



(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2009 008 166.6**

(22) Anmeldetag: **10.02.2009**

(43) Offenlegungstag: **02.09.2010**

(51) Int Cl.⁸: **G01N 1/28** (2006.01)

(71) Anmelder:
Carl Zeiss NTS GmbH, 73447 Oberkochen, DE

(74) Vertreter:
Diehl & Partner GbR, 80333 München

(72) Erfinder:
**Hochleitner, Gottfried, Wien, AT; Wanzenböck,
Heinz, Wien, AT; Bühler, Wolfram, 89568
Hermaringen, DE; Dömer, Holger, 73441
Bopfingen, DE; Kübler, Carl, 73430 Aalen, DE;
Fischer, Daniel, 01309 Dresden, DE; Bertagnolli,
Emmerich, Dr., Wien, AT**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

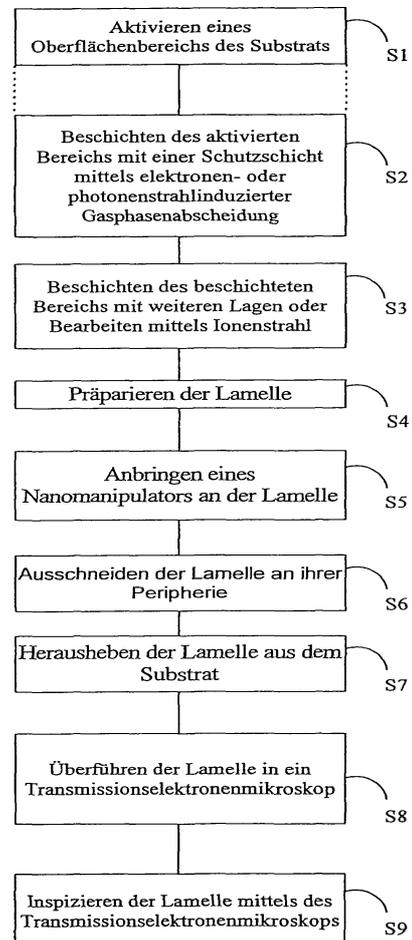
US 71 80 061 B2
US 70 02 152 B2
US 2007/00 49 055 A1
US 2006/00 11 868 A1
US 58 00 617 A
US 52 70 552 A
WO 2008/0 51 937 A2

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Abscheidung von Schutzstrukturen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung stellt ein Verfahren zum Herstellen einer TEM-Lamelle bereit und umfasst das Herstellen eines Schutzstreifens (S1, S2, S3) auf einem Kantenbereich der zukünftigen Lamelle und das Präparieren der Lamelle (S4), wobei das Herstellen des Schutzstreifens eine erste Phase (S1) des Aktivierens eines Oberflächenbereichs eines Substrats, sowie eine zweite Phase (S2) des Abscheidens des Schutzstreifens auf dem aktivierten Oberflächenbereich durch elektronen- oder photonenstrahlunterstützte Gasphasenabscheidung umfasst.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Abscheidung von Schutzstrukturen wie z. B. lokal begrenzten Schutzschichten auf festen Substraten, insbesondere im Zuge der Präparation von TEM-Lamellen.

[0002] Die transmissionselektronenmikroskopische (TEM) Analyse ist, unter anderem wegen ihrer Auflösung von bis unter 0,1 nm, eine der wichtigsten Analysenmethoden in der Halbleiterelektronik. Die Präparation geeigneter TEM-Proben ist jedoch kompliziert, da nur ultradünne Proben ("Lamellen") vom Elektronenstrahl durchdrungen werden können. Besonders hat sich die Präparation mit fokussiertem Ionenstrahl (focussed ion beam, FIB) bewährt, da auf diese Weise ortsgenau Querschnitte durch das zu inspizierende Substrat präpariert werden können. Hierbei werden oftmals Zweistrahl-Geräte unter Verwendung von Elektronen- und Ionenstrahlen verwendet.

[0003] Ein herkömmliches Verfahren zur Präparation von TEM-Lamellen ist in der Internationalen Anmeldung WO2008/051937 A2 offenbart, deren Offenbarungsgehalt durch Inbezugnahme vollumfänglich hierin aufgenommen wird. Dieser Anmeldung zu Folge werden Ausrichtmarken erzeugt und dann das Substratmaterial beidseits einer 100–500 nm dicken Lamelle mittels eines FIB abgetragen.

[0004] Eine herkömmliche Vorrichtung zur Präparation von TEM-Lamellen ist in der Internationalen Anmeldung WO2008/051880 A2 offenbart, deren Offenbarungsgehalt durch Inbezugnahme vollumfänglich hierin aufgenommen wird. Dieser Anmeldung zu Folge wird ein hohler Mikromanipulator dazu verwendet, die Lamelle anzusaugen und somit an dem Mikromanipulator zu halten.

[0005] In der Patentanmeldung US 2008/0054179 A1 wird ein herkömmliches Verfahren der Lamellenpräparation offenbart, dem zu Folge zunächst mittels CVD (chemical vapour deposition, chemische Gasphasenabscheidung) eine Schutzschicht aufgebracht und dann daran ein Halter angeklebt wird.

[0006] In der Patentanmeldung US 2004/0016880 A1 wird ein älteres herkömmliches Verfahren der Lamellenpräparation offenbart, dem gemäß die Lage, Dicke und Orientierung der mittels eines FIB zu präparierenden Lamelle entsprechend der Position, Größe und Anordnung des zu untersuchenden Bauteils gewählt werden.

[0007] Allerdings stellen bei der Anwendung eines fokussierten Ionenstrahls gestreute, rückgestreute und Sekundärionen ein Problem dar, da sie zur Amorphisierung und zum graduellen Abtrag der Originalprobe vor allem im Bereich der Oberkante der

Lamelle führen. Durch den Ionenstrahl erfolgt auch eine Kontamination mit den Fremdionen, z. B. Galliumen. Um dies zu verhindern, kann ein lokaler Schutzstreifen auf der Oberseite, d. h. der oberflächenseitigen Schmalkante der Lamelle aufgetragen werden, bevor mit dem Abtrag beiderseits des Schutzstreifens begonnen wird.

[0008] Dazu kann zuerst ein Platin- oder Wolframschutzstreifen mittels elektronenstrahl-induzierter Gasphasenabscheidung EBID erzeugt werden. Auf diese Schicht, die die darunterliegende oberflächennahe Schicht der Lamelle schützt, wird dann der eigentliche Schutzstreifen mittels ionenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung (FIB) aufgebracht. Eine Abscheidung des Schutzstreifens mit der FIB ohne vorangegangene Elektronenstrahlabscheidung würde zu den eingangs erwähnten Effekten Antrag und Amorphisierung führen. An die FIB-Abscheidung anschließend wird das Substrat beidseitig zu dem Schutzstreifen hin abgetragen, und nur die Lamelle mit dem dünnen Schutzstreifen darauf wird stehen gelassen. Diese kann mittels ionenstrahlunterstützter Gasphasenabscheidung an einer Wolframspitze eines Nanomanipulators befestigt, anschließend an ihren Rändern vom Substrat getrennt und aus diesem herausgehoben werden.

[0009] Bei diesem Verfahrensablauf ist der Schritt der Herstellens der ersten Schicht des Schutzstreifens mittels elektronenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung geschwindigkeitsbestimmend für den Gesamtprozess, da die nachfolgende ionenstrahlinduzierte Abscheidung erheblich schneller abläuft. Auf diesen ersten, langsamen Schritt kann aber herkömmlicherweise nicht verzichtet werden, da die direkte Anwendung des Ionenstrahls durch Amorphisierung oder Materialabtrag zur Zerstörung der zu untersuchenden Strukturen führen könnte.

[0010] Es ist daher eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren bereitzustellen, mittels dessen die Nachteile des Standes der Technik vermieden werden können.

[0011] In Ausführungsformen wird dieses Problem dadurch gelöst, dass derjenige Oberflächenbereich, in dem der Schutzstreifen für die zukünftige Lamelle aufgetragen werden soll, voraktiviert und dann der Schutzstreifen dort abgeschieden wird.

[0012] In Ausführungsformen ergibt sich durch die Voraktivierung eine signifikante Steigerung der Abscheidengeschwindigkeit. Durch die Voraktivierung wird vermutlich ein autokatalytischer Prozess in Gang gesetzt, auf Grund dessen die elektronenstrahlinduzierte Abscheidung erheblich, im Falle thermischer Unterstützung um mindestens eine Größenordnung schneller abläuft. Auch bei thermischer Unterstützung erfolgt jedoch, anders als bei bekannten

Verfahren ohne Einfluss eines Partikelstrahls – z. B. CVD-Verfahren – bei moderaten Temperaturen, d. h. Temperaturen unterhalb der Zersetzungstemperatur des Precursors, noch keine großflächige Abscheidung, sondern erfolgt die Abscheidung im Wesentlichen nur in dem vom Primärelektronenstrahl überstrichenen Bereich oder den von Sekundäreffekten des Primärelektronenstrahls betroffenen Bereichen. Beispielsweise kann mit einer moderaten Erwärmung auf 100°C–150°C eine Beschleunigung um einen Faktor von 500–1000 erreicht werden: Vermutlich kommt es unter dem Einfluss des Elektronenstrahls auf das Substrat oder auf die zuerst abgeschiedene Schicht zu einer Kaskade von Sekundärelektronen, die das Substrat wieder verlassen und weitere Abscheidungsreaktionen initiieren.

[0013] Das Ausmaß der Beschleunigung kann mit Precursortyp, Substratmaterial und Primärelektronenenergie variieren. Als Beispiele für die Voraktivierung kommen eine Abscheidung einer ersten Schichtlage aus katalytisch wirkendem Material, und eine strahlinduzierte (z. B. strukturelle oder thermische) Voraktivierung in Betracht. Eine thermische Voraktivierung kann durch eine Widerstandsheizung, durch Wärmeleitung und/oder Wärmestrahlung erfolgen. Die Wärmequelle kann in Ausführungsformen von der Elektronenstrahlquelle verschieden sein. Die aktuell erreichte Substrat-Oberflächentemperatur kann mit geeigneten Mitteln, z. B. IR-optisch erfasst und zur Steuerung des Precursorgasstroms und/oder der Wärmequelle verwendet werden.

[0014] Nach der beschleunigten (autokatalytischen) Abscheidung einer beispielsweise 10–30 nm oder auch bis zu 200 nm dicken Schicht mittels elektronenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung können nötigenfalls weitere beispielsweise 200–1000 nm mittels Ga-Ionenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung aufgebracht werden. Ebenfalls mittels elektronen- oder Ionenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung kann eine Verbindung zu einem Nanomanipulator hergestellt werden; so dass das solchermaßen abgeschiedene Material einen Halter für die Lamelle bereitstellt. Das eigentliche Präparieren der Lamelle erfolgt in Ausführungsformen durch einen fokussierten (Ga-)Ionenstrahl, aber ohne Abscheidung.

[0015] Mit der Herstellung des Schutzstreifens wird in Ausführungsformen erreicht, dass der Präparations-Ionenstrahl keine elektronenmikroskopisch detektierbare Beschädigung der Lamelle hervorruft. Die Dicke des Schutzstreifens übersteigt dazu die mittlere Eindringtiefe des Ionenstrahls in das für den Schutzstreifen verwendete Material, beispielsweise um mindestens das Doppelte, in Ausführungsformen um das 2-5-fache. Anders ausgedrückt ist die Dicke der Schutzschicht, ausgedrückt in Abhängigkeit ihrer mittleren Massenzahl M_s und der der Ionen des Strahls M_I in u (mit u = atomare Masseneinheit), grö-

ßer als

$$7 \text{ nm} \cdot [\sqrt{M_I} - 2 \cdot \lg(M_s / M_c)]$$

, wobei $M_c = 12 \text{ u}$.

[0016] In Ausführungsformen umfasst das Aktivieren das Bereitstellen einer lateral begrenzten Schicht, auf der die elektronenstrahlunterstützte Abscheidung schneller abläuft, als abseits der Schicht. Und zwar geht die bereitgestellte Schicht eine Reaktion mit einem in der Gasphase bereitgestellten oder aus dieser adsorbierten Precursormolekül ein, deren Produkte zum einen Teil auf der Schicht verbleiben und zum anderen Teil desorbieren. Solche beispielhaften Precursormoleküle sind Metallcarbonyle, insbesondere Eisen-, Cobalt-, Chrom- oder Molybdän-carbonyle. Zur Unterstützung des Prozesses ist es in Beispielen zweckmäßig, das Substrat thermisch vorzuaktivieren. Dies kann durch Erwärmen der Probe unterhalb jener Temperaturen erreicht werden, ab der spontane thermische Zersetzung des Precursors erfolgt. Für $\text{Fe}(\text{CO})_5$ sind Substrate beispielsweise auf 100°C–150°C, in Ausführungsformen 115°C–130°C anzuwärmen; für $\text{Mo}(\text{CO})_6$ sind Temperaturen von 200–400°C, in Ausführungsformen 250–300°C zweckmäßig. Der Druck in der Bedampfungskammer liegt in Beispielen zwischen 10^{-6} und 10^{-2} mbar, in Ausführungsformen zwischen 10^{-5} und 10^{-4} mbar. Im Falle des Einsatzes von Geräten zur lokalen Gaszufuhr, z. B. Düsen oder lokalen Gasgefäßen, sind im Gasgefäß höhere Drücke bis maximal 10^{-2} mbar und außerhalb bis unter 10^{-7} mbar möglich. Die Elektronenstrahlenergie beträgt zwischen 0,1 kV und 70 kV, zwischen 0,5 kV und 50 kV, zwischen 0,7 kV und 25 kV und in einigen Ausführungsformen zwischen 1 kV und 10 kV, der Strahlstrom zwischen 20 pA und 1 μA , zwischen 200 pA und 50 nA, und in Ausführungsformen zwischen 1 und 5 nA. Die Schichtdicke liegt in Beispielen zwischen 10 nm und 2 μm , in Ausführungsformen zwischen 40 nm und 200 nm, wobei leichtere Elemente dickere Schichten erfordern.

[0017] In Ausführungsformen werden durch das Verfahren mit Voraktivierung pro Zeiteinheit mehr Atome abgeschieden, als ohne Voraktivierung, beispielsweise wenigstens 1,5x–50x so viele. Bei Verwendung von Metallcarbonylen als Precursor werden hauptsächlich Metallatome und Kohlenstoffatome abgeschieden. In Beispielen wird mehr Metall als Kohlenstoff (nach Masse), oder mehr Metallatome als Kohlenstoffatome abgeschieden. In weiteren Ausführungsformen kann erstens auf die Erstab-scheidung eine Phase des Annealings unter erhöhter Temperatur ohne Reaktionsgas und Elektronenstrahl folgen, oder zweitens die Zufuhr eines weiteren Reaktionsgases, welches die Reinheit oder die Kristallinität der abgeschiedenen Schicht günstig beeinflusst, aber nicht selbst unmittelbar zur Abscheidung beiträgt. Ferner kann ein Precursor verwendet wer-

den, der katalytische oder Oberflächen-einebnende Eigenschaften hat.

[0018] Die Erfindung wird nachfolgend im Detail unter Bezugnahme auf die folgenden Zeichnungen näher erläutert. Hierbei zeigen:

[0019] [Fig. 1a](#), b eine TEM-Lamelle mit einem Schutzstreifen aus erfindungsgemäß abgedichtetem Material in zur Oberflächen-Normalen gekippter Ansicht;

[0020] [Fig. 2a](#), b einen abgedichteten Schutzstreifen (gekippte Ansicht);

[0021] [Fig. 3a](#), b eine mittels FIB präparierte Lamelle (gekippte Ansicht);

[0022] [Fig. 4a](#), b eine mittels FIB fast vollständig herausgeschnittene Lamelle (gekippte Ansicht);

[0023] [Fig. 5a](#), b eine Lamelle mit daran abgebrachtem Nanomanipulator (gekippte Ansicht);

[0024] [Fig. 6a](#), b eine aus dem Substrat herausgehobene Lamelle (gekippte Ansicht); und

[0025] [Fig. 7](#) ein Flussdiagramm eines erfindungsgemäßen Verfahrens.

[0026] Hierbei sind die mit "a" indizierten Figuren Schemazeichnungen ohne, die mit "b" bezeichneten Figuren sind elektronenmikroskopische Aufnahmen mit Graustufen. Diese werden im Folgenden paarweise ohne Angabe der Kleinbuchstaben erläutert.

[0027] In der [Fig. 1](#) ist eine TEM-Lamelle **4** mit den Resten des vor der Präparation auf ihrer Oberkante abgedichteten Schutzstreifens **2** zu erkennen. In Bild 1 wurde vor und hinter der Lamelle das Substratmaterial **1** bereits entfernt (Trog **3**), nicht jedoch an ihrer Peripherie. Die Dicke der Lamelle **4** wird zweckmäßig so gewählt, dass die Chance, den zu analysierenden Materialbereich, z. B. einen vermuteten Defekt, in ihr zu finden, vernünftig groß ist, und andererseits der Analyse-Elektronenstrahl die Lamelle **4** noch durchdringt.

[0028] Der erste Schritt zur Herstellung einer solchen TEM-Lamelle ist die in [Fig. 2](#) gezeigte Abscheidung eines Schutzstreifens **2** auf einem Areal an der Position der zu präparierenden Lamelle, also oberhalb des zu analysierenden Materialbereichs bzw. des vermuteten Defekts in dem Substrat **1**. Die Herstellung dieses Schutzstreifens umfasst eine Phase der Vor-Aktivierung gefolgt von einer Phase der elektroneninduzierten Gasphasenabscheidung. Der Aktivierungsprozess kann in Ausführungsformen auch während der Gasphasenabscheidung aufrechterhalten werden, so dass diese Schritte teilweise simultan

ablaufen.

[0029] Die nachfolgenden Schritte sind in den [Fig. 3](#) bis [6](#) dargestellt, nämlich das Präparieren der Lamelle **4** bis auf ihren peripheren Bereich ([Fig. 3](#)) durch beiderseitiges Aushöhlen **3** des Substrats, das Entfernen des Großteils der strukturell stützenden Peripherie der Lamelle **4** ([Fig. 4](#)), das Anbringen eines Nanomanipulators **5** an der Lamelle **4** ([Fig. 5](#)) sowie das Herausheben der Lamelle **4** aus dem ausgehöhlten Substrat **1** ([Fig. 6](#)).

[0030] Schließlich ist in der [Fig. 7](#) in Form eines Flussdiagramms dargestellt, wie die Herstellung des Lamellenhalters erfolgt: Zunächst wird ein Oberflächenbereich des Substrats aktiviert S1 und lateral begrenzt eine erste Schutzschichtlage darauf mittels elektronenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung erzeugt S2. Dabei wird die Voraktivierung und/oder der autokatalytische Effekt ausgenutzt. S1 und S2 können auch teilweise gleichzeitig durchgeführt werden, z. B. indem der Aktivierungsprozess während der Abscheidung aufrechterhalten wird. Auf diese erste Lage von 10–2000 nm Dicke werden optional weitere Lagen von insgesamt 100 nm bis 1 µm Dicke mittels ionenstrahlinduzierter Gasphasenabscheidung erzeugt S3. Anschließend wird die Lamelle mittels eines fokussierten Ionenstrahls (beispielsweise 5–30 keV Ga-Strahl; oder Helium-Ionenstrahl) präpariert S4. Bevor die Lamelle an ihrer Peripherie vollständig vom Substrat getrennt wird S6, wird mechanisch oder mittels ionenstrahlinduzierter Abscheidung ein Nanomanipulator an ihr befestigt S5. Danach kann die Lamelle mit dem Nanomanipulator aus der Substrathöhlung herausgehoben bzw. das Substrat nach unten von der mit dem Nanomanipulator festgehaltenen Lamelle entfernt werden S7. Zur Inspektion wird die Lamelle in ein Analysegerät, z. B. in den Analyse-Strahlengang eines Transmissionselektronenmikroskops überführt S8 und mit dem Elektronenstrahl durchstrahlt und damit inspiziert S9.

[0031] Die Art des Precursorkomplexes und des abzuschheidenden Materials sind variierbar, solange ein voraktivierender oder autokatalytischer Prozess möglich ist. Zweckmäßige Beispiele sind die Carbonylverbindungen von Fe, Co, Ni, Mo und W, insbesondere Eisenpentacarbonyl Fe(CO)₅, Dicobaltoktacobonyl Co₂(CO)₈ und Molybdän- sowie Wolframhexacarbonyl Mo(CO)₆ bzw. W(CO)₆. Allgemeiner formuliert sind flüchtige Verbindungen, z. B. Organyle oder Komplexverbindungen der Elemente in den Nebengruppen VA bis VIIIA, IB oder IIB des Periodensystems der Elemente in den Perioden 4 bis 6 (ohne Tc) geeignet. Es können auch mehrere Precursormaterialien gleichzeitig oder sequentiell abgeschieden werden. Auch die Zugabe von Additiv-Gasen zur Veränderung der Schichteigenschaften oder Erhöhung ihrer Reinheit oder Homogenität sind möglich. Ferner ist es möglich, den Gehalt an Verunreinigungen, bei-

spielsweise einen Kohlenstoff- oder Sauerstoffgehalt der Schutzschicht durch vorübergehende Temperaturerhöhung auf z. B. 400°C–600°C und/oder die Zugabe von Reaktionsgasen zu verringern, bevor die Schutzschicht vervollständigt wird. Die Abscheidungseffizienz ist allgemein größer als 0,05 Atome/e⁻ oder in ausgewählten Ausführungsformen größer als 1 Atom/e⁻. An Stelle von Metall-Carbonylen können in einigen Anwendungen andere Organyle, z. B. Dimethyl-Platin(II)-Trifluoroacetylacetonat, Pt(Acac)₂ oder C-freie anorganische Komplexverbindungen eingesetzt werden. Der Precursor sollte bei Raumtemperatur oder unter gelinder Erwärmung, beispielsweise bis 120°C, hinreichend flüchtig, insbesondere flüchtiger als das abgeschiedene Material selbst, aber bei etwas weiter erhöhter Temperatur noch stabil sein, so dass keine spontane thermische Zersetzung während der Zufuhr eintritt. In Beispielen wird das Precursorgas bis auf 10°–50° unterhalb der Zersetzungstemperatur des Precursors erwärmt, so dass dieser in ausreichender Konzentration in der Gasphase vorliegt. In Beispielen wird das Substrat auf 10°–50° unterhalb der Zersetzungstemperatur erwärmt, so dass sich das Precursorgas andererseits nicht erheblich thermisch zersetzt oder spontan auf der gesamten Substratoberfläche abscheidet, und auch genügend lange adsorbiert bleibt, um die Abscheidung in quantitativ signifikantem Ausmaß erst unter dem Einfluss des Elektronenstrahls zu bewirken.

[0032] Ein Precursor kann unter solchen Bedingungen in der Gasphase an den Ort der zu präparierenden Lamelle gebracht werden, vermag dort an der Substratoberfläche zunächst adsorbiert zu werden, um dann unter dem Einfluss des Elektronenstrahls begleitet von der Desorption seiner Ligandenmoleküle zu zerfallen. In Ausführungsbeispielen sind unter Voraktivierung und/oder Katalyse hergestellte Metallschichten relativ arm an Kohlenstoff und Sauerstoff, im Vergleich zu herkömmlich mit einem Elektronenstrahl hergestellten Schutzschichten. Eine Abscheidung mit Voraktivierung, beispielsweise eine thermisch unterstützte Elektronenstrahlabscheidung kann unter diesen Bedingungen schneller ablaufen als eine ionenstrahlunterstützte Abscheidung, vermeidet aber Beschädigungen der zu untersuchenden Strukturen des Substrats oder Verunreinigungen durch Implantation der Primärionen des Strahls.

[0033] Ein Beispiel ist Eisenpentacarbonyl (Fe(CO)₅), aus welchem auf einem auf 100°C–150°C, insbesondere auf 120°C–125°C erwärmten Substrat eine im Vergleich zur herkömmlichen EBID ohne Voraktivierung kohlenstoffarme Eisenschicht abgeschieden werden kann, und zwar weitaus schneller oder effektiver (> 100 μm³/μC) als dies bei Raumtemperatur mit einem Elektronenstrahl möglich wäre (ca. 0,15 μm³/μC), oder insbesondere auch schneller als die Abscheidung mit einem Ionen-

strahl gelingt.

[0034] Zum Vergleich wurde unter ansonsten ähnlichen Bedingungen einerseits bei Raumtemperatur eine Eisenschicht aus einem Eisenpentacarbonyl-Precursor bei 1,25·10⁻⁵ mbar Kammerdruck, 20 kV Elektronenenergie und 2,07 nA Strahlstrom auf einem Areal von 10 × 20 μm² abgeschieden; die erhaltene Dicke betrug ~4 nm in 40 min. Diese Effizienz von ca. 1,6 μm³/μC wäre für praktische Belange zu gering. Andererseits wurde bei wiederum 1,25·10⁻⁵ mbar Druck, 20 kV Elektronenenergie und 2,07 nA Strahlstrom, aber 120°C Substrattemperatur eine Eisenschicht aus einem Eisenpentacarbonyl-Precursor auf einem Areal von 5 × 25 μm² abgeschieden; die erhaltene Dicke betrug in diesem Fall ~150 nm in 80 sec. Daraus errechnet sich eine Effizienz von etwa 113 μm³/μC, also etwa 700mal mehr als bei Raumtemperatur. Mit dieser Effizienz kann eine Lamellenschutzschicht zügig hergestellt werden (ohne die weiteren Untersuchungsschritte über Gebühr aufzuhalten und) ohne Beschädigungen der zu untersuchenden Substratstrukturen durch Ionenstrahlen befürchten zu müssen.

[0035] Ein besonderer Vorteil beispielhafter Verfahren ist in einigen Ausführungsformen die hohe Abscheidungsrate, die in einigen Anwendungen den Einsatz eines Ionenstrahls zu Abscheidungszwecken obsolet macht. Der Ionenstrahl wird dann nurmehr zur Präparation der Lamelle oder wegen seiner gezielt amorphisierenden Wirkung zur Planarisierung benötigt.

[0036] Ein weiterer Vorteil bei Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Metallabscheidung ist die hohe Reinheit des abgeschiedenen Metalls, was sich hinsichtlich der Leitfähigkeit günstig auswirkt.

[0037] Grundsätzlich kann das vorgeschlagene Prinzip mit geeigneten Precursorgasen oder Reaktivgasen auch auf andere Bereiche angewendet werden, also beispielsweise für Ätzprozesse oder für Templates für nachfolgende Abscheidungen. Beispielsweise können erfindungsgemäße oder erfindungsgemäß hergestellte Abscheidungen auch als Markierungen, z. B. für Ausrichtungszwecke, oder als leitfähige Strukturen dienen, z. B. als Schutz gegen Aufladung oder zur Leitungsreparatur.

[0038] In einer typischen Anwendung des oben beschriebenen Verfahrens in der Halbleiterindustrie resultiert eine Lamelle aus einem Halbleitersubstrat, die eine metallene Kantenschicht aufweist, z. B. aus Eisen, Wolfram, Molybdän, Gold oder Platin. Die Dicke der Lamelle wird zweckmäßig so gewählt, dass ihre absorbierende Wirkung auf einen durchtretenden Analyse-Elektronenstrahl nur so groß ist, dass die Restintensität der transmittierten Elektronen noch zur Analyse ausreicht. Dazu kann ein gewünschter

Grenzabsorptionswert festgelegt werden, der dann durch den Elektronenstrahl-Absorptionskoeffizienten dividiert wird, um die maximal tolerable Lamellendicke zu ermitteln. In Ausführungsformen ist eine Differenz der dekadischen Logarithmen der eingestrahlten und der minimal transmittierten Strahlintensität der Grenzabsorptionswert; der ist beispielsweise 2 oder 1, d. h. mindestens ein Hundertstel ($\text{Lg}(100/1) = 2$) bzw. ein Zehntel ($\text{Lg}(10/1) = 1$) der eingestrahlten Leistung wird transmittiert.

[0039] Wegen der Vermeidung eines Ga-Ionenstrahls ist die Lamelle in erfindungsgemäßen Ausführungsformen in einem Bereich direkt unterhalb des Schutzstreifens im Wesentlichen galliumfrei. In diesem Bereich unterhalb des Schutzstreifens befinden sich vorwiegend die zu untersuchenden Bereiche in dem Halbleitersubstrat. Allfällige Ga-Kontaminationen stammen aus den seitlich eintretenden Ga-Ionen während der Herstellung der Frontflächen der Lamelle. Durch einen niederenergetischen Ar-Ionenstrahl (100–500 eV) können diese aber entfernt werden. Zumindest sind in Ausführungsformen elektronenmikroskopisch keine aus auftreffenden Ionen des Strahls verursachten Beschädigungen feststellbar. In Ausführungsformen wird als Ionenquelle eine Be-Si-Au-Legierung eingesetzt, oder Helium.

[0040] Die in erfindungsgemäßen Ausführungsformen aus Metallcarbonylen hergestellte Schutzschicht weist wenigstens 40% Metallatome neben hauptsächlich Kohlenstoff- und Sauerstoffatomen auf, oder in Ausführungsformen wenigstens 60 Metallatome.

[0041] Das eingesetzte Precursorgas kann folgende Eigenschaft haben: Zum einen dissoziiert das Precursorgas in Bestandteile, wenn es aktiviert wird. Zum anderen ist es selbstkatalytisch, womit gemeint ist, dass dann, wenn aus dem Precursorgas erst einmal eine Anfangsschicht abgeschieden ist, das Precursorgas auf der bereits abgeschiedenen Schicht oder in der Nähe davon ohne oder mit nur geringer Energiezufuhr bei leicht erhöhten oder üblichen Umgebungstemperaturen, in Ausführungsformen zwischen 0°C und 50°C, selbständig weiter dissoziiert und abscheidet. Als derartige Precursorgase kommen Metallorganyle, insbesondere Metallcarbonyle in Betracht. Die Metallcarbonyle dissoziieren in den einmal aktivierten Oberflächenbereichen – und nur dort – unter Abgabe von Kohlenmonoxid in Metallatome sowie geringfügige Kohlenstoff- und Sauerstoffreste, die an der Oberfläche verbleiben. Dadurch scheidet eine Schicht ab, die die Metallatome sowie Kohlenstoff und Sauerstoff aufweist. Sobald eine Anfangsschicht abgeschieden ist, dissoziieren an der Anfangsschicht adsorbierende Metallcarbonylmoleküle aufgrund der reduzierten Aktivierungsenergie weiter, so dass das Schichtwachstum sich selbständig fortsetzt, ohne dass eine weitere Aktivierung

durch einen Elektronenstrahl oder einen sonstigen energiereichen Strahl wie einen Ionenstrahl oder einen Lichtstrahl erforderlich wäre. Der weitere Abscheidungsprozess kann aber in Ausführungsformen durch Zuführen eines solchen energiereichen Strahls zusätzlich unterstützt werden.

[0042] Ein derartiges Precursorgas hat die Eigenschaft, dass die Anwesenheit bereits dissoziierter Bestandteile des Precursorgases zu einer Reduzierung der Aktivierungsenergie für eine Dissoziation führt. Die aufgebrauchte Schutzschicht weist demzufolge eine unmittelbar auf der Oberfläche abgeschiedene erste Schicht auf, die aus einem solchen Precursorgas abgeschieden ist.

[0043] Der Fachmann wird erkennen, dass die oben beschriebenen Beispiele nur exemplarisch und nicht limitierend zu verstehen sind, und dass insbesondere auch Varianten dazu und Modifikationen daran möglich sind, ohne den Schutzbereich der nachfolgenden Ansprüche zu verlassen.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- WO 2008/051937 A2 [\[0003\]](#)
- WO 2008/051880 A2 [\[0004\]](#)

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Lamelle, umfassend:

– Herstellen eines Schutzstreifens auf einem Kantenbereich der zukünftigen Lamelle; und
– Präparieren der Lamelle, wobei das Herstellen des Schutzstreifens eine erste Phase des Aktivierens eines Oberflächenbereichs eines Substrats, sowie eine zweite Phase des Abscheidens des Schutzstreifens auf dem aktivierten Oberflächenbereich durch Gasphasenabscheidung umfasst.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei in der zweiten Phase die Abscheidung aus einem Precursorgas erfolgt, das in dem in der ersten Phase aktivierten Oberflächenbereich dissoziiert und in dem in der ersten Phase nicht aktivierten Bereich nicht dissoziiert.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die erste Phase und die zweite Phase gleichzeitig ablaufen.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die erste Phase und die zweite Phase alternierend ablaufen.

5. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die erste Phase und die zweite Phase mit einem dazwischenliegenden Warteintervall ablaufen.

6. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die Lamelle unter Verwendung eines Ionenstrahls, insbesondere eines fokussierten Ionenstrahls (FIB), bevorzugt eines Ga-Ionenstrahls präpariert wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei der Schutzstreifen in einer Dicke und aus einem Material hergestellt wird, bei der der Präparations-Ionenstrahl keine elektronenmikroskopisch detektierbare Beschädigung an dem Kantenbereich der Lamelle hervorruft.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, wobei die Dicke des Schutzstreifens so gewählt wird, dass sie größer ist als die mittlere Eindringtiefe des Präparations-Ionenstrahls in dem Material des Schutzstreifens.

9. Verfahren nach Anspruch 8, wobei die Dicke des Schutzstreifens mindestens 1,5-mal so groß wie die mittlere Eindringtiefe des Präparations-Ionenstrahls in dem Material des Schutzstreifens gewählt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, wobei die Dicke des Schutzstreifens so groß gewählt wird, dass sie mindestens doppelt so groß ist wie die mittlere Eindringtiefe des Präparations-Ionenstrahls

in dem Material des Schutzstreifens.

11. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei das Aktivieren wenigstens teilweise thermisch erfolgt.

12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei die Aktivierung durch Wärmeleitung erfolgt.

13. Verfahren nach Anspruch 11, wobei die Aktivierung durch Wärmestrahlung erfolgt.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, wobei in der Gasphase ein Metallorganyl, insbesondere ein Metallcarbonyl oder Metallacetylacetonat, und bevorzugt ein Eisen-, Cobalt-, Molybdän- oder Wolframcarbonyl als Precursor bereitgestellt wird und der Oberflächenbereich auf eine Temperatur unterhalb der Zersetzungstemperatur des Precursors aufgeheizt wird.

15. Verfahren nach Anspruch 14, wobei der Oberflächenbereich auf eine Temperatur oberhalb 40°C aufgeheizt wird.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 15, wobei die Temperatur des Oberflächenbereichs auf einen Wert innerhalb von 30° unter der Zersetzungstemperatur eingestellt wird.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 16, wobei der Druck in der Herstellungskammer zwischen 10^{-6} mbar und 10^{-2} mbar liegt.

18. Verfahren nach Anspruch 17, wobei der Druck in der Herstellungskammer zwischen 10^{-6} mbar und 10^{-9} mbar liegt.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 18, wobei der Elektronenstrahlstrom zwischen 20 pA und 1 μ A, zwischen 200 pA und 50 nA, oder zwischen 1 und 5 nA liegt.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 19, wobei die Elektronenstrahlenergie zwischen 0,1 kV und 70 kV, zwischen 0,5 kV und 50 kV, zwischen 0,7 kV und 25 kV oder zwischen 1 kV und 10 kV liegt.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 20, wobei kein Ionenstrahl für die Abscheidung verwendet wird.

22. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die Schutzschicht unter Verwendung von Eisen, Cobalt, Chrom, Molybdän, Wolfram, Gold und/oder Platin hergestellt wird.

23. Lamelle, hergestellt nach einem der Ansprüche 6 bis 22, umfassend eine Kantenschicht aus einem Metall, insbesondere aus Fe, Co, Mo, W, Pt

und/oder Au, wobei die Lamelle in einem Bereich direkt unterhalb der Kantenschicht frei ist von Elementen des Ionenstrahls.

24. Lamelle nach Anspruch 23, wobei die Dicke der Lamelle kleiner ist als ein vorbestimmter Grenzabsorptionswert dividiert durch einen Elektronenstrahl-Absorptionskoeffizienten des Substratmaterials.

25. Lamelle für die TEM-Analyse, umfassend: eine Platte aus einem Substratmaterial, wobei die Dicke der Platte kleiner ist als ein vorbestimmter Grenzabsorptionswert dividiert durch einen Elektronenstrahl-Absorptionskoeffizienten des Substratmaterials; und eine an einem Kantenbereich der Platte angeordnete Schicht, bestehend im Wesentlichen aus einem Metall und optional Kohlenstoff und Sauerstoff.

26. Lamelle nach Anspruch 25, wobei die Kantenschicht weniger Kohlenstoffmasse als Metallmasse, oder mindestens 40% Atome des Metalls aufweist.

27. Lamelle nach Anspruch 25 oder 26, wobei die Kantenschicht mindestens 60% Atome des Metalls aufweist.

28. Lamelle nach einem der Ansprüche 24 bis 27, wobei die Differenz der dekadischen Logarithmen der eingestrahlt und der minimal transmittierten Strahlintensität als Grenzabsorptionswert für den Elektronenstrahl 2 ist, insbesondere 1 ist.

Es folgen 6 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

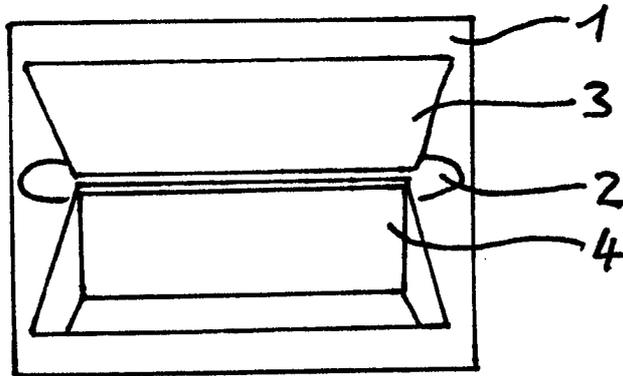


Fig. 1a

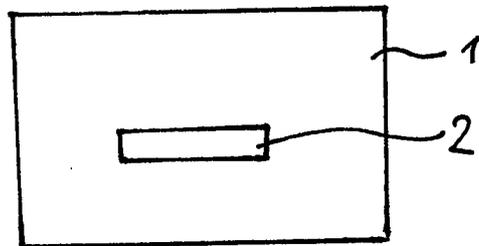


Fig. 2a

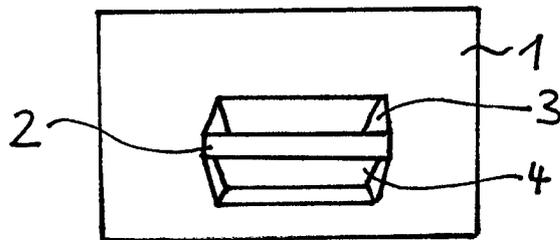


Fig. 3a

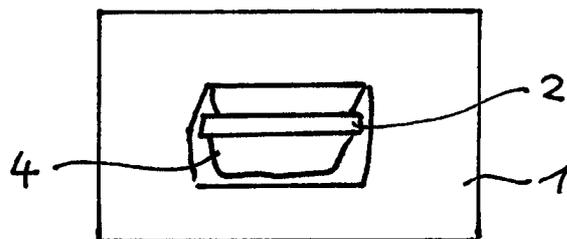


Fig. 4a

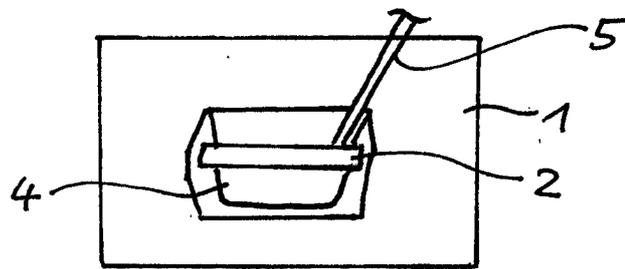


Fig. 5a

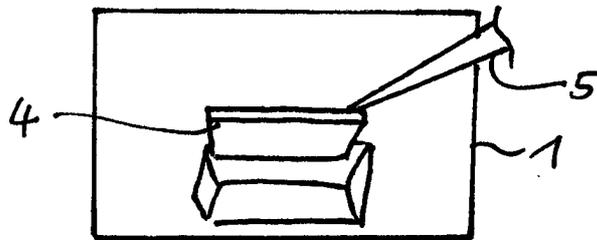


Fig. 6a

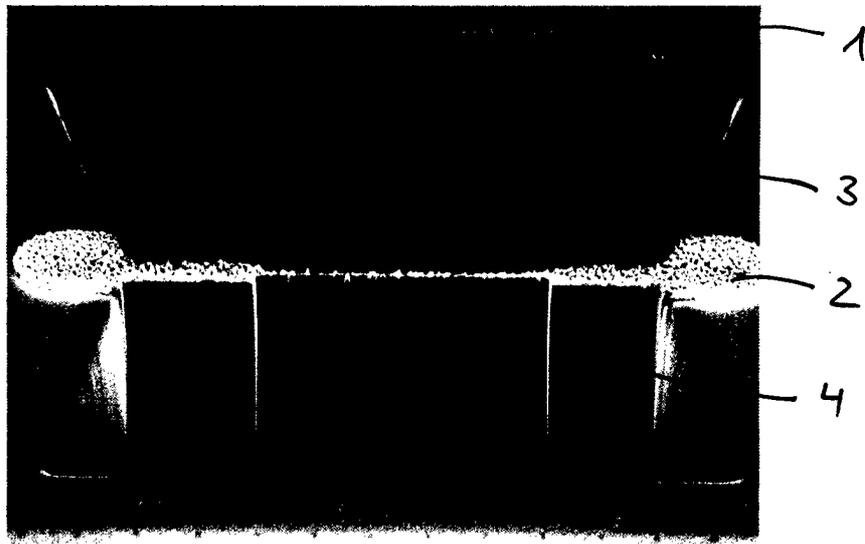


Fig. 1b



Fig. 2b

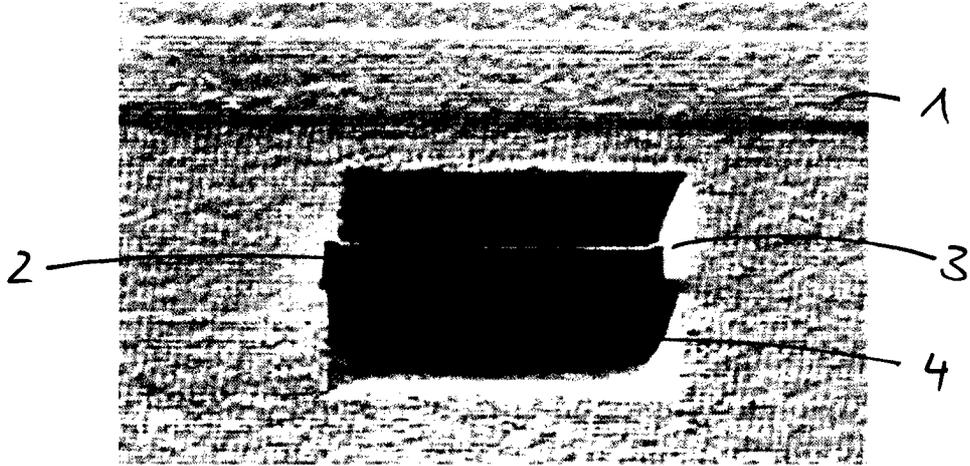


Fig. 3b

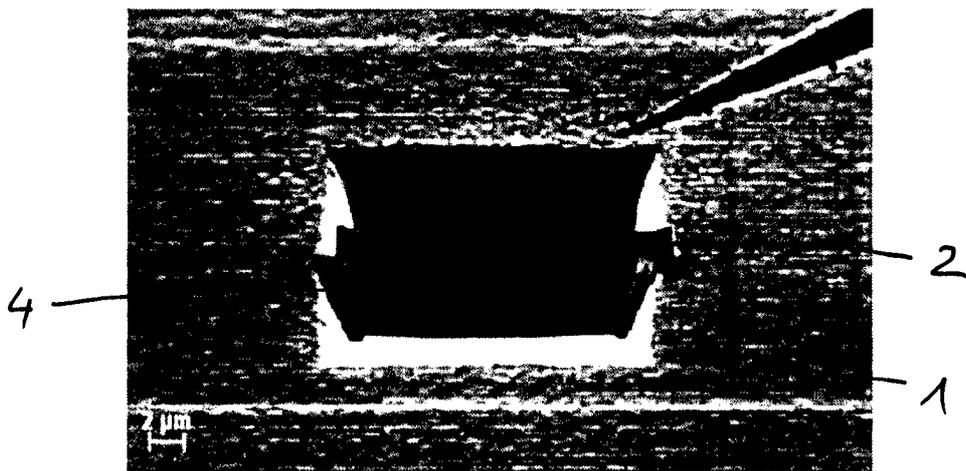


Fig. 4b

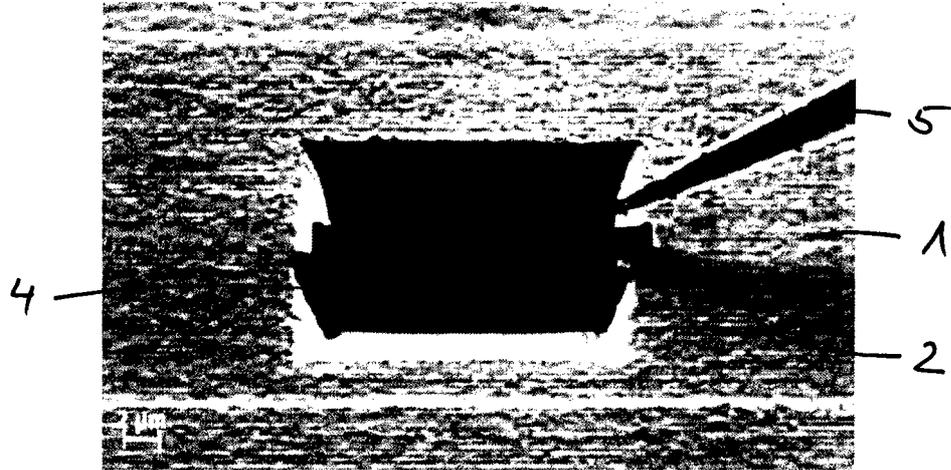


Fig. 5b

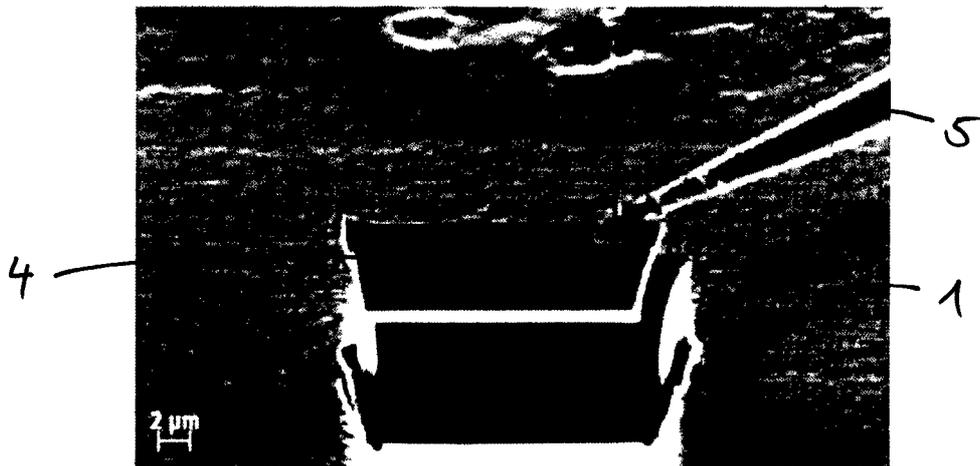


Fig. 6b

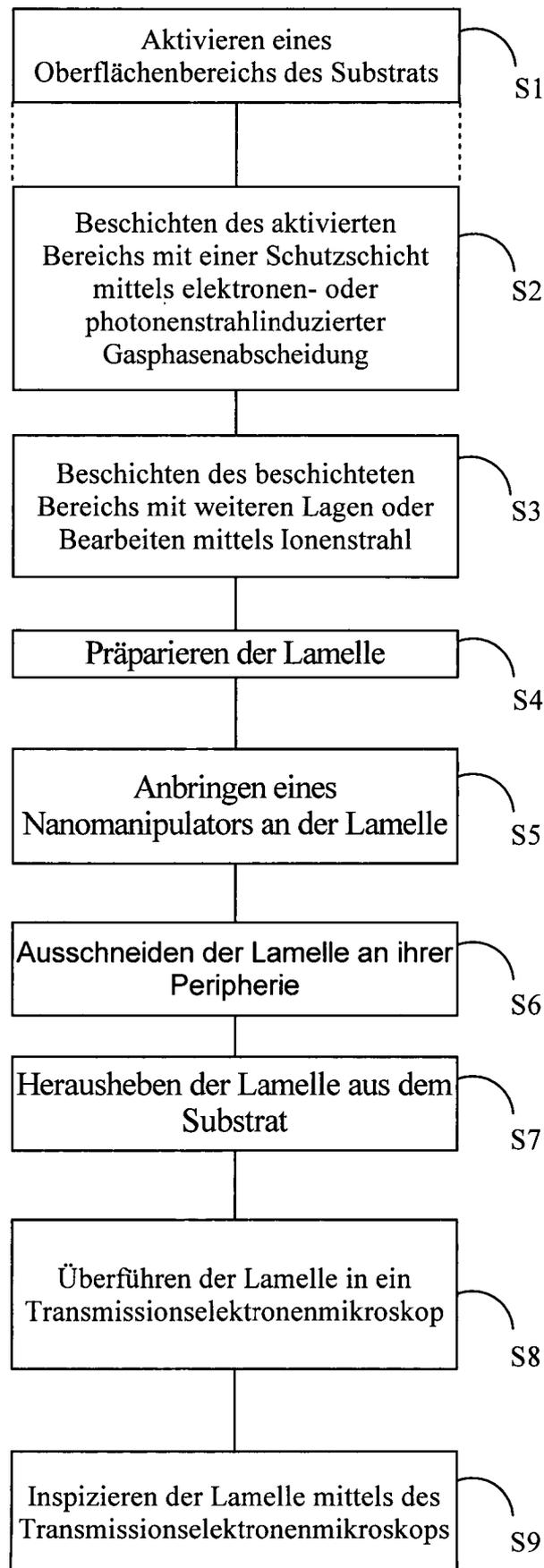


Fig. 7