



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I687671 B

(45)公告日：中華民國 109 (2020) 年 03 月 11 日

(21)申請案號：105117178

(22)申請日：中華民國 105 (2016) 年 06 月 01 日

(51)Int. Cl. : G01N1/28 (2006.01)

G01N1/32 (2006.01)

(30)優先權：2015/06/05 歐洲專利局

15 170 876.5

(71)申請人：德商應用研究促進協會法蘭霍夫公司(德國) FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FOERDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E. V. (DE)

德國

(72)發明人：克勞瑟 麥可 KRAUSE, MICHAEL (DE)；須瑟爾 喬治 SCHUSSER, GEORG (DE)；霍歇 湯瑪斯 HOECHE, THOMAS (DE)

(74)代理人：閻啓泰；林景郁

(56)參考文獻：

US 2008/0258056A1

審查人員：林佑霖

申請專利範圍項數：14 項 圖式數：8 共 44 頁

(54)名稱

製備微結構診斷用的樣品的方法以及微結構診斷用的樣品

(57)摘要

本發明涉及製備用於微結構診斷的樣品的方法，其包括下列步驟：(a)借助至少一個鐳射加工操作通過垂直和/或傾斜於襯底表面入射至少一個雷射光束釋放樣品本體，使得生成樣品本體的如下形狀：該形狀具有至少一個結實的操作區段和與該操作區段交界地相對於操作區段更薄的目標區段；(b)製造與樣品本體分開的樣品本體保持器，其具有與樣品本體的形狀匹配的容納結構以將樣品本體容納在定義的容納位置中；(c)將釋放的樣品本體從襯底中取出；(d)將從襯底中取出的樣品本體固定在樣品本體保持器的容納結構處；(e)借助雷射光束和/或離子束加工在目標區段的區域中對樣品本體的至少一個側面執行至少一個另外的材料去蝕性加工以露出目標區段。

指定代表圖：

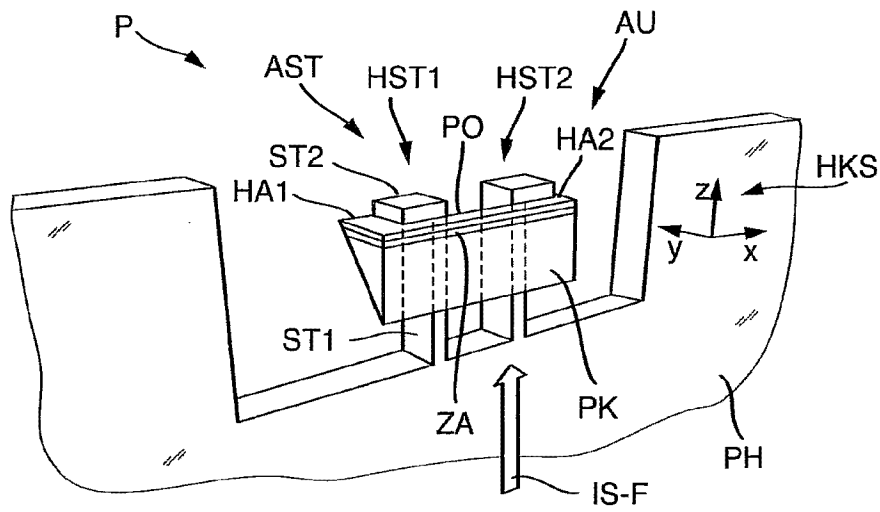


圖3

符號簡單說明：

AST:容納結構

AU:矩形缺口

HA1:第一操作區段

HA2:第二操作區段

HKS:保持器坐標系

HST1:保持橋形接片

HST2:保持橋形接片

IS-F:聚焦離子束

P:樣品

PH:樣品本體保持器

PK:樣品本體

PO:樣品本體上側

ST1:第一橋形接片區段

ST2:第二橋形接片區段

ZA:目標區段

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

製備微結構診斷用的樣品的方法以及微結構診斷用的樣品

Method for preparing a sample for microstructure diagnostics, and sample for microstructure diagnostics

【技術領域】

【0001】 本發明涉及一種用於製備用於微結構診斷的樣品的方法，其中通過材料去蝕性雷射光束加工由襯底製備具有可預先給定的形狀的樣品本體，並且接著藉由雷射光束加工和/或離子束加工進一步加工出樣品本體的目標區段以用於露出適於微結構檢查的目標體積。本發明還涉及一種可根據該方法獲得或製造的用於微結構診斷的樣品。

【先前技術】

【0002】 自其 20 世紀 30 年代被引入以來，透射電子顯微術 (TEM) 已經廣泛地應用於科學和經濟的不同分支中。由於與光顯微術相比明顯更好的分辨能力，不同類型的制備品的微結構和納米結構可以被非常細緻地研究。

【0003】 為了以最小的長度尺度進行化學表徵，還使用原子探針斷層掃描 (LEAP)。用於微結構診斷的該方法允許二維成像，並且除此之外以原子解析度提供了局部組成的三維地圖。

【0004】 隨著用於微結構診斷的方法的性能提高，越來越多地出現了對用於製造用於這些方法的樣品的有效和低損傷方法的詢問。

【0005】 在半導體和薄層技術的範圍內、但是也在其它技術領域中，

常常出現製備橫截面樣品的問題。與體積樣品不同，橫截面樣品是一種如下的樣品：該樣品應該用於在不同的、在交界面的區域中彼此接界的一一例如具有層構造的部件中的一一材料之間的交界面的區域中進行微結構檢查。

為了生成對電子透明的橫截面制備品，如今基本上遵循兩條路線：即（i）用於藉由聚焦離子束技術直接由襯底的表面生成樣品的聚焦離子束（FIB）系統的使用；以及（ii）根據三明治粘合製造樣品，該三明治粘合接著被機械成形並且然後藉由 Ar 寬射束被端部減薄。

【0006】 以 FIB 薄片形式的用於透射電子顯微術的橫截面樣品的製備由於其巨大的目標精確性而在最近十年中廣泛流行於幾乎所有的微結構分析領域。在高度集成的半導體器件的計量學和結構探索的領域中，其目前由於要實現的目標精確度（幾十納米）而實際上被視為唯一可實際應用的方法。

【0007】 但是基本的物理限制導致，高的加工精度伴隨著小的去蝕速率。出於該原因，藉由 FIB 技術僅能製備具有在幾十微米範圍內的尺寸的非非常小的樣品本體。因此為了接下來的 TEM 分析，FIB 生成的樣品本體被安裝在與 TEM 設備的標準化樣品保持器相容的載體結構上。為了轉移，在使用微操縱器和納米操縱器的情況下應用易地以及原地抬離技術。

【0008】 在該處理方式中，被視為缺點的是：（i）FIB 設備從精確的加工工具轉換成在真空條件下的昂貴處理工具，由此用於加工的設備容量下降；（ii）除了原來的 FIB 設備的高購置成本以外，對於足夠精度的操縱器系統還需要高的附加成本；（iii）存在的一定風險是，由於微操縱器和納

米操縱器的複雜度，總系統的易錯性被提高；以及 (iv) 總工作流的複雜度使得需要受到非常良好培訓且經驗豐富的操作員。

【0009】 還已經提出了用於樣品製備的方法，該方法利用雷射光束加工和離子束加工的組合來工作。在此，通過材料去蝕性雷射光束加工由襯底製備具有可預先給定的形狀的樣品本體，並且接著藉由雷射光束加工和/或離子束加工來進一步加工出樣品本體的目標區段以用於露出被設置用於微結構檢查的目標體積。這些方法不具有 FIB 加工的由原理決定的小去蝕速率的弱點。

【0010】 DE10 2011 111 190 A1 描述了一種用於製備用於微結構診斷的樣品的方法，其中扁平片材沿著其兩個相對的表面分別利用富能量射束來照射，使得通過由射束引起的材料去蝕分別將與中心片材平面上大致上平行延伸的凹陷引入到這兩個表面中，其中這兩個凹陷在該中心片材平面的兩側延伸地被引入，使得其縱軸在該縱軸投影到該中心片材平面上時來看以預定義的有限角度相交，並且在兩個凹陷的相交區域中從與該中心片材平面垂直的方向上來看在兩個凹陷之間留下預定義的最小厚度的優選已經對電子束透明的材料區段作為樣品。在鐳射加工以後，小厚度的區域可以藉由離子束蝕刻被進一步減薄。

【0011】 EP 2787338 A1 描述了一種用於製備用於微結構診斷的樣品的方法，其中通過與襯底表面垂直和/或傾斜地入射雷射光束由扁平襯底製備出由襯底材料構成的基本結構，該基本結構包括載體結構以及與其不可分割的由載體結構支承的結構。載體結構例如可以被構造為 C 形，而所支承的結構可以被構造成 C 形載體結構的端部之間的薄條狀目標區段。目標

區段的厚度——在與襯底表面垂直的方向上測量——對應於襯底厚度，目標區段的側面平行於襯底表面延伸。感興趣的目標體積處於目標區段中，並且在將基本結構從其餘襯底中取出並且接著將取出的基本結構夾入到夾持器中以後通過進一步的雷射光束加工和隨後的離子束加工來製備出。在雷射光束加工中，雷射光束與板狀目標區段的側面平行或成銳角地入射，使得例如產生對電子透明的區域，該區域可以與以前的襯底表面垂直地被透射。

【0012】 兩種方法都突出地適於快速和可靠地製備體積材料。橫截面制備品同樣可以通過相應地成形起始材料（例如三明治粘合以及接著通過鋸或打磨進行機械縮小）來實現。但是導致時間附加成本。此外，為了良好的目標精確度，需要應用者的經驗。

【發明內容】

【0013】 在此背景下，本發明所基於的任務是，提供一種侵入性最小的、能複製地可靠的、偽像少且快速的用於有針對性地製備用於微結構診斷的樣品的方法。該方法應該與適用於體積樣品一樣地適用於橫截面樣品。尤其應該可以的是，能夠在相對短的時間中製備用於橫截面透射電子顯微術（X-TEM）的最高品質的樣品。

【0014】 為了解決該任務，本發明提供了一種具有權利要求 1 的特徵的方法。此外，該任務通過具有權利要求 15 的特徵的樣品來解決。有利的改進方案在從屬權利要求中加以說明。全部權利要求的原文是通過參考說明書內容做出的。

【0015】 用於製備用於微結構診斷的樣品的方法是一種多階段方

法，其中在較早的階段中，通過材料去蝕性雷射光束加工由襯底製備具有可預先給定形狀的樣品本體，並且其中接著藉由雷射光束加工和/或離子束加工進一步加工出樣品本體的目標區段，以便露出目標體積，該目標體積應該適於藉由一種或多種微結構診斷方法進行微結構檢查。在此，目標體積是樣品本體的應當更精確地檢查微結構的空間受限區域。術語“樣品”描述了如下的單元：該單元應當被安裝到用於微結構診斷的設備的相應樣品容納系統中、例如透射電子顯微鏡的樣品容納系統中。

【0016】 在步驟(a)中，藉由至少一個鐳射加工操作通過垂直於和/或傾斜於襯底表面入射至少一個雷射光束來釋放樣品本體。在此，方法控制為使得產生樣品本體，該樣品本體在樣品本體的上側由襯底表面的區域來限定。在與樣品本體上側成一定角度的側上，樣品本體由傾斜于或垂直於襯底表面定向的側面來限定。該側面通過鐳射加工操作初次露出或生成。

在釋放的步驟中，生成樣品本體的如下形狀：該形狀具有至少一個結實的操作區段，並且與該操作區段交界地具有相對於該操作區段而言更薄的目標區段。目標區段在狹窄側由樣品本體上側來限定，並且在側面上由垂直于或傾斜於樣品本體上側延伸的側面來限定。在此，目標區段的位置被選擇為使得感興趣的目標體積處於目標區段之內。

【0017】 操作區段和目標區段的幾何形狀和尺寸針對其相應功能被優化。在此，操作區段（操作區段、操作部分）應當為結實的和機械穩定的，使得在隨後的方法步驟中可以借助于操作區段進行樣品本體的處理，而不必對目標區段進行抓取。就此而言，操作區段具有抓取區段的功能，操作員之後可以手動地藉由儀器、比如鑷子或者藉由操縱系統對該抓取區

段進行抓取，以便在後續方法步驟中操作樣品本體。

【0018】 較薄的目標區段不需要具有特別高的機械穩定性。因此，其相關厚度可以被調整為使得在隨後的材料去蝕性製備步驟中為了露出目標體積僅還須去蝕相對少的材料，由此隨後的材料去蝕性方法步驟僅還需要相對少的時間。目標區段的形狀可以與所設置的微結構診斷方法的要求相匹配。例如，目標區段可以具有基本上為板狀的形狀，但是這不是強制的。目標區段也可以具有單側或雙側階梯狀板的形狀和/或擁有至少一個多邊形端面——即具有彼此成傾斜角度的兩個或更多個面區段的端面——的形狀。

【0019】 在位置上和時間上與釋放樣品本體無關地，製造與樣品本體分開的樣品本體保持器。樣品本體保持器具有容納結構，該容納結構與樣品本體的形狀相匹配並且被設計用於在樣品本體保持器處的所定義的容納位置中容納樣品本體。樣品本體保持器的製造可以在時間上先於釋放步驟進行，並且在生成樣品本體以前完全結束。樣品本體保持器可以被製造以供庫存。釋放步驟也可以在時間上與樣品本體保持器的製造重疊，或者時間上完全在樣品本體的釋放以後進行。

【0020】 樣品本體保持器處的容納結構與樣品本體的形狀相匹配或者與確定分類的樣品本體的形狀相匹配、此外在其幾何形狀方面被匹配，使得樣品本體保持器通常不是通用保持器，而是可以鑒於一定的樣品本體幾何形狀被優化。除了容納結構，樣品本體保持器在原則上可以自由地構造為尤其是使得其在裝置中的容納結構處適用於接下來的方法步驟並且適用於實際的微結構檢查。

【0021】 在合適的時刻，在步驟（c）（取出步驟、移除步驟）中，將釋放的樣品本體從襯底上取出。

【0022】 然後在步驟（d）中，將所取出的樣品本體固定在所分配的樣品本體保持器的容納結構處，使得樣品本體位於所期望的、並且由容納結構的形狀預先給定的容納位置中。通過固定步驟（d），在樣品本體與樣品本體保持器之間形成固定空間關係。通過固定，該連接即使在移動或晃動時和/或處於不同取向中仍然保持。

【0023】 樣品本體保持器以及固定在其上的樣品本體是樣品的構成部件，該構成部件的形狀和尺寸與用於微結構診斷的設備中的樣品容納系統的形狀和尺寸相匹配。因此，提供了一種由多部分構成的樣品、例如由兩部分構成的由樣品本體保持器和固定在其上的樣品本體構成的樣品。

【0024】 在一些方法變型方案中，樣品本體通過藉由粘接劑的粘接被緊固或固定在容納結構處。其它方法變型方案在不使用輔助裝置的情況下就夠用，其方式是，通過夾持、即純粹機械地通過摩擦接觸將樣品本體緊固或固定在容納結構處。根據樣品本體和樣品本體保持器的材料，也可以例如藉由雷射光束進行焊接。還可以例如通過齒合在樣品本體與容納結構之間建立形狀配合的連接。

在通過將樣品本體固定在樣品本體保持器處製造樣品以後，在步驟（e）中在目標區段的區域中的樣品本體的至少一個側面處執行至少一種另外的材料去蝕性加工，以便露出目標體積。針對這個或這些最終的加工步驟（e）（一個或多個步驟），可以將雷射光束加工和離子束加工彼此交替地或者彼此組合使用。這常常將是：該另外的加工首先藉由雷射光束加工進行，直

到接近最終期望的形狀，並且跟在後面的是離子束加工，以便去除雷射光束加工的加工剩餘，並且最終露出用於後續微結構檢查的目標體積。

【0025】 該方法和藉由該方法製造的樣品與現有技術相比提供了大量優點。

【0026】 (i) 樣品本體表面的區域中的以前的襯底表面可以在整個樣品製備期間盡可能保持不受碰觸。因此，目標體積可以在需要時緊鄰以前的襯底表面（樣品本體表面）。由此提供了一種用於在沒有起始材料的三明治粘合的情況下直接製備橫截面樣品的方案。

【0027】 (ii) 在之後的微結構檢查中的觀察方向可以平行或近似平行於以前的襯底表面，由此尤其是可以觀察接近表面的層之間的交界面。

【0028】 (iii) 目標區段的厚度可以與襯底厚度無關地確定。因此，取消了在許多常規方法中存在的關於最大襯底厚度的限制。

【0029】 (iv) 目標區段可以在步驟（e）中的最終加工操作以前就已經是非常薄的，因為儘管如此樣品本體可以通過相對較厚的較結實的操作區段始終保持被操縱。薄的目標區段縮短了緊接著的減薄過程，由此更快地得到完成的樣品。

【0030】 (v) 此外，不存在使用用於操縱樣品或樣品本體的電機驅動的微操縱器或納米操縱器的必要性。結實的操作區段可以與目標區段無關地設計，使得操作區段也可以由操作員利用鑷子或其它合適的抓取儀器來抓取或操縱或拿起。

【0031】 (vi) 該方法允許具有對電子透明的目標體積的樣品的幾乎無偽像的實現。用於其它檢查方法的要求最小樣品尺寸和目標精確的製備

的樣品也是可以的。

【0032】 (vii) 此外，分開地製造樣品本體和樣品本體保持器的彼此相匹配的組合與常規方法相比為提高樣品製備的生產能力提供了潛力。

【0033】 在一些情況下足夠的是，樣品本體僅僅具有唯一的操作區段。在其它實施方式中，在樣品本體處生成彼此相距一定距離的第一操作區段和至少一個第二操作區段。在這些操作區段之間，可以存在相對較薄的中間區段。兩個（或更多個）操作區段提供了在之後的方法步驟中對樣品本體進行抓取的更多可能性。此外，可以藉由兩個彼此間隔開的操作區段來在具有多個接觸面的樣品本體保持器的相應構造的容納結構處實現特別位置精確和可承受載荷的固定。

【0034】 機械穩定的操作區段可以安裝在樣品本體的端部處。還可以譬如在中間和/或在與樣品本體的兩個端部相距一定距離處構造操作區段。該操作區段可以具有所定義的厚度，該厚度被確定為使得該操作區段可以盡可能地形狀配合地插入在容納結構的兩個橋形接片或軌道之間並於是被固定。如果設置兩個操作區段，則該操作區段例如可以安裝在樣品本體的相對的端部處，使得該樣品本體可以類似於骨骼。但是機械穩定的較厚操作區段不必處於樣品本體的側面邊緣處，而是可以從邊緣向內偏移。三個或更多個通過中間區段彼此分開的操作區段例如可以在非常長的樣品本體的情況下出於穩定性原因而是合理的。

【0035】 處於第一操作區段與第二操作區段之間的中間區段可以是樣品本體的如下區段：該區段不是作為目標區段所必需的並且可以主要用於更好地固定在容納結構處。在其它實施方式中，目標區段處於第一操作

區段與第二操作區段之間，使得中間區段對應于目標區段。由此，可以有利於樣品本體的特別位置精確的固定以及目標區段在樣品本體保持器處的可靠的定位。

【0036】 在釋放步驟（a）中，可以在連續的鐳射加工操作中完全釋放樣品本體，使得樣品本體可以容易地從襯底中取出。在其它實施方式中，在釋放步驟（a）中進行，使得在操作區段的側面的至少一個位置處留下由襯底材料構成的保持結構，該保持結構將在操作區段的區域中的在其它情況下被釋放的樣品本體與襯底的接界的區段相連接，使得樣品本體僅僅通過保持結構與襯底的剩餘連接。由此可以實現：在其它情況下被釋放的樣品本體在隨後的操作中首先僅僅通過剩餘襯底被保持，使得不需要單獨的保持裝置。所釋放的樣品本體可以直到取出樣品本體（步驟（c））為止都保持與襯底連接。

【0037】 結合樣品本體的取出，存在鬆開（基本上）被釋放的樣品本體與襯底之間的連接的多種方案。在一些方法變型方案中，步驟（c）中樣品本體的取出直接導致樣品本體與保持結構的區域中的襯底之間的連接的分離。通過取出行為，保持結構例如可以被破壞，而不需要用於分拆的另外措施或裝置。

【0038】 如果存在多個操作區段和/或多個保持結構，則也可以如下進行，使得通過激光束加工來去除一個或多個保持結構，使得樣品本體於是變得自由。原則上可以將該方法進行得使得藉由鐳射照射去除所有保持結構。例如可以緊接在取出以前藉由雷射光束、必要時在沒有同時用壓縮空氣進行鼓風的情況下來斷離保持結構。在這些情況下，通常合理的是，

在鬆開保持結構以前對樣品本體進行抓取，使得接下來的取出可以快速和簡單地進行。原則上也可以的是，樣品本體首先在鬆開最後的保持結構以後從襯底上脫落並且之後被拿起。

釋放步驟 (a) 可以以不同方式來執行。在許多方法變型方案中，在釋放步驟 (a) 中，在雷射光束加工中與側面中的至少一個接界地去除由襯底材料構成的體積區域，該體積區域——在與露出的側面的法線垂直的方向上測量——在該多個位置之一處或者在整個長度上具有為雷射光束切割軌跡的寬度的多倍的寬度。也就是說，在相應側面的區域中進行大範圍的釋放。由此可以與側面接界地產生（與雷射光束切割軌跡的寬度相比）相對大的不含材料的體積區域，該體積區域有利於在鐳射加工期間通過鼓風或吹走有效地清洗加工區，並且還可以有助於在分拆時的更好處理，因為樣品本體的可到達性被改善。此外已經表明，大範圍露出的側面可以與簡單的切割縫或雷射光束切割軌跡的邊沿面相比具有顯著更好的表面品質。

【0039】 雷射光束切割寬度根據聚焦和材料通常處於大約 $10\ \mu\text{m}$ 至 $30\ \mu\text{m}$ 的範圍內，而體積區域的上述寬度優選為 $200\ \mu\text{m}$ 或以上、例如處於 $300\ \mu\text{m}$ 至 $400\ \mu\text{m}$ 的範圍內。

【0040】 利用生成較大不含材料的體積區域的大範圍釋放例如可以通過掃描引導聚焦雷射光束來實現，其方式是，要露出的區域利用聚焦雷射光束的彼此平行的切割或部分重疊的切割軌跡被連續地掃描。

【0041】 非掃描方法變型方案也是可以的，其中通過合適的射束成形可以實現：與要露出的側面接界地去除較大的體積區域。例如，可以在釋放樣品本體時使用掩模投影方法，以便通過用激光輻射進行面積照射來同

時去除襯底材料的較大體積區域。用於實現所確定的射束橫截面的射束成形也可以藉由鐳射加工系統的衍射光學元件或者其它用於射束成形的裝置來實現。也可以使用本身生成線焦點的雷射器、例如固體雷射器。

【0042】 該方法對應該從中製備出樣品本體的襯底的厚度未提出特殊要求。如果襯底是足夠薄的，則在釋放樣品本體時就能夠足夠用於在生成側面時從襯底中切割出樣品本體，使得與樣品本體上側相對的襯底表面形成樣品本體的背側交界面。根據襯底材料，這例如在直至大約 $500\ \mu\text{m}$ 至最高 $650\ \mu\text{m}$ 的襯底厚度的情況下在許多情況下是合理的。

【0043】 但是也可以容易地從厚襯底的接近表面的區域中製備出樣品本體，而不完全地斷離襯底。在一個方法變型方案中，在露出步驟 (a) 中，將樣品本體生成為使得樣品本體的垂直於襯底表面測量的伸展小於襯底的垂直於襯底表面測量的厚度。在此，尤其是可以如下進行，使得在露出步驟 (a) 中在中間步驟中借助于雷射光束加工生成兩個彼此成一定角度的相對的側面，該側面相交於處於襯底內部中的相交線。該角度例如可以為小於 90° 。樣品本體因此可以通過激光輻射從至少一側的傾斜入射從接近表面區域中被釋放。在此，樣品本體上側可以在至少一側處被下切或背切。也可以在兩個相對的側上生成背切口或下切口。相對於樣品本體上側的表面法線測量的入射角例如可以處於大約 10° 至大約 55° 的範圍內，但是常常被設置為不大於 45° 並且這也足夠了。因此，樣品本體可以在該加工階段以後從合適的方向上觀察近似地具有楔子形狀，該楔子可以被構造為關於中心平面對稱或者不對稱。例如，一個側面可以垂直於樣品本體上側延伸，而另一側面傾斜地通向該側面。兩側的傾斜面也是可以的。

【0044】 樣品本體可以從具有統一的襯底材料的襯底中被製備出，使得產生體積樣品。但是該襯底也可以在襯底表面的區域中具有一個或多個通過交界面隔開的層或層區段或層片段。這樣的襯底的典型示例是結構化的半導體器件。這些層可以連續地或者在側面上被結構化。至少一個交界面可以基本上平行於襯底表面延伸。替代地或附加地，可以存在傾斜于或垂直於襯底表面延伸的一個或多個交界面。在這些情況中的每個中，樣品本體可以被生成為使得一個或多個交界面被定向為基本上垂直于目標區段的至少一個側面。

【0045】 措辭“基本上垂直”在此應當是指，該交界面相對於表面法線垂直地或成鈍角、例如小於 55°地延伸。措辭“基本上平行”在此應當是指，該交界面與襯底表面平行地或成銳角、例如小於 45°地延伸。也就是說，呈現出如開頭已經提到的橫截面樣品製備的可能性。

【0046】 在該方法中，樣品本體的形狀可以適宜地與樣品本體保持器的適應於相應形狀的容納結構相匹配。在許多情況下，樣品本體在樣品本體保持器處的特別可靠和位置精確的固定可以通過如下方式來實現：即將樣品本體構造為使得在目標區段或中間區段與接界的操作區段之間產生內角，按照該內角，目標區段或中間區段的側面與操作區段的側面按照以一定角度、例如以直角相遇。由此可以實現所定義的用於安裝在樣品本體保持器的相應構造的容納結構處的止擋。一個內角可能就足夠了，但是常常設置兩個或更多個這樣的內角。

【0047】 由多部分構成的樣品的概念提供了用於設計樣品本體保持器的有利構造方案。在一些實施方式中，樣品本體保持器由保持器材料製

成，該保持器材料不同於襯底材料。因此，關於樣品本體保持器的材料選擇存在自由度，該樣品本體保持器例如尤其可以針對其保持功能與襯底材料無關地被優化。

【0048】 保持器材料可以根據下列標準中的一個或多個來選擇。

【0049】 (i) 為了可靠的保持功能，保持器應當具有結構完整性，使得能夠有利的是，由唯一的材料件製造樣品本體保持器，即使這不是強制的。

【0050】 (ii) 樣品本體保持器的製造應當一方面是低成本的，但是另一方面，必要時在樣品保持器的例如在容納結構區域中的形狀方面應當遵循複雜的預先規定。因此在許多實施方式中，該製造藉由雷射光束加工由合適的保持器材料的板或膜實現。在這些情況下，可以實現具有高精度的鐳射加工能力。

【0051】 (iii) 為了即使在根據步驟 (e) 的進一步的加工步驟中仍然保證保持功能，保持材料應當與所分配的樣品本體的材料相比具有更小的離子蝕刻速率。

【0052】 (iv) 此外能夠適宜的是，保持器材料具有良好的電導率 and /或熱導率。

【0053】 (v) 對於一些類型的樣品本體和/或下面的微結構檢查方法，能夠合理的是，注意保持材料是對樣品本體材料的化學補充物，以便下面的化學分析不受到背景信號的妨礙。

【0054】 鑒於這些標準中的一個或多個，在許多情況下已經被證實為有利的是，保持器材料具有金屬或者是金屬。術語“金屬”在此應該既包

括純金屬，又包括具有兩種或更多種組分的金屬合金。目前，鈦被視為特別合適的材料，該材料一方面是可良好加工的，並且另一方面具有離子照射時的較低蝕刻速率。除此之外，金屬材料可以藉由雷射光束加工在非常複雜的配置中由膜或板、必要時也由結實的起始件來製備出。樣品本體保持器優選地藉由鐳射加工由保持器材料的板或膜來製造。樣品本體保持器也可以通過構建技術、例如藉由 3D 列印或者通過 MEMS 工藝來製造。

【0055】 樣品本體保持器也可以部分或完全地由塑膠、由石墨或者元素碳的其它形式或者由陶瓷材料、例如 Al_2O_3 構成。

【0056】 為了將樣品本體位置精確地固定在樣品本體保持器處，在許多實施方式中已經被證明為適宜的是，容納結構具有一個或多個用於固定樣品本體的保持橋形接片，其中在保持橋形接片處構造至少一個用於與樣品本體的相應側面貼合的止擋面。尤其是在保持橋形接片處構造與上述內角相匹配的外角、例如直角。由此，在將樣品本體固定在樣品本體保持器處時可以在兩個彼此成角度的面處實現所定義的面接觸，使得樣品本體關於樣品本體保持器的位置至少在兩個彼此垂直的方向上被確定。可以設置橫向于或垂直於上述止擋面的另一止擋面。

【0057】 在許多情況下表現為合理的是，容納結構被生成為使得容納結構具有一個或多個用於固定樣品本體的保持橋形接片，其中保持橋形接片具有第一橋形接片區段和被定向為與第一橋形接片區段成一定角度的第二橋形接片區段。該角度優選地可以是直角。保持橋形接片的角形狀例如可以是 L 形或 T 形。利用三個彼此成角度的橋形接片區段，可以實現孔眼（直角孔眼）形式的容納結構。這樣的形狀在多個方向上提供了適於作為

止擋面的外角和內角。可以在樣品本體和保持橋形接片的彼此貼合、優選平面的面區段之間形成相對小的所定義的接觸區，該接觸區在藉由粘接劑固定時負責：粘接劑僅僅留在粘結功能所需的小的面區域中。

【0058】 可以使用許多不同的粘接劑。粘接劑應當相對快地硬化，但是在固定時提供一定的校正可能性，具有用於良好交聯的足夠粘度，並且是適用於真空的。

【0059】 接近表面區域的目標製備尤其可能在可相對容易蝕刻的樣品本體材料的情況下是困難的。在一些實施方式中，通過如下方式來考慮該狀況：容納結構被構造為使得容納結構具有或形成與樣品本體上側相匹配的遮蔽橋形接片，該遮蔽橋形接片由在離子照射和/或鐳射照射時具有比襯底材料更低的蝕刻速率或去蝕速率的材料構成。由此，本身公知的“導線遮蔽”方法的優點可以通過容納結構的特殊設計被加以利用，而不必使用分開的遮蔽元件、比如遮蔽導線。關於公知導線遮蔽技術的細節，可以示例性地參考 S. Senz 等人的文章“Optimisation of the wire-shadow TEM cross-section preparation technique”（*Ultramicroscopy* 70（1997），23 - 28 頁）。

【0060】 替代地或附加地也可以在將樣品本體固定在容納結構處以前將犧牲層至少在目標區段的狹窄側的區域中施加到樣品本體上側上，該犧牲層由如下材料構成：該材料在鐳射照射和/或離子照射時具有比襯底材料更低的去蝕速率（材料去蝕速率）或蝕刻速率，並且優選地還通過以下方式有助於改善的熱管理，即犧牲層與襯底材料相比具有更好的熱導率。

【0061】 遮蔽橋形接片以及犧牲層都可以導致：由此首先被遮蔽免受雷射光束和/或離子束的襯底材料在遮蔽橋形接片的保護材料或犧牲層被耗

盡或被去蝕完時才被去蝕。如果鐳射照射和/或離子照射緊接在達到該狀態以前、在達到該狀態時或者緊接在達到該狀態以後結束，則直接與遮蔽橋形接片或犧牲層相鄰的目標體積可以保留並且緊接著被觀察。

【0062】 本發明還涉及一種由多部分構成的用於微結構診斷的樣品，該樣品可以通過或者是通過本申請中所描述類型的方法來製造的。該樣品具有樣品本體保持器，該樣品本體保持器具有用於將樣品本體容納在所定義的容納位置中的容納結構。此外，該樣品具有至少一個與樣品本體保持器分開製造的樣品本體，該樣品本體具有至少一個結實的操作區段並且與該操作區段交界地具有相對於操作區段而言更薄的目標區段，該目標區段在狹窄側由樣品本體上側來限定並且在側面由垂直或傾斜於樣品本體上側延伸的側面來限定。樣品本體在容納結構處被固定在容納位置中。

【圖式簡單說明】

【0063】 本發明的另外的優點和方面從權利要求和下面對本發明的優選實施例的描述中得出，該實施例在下面根據附圖予以闡述。

【0064】 圖 1 以子圖 1A 至 1F 顯示在一個實施例中由襯底製備出樣品本體時的不同階段；

圖 2 顯示樣品本體的傾斜透視圖；

圖 3 顯示圖 2 中的在將樣品本體固定在與其相匹配的樣品本體保持器處以後的樣品本體；

圖 4 顯示樣品本體保持器的示例，該樣品本體保持器的容納結構具有與樣品本體上側相匹配的遮蔽橋形接片；

圖 5 顯示具有兩個相同構造的容納結構的樣品本體保持器的示例，該

容納結構用於容納兩個樣品本體；

圖 6 顯示具有兩個彼此相匹配的樣品本體保持器的樣品，該樣品本體保持器分別承載兩個固定在其上的樣品本體；

圖 7 顯示具有 T 形保持橋形接片和固定在其上的樣品本體的樣品本體保持器；

圖 8 顯示具有 T 形保持橋形接片和固定在其上的直立樣品本體的另一樣品本體保持器。

【實施方式】

【0065】 下面首先根據圖 1 至 3 來示例性地描述用於製造用於透射電子顯微術 (TEM) 的橫截面樣品的方法的不同方面。在此，從襯底 SUB 的有針對性選擇的區域中製備出樣品本體，該樣品本體之後固定在與其匹配的樣品本體保持器中，並且應該與該樣品本體保持器一起形成用於藉由 TEM 進行微結構診斷的樣品。

【0066】 示意圖 1 以子圖 1A 至 1F 顯示從襯底 SUB 中製備出樣品本體的不同階段。在圖 2 中顯示樣品本體的傾斜透視圖，圖 3 顯示圖 2 中的在將樣品本體固定在與其相匹配的樣品本體保持器處以後的樣品本體。

【0067】 圖 1A 以俯視圖顯示應該從中製備出樣品本體的襯底 SUB 的襯底表面 SO 的片段，該樣品本體包含襯底表面的片段。為了更好地定向，繪出襯底坐標系 SKS。之後應該藉由 TEM 來檢查的目標體積 ZV 在 Z 方向上與襯底表面 SO 直接接界。襯底表面在示例情況中是平坦的，但是其也可以是彎曲的。襯底表面的預先製備通常是不需要的，例如襯底表面不需要被磨光。該襯底例如可以是多層構造的半導體器件。

【0068】 通過藉由雷射光束加工在雷射光束垂直入射以及傾斜入射的情況下連續地去蝕材料從接近表面的區域中釋放所定義位置處的很大程度上可自由選擇的樣品體積。為此，首先生成具有之後的保持結構 HS1、HS2 的區域(圖 1A)。接著，在雷射光束部分垂直、部分傾斜入射的情況下，釋放要取出的樣品本體 PK 的基本結構，該樣品本體僅僅還在保持結構的區域中與襯底的剩餘保持連接(圖 1B 和 1C)。到那時為止生成的樣品本體毛坯僅僅還在保持結構的區域中與襯底的剩餘接合。

【0069】 在接下來的處理階段中，同樣藉由聚焦雷射光束通過進一步材料去蝕來減薄樣品本體毛坯的中間區段，使得產生包含目標體積 ZV 的相對狹窄的目標區段 ZA。在目標區段的兩個縱向端部處剩下結構上較結實或較厚的區段，在該區段的區域中，保持結構與樣品本體的毛坯保持連接。該結實區段用於之後操作樣品本體 PK，並且因此在本申請中被稱為操作區段 HA1、HA2 或處理區段(圖 1D)。因此，通過這種方式製造的樣品本體的特徵在於目標體積的區域中、即目標區段中的小厚度，但是也在於邊緣(操作區段)處的特別機械穩定的區域。

【0070】 在整個鐳射加工期間，樣品本體僅僅由兩個與相對的操作區段接界的保持結構 HS1、HS2 來保持，該保持結構 HS1、HS2 朝著樣品本體楔形地變尖並且在向較厚操作區段的過渡部處分別形成額定斷裂位置。通過藉由保持橋形接片保持樣品本體，在加工的這些階段中可以通過用壓縮空氣或其它加壓氣體吹走來清潔鐳射加工的任何加工殘留物(碎屑)，而不由此吹走樣品本體。在圖 1D 中以俯視圖顯示的配置也在圖 2 的傾斜透視圖中予以顯示。

【0071】 也可以將另外的加工步驟與由保持結構保持在襯底中的樣品本體銜接。如圖 1E 中所示，尤其是還可以通過鐳射加工來去除結實的操作區段之一，使得所得到的樣品本體具有 L 形狀並且具有僅僅唯一結實的操作區段以及與其接界的薄目標區段，其中保持結構之一抓在操作區段上並且相對的保持結構抓在目標區段上。由此生成的樣品本體於是可以通過進一步的鐳射加工在目標區段的區域中被進一步減薄（圖 1F）。

【0072】 通過這種方式經鐳射微加工的樣品本體於是可以在另一方法步驟中例如在使用常規鑷子、例如反鑷子的情況下從襯底中被取出。在此，操作員將僅僅對操作區段進行抓取並且不接觸較薄的目標區段。樣品本體可以在額定斷裂位置的區域中在保持結構 HS1、HS2 的最薄位置處從剩餘襯底中斷離出，並且然後可供進一步的操作。

【0073】 適於執行該方法步驟的鐳射加工裝置具有雷射器、電流計掃描器以及聚焦光學器件，以便能夠生成定向到襯底上的聚焦雷射光束並且以便沿著可預先程式設計的軌線引導雷射光束。也可以使用具有實現雷射光束與襯底之間的可控相對移動的其它定位單元的鐳射加工裝置。應該從中取出樣品本體的襯底被容納在工件容納部中。工件容納部可以在需要時被換成用於後續處理的夾具。此外，工件容納部可以圍繞軸傾斜，並且圍繞與之無關的軸轉動，以便能夠針對每個入射位置以可自由程式設計的方式調整雷射光束的入射角和入射方向。另外，可以通過襯底的 x-y 位移來將目標位置精確地定位在工件容納部的偏心傾斜軸中。此外，鐳射加工裝置配備有吹風系統和吸取系統。藉由吹風系統，可以對當前藉由雷射光束加工的区域進行吹風，以便運走藉由壓縮氣體產生的加工殘留物，使得這些

加工殘留物不會沉積在襯底的經加工的剩餘處。利用吸取系統可以以環境和諧的方式吸取加工剩餘。此外，設置有具有數位相機的觀察裝置，利用該觀察設備可以按照幾微米精確地瞄準相應目標位置。程式設計和操作通過操作單元處的軟體介面進行，該操作單元還包括鐳射加工裝置的中央控制裝置。

在鐳射加工的過程中，為了可追溯性，可以在 QM 系統的範圍內給樣品本體保持器譬如標上樣品標號、連續數字或者矩陣碼或條碼。

【0074】 根據圖 1 示例性顯示的加工策略在快速和節省地製備樣品本體的意義上利用了這些器材方案。從具有未損傷表面的襯底 SUB 出發，圖 1A 中所示的加工狀態通過如下方式來實現：借助于電流計掃描器以曲折行進的軌線 TR（或者通過其它掃描移動、例如線性進給）來在要通過激光束加工去除的體積區域中引導聚焦雷射光束，使得從襯底材料中去除譬如正方形的或多邊形地限定的體積區域 VOL。體積區域的（垂直於所限定的側面測量的）寬度 B 對應於雷射光束切割軌跡的寬度的多倍。寬度 B 例如可以處於 $200\ \mu\text{m}$ 至 $400\ \mu\text{m}$ 範圍內。由此與露出的側面接界地產生大的自由空間，該自由空間方便了借助于自由鼓風的清潔並且在之後的處理中也提供對要取出的樣品本體的方便抓取。大範圍的露出允許生成具有非常好的表面品質的側面。加工策略（例如藉由折線、框、線等等）對露出的側面的品質具有顯著影響。側面通常與鐳射切割軌跡的邊沿面相比明顯更平滑。

【0075】 在該階段中，利用雷射光束的幾乎垂直的入射來工作、即利用雷射光束大致上平行於襯底的表面法線（z 方向）的入射方向來工作。如

果應當借助于聚焦雷射光束生成與樣品表面垂直的側面，則需要設置輕微的反向傾斜（傾斜幾度），以便補償邊沿角。

【0076】 接著，要製備出的樣品本體的在 y 方向上彼此相對的側面被加工出，其方式是，在雷射光束的傾斜以及垂直入射的情況下加工出襯底材料的相應矩形體積。圖 1B 和 1C 以彼此旋轉 90°的取向顯示相同的加工狀態。從圖 1C 的視角可以良好地辨認，在要釋放的樣品本體的（平行於 x 方向延伸的）縱向側利用雷射光束的傾斜入射加工，以便提供具有非對稱棱柱形狀的樣品本體。在此，第一側面或邊沿面 S1 垂直於襯底表面延伸，平坦的相對的第二側面 S2 根據背切的類型傾斜於襯底表面延伸。兩個分別平坦的側面 S1 和 S2 在襯底的內部在襯底表面下的一定距離處相交於一定深度處，該深度僅僅對應于垂直於襯底表面測量的襯底厚度的一小部分。也就是說，襯底樣品也可以從接近表面的區域中製備出，而不必在整個厚度上來斷離襯底。

【0077】 圖 1C 中所示的情況是加工的中間階段，其中樣品本體還未獲得其為了取出而設置的後期形狀。接著，在外部保持結構之間的中間區段中在 y 方向上將樣品本體進一步減薄，其方式是，通過具有幾乎垂直的射束入射的雷射光束加工來去除襯底材料，使得產生樣品本體的在圖 1D 中所示的啞鈴形狀，其在圖 2 中也予以顯示。樣品本體 PK 現在與第一保持結構 HS1 交界地具有第一操作區段 HA1，與相對的第二保持結構 HS2 交界地具有第二操作區段 HA2，並且在操作區段之間具有與其相比更薄的目標區段 ZA，在該目標區段 ZA 中存在目標體積 ZA。在此，在該俯視圖中表現為 C 形的樣品本體上側 PO 由襯底表面 SO 的相應成形的片段形成。

【0078】 平坦的第一側面 S1 垂直於樣品本體上側，並且在襯底的 Z 方向上延伸。相對的側面 S3 平行於第一側面 S1 延伸，使得目標區段 ZA 具有平面平行板的形狀。通過切割掉中間區段以用於生成側面 S3，在目標區段 ZA 與接界的操作區段之間的過渡部處分別產生直角內角 IW。在內角區域中相遇的平坦側面之後在將樣品本體位置正確地固定在所分配的樣品本體保持器處時充當止擋面，該止擋面實現 x 和 y 方向上的精確定位，參見圖 3。

【0079】 示意圖 2 顯示類似幾何形狀的由襯底製備出的樣品本體 PK 的視圖，該襯底在襯底上側的區域中包含體積材料上的兩個薄層 L1、L2，其中該薄層被表面平行的交界面 G1 隔開。可以識別，薄的目標區段 ZA 被定向為垂直於之前的襯底表面，使得在充分減小目標區段的平行於襯底上側在 y 方向上測量的厚度的情況下可以在觀察方向 BR 上檢查交界面 G1 和接界的層 L1、L2，該觀察方向基本上平行於交界面 G1 和接界的層延伸（箭頭）。因此，利用該方法可以容易地實現橫截面製備。

【0080】 如上面已經提到的那樣，目標區段可以在樣品本體被從襯底中脫出以前在樣品本體仍然被固定保持在襯底中時就已經被減薄到非常薄的總厚度 D 上。

【0081】 操作區段和目標區段的下列典型尺寸被證實為特別實用的。偏差是可以的。目標區段應當盡可能薄，以便接下來的加工步驟需要盡可能少的時間。向下直至大約 $40\ \mu\text{m}$ 的總厚度 D 經常是可以的，最小厚度可以根據材料而變化。操作區段的在相同方向（y 方向）上測量的厚度大多為幾倍大的，並且同樣可以根據材料來優化。其尤其是依賴於襯底材料

的強度。對於矽和其它半導體材料，操作區段例如應當為至少 $200\ \mu\text{m}$ 厚， x 方向上的厚度或長度可以處於相同數量級。對於具有更高強度的材料、比如藍寶石 (Al_2O_3)，在 y 方向上的 $100\ \mu\text{m}$ 至 $150\ \mu\text{m}$ 的厚度就能夠足夠了。

【0082】 在所描述的實施例中，具有還沒有完成減薄的目標區段的樣品本體 PK 被從襯底中取出，並且在專門與樣品本體幾何形狀相匹配的樣品本體保持器 PH 處固定在所定義的容納位置中（參見圖 3）。

【0083】 該實施例的樣品本體保持器 PH 是一件式的扁平的功能元件，該功能元件藉由鐳射加工從金屬材料（例如鈦）的薄膜中與樣品本體的幾何形狀相適應地被製備出。一般板狀的樣品本體保持器 PH 譬如具有半圓的基本形狀（參見圖 5），在其圓對分側上構造有矩形（或其它形狀的）缺口 AU。在相對的弧形側上，彼此相對地設置有兩個三角形缺口 A1、A2，該缺口 A1、A2 由兩個彼此垂直定向的邊沿來限定。該幾何形狀使將樣品本體保持器或整個樣品位置正確地安裝在此處未進一步描述的夾持保持器中容易，該夾持保持器可以用於進一步的加工步驟。樣品保持器的幾何形狀就此而言類似於在 EP 2787338 A1 中結合該缺口的功能予以了描述的樣品幾何形狀。就此而言參閱那裡的描述。

【0084】 在上側處的缺口 AU 的區域中，居中地加工出容納結構 AST，該容納結構 AST 允許將結構上與其匹配的樣品本體 PK 容納在樣品本體保持器處的對於保持器坐標系 HKS 而言精確定義的容納位置中。容納位置 AST 在示例情況下包括兩個與中間平面鏡像對稱佈置的分別被構造為 L 形的保持橋形接片 HST1、HST2 以用於固定樣品本體。保持橋形接片 HST1、HST2 中的每個都在所示配置中具有垂直的第一橋形接片區段 ST1，該第一

橋形接片區段 ST1 從結實部分中突出並且在其自由端部處支承與其成直角的、較短的第二橋形接片區段 ST2，該第二橋形接片區段 ST2 朝著背向其它保持橋形接片的側向外伸出。橋形接片區段 ST1、ST2 分別具有矩形橫截面並且彼此形成直角。

【0085】 在未顯示出的變型方案中，分別還存在與第一橋形接片區段平行的第三橋形接片區段，該第三橋形接片區段在外部與第二橋形接片區段銜接，使得該橋形接片區段形成矩形孔眼或者具有矩形開口的孔眼。

【0086】 垂直的第一橋形接片區段 ST1 的背向彼此的外側的（x 方向上）橫向距離與操作區段 HA1、HA2 的朝向彼此的側面的淨距離相比小幾十 μm （例如最大 $50\mu\text{m}$ ），使得樣品本體在從側面被推移到保持橋形接片（在 y 方向上）上以後以 x 方向上的小餘隙位於保持橋形接片上，並且可以以其內側在 y 方向上碰上保持橋形接片。向外伸出的較短的第二橋形接片區段 ST2 在第一橋形接片 ST1 的縱向上（即在 z 方向上）形成止擋面，樣品本體可以以樣品本體上側 PO 碰上該止擋面。因此，樣品本體在 y 方向上和高度方向（z 方向）上的容納位置由保持橋形接片處的止擋來定義。

【0087】 在此，特別有利、但也並非強制必需的是如下的樣品本體幾何形狀：該樣品本體幾何形狀具有兩個彼此相距一定橫向距離的結實操作區段以及與表面垂直的內面或內邊沿，因為該樣品本體幾何形狀可以明確定義地沿著樣品本體保持器 PH 的兩個保持橋形接片 HST1、HST2 被引導到相應的止擋中。在安裝樣品本體以前，用粘合劑來潤濕樣品本體 PK 和/或保持橋形接片 HST1、HST2 的面的被置於彼此接觸的區段。該粘合劑在安裝樣品本體時基本上僅僅分佈在樣品本體與保持橋形接片之間的狹窄接觸

部的區域中，使得可以在使用最少量的合適的粘接劑的情況下實現極度持久、清潔的粘結連接。

【0088】 在將樣品本體從襯底中取出時以及在將樣品本體固定在樣品本體保持器的容納結構的保持橋形接片處時都允許在簡單的立體光顯微鏡中進行觀察時用鑷子操作機械穩定的操作區段 HA1、HA2、樣品本體。

【0089】 對於包括鐳射加工、將樣品本體 PK 從襯底 SUB 轉移到樣品本體保持器 PH 上以及固定在樣品本體保持器處的完整加工步驟而言，未對環境氣氛提出特殊要求，使得這些步驟可以在普通實驗室氣氛中進行。在此尤其是不需要真空下的工作。

【0090】 圖 3 顯示由兩部分構造的樣品 P，該樣品 P 基本上（除了粘合劑材料以外）僅僅由樣品本體保持器 PH 和固定在其處的樣品本體 PK 構成。該樣品於是可以被輸送給進一步的加工步驟。樣品尤其是可以在樣品本體在樣品本體保持器處的固定結束以後被轉移到特殊的夾持保持器中，以便然後藉由雷射光束加工從上部垂直地將目標區段 ZA 精準地減薄到例如大致為 $10\ \mu\text{m}$ 厚度的（在 y 方向上測得的）橋形接片厚度上。儘管理論上可以對仍然保持在襯底中的樣品本體執行該背部減薄，但是該背部減薄適宜地在將樣品本體 PK 固定在樣品本體保持器 PH 處以後才進行，因為通過這種方式可以特別簡單和可靠地實現用於直接運輸走加工殘留物（碎屑）的所需幾何邊界條件，並且因為在其它情況下為了從襯底轉移到樣品本體保持器上所需的穩定性也可能被丟失。

【0091】 針對鐳射加工的最後階段，為了減薄目標區段 ZA 和為了盡可能露出目標體積，優選地使用超短脈衝雷射器。由此可以實現露出的邊

沿的足夠少的損傷，由此僅還需要藉由離子束進行輕微並因此節省時間的後續加工。必要時也可以使用短脈衝雷射器。一般而言，雷射器的類型應該被選擇為使得損傷厚度不大於本來由於穩定性而要去蝕的材料層。

【0092】 在圖 3 中的樣品本體和樣品本體保持器的示例性顯示的幾何形狀的情況下，可以藉由聚焦離子束 IS-F 在目標體積的區域中對保持橋形接片之間露出的目標區段進行最終後續減薄直到電子透明，即 FIB 加工。根據目標區段 ZA 在前置鐳射加工階段中已經被強烈地背部減薄的情況，該技術在少損傷和目標精確性方面的優點可以被完全利用，而不必承受過長加工時間的缺點。

【0093】 替代地，也可以利用寬離子束、即較寬的未經特別聚焦的離子束、例如利用氫離子或其它稀有氣體離子進行後續減薄。

【0094】 替代於粘接，可以在加載荷工具中預張兩個可彈性變形的金屬保持橋形接片，使得樣品本體可以通過保持橋形接片的張開被夾持在它們之間。由此可以放棄粘合劑。也可以在相應構造的情況下實現具有部分形狀配合的無粘合劑的止動夾具。

【0095】 為了避免未打算減薄的區域的不期望的清除，在此能夠有利的是遮蔽，該遮蔽類似於導線遮蔽中的已知的處理方式能夠導致：儘管大面積進行離子照射，但是可以露出位置精確定義的目標體積。

【0096】 圖 4 顯示樣品本體保持器 PH 的示例，其容納結構 AST 具有與樣品本體上側相匹配的遮蔽橋形接片 ABST，該遮蔽橋形接片 ABST 在 x 方向上延伸並且在將樣品本體 PK 固定在保持橋形接片處時在板狀目標區段 ZA 的區域中覆蓋其樣品本體上側 PO 的一部分。在通過鐳射加工由鈦膜

製造的樣品本體保持器的情況下，一體式地利用樣品本體保持器的剩餘構造的遮蔽橋形接片同樣由鈦製成，鈦與樣品本體 PK 的半導體材料相比在氬離子轟擊的情況下具有顯著更低的蝕刻速率。遮蔽橋形接片的材料一直保護目標區段的緊位於其之下的體積區域免受離子侵蝕，直到遮蔽橋形接片的材料被基本上消耗完。當在基本上被蝕去的遮蔽橋形接片之下剩下合適地小的厚度（在 y 方向上）的目標體積時並且在該目標體積也被離子蝕去以前，利用非聚焦寬離子束 IS-B 的離子束加工結束。通過這種方式，在使用能以明顯更低成本生成的寬離子束用於後續減薄的情況下，也可以執行具有接近表面的層的橫截面樣品的目標製備。

【0097】 可以通過鐳射微加工將遮蔽橋形接片或遮蔽條改動為使得產生促進離子束減薄工藝的尖頂結構。緊隨其後的是，替代於借助聚焦離子束的後續減薄，還僅僅利用寬離子束機器進行離子束加工。

【0098】 為了進一步提高生產能力，樣品本體保持器也可以具有一個以上的容納結構、例如兩個相同的彼此靠近的容納結構 AST1、AST2，該容納結構 AST1、AST2 分別具有如圖 3 中的容納結構那樣的保持橋形接片（圖 5），以便分別容納樣品本體。

【0099】 另外，可以在樣品本體保持器的側面區域中加工出成對互補的匹配件 PS1、PS2，該匹配件 PS1、PS2 允許將具有固定在樣品本體保持器上的樣品本體的兩個樣品本體保持器 PH1、PH2 一起用作樣品 P、並且安裝到微結構檢查設備的相應保持器中、例如透射電子顯微鏡的標準樣品保持器中（參見圖 6）。通過這種方式，不僅可以提高製備的效率，而且可以提高後續分析的效率，因為尤其是可以減少或避免過關時間。

【0100】 與迄今為止描述的示例不同，許多變型方案是可以的。例如，不需要在樣品本體的邊緣處或端部處佈置一個操作區段或兩個操作區段。在圖 7 中的實施例中，樣品本體 PK 具有兩個操作區段 HA1、HA2，該操作區段 HA1、HA2 在樣品本體的縱向（x 方向）上大致上被佈置在樣品本體的中間區域中，使得在操作區段對的一側上存在第一目標區段 ZA1 並且在相對的側上存在第二目標區段 ZA2。也就是說，薄的板狀的目標區段處於樣品本體的自由端部處，而其保持在中間區域中進行。

圖 7 中與樣品本體的該形狀相匹配的樣品本體保持器 PH 具有容納結構 AST，該容納結構 AST 由唯一的 T 形保持橋形接片 HST 形成。該保持橋形接片具有在 z 方向上延伸的較長橋形接片區段 ST1，在該橋形接片區段 ST1 的自由端部處構造有在縱向上兩側伸出的較短的第二橋形接片區段 ST2。在此，兩個操作區段之間的在 x 方向上測量的淨距離稍大於第一橋形接片區段 ST1 的在該方向上測量的寬度，使得樣品本體可以基本上在 y 方向上無餘隙地推移到第一橋形接片區段 ST1 上。在操作區段之間，在目標區段的運動範圍中存在中間區段，該中間區段充當 y 方向上的止擋。橫著放置的橋形接片區段 ST2 形成上部的在 z 方向上有效的用於樣品本體的止擋，樣品本體以其樣品本體上側 PO 與該止擋貼合。樣品本體如在其它示例中那樣通過粘接固定在保持橋形接片 HST 處。

【0101】 在圖 8 中的變型方案中，容納結構 AST 的保持橋形接片 HST 同樣具有 T 形狀，但是在此，較長的第一橋形接片區段 ST1 被定向到 x 方向（圖 8 中水準）上，而與其垂直的橫條或第二橋形接片區段 ST2 被定向為平行於 z 方向。樣品本體 PK 具有兩個操作區段 HA1、HA2，該操作區段

HA1、HA2 通過中介軟體連接並且在該操作區段 HA1、HA2 之間在第一橋形接片區段 ST2 的厚度的寬度中存在間隙。操作區段對總體上位於樣品本體的端部區域中，而目標區段 ZA 一側延伸直至另一端部區域，並且在本情況下被定向為平行於 z 方向。這樣“直立”地定向的樣品本體例如可以用於製備用於原子探針斷層掃描 (LEAP) 或者用於 x 射線斷層掃描/x 射線顯微術的樣品。

【0102】 能夠看出，在本發明的變型方案的範圍內，離子束減薄的最後步驟既可以利用各種聚焦離子束加工 (Ga 離子/等離子體 FIB) 來進行，又可以通過寬射束離子蝕刻來進行。

【0103】 如例如在圖 4 至 8 中顯示那樣，例如為了改善的追溯，可以將數位等形式的標記 MK 引入到樣品本體保持器中。這可以藉由雷射光束簡單地實現。

【0104】 本發明的一些方面已經以用於透射電子顯微術的樣品為例予以闡述。但是，對本發明的利用不限於此。用於許多其它微結構診斷方法的樣品同樣可以根據所描述的方法或其變型方案來製備。

【0105】 例如，使用用於利用 x 射線射束成像的方法，該方法在同步輻射源以外在長時間裡都曾經是純粹的斷層掃描陰影化方法 (x 射線電腦斷層掃描)，並且在近幾年已經採取了朝著 x 射線顯微術方向的研發。在最後的方法 (x 射線顯微術，XRM) 中，進行兩步放大。在此，跟在陰影化原理之後的是後續放大。由於 x 射線輻射的穿透能力和為了以高解析度檢查 3D 結構而必須將樣品在 x 射線源與探測器之間旋轉這一情況，對 XRM 樣品的要求是，其具有小直徑 (典型地：小到幾十 μm)。對此同樣良好地合適的

是藉由鐳射微加工的製備。

【符號說明】

【0106】

A1/A2	三角形缺口
ABST	遮蔽橋形接片
AST	容納結構
AU	矩形缺口
B	寬度
BR	觀察方向
D	總厚度
G1	交界面
HA	操作區段
HA1	第一操作區段
HA2	第二操作區段
HKS	保持器坐標系
HS1	第一保持結構
HS2	第二保持結構
HST1	保持橋形接片
HST2	保持橋形接片
IS-F	聚焦離子束
L1/L2	層/薄層
MK	標記

P	樣品
PH	樣品本體保持器
PK	樣品本體
PO	樣品本體上側
PS1/PS2	匹配件
S1	第一側面/第一邊沿面
S2	第二側面
S3	相對的側面
SO	襯底表面
SKS	襯底坐標系
ST1	第一橋形接片區段
ST2	第二橋形接片區段
SUB	襯底
VOL	體積區域
ZA	目標區段
ZV	目標體積

I687671

發明摘要

公告本

※ 申請案號：105117178

※ 申請日：105年6月1日

※IPC 分類：G01N 1/28 (2006.01)
G01N 1/32 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

製備微結構診斷用的樣品的方法以及微結構診斷用的樣品

Method for preparing a sample for microstructure diagnostics, and sample for
microstructure diagnostics

【中文】

本發明涉及製備用於微結構診斷的樣品的方法，其包括下列步驟：(a) 借助至少一個鐳射加工操作通過垂直和/或傾斜於襯底表面入射至少一個雷射光束釋放樣品本體，使得生成樣品本體的如下形狀：該形狀具有至少一個結實的操作區段和與該操作區段交界地相對於操作區段更薄的目標區段；(b) 製造與樣品本體分開的樣品本體保持器，其具有與樣品本體的形狀匹配的容納結構以將樣品本體容納在定義的容納位置中；(c) 將釋放的樣品本體從襯底中取出；(d) 將從襯底中取出的樣品本體固定在樣品本體保持器的容納結構處；(e) 借助雷射光束和/或離子束加工在目標區段的區域中對樣品本體的至少一個側面執行至少一個另外的材料去蝕性加工以露出目標區段。

【英文】

無

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 3 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

AST	容納結構
AU	矩形缺口
HA1	第一操作區段
HA2	第二操作區段
HKS	保持器坐標系
HST1	保持橋形接片
HST2	保持橋形接片
IS-F	聚焦離子束
P	樣品
PH	樣品本體保持器
PK	樣品本體
PO	樣品本體上側
ST1	第一橋形接片區段
ST2	第二橋形接片區段
ZA	目標區段

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

申請專利範圍

1. 一種用於製備用於微結構診斷的樣品 (P) 的方法，其中通過材料去蝕性雷射光束加工由襯底製備具有可預先給定的形狀的樣品本體 (PK)，並且接著藉由雷射光束加工和/或離子束加工進一步加工出樣品本體的目標區段 (ZA) 以用於露出適於微結構檢查的目標體積 (ZV)，該方法具有下列步驟：

(a) 藉由至少一個鐳射加工操作通過垂直於和/或傾斜於襯底表面 (SO) 入射至少一個雷射光束來從襯底中釋放樣品本體 (PK)，使得產生樣品本體，該樣品本體在樣品本體上側 (PO) 由襯底表面的區域來限定以及在側面由被定向為傾斜于或垂直於襯底表面的側面 (S1, S2, S3) 來限定；

其中生成樣品本體的如下形狀：該形狀具有至少一個結實的操作區段 (HA、HA1、HA2) 並且與該操作區段交界地具有相對於該操作區段而言更薄的目標區段 (ZA)，該目標區段 (ZA) 在狹窄側由樣品本體上側 (PO) 來限定，並且在側面上由垂直于或傾斜於樣品本體上側延伸的側面 (S1, S3) 來限定；

(b) 製造與樣品本體分開的樣品本體保持器 (PH)，該樣品本體保持器 (PH) 具有與樣品本體的形狀相匹配的容納結構以用於將樣品本體容納于所定義的容納位置中；

(c) 將釋放的樣品本體從襯底中取出；

(d) 將從襯底中取出的樣品本體固定在樣品本體保持器的容納結構處；

(e) 藉由雷射光束加工和/或離子束加工在目標區段的區域中對樣品本

體的至少一個側面執行至少一個另外的材料去蝕性加工以用於露出目標體積；

其中該樣品本體（PK）被構造為使得在目標區段（ZA）與接界的操作區段（HA1，HA2）之間產生內角（IW），按照該內角（IW），目標區段的側面（S3）與操作區段（HA1，HA2）的側面以一定角度相交；以及

在將樣品本體（PK）固定在樣品本體保持器（PH）處時在兩個彼此成角度的面處生成所定義的面接觸，使得樣品本體關於樣品本體保持器的位置至少在兩個彼此垂直的方向上被確定。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述的方法，其特徵在於，通過粘接或夾持將樣品本體（PK）固定在容納結構（AST）處。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，生成第一操作區段（HA1）和第二操作區段（HA2），其中在第一操作區段與第二操作區段之間存在較薄的中間區段，其中中間區段優選地被設計成目標區段（ZA）。

4. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，在釋放步驟（a）中，在操作區段的側面的至少一個位置處留下由襯底材料構成的保持結構（HS），該保持結構把在操作區段（HA）的區域中的在其它情況下被釋放的樣品本體與襯底（SUB）的接界的區段相連接，使得樣品本體（PK）僅僅通過保持結構與襯底的剩餘連接，其中優選在步驟（c）中，取出樣品本體導致樣品本體與保持結構的區域中的襯底之間的連接的分離。

5. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，在釋放步驟（a）中，在雷射光束加工中與側面中的至少一個接界地去除由襯底材料構

成的體積區域 (VOL)，該體積區域 (VOL) 在與側面垂直的方向上具有為雷射光束切割軌跡的寬度的多倍的寬度 (B)，其中體積區域的寬度 (B) 優選地為 $200\ \mu\text{m}$ 或以上、尤其是處於 $300\ \mu\text{m}$ 至 $400\ \mu\text{m}$ 的範圍內。

6. 如申請專利範圍第 5 項所述的方法，其特徵在於，體積區域 (VOL) 連續地通過掃描引導聚焦雷射光束來去除。

7. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，在露出步驟 (a) 中，將樣品本體生成為使得樣品本體 (PK) 的垂直於襯底表面測量的伸展小於襯底 (SUB) 的垂直於襯底表面測量的厚度，其中優選在露出步驟 (a) 中在中間步驟中借助于雷射光束加工生成兩個彼此成一定角度的相對的側面 (S1, S3)，該側面相交於處於襯底內部中的相交線。

8. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，襯底在襯底表面的區域中具有一個或多個通過交界面 (G1) 隔開的層 (L1, L2) 或層片段，其中樣品本體被生成為使得一個或多個交界面被定向為基本上垂直于目標區段 (ZA) 的至少一個側面 (S3)。

9. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，按照該內角 (IW)，目標區段的側面 (S3) 與操作區段 (HA1, HA2) 的側面以直角相交。

10. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，樣品本體保持器 (PH) 由保持器材料製成，該保持器材料不同於襯底材料，其中保持器材料優選地具有金屬或者是金屬、尤其是鈦和/或其中樣品本體保持器藉由鐳射加工由保持器材料的板或膜製造。

11. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法，其特徵在於，容納結構

(AST) 具有一個或多個用於固定樣品本體 (PK) 的保持橋形接片 (HST1, HST2), 其中滿足下列條件中的至少一個:

(i) 在保持橋形接片處構造有至少一個用於與樣品本體 (PK) 的相應側面貼合的止擋面, 其中尤其是在保持橋形接片處構造有與內角 (IW) 相匹配的外角;

(ii) 保持橋形接片具有第一橋形接片區段 (ST1) 和被定向為與第一橋形接片區段成一定角度的第二橋形接片區段 (ST2), 其中該角度優選是直角和/或其中保持橋形接片具有 T 形狀或 L 形狀。

12. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法, 其特徵在於, 容納結構 (AST) 具有與樣品本體上側相匹配的遮蔽橋形接片 (ABST), 該遮蔽橋形接片 (ABST) 由如下材料構成: 該材料在離子照射和/或鐳射照射時具有比襯底材料更低的去蝕速率。

13. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的方法, 其特徵在於, 在將樣品本體固定在容納結構處以前至少在目標區段的狹窄側的區域中將犧牲層施加到樣品本體上側上, 該犧牲層由如下材料構成: 該材料在離子照射和/或鐳射照射時比襯底材料具有更低的去蝕速率。

14. 一種用於微結構診斷的樣品, 該樣品尤其是通過包含申請專利範圍第 1 至 13 項中任一項所述的特徵的方法獲得或能夠獲得, 該樣品具有:

樣品本體保持器 (PH), 其具有用於將樣品本體容納在所定義的容納位置中的容納結構; 以及

至少一個與樣品本體保持器分開製造的樣品本體 (PK), 該樣品本體 (PK) 具有至少一個結實的操作區段 (HA、HA1、HA2) 並且與該操作區

段交界地具有相對於該操作區段而言更薄的目標區段（ZA），該目標區段（ZA）在狹窄側由樣品本體上側（PO）來限定，並且在側面上由垂直于或傾斜於樣品本體上側延伸的側面（S1，S3）來限定；

其中樣品本體在容納結構處被固定在容納位置中；

其中該樣品本體（PK）被構造為使得在目標區段（ZA）與接界的操作區段（HA1，HA2）之間產生內角（IW），按照該內角（IW），目標區段的側面（S3）與操作區段（HA1，HA2）的側面以一定角度相遇；以及

在將樣品本體（PK）固定在樣品本體保持器（PH）處時在兩個彼此成角度的面處生成所定義的面接觸，使得樣品本體關於樣品本體保持器的位置至少在兩個彼此垂直的方向上被確定。

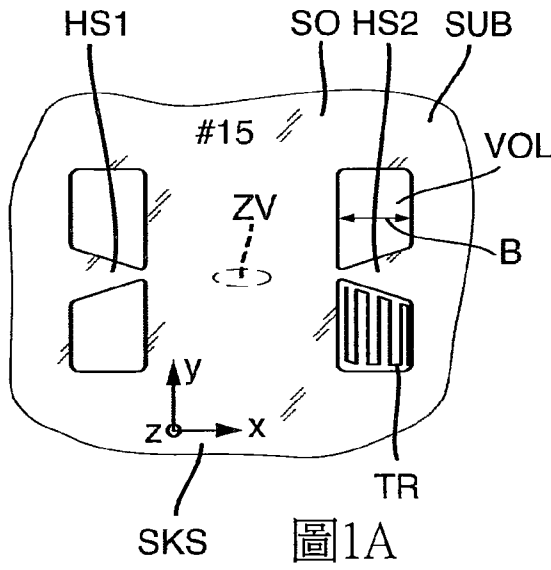


圖1A

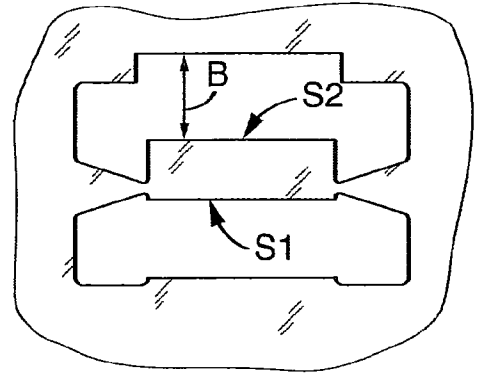


圖1B

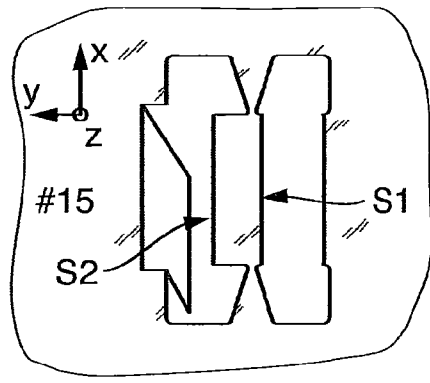


圖1C

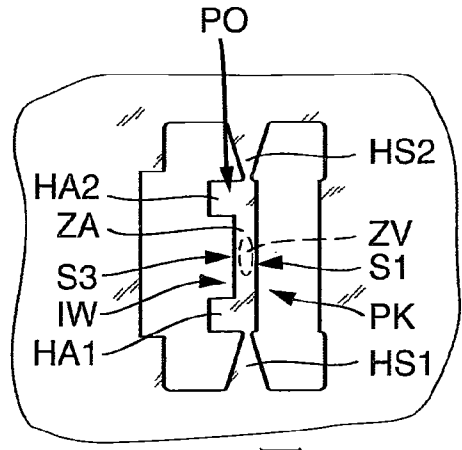


圖1D

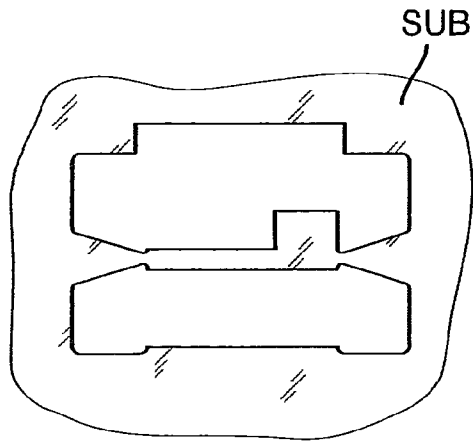


圖1E

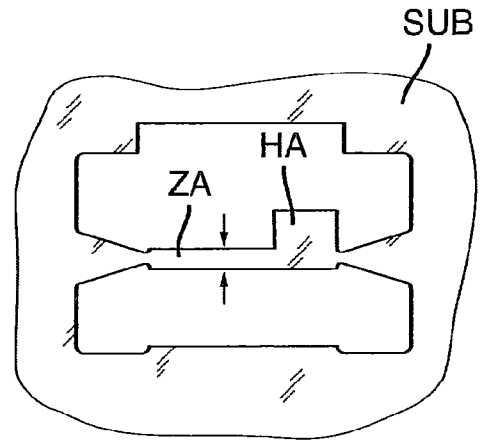


圖1F

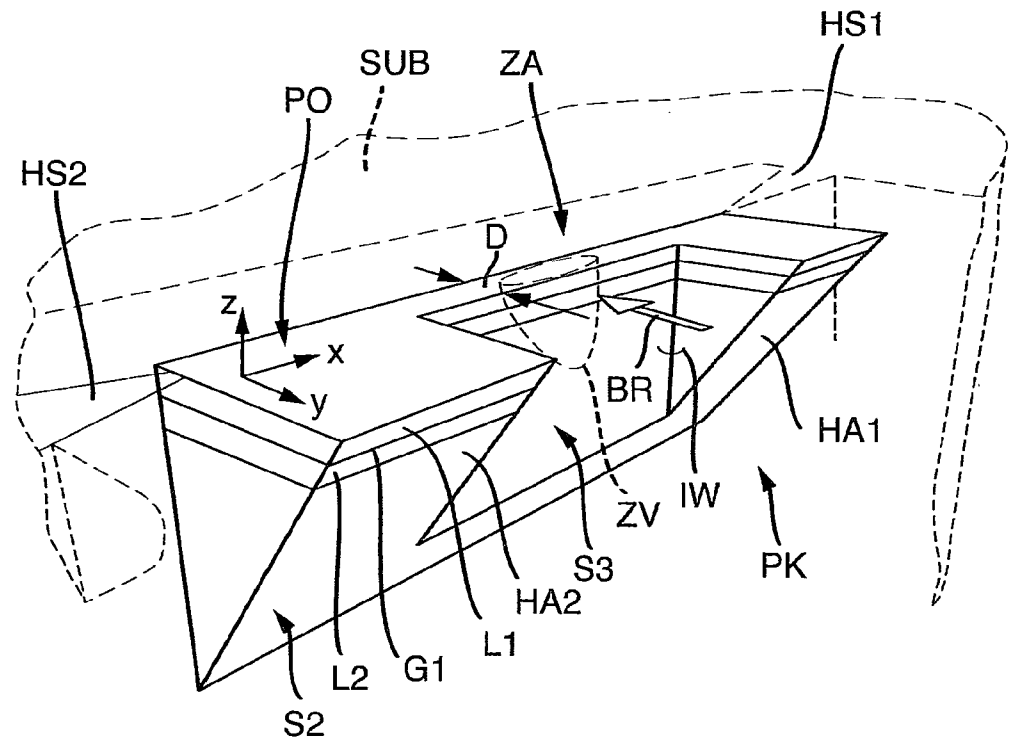


圖2

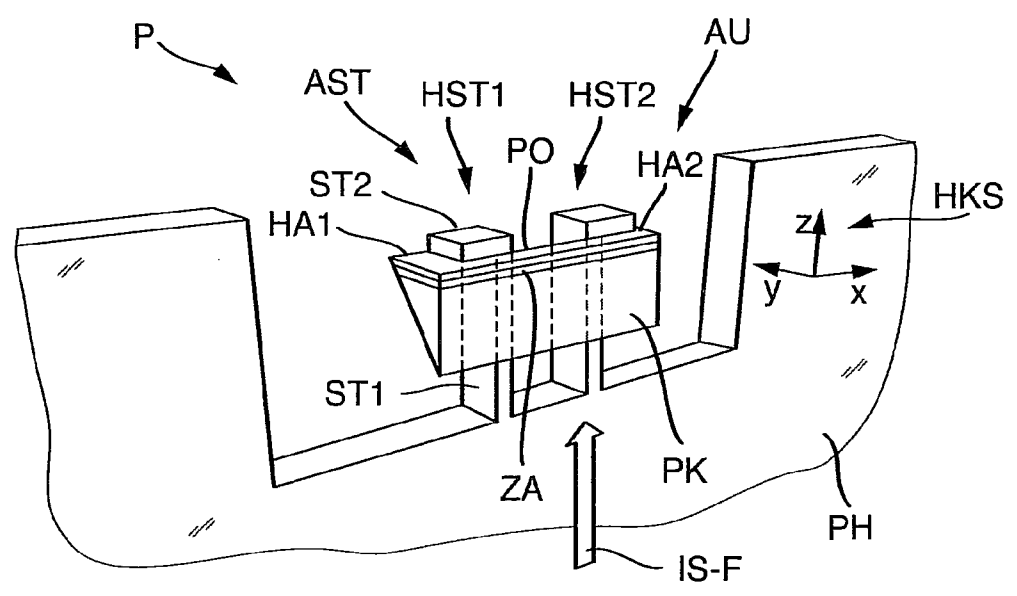


圖3

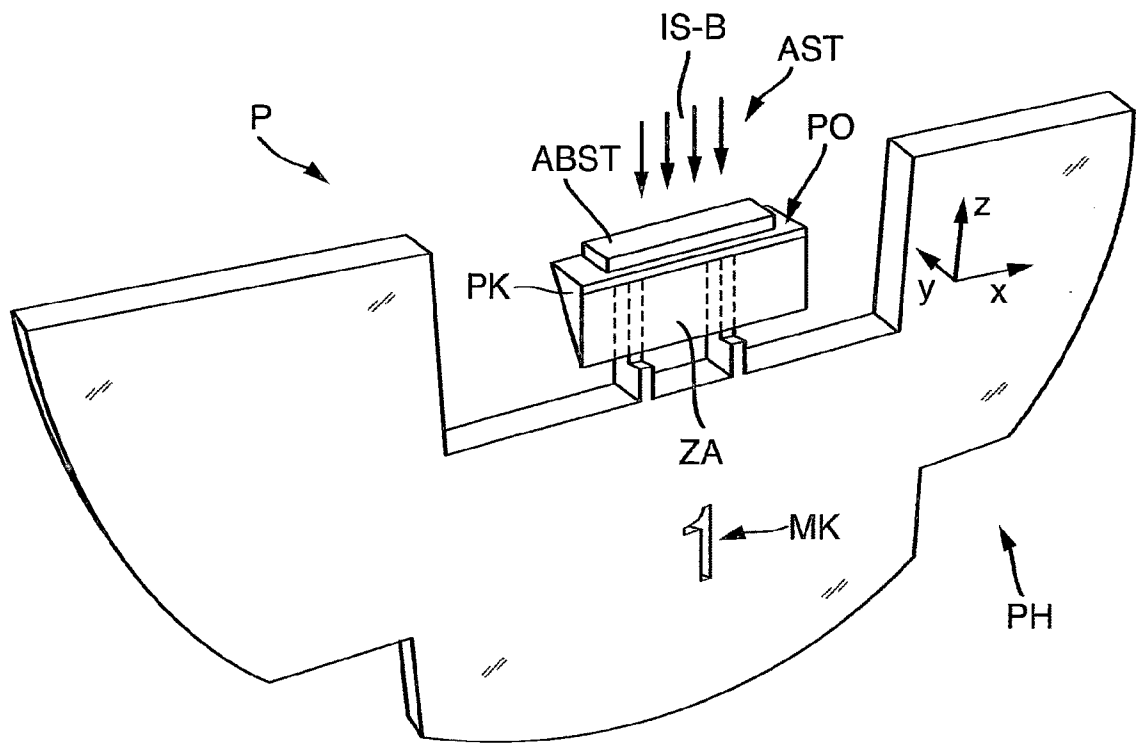


圖4

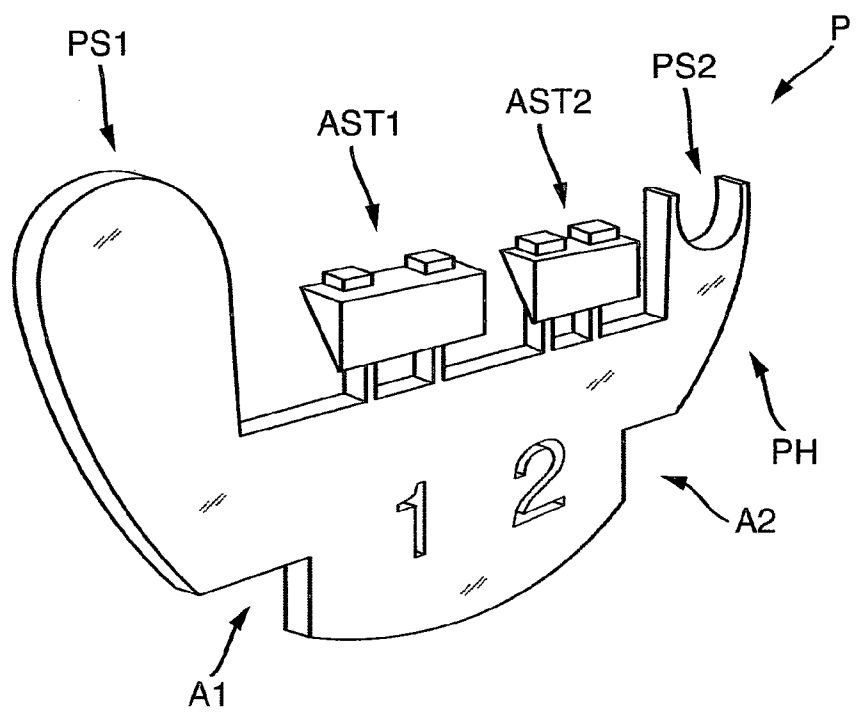


圖5

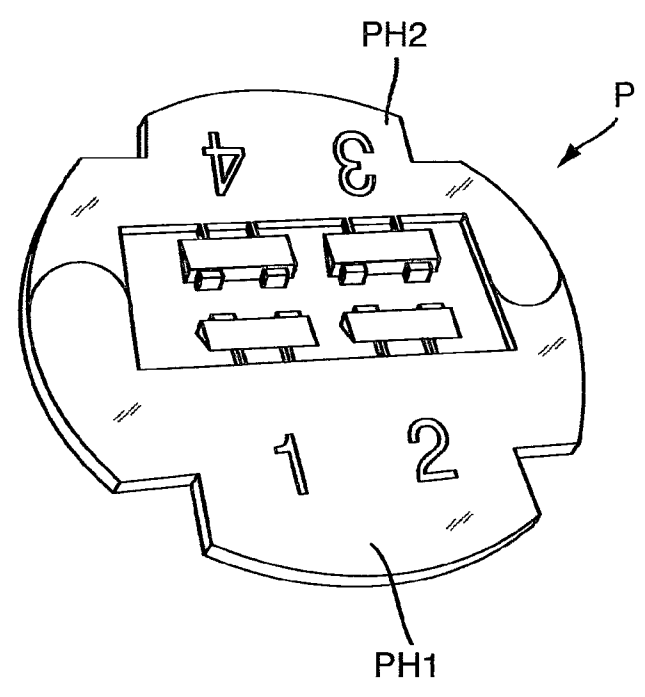


圖6

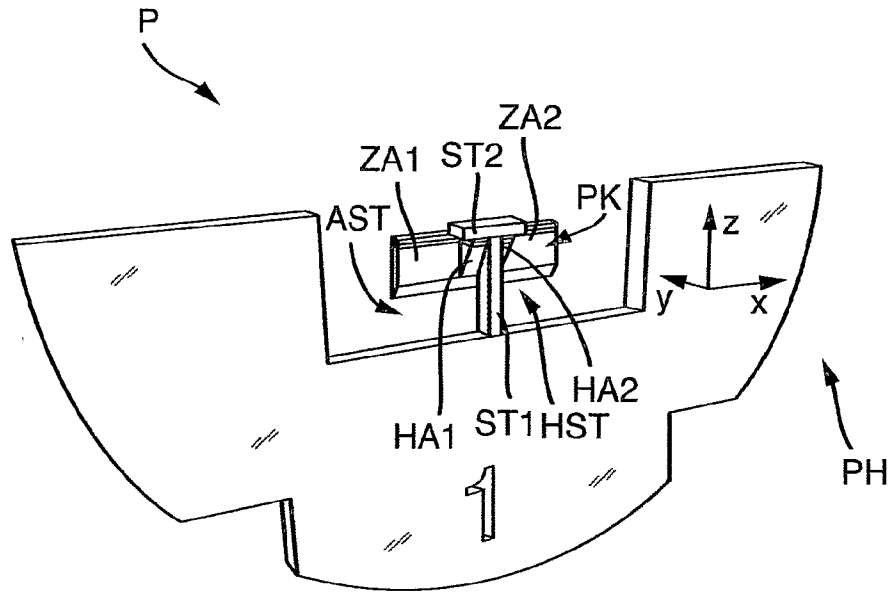


圖7

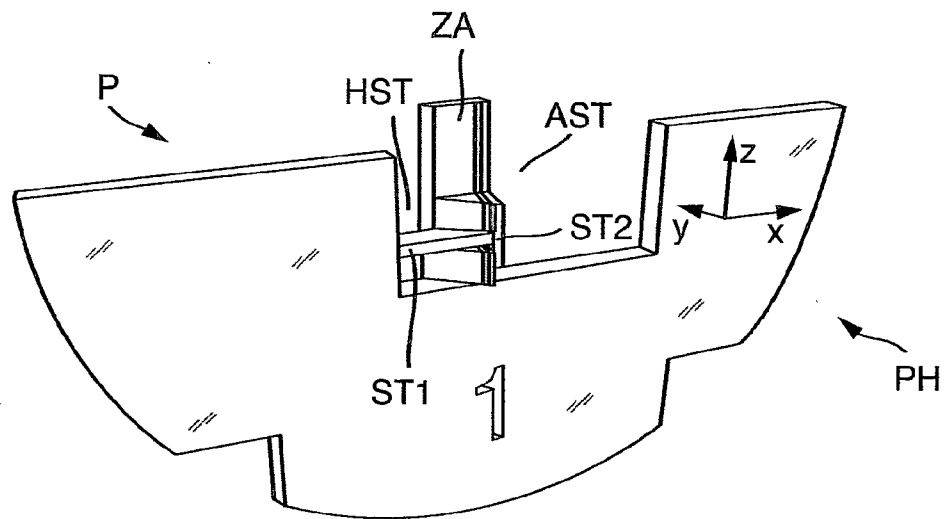


圖8