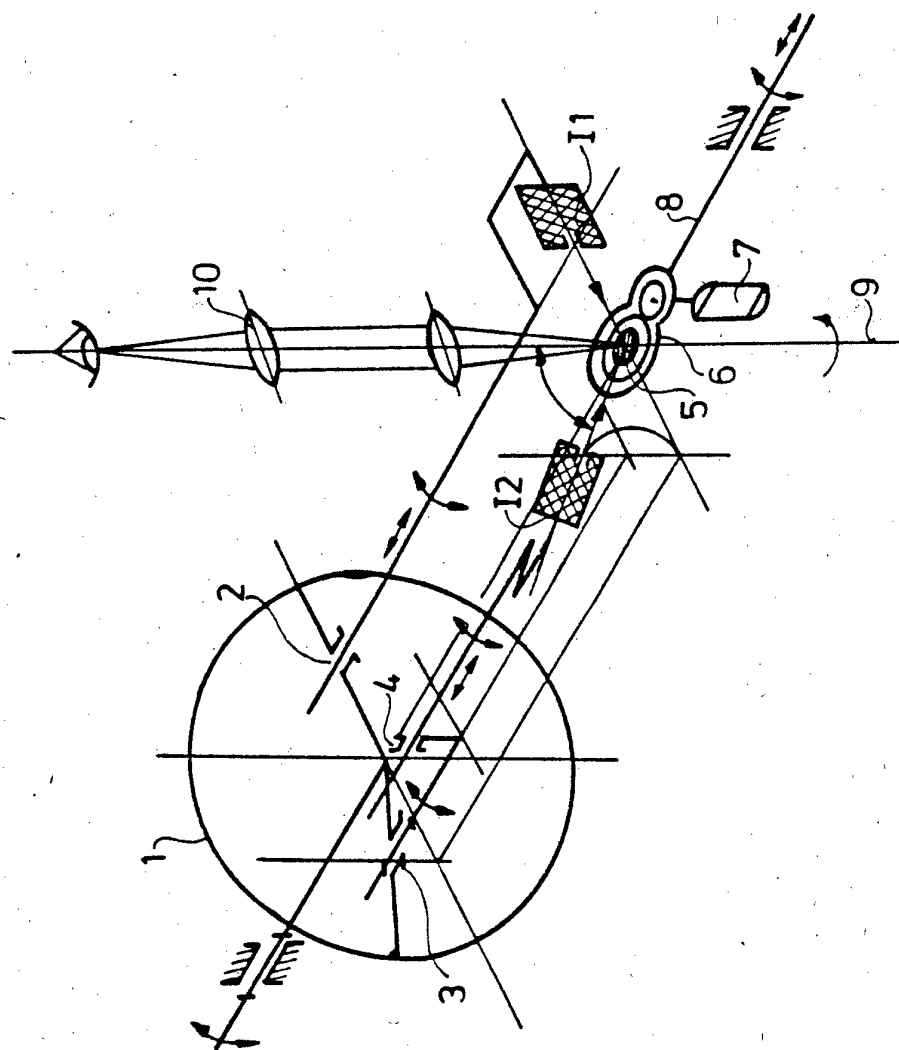


Fig.1

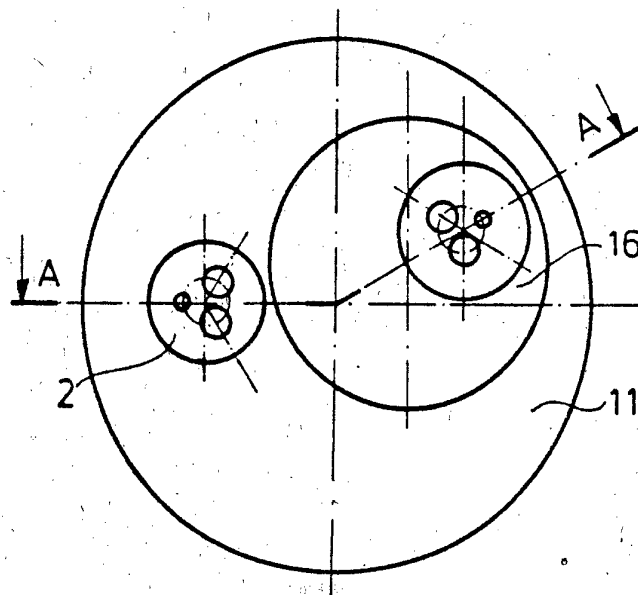


Fig. 2

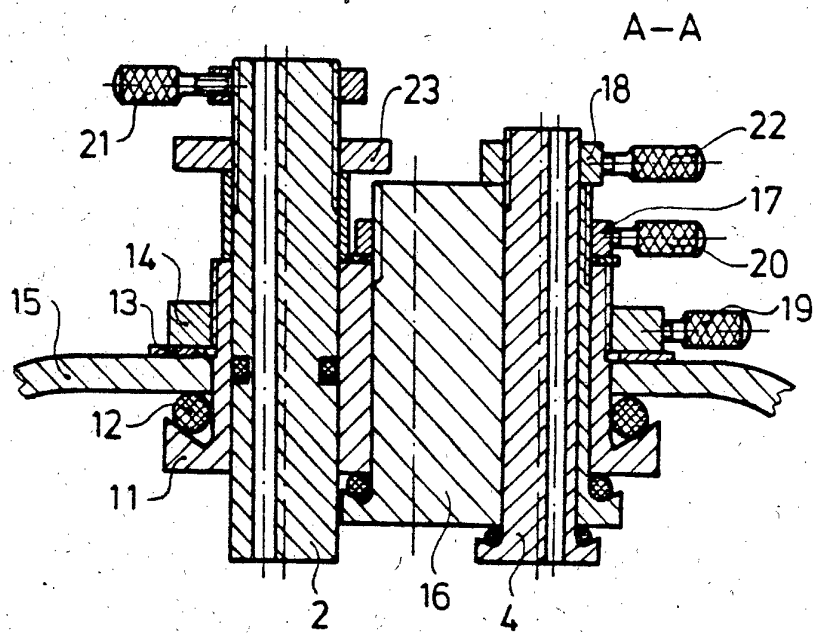


Fig. 3

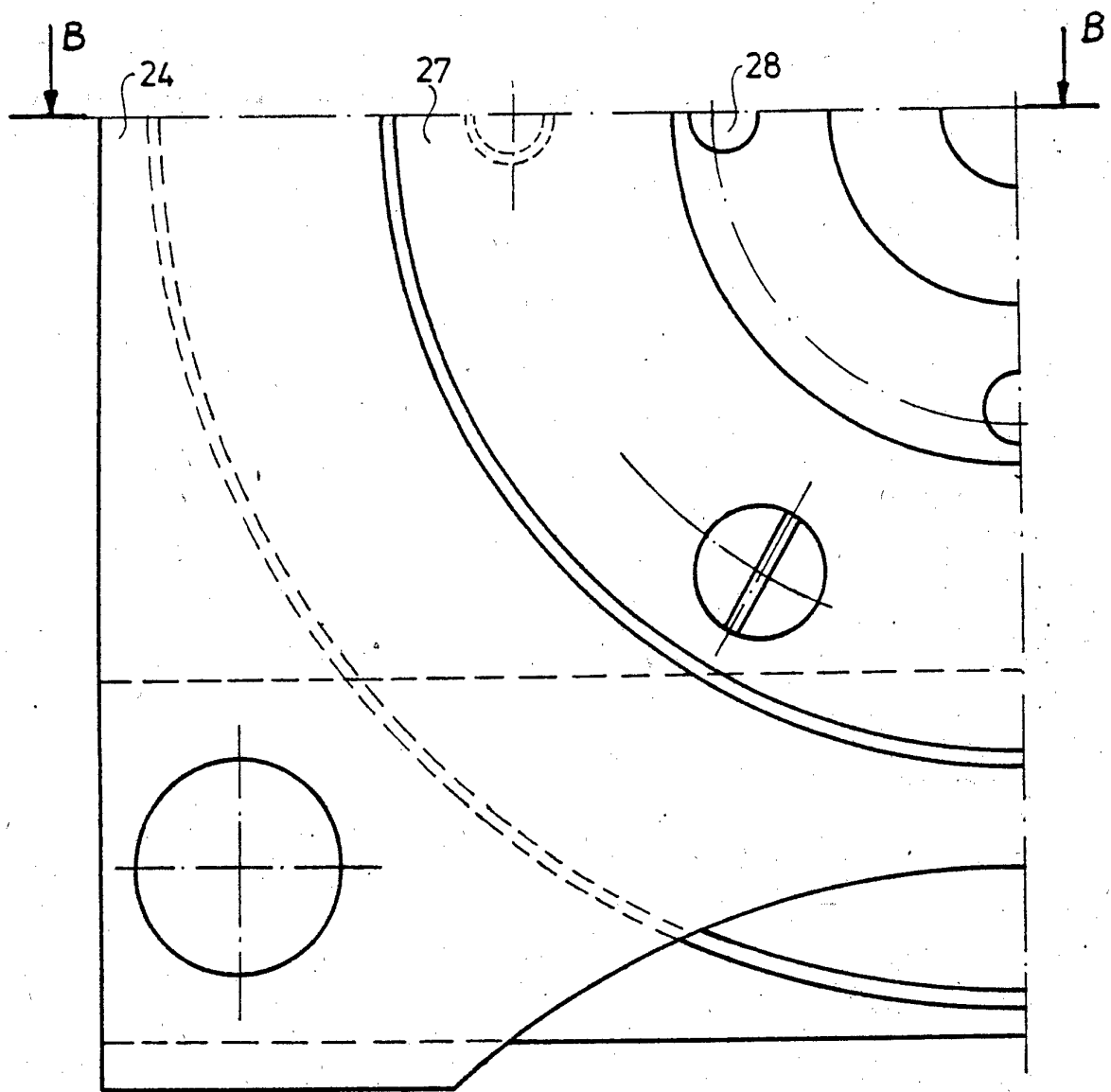


Fig.4

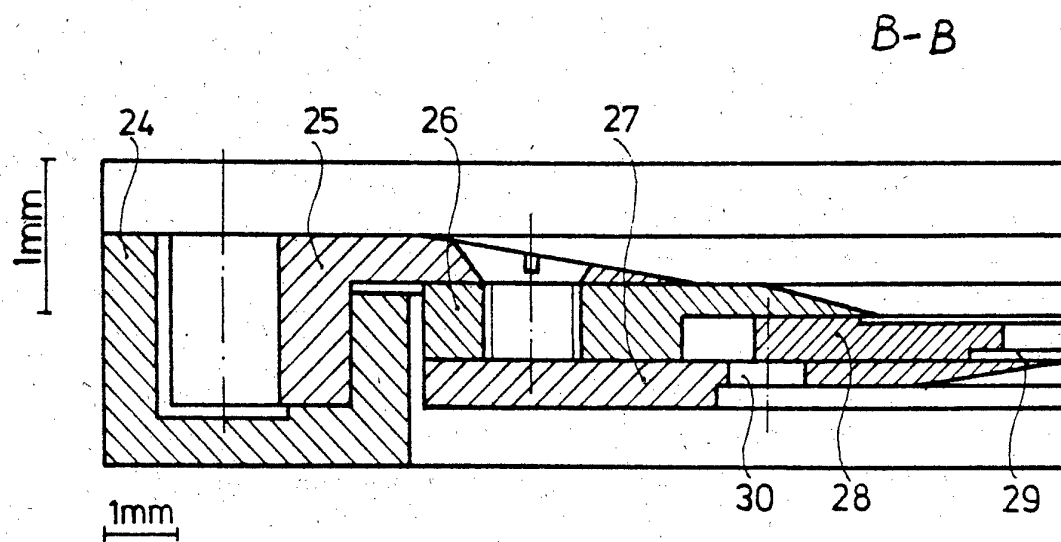


Fig. 5

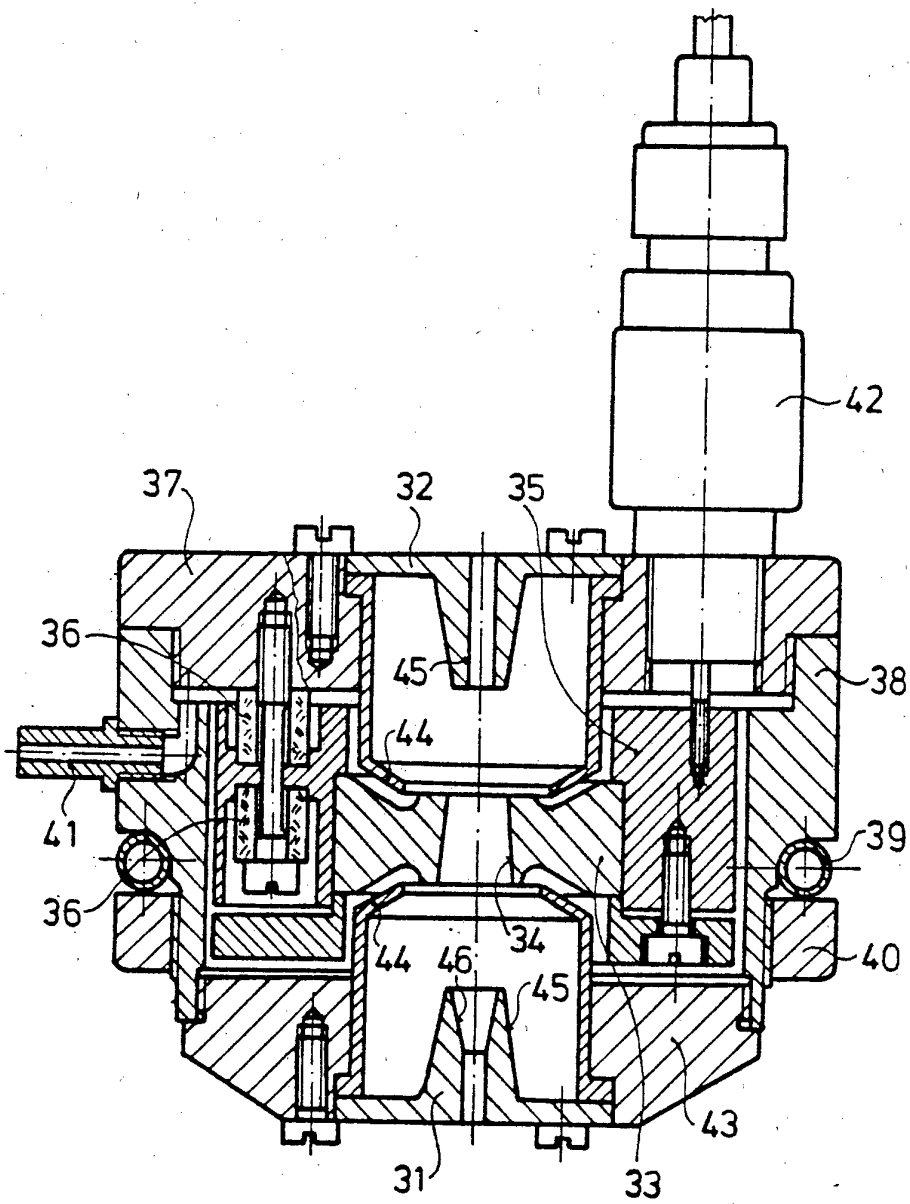


Fig. 6