

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5249955号  
(P5249955)

(45) 発行日 平成25年7月31日(2013.7.31)

(24) 登録日 平成25年4月19日(2013.4.19)

(51) Int.Cl.

G01N 1/32 (2006.01)  
G01N 1/28 (2006.01)

F 1

G01N 1/32  
G01N 1/28

F

請求項の数 22 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2009-552039 (P2009-552039)  
 (86) (22) 出願日 平成20年3月3日 (2008.3.3)  
 (65) 公表番号 特表2010-520465 (P2010-520465A)  
 (43) 公表日 平成22年6月10日 (2010.6.10)  
 (86) 國際出願番号 PCT/CH2008/000085  
 (87) 國際公開番号 WO2008/106815  
 (87) 國際公開日 平成20年9月12日 (2008.9.12)  
 審査請求日 平成22年11月17日 (2010.11.17)  
 (31) 優先権主張番号 358/07  
 (32) 優先日 平成19年3月6日 (2007.3.6)  
 (33) 優先権主張国 スイス (CH)

(73) 特許権者 501129941  
 ライカ ミクロジュステーメ ゲーエムペ  
 ーハー  
 オーストリア A T - 1 1 7 O ウィーン  
 ヘルナルザー ハウプトシュトラーゼ  
 2 1 9  
 (74) 代理人 100080816  
 弁理士 加藤 朝道  
 (74) 代理人 100098648  
 弁理士 内田 深人  
 (72) 発明者 グリュネヴァルト、ウォルフガンク  
 ドイツ連邦共和国 0 9 1 2 2 ケムニッ  
 ツ ヨハンーリヒターシュトラーゼ 9

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】電子顕微鏡検鏡用試料の作製法

## (57) 【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、イオンエッチ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(J1, J2, J3)がこれらの横断面で見て、試料表面(3)において互いに接触するおよび/または部分的に重畠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(J1, J2, J3)を所定の角度( )で相互に配向して試料表面(3)に導き、該イオンビーム(J1, J2, J3)は1つの平面内にあり、

試料(1)も該イオンビーム(J1, J2, J3)も、イオンエッチング中には移動されず、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】

斜切エッチング法にもとづき、イオンビーム(J1, J2, J3)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(J1, J2, J3)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(J1, J2, J3)を、それぞれ、少なくとも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(J1, J2, J3)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(J1, J2, J3)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これらの横断面で見て、投射ゾーン(4)において互いに接触されるおよび/または部分的に重畠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。 10

**【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3つのイオンビーム(J1, J2, J3)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3つのイオンビーム(J1, J2, J3)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。 20

**【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)のビーム径を投射ゾーン(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。 30

**【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ティ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～12keV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】**

エッティング処理中において、観察手段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。 40

**【請求項 15】**

エッティ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 16】**

イオンビーム斜切エッティングの場合、10μm～100μmの範囲の間隔をもって試料表面(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、 50

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 $0^\circ \sim 10^\circ$ 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17】

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16の方法。

【請求項18】

ワイヤシャドウ法の場合、ワイヤ（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19】

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18の方法。

【請求項20】

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ることを特徴とする請求項3または18の方法。

【請求項21】

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17または20の方法。

【請求項22】

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20の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、請求項1の上位概念部（前置部）にもとづき固体材料から切取る形式の電子顕微鏡検鏡用試料を作製する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子顕微鏡検鏡用試料は、多様な態様で作製できる。試料を電子顕微鏡で検査できるよう、検査すべき試料表面をエッチング法で露出することによって、対応して所定の如く上記試料を加工しなければならない。走査式（ラスタ）電子顕微鏡法（REM）検鏡の場合、所望の表面を調査する。透過電子顕微鏡法（TEM）で試料を検査する場合、TEMにおいて電子が試料を通過し、透過で試料を検査できるよう、エッチングによって試料を薄く加工する。この場合、解像品質は、試料品質に全く本質的に依存する。このため、試料は、REM法について対応して所望の表面範囲に関してまたはTEM法について所望の且つ所定の厚さに関して、対応して適切なエッチング操作によって均一に調整できなければならない。この場合、上記エッチング操作において、試料構造が操作自体によって変化されないと云うことが重要である。このような試料を作製する場合、以降においてREMまたはTEMによって試料を検鏡できるよう、まず、被検体から被検材料片を機械的に切り出し、次いで、エッチング処理する。これに関して、湿式化学的エッチング法は、目的を達成できない。従って、現在、REMまたはTEMによる高品質の電子顕微鏡検鏡の場合、真空中でイオンビームを使用してイオンエッチング（例えば、スパッタエッチング）によって試料を処理する。イオンビームとして、例えば、径が約1mmのアルゴンイオンビームを使用する。この間において、電子顕微鏡検鏡用試料は、各種の態様で調製できるよ

10

20

30

40

50

うになっている。現在、イオンビームエッティングによる試料加工について、特に3つの方法が知られている。

#### 【0003】

イオンビーム斜切エッティングは、ラスタ（走査式）電子顕微鏡法（REM）用断面試料の作製のため以前から使用されている方法である。この方法の場合、試料表面の一部をマスクで被覆する。被覆されていない表面部分は、1種の斜切部分（Boeschung）が生ずるまで、イオンエッティングする。この斜切部分において、試料の断面構造を検鏡する。得られたカット深さは、最小 $2.0\text{ }\mu\text{m}$ ～最大 $50\text{ }\mu\text{m}$ の範囲にある。調製時間は、材料およびエッティング深さに応じて、数分間～数時間の範囲にある。均一に切除された切断面を得るために、エッティング操作中、試料を振動させる必要がある。これは、特に、半導体工業において見られる如くスパッタ割合が著しく異なるバタン化材料について妥当する。斜切部分の作製のために使用される現時点での公知の方法および技術は、唯一のイオン源または唯一のイオンビームを使用する。特にマイクロエレクトロニクスの分野における増大する要求は、この公知の方法では達成できないような方向、即ち、 $1\text{ mm}$ 以上の大きい切断深さと同時に短い調製時間および優れた調製品質の方向を指向する。10

#### 【0004】

他の公知の調製法は、いわゆるワイヤシェイディング法（以下「ワイヤシャドウ法」という）である。ワイヤシャドウ法は、極めて大きい電子透過範囲（数mmの長さ）を有するTEM試料の作製に使用される（特許EP1505383A1）。この場合、エッティングすべき試料の表面に細いワイヤまたはファイバを接着し、通常のイオン源によって表面に垂直に試料を投射する。ワイヤによるシェイディング（シャドウ＝即ち影）により、薄い部分は電子透過性である楔状の試料が生ずる。試料の厚さは、事前に約 $100\text{ }\mu\text{m}$ に機械的加工により減少される。試料材料のエッティング選択性を避けるため、エッティング操作中に試料を振動させる。この方法の場合も、大きいエッティング深さと同時に短いエッティング時間および優れた調製品質の方向を指向する要求が存在する。20

#### 【先行技術文献】

#### 【特許文献】

#### 【0005】

#### 【特許文献1】特許EP1505383A1

#### 【発明の概要】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0006】

これらの要求は、現在のエッティング技術によっては、斜切法についてもワイヤエッティングについても満足されない。

#### 【0007】

他の公知の普及している調製法は、TEM標準調製法である。TEM標準試料のイオンビーム調製の場合、機械的に加工ずみの、径が約 $3\text{ mm}$ で厚さが約 $20\text{ }\mu\text{m}$ ～最大 $50\text{ }\mu\text{m}$ の範囲の試料を使用し、2つのイオン源で1つの試料側からエッティングするか、それぞれ1つのイオン源で各試料側、例えば、前（表）側および後（裏）側をエッティングする。エッティング操作中、エッティング構造（エッティングに起因する構造の影響）を避けるため、試料を回転または振動する。他の方法として、イオンビームを試料に対して移動することもでき、あるいは、双方を移動することもできる。この方法の場合も、大きいエッティング深さとともに短いエッティング時間および優れた試料品質の方向の要求は実現されないか、又は要求の実現には多大の工数ないし経費が必要である。40

#### 【0008】

本発明の課題は、先行技術の欠点を排除することにある。特に、短い調製時間で大きいカット深さを実現でき、高い確実性および達成可能な良好な試料品質において高い経済性を達成できるエッティング法を実現することを意図する。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0009】

10

20

30

40

50

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。

即ち、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3つのイオンビームがこれらの横断面で見て、試料表面において互いに接触するおよび/または部分的に重畠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、該イオンビームは1つの平面内にあり、試料も該イオンビームも、イオンエッティング中には移動されず、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である。 10

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。 20

##### [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]

ワイヤ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。 30

##### [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]

好ましくはエッティ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。 40

##### [形態7]

単一のイオン源によって、少なくとも2つのイオンビームを同時に形成する形態1~6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

50

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ィルを調節する形態 1～11 の 1 つに記載の方法。 10

[形態 13]

イオンビームのイオンエネルギーを 200 eV～12 keV の範囲に、好ましくは 500 eV～8 keV 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。 20

[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、10 μm～100 μm 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。 30

[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°～180° の範囲、好ましくは 30°～140° 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]

ワイヤシャドウ法の場合、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、±20° の範囲、好ましくは ±10° の範囲、の角度（θ）をなすよう、配置する形態 3 または 19 の方法。 40

[形態 21]

イオンビームが、所定角度（θ）の円切片を形成し、この角度（θ）が、10°～180° の範囲好ましくは、30°～140° 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。

【0010】

本発明にもとづき、位置不变に設置され試料表面に所定角度をなして試料表面に投射される少なくとも2つのイオンビームで電子顕微鏡試料をエッティングする。この場合、試料は、同じく移動されず、従って、イオンビームと試料との間に相対運動は存在せず、かくして、全装置は、不動に設置された状態で運転される。本発明にもとづき、電子顕微鏡検鏡用試料を作製いる方法は、下記工程からなる。まず、固体材料から、例えば、機械的に、試料を切断する。補足の化学的および／または機械的処理を行うことができる。次いで、試料に形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投射ゾーンの範囲に、以降で電子顕微鏡によって試料の所望範囲において検鏡できる所望の検鏡範囲が露出されるまで、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。この場合、少なくとも不動の2つのイオンビームを所定の相互角度で試料表面に導き、かくして、イオンビームは、試料表面において互いに少なくとも接觸するか、又は交叉して投射ゾーンを形成し、試料およびイオンビームは、移動されず、従って、位置不变の状態で処理される。

#### 【0011】

本エッティング法の場合、エッティング操作中、観察手段によって静止試料を高い分解能で観察でき、従って、好ましくは、光学顕微鏡または走査式（ラスタ）電子顕微鏡によって、操作過程を管理できる。この観察は、全エッティング操作の推移において、少なくとも適時に行う。試料は、イオンエッティング前に、観察手段に対して配置・設定し、エッティング操作中、移動させないことが有利である。

#### 【0012】

特に、より大きいビーム能を許容でき、その結果、極めて敏感な試料の場合にも、より大きいエッティング速度を実現できるよう、エッティング操作中、試料を冷却できる。

#### 【0013】

かくして、短い調製時間において、大きいカット深さを達成できる。高い表面品質を達成でき、エッティング選択性を減少または回避できる。これに関する条件は、例えば、イオンビームの間の角度の選択、試料表面に対するイオンビームの投射角度の選択、ビームの同一のまたは異なるエネルギーの選択、ビーム径の選択、ビーム密度の選択および試料の投射範囲内のビーム位置の選択によって、最適に選択でき、装置に設定できる。数値は、個別におよび／または組合せて設定、調節または変更できる。更に、数値は、所定プログラムにもとづき、例えば、エッティング操作過程の進行に依存して、自動制御系によって変更または再調整することもできる。TEM試料について、少なくとも3つの不動のイオンビームを使用するのが有利であり、この場合、これらのイオンビームは、1つの平面内にある必要はない。斜切エッティング法またはワイヤシャドウ法のための試料について、2つの不動のイオンビームによっても、既に好適な結果が得られる。3つまたはより多数のイオンビームは、更に良好な結果をもたらし、この場合、これらの3つまたはより多数のイオンビームは、各個別の平面に設けて試料に導くのが有利である。

#### 【0014】

例えば、球状ハンダの調製には、斜切（スロープ）エッティング法が極めて好適である。この種の構造の場合、公知の方法に対応して振動運動を使用した場合、振動時に現れる投射角度の変化によって、極めて望ましくない“トンネル効果”が誘起される。これは、本発明にもとづき、複数の不動のイオンビームの使用によって、更にまた、各イオンビームの異なるエネルギーの使用によって、十分に抑制できる。

#### 【0015】

イオンビームは、各ビームについて、各独自のイオン源によって形成できるか、更に有利には、少なくとも2つのイオンビームを单一のイオン源によって形成でき、この場合、これら（のイオンビーム）は、共通のイオン源ユニット（例えば、プラズマ）から抽出によって形成できる。

#### 【0016】

好ましい実施例の場合、3つのイオン源を、1つのハウジングに組込み、それぞれ60°の相互角度に配置する。イオンビームは、試料表面の選択した点または投射ゾーンに向

10

20

30

40

50

けることができる交点を形成する。ビームは、 $60^\circ \sim 120^\circ$  の扇形を形成する。この場合、使用例（エッティング深さまたはエッティング幅）に依存して試料表面に関して  $0^\circ \sim 180^\circ$ ，好ましくは、 $20^\circ \sim 160^\circ$  の角度が生じ、各ビームの交点が試料の選択可能な投射ゾーンに生ずるよう、ビームは、異なる方向から試料表面に投射しなければならない。扇形は、2つまたはより多数のビームによって形成できる。これは、1つまたは複数のイオン源から抽出した複数のイオンビームによって形成できる。扇形の角度は、切削速度または表面品質に影響を与える。

#### 【0017】

斜切エッティング (Boeschungsaetz) 法の他の好ましい実施例の場合、それぞれ  $60^\circ$  だけシフトされ扇形 ( $60^\circ \sim 120^\circ$ ) を形成するイオン源を使用する。角度の大きさの調節によって、異なる結果を達成でき、かくして、要望に応じて調節できる。より小さい角度、例えば、 $60^\circ \sim 120^\circ$  の角度は、切削速度を増大するが、他方、エッティング選択性の大きい試料の場合には特に、強い優先方向を構成する。ビームのイオンエネルギーは、 $200\text{ eV} \sim 12\text{ keV}$  の範囲、好ましくは、 $500\text{ eV} \sim 8\text{ keV}$  の範囲にある。各イオン源のイオンエネルギーは、所定のエッティングプロファイルの達成のため、変更できる。

10

#### 【0018】

試料表面の投射面における交叉領域において各イオンビームを異なる方向から互いに接触および／または重畠させることによって、優先方向の回避のために試料を回転する必要のない上述の投射扇形 (Beschusssektor) が形成される。交叉領域の位置は、エッティング中も、調整または調節できる。かくして、各ビームのプロファイルの影響が減少され、操作調節の臨界性が減少され、かくして、確実性が向上される。イオンエネルギーおよび流動密度は、例えば、試料の熱感度に依存して選択することもできる。即ち、重要なパラメータの適切な調節可能性にもとづき、提示の方法によって、プロセス管理の高度のフレキシビリティを実現でき、かくして、高いプロセス生産性において、多様な試料に対して容易に適合を取ることができる。

20

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0019】

【図1】一平面内にある本発明に係る3つのイオンビームによる斜切エッティングの試料の斜視図である。

【図2】本発明に係るそれぞれ3つのイオンビームによって両側をエッティングするTEM標準試料の斜視図である。

30

【図3】一平面内にあり試料表面に直角に投射する本発明に係る3つのイオンビームによるワイヤシャドウ法の試料の斜視図である。

【図4】試料および直角に投射しないイオンビームの図3に対応する回転した（異なった）角度からの斜視図である。

【図5】(a) - (c) は一平面内にあり可能な異なる相互角度をなし且つ試料表面に可能な異なる投射角度をなすイオンビームの断面図である。

【図6】(a) - (c) は円錐面上にあり可能な異なる相互角度をなし且つ試料表面に可能な異なる投射角度をなすイオンビームの断面図である。

【図7】(a) - (d) は一平面内にあるイオンビームにおいて1直線上の接触状態および／または重畠状態の複数のイオンビームの投射ゾーンの可能な形状を示す試料表面の図面である。

40

【図8】(a) - (d) は一平面内にない（例えば、円錐形スリーブ面上にある）イオンビームにおいて接触状態および／または重畠状態の複数のイオンビームの投射ゾーンの可能な異なる形状を示す試料表面の図面である。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0020】

さて、以下に、本発明の実施例を示し、略図を参照して詳細に説明する。

#### 【0021】

平坦な被検体1を、例えば、ダイヤモンド工具によって被検材料から切出し、両側を機

50

械的に研磨する。かくして、試料 1 は、図 2 に示した如く、2 つの表面 3 a , 3 b を備えた 2 つの側と、厚さ d とを有する。これは、電子顕微鏡の観察装置 1 2 による T E M 観察に慣用の如き典型的な試料であり、試料 1 またはイオンビームを移動する T E M 標準エッチング法にもとづいても唯一つのイオンビームによって処理するものである。さて、本発明にもとづき、試料表面 3 の投射ゾーン 4 において接触または重畠する少なくとも 2 つのイオンビーム J 1 , J 2 , J ' 1 , J ' 2 によって、試料表面 3 の 1 つの側または両側 3 a , 3 b を同時にエッチングする。装置は、定置の状態で運転され、即ち、試料 1 もイオンビーム J 也相互に相対移動されない。少なくとも 3 つのイオンビーム J 1 , J 2 , J 3 を使用し、これらのすべてのイオンビームを投射ゾーン 4 において接触および / または重畠させれば、更に良好な結果が得られる。2 つのイオンビーム J は、( 相互間の ) 角度  $\theta$  で試料表面 3 に導かれる。これらのイオンビームは、1 種の円切片 ( セグメント ) を形成し、1 つの平面 1 0 を形成する。例えば、3 つのイオンビーム J ~ J 3 を相互角度  $\theta_1$  ,  $\theta_2$  ,  $\theta_3$  で使用した場合、上記イオンビームを各平面 1 0 ( 図 5 a ) に配置できるか円錐形スリープ面 1 1 上に配置でき、あるいは、3 つよりも多数のイオンビームを使用する場合、各イオンビーム J を円錐内にも配置できる ( 図 6 ) 。すべてのイオンビーム J が交叉 ( 統合 ) される円錐先端は、それぞれ、エッチングされる試料表面 3 の投射ゾーン 4 の範囲内にある。平面 1 0 および / または円錐体 1 1 の中心軸線 Z , Z ' は、図 5 および 6 に模式的に示した如く、試料表面 3 に直角に向けることができるか、試料表面 3 の法線 N に対して角度  $\alpha$  だけ傾斜させて配置できる。所望の被検試料厚さまたはエッチングされ投射ゾーン 4 ' を備えた表面が得られたならば直ちに、エッチング操作を終了でき、試料 1 を T E M によって観察方向 1 2 ( を示す矢印 ) へ高い解像度で観察できる。観察方向 1 2 は、エッチングされた試料表面 3 、即ち、エッチング操作終了時のイオンビーム J の投射ゾーン 4 ' と同一の観察表面 2 0 に至る。  
10  
20

#### 【 0 0 2 2 】

斜切エッチング法のための装置および試料 1 を図 1 に模式的に示した。本方法は、高経費でより煩瑣な斜切エッチング法に特に好適である。試料 1 は、被検材料から切出す。選択した試料表面 3 に、平坦なマスク 2 を当接する。この場合、マスク面は、試料表面に直角に配置するのが有利である。マスクは、マスク ( 面 ) が、試料表面 3 から幾分離隔して配置され、 $10 \mu m \sim 100 \mu m$  の範囲の間隔 ( 空隙 ) で続き、かくして、双方の表面は、上記範囲において、境界線を形成する。この境界線の範囲には、ビーム径 q の少なくとも 2 つ、好ましくは、3 つのイオンビーム J 1 , J 2 の投射ゾーン 4 が設定される。複数のイオンビーム J は、1 つの平面 1 0 に配列され、この平面は、上記境界線を通って ( durch ) 延びる。イオンビームを備えた上記平面 1 0 は、試料表面 3 に直角に配置するのが有利であり、マスク 2 の表面に平行に配置できる。平面 1 0 は、マスク 2 の表面に対して、 $0^\circ \sim 10^\circ$  の範囲、好ましくは、 $0^\circ \sim 5^\circ$  の範囲に若干傾斜させて配置することもできる。かくして、被処理試料材料および所望の被検結果に応じて、エッチング操作を最適に調節できる。  
30

#### 【 0 0 2 3 】

原試料表面 3 の投射ゾーン 4 から始まる以降のエッチング操作によって、材料を、好ましくは、イオンビーム J の方向へ、試料 1 から切除し、かくして、更に深くなった投射ゾーン 4 ' によって、1 種のミゾが生ずる。即ち、投射ゾーン 4 , 4 ' は、エッチング操作の進行に依存して移動する。試料 1 内で、同じく掃過または散乱するビームによって、平面 1 0 の側方へ、即ち、イオンビームの側方へ、軽くエッチングが行われ、所望の被検箇所には、表示の観察面 2 0 を形成する、いわゆる、斜切部 ( スロープ、Boeschung ) 5 が生ずる。この種の試料の場合、R E M の観察方向 1 2 は、試料側面に、特に、観察面 2 0 に直角に向けるのが有利である。この好ましい使用の場合、すべてのイオンビーム J は、1 つの平面 1 0 内に配列される。これらのイオンビームは、異なる角度  $\theta_1$  ,  $\theta_2$  ,  $\theta_3$  をなすことができ、即ち、1 種の円切片 ( セグメント ) を形成する。この場合、形成された円切片が、 $10^\circ \sim 180^\circ$  の範囲、好ましくは、 $30^\circ \sim 140^\circ$  の範囲の角度をなせば有利であり、すべてのイオンビームは、上記円切片のうち上記イオンビームによ  
40  
50

って形成された平面 10 内にある。イオンビームの数に応じて、より大きい角度をなし且つ円切片を限定する 2 つのイオンビームによって閉じられた円切片内に他のイオンビームも存在する。イオンビームは、図 5 ( a ) - 5 ( c ) に模式的に示した如く、試料表面の垂線 ( 法線 ) N に関して対称にまたは非対称に配列できる。このように構成された上記円切片の中心軸線 Z は、所望のエッティング操作を更に調節するため、上記垂線 N に対して角度  $\theta$  だけ傾斜させることもできる。この場合、角度  $\theta$  は、 $\pm 20^\circ$  の範囲、好ましくは、 $\pm 10^\circ$  の範囲にある。

#### 【 0024 】

図 3 および 4 に、同じく本方法のための好ましい調製態様をなすワイヤシャドウ法の装置を示した。同図に、見やすいよう試料 1 を若干回転した 2 つの異なる図面を示した。 10

#### 【 0025 】

被検体は、長さ l および厚さ d の長い被検体 1 が得られるよう、例えば、ダイアモンドソーによって、試料材料から切出す。マイクロエレクトロニクスウェーハから切出した試料が対象である場合、この試料 1 は、更に被覆層または層系 ( 図示していない ) を含むことができる構造 ( パタン ) 化表面 3 を有する。予設定した小さい径のワイヤまたはファイバ 7 を、例えば、接着剤で、試料表面 3 に固定する。通常、約  $100 \mu\text{m}$  又はそれより小さく  $10 \mu\text{m}$ までの試料幅 d を選択する。張付けるべきファイバは、径が試料幅 d より小さく、マスクを形成する。さて、本発明にもとづき、少なくとも 2 つの、好ましくは、3 つのイオンビーム J を、好ましくは、試料表面 3 に直角に、投射ゾーン 4 のあるファイバ 7 へ向ける。この場合、垂線 ( 法線 ) N は、平面 10 内にある。平面 10 は、ワイヤの方向に平行に配置されるか、ないしは完全にワイヤ軸線を含んで ( 延在するよう ) 配される。 20

若干のエッティング時間後、試料 1 の材料切除によって、試料 1 の両側に、エッティング操作の終了時に TEM の観察表面 20 を形成するフランク 6 が構成される。更に、図 3 および 4 に示した如く、試料の櫛状尖端が構成されることも認められる。試料 1 は、試料の長さ l に直角に見て ( 直角の断面において ) 明確なくさび状構造が生ずるよう、イオンビーム J によって強くエッティングする。さて、試料 1 の両側のエッティングされたフランク 6 は、長い櫛を包含し、この櫛は、先細に推移し、試料縦方向に直角な矢印で示した如く、試料の側から、好ましくは、直角な観察方向 12 へ行われる TEM 観察のために、上記範囲において電子透過性である。ファイバ 7 は、この状態において、同じく強くエッティングされる。 30

#### 【 0026 】

この場合も、斜切エッティングについて既に説明した如く、イオンビームによって、1 種の円切片が、平面 10 内に形成され、イオンビームは、試料表面 3 へ向けて異なる角度で投射でき、或いはまた、全体として傾斜状態に配置できる。この場合、形成された円切片は、 $10^\circ \sim 180^\circ$  の範囲、好ましくは、 $30^\circ \sim 140^\circ$  の範囲の角度  $\theta$  をなせば有利であり、すべてのイオンビームは、上記円切片の上記イオンビームによって形成された平面 10 内にある。イオンビームの数に応じて、上述の最大角度をなし円切片を画成する 2 つのイオンビームによって閉じられた円切片内に、更なるイオンビームも存在する。イオンビームは、図 5 ( a ) - 5 ( c ) に模式的に示した如く、試料表面の垂線 ( 法線 ) N に関して対称にまたは非対称に配列できる。このように構成された上記円切片の中心軸線 Z は、所望のエッティング操作を更に調節するため、上記垂線 N に対して角度  $\theta$  だけ傾斜させることもできる。この場合、角度  $\theta$  は、 $\pm 20^\circ$  の範囲、好ましくは、 $\pm 10^\circ$  の範囲にある。 40

#### 【 0027 】

図 5 ( a ) ~ ( b ) に、共通の平面 ( 10 ) 内にあり試料表面に導かれるイオンビーム J の可能な各位置および入射方向を示した。図 5 ( a ) において、角度  $\theta$  をなす 2 つのイオンビーム J1, J2 によって形成された円切片の中心の対称軸線 Z は、試料表面 3 の垂線 N 上にあり、この場合、すべてのイオンビーム J の投射ゾーン 4 は、上記垂線上にあり、1 種の交点として上記垂線に統合される。この対称的配置の場合、双方のイオンビーム J1, J2 は、中心軸線 Z または垂線 N に対して、投射ゾーンの方向へ角度  $\theta/2$  をもって導

10

20

30

40

50

かかる。第3のイオンビームJ3を使用した場合、このイオンビームは、円切片を包含する双方の外側イオンビームJ1, J2に対して角度 $\alpha'$ 、 $\beta'$ をなす。更なるイオンビームは、円切片内に設置できる。円切片は、中心軸線Zが垂線Nに対して角度 $\gamma$ だけ傾斜するよう配置でき、即ち、図5(b)に示した如く、対応する非対称性を有する。すべてのイオンビームが垂線Nの1つの側に位置することになる傾斜状態を図5(c)に示した。これらの配置は、3つのすべての事例に適し、更に、斜切エッティング法およびワイシャドウ法に特に適する。

#### 【0028】

平面10内にない標準TEM試料の加工のための少なくとも3つのイオンビームJの配置のため、3つのイオンビームJ1~J3は、図6(a)~(c)に示した如く、投射ゾーン4に先端がある対応する角度 $\alpha$ をなして円錐面11上にあるよう導かれる。円錐中心軸線Zの角度 $\gamma$ だけ全装置を傾斜する方式は、図6(a)~(c)にもとづく1つの平面内の先行の構成と類似である。3つよりも多数のイオンビームの場合、これらのイオンビームは、より小さい角度差で円錐体内にある。

10

#### 【0029】

投射ゾーン4の範囲内の少なくとも2つのイオンビームJの各種の関連性を上面図である図7(a)~(d)に示した。横断面qのイオンビームは、すべて、同一平面10内にあり、少なくとも図示7(a)の表示に対応して投射ゾーン内で接触する。これらイオンビームは、すべて、投射ゾーン4と交差する平面10内の直線上にある。これらイオンビームは、図7(b)に示した如く、個々に重畠でき、または、図7(c)に示した如く、すべて重畠でき、または、図7(d)に示した如く、接触、重畠できる。

20

#### 【0030】

図8(a)~(d)に、少なくとも円錐面上または円錐面の間にあるイオンビームJの投射ゾーン4内の少なくとも3つのイオンビームJの関連性を示した。図8(a)に、投射ゾーン4内で接触する3つのイオンビームJ1~J3を示した。図8(b)に、部分的に重畠する3つのイオンビームを示した。図8(c)に、互いに重畠する3つのイオンビームを示し、図8(d)に、重畠、接触する4つのイオンビームを示した。

#### 【符号の説明】

#### 【0031】

1	試料
3	試料表面
4	投射ゾーン
1 2	観察装置
2 0	観察表面
J	イオンビーム (イオンビームの)相互角度

30

【図1】

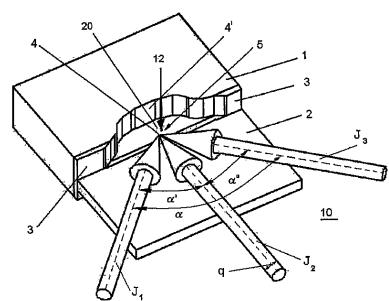


Fig. 1

【図2】

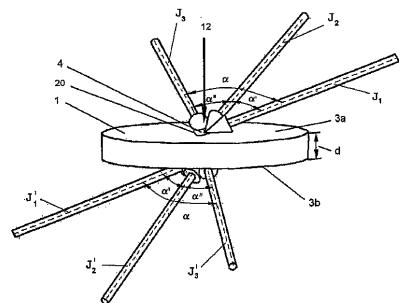


Fig. 2

【図3】

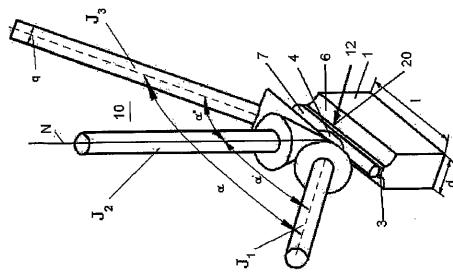


Fig.3

【図4】

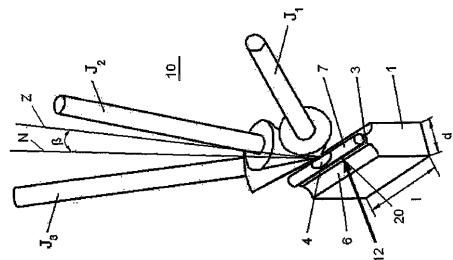
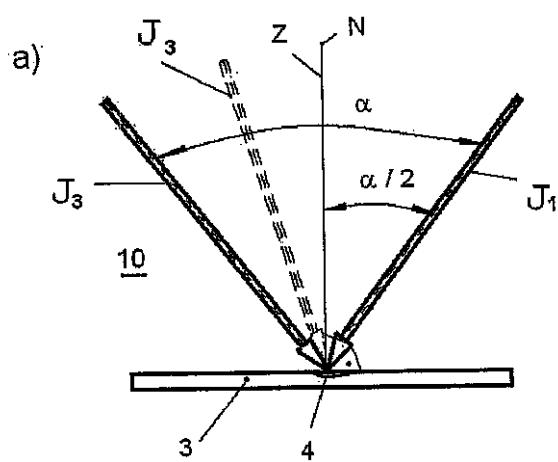
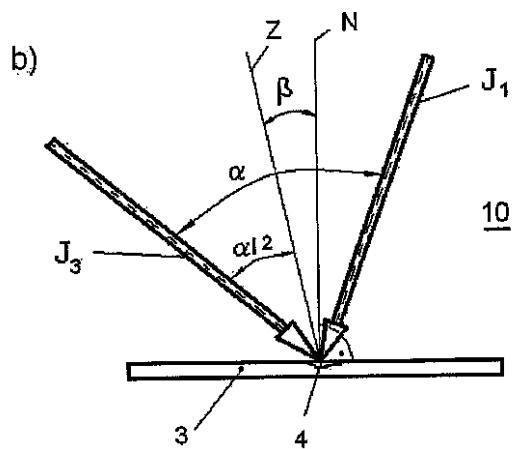


Fig.4

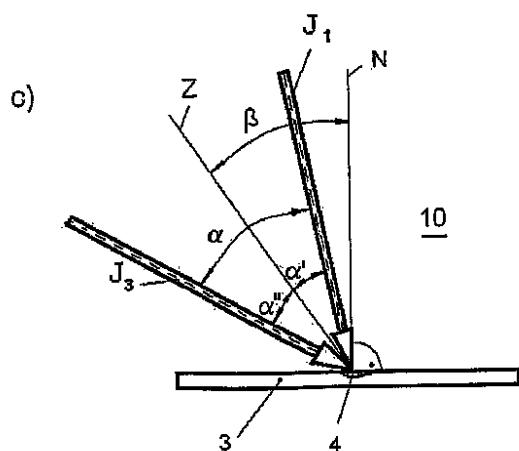
【図5 a )】



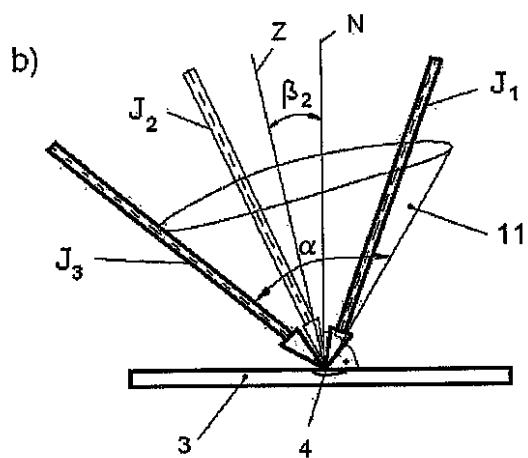
【図5 b )】



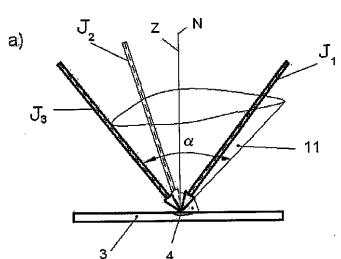
【図 5 c )】



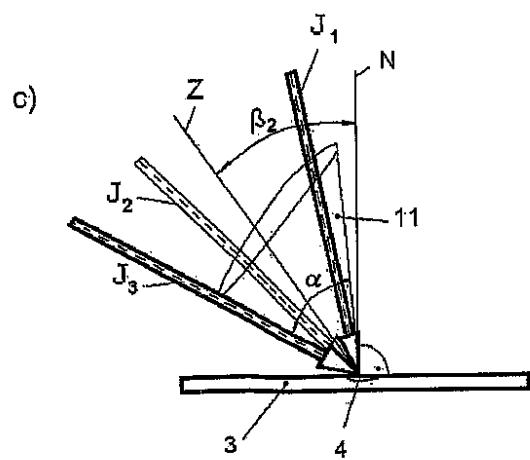
【図 6 b )】



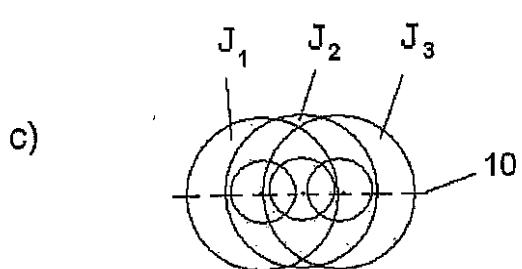
【図 6 a )】



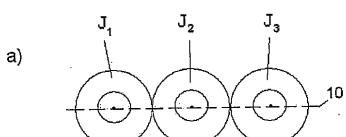
【図 6 c )】



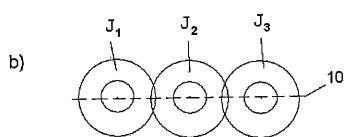
【図 7 c )】



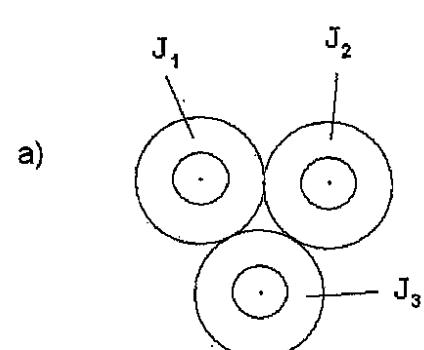
【図 7 a )】



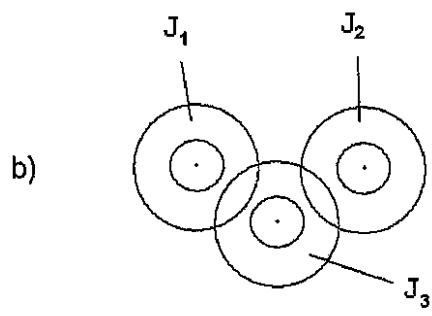
【図 7 b )】



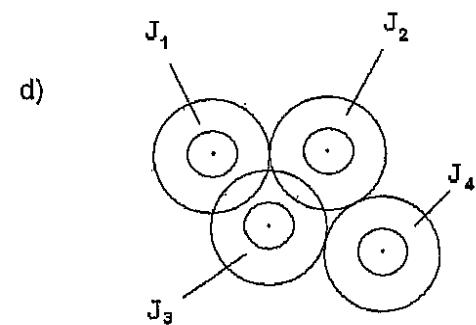
【図 8 a )】



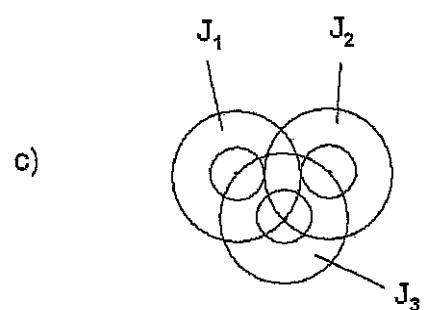
【図 8 b )】



【図 8 d )】



【図 8 c )】



---

フロントページの続き

(72)発明者 フォクト、アレックス

スイス連邦 CH - 9470 ブックス ツィネンヴェーク 6

(72)発明者 ガバチュラー、アレクサンダー

スイス連邦 CH - 9478 アツツモース キルヒガス 10

審査官 長谷 潮

(56)参考文献 特表2004-501370(JP,A)

特開2001-077058(JP,A)

特表平11-504464(JP,A)

特開2006-017729(JP,A)

特開2002-150990(JP,A)

特表平10-508976(JP,A)

特開昭60-064228(JP,A)

特開平08-017800(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 1 / 28

G01N 1 / 32