

WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHE BERICHTE

**FZR-329**

August 2001

ISSN 1437-322X

**Archiv-Ex.:**



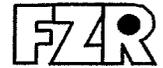
*Bernd Köhler\* und Lothar Bischoff*

**Entwicklung einer neuen Technologie zur  
Probenpräparation für die Transmissions-  
Elektronenmikroskopie (TEM) auf der Basis der  
Ionenfeinstrahlbearbeitung**

Herausgeber:  
Forschungszentrum Rossendorf e.V.  
Postfach 51 01 19  
D-01314 Dresden  
Telefon +49 351 26 00  
Telefax +49 351 2 69 04 61  
<http://www.fz-rossendorf.de/>

Als Manuskript gedruckt  
Alle Rechte beim Herausgeber

FORSCHUNGSZENTRUM ROSSENDORF



WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHE BERICHTE

**FZR-329**

August 2001

*Bernd Köhler\* und Lothar Bischoff*

**Entwicklung einer neuen Technologie zur  
Probenpräparation für die Transmissions-  
Elektronenmikroskopie (TEM) auf der Basis der  
Ionenfeinstrahlbearbeitung**

\*Fraunhofer Institut Zerstörungsfreie Prüfverfahren, Außenstelle Dresden, Krügerstraße 22,  
D-01326 Dresden



Forschungszentrum Rossendorf e.V.



**Fraunhofer** Institut  
Zerstörungsfreie  
Prüfverfahren

Außenstelle Dresden  
Krügerstraße 22  
D-01326 Dresden

Telefon +49 (0) 351 26482 42  
Telefax +49 (0) 351 26482 19

## Abschlussbericht-Nachdruck

### Titel/Thema

Entwicklung einer neuen Technologie zur Probenpräparation für die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) auf der Basis der Ionenfeinstrahlbearbeitung

### Auftraggeber

Sächsisches Staatsministerium für Wissenschaft und Kunst  
Abteilung Forschung  
Wigardstraße 17  
01097 Dresden

IZfP-Berichtsnummer 010336-TW

IZfP-Projektnummer 126179

Vertraulichkeitsgrad offen  
Textseiten 51

### Stichworte:

Ionenfeinstrahl, Focused Ion Beam (FIB), Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), Probenpräparation, Ionenquellen

### Verfasser

Dr. Bernd Köhler  
Dr. L. Bischoff

### Abteilung

IZfP/EADQ  
FZ-Rossendorf

### Telefon

0351 26482 42  
0351 260 2963

### Kurzfassung:

Aufgabe des Projektes war die Entwicklung einer neuen Technologie zur Probenpräparation für die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) auf der Basis der Ionenfeinstrahlbearbeitung. Dazu wurden Prozesse der Ionenstrahlgestützten Abtragung (Sputtern), der Abscheidung, des Probenhandling, des Ionenstrahlgestützten chemischen Ätzens sowie systemeigener Komponenten untersucht. Als Alternative zur Ga-Quelle wurde eine Flüssigmetall-Ionenquelle auf der Basis einer AuGeSi Legierung entwickelt, charakterisiert und in der FIB 4400 eingesetzt.

Um eine automatisierte Bearbeitung bei der Herstellung von TEM-Lamellen zu ermöglichen, erfolgte eine Modifikation der FIB-4400 Software. Das LabView Programm wurde entsprechend modifiziert und zusätzlich um nützliche Komponenten ergänzt. Abtragsraten auf der Basis der Volumenverlustmethode wurden experimentell bestimmt. Diese Werte dienen als Ausgangspunkt für eine weiter ausbaubare Datensammlung, die die entwickelte Prozessautomatisierung verfeinert.

Für den Transfer von TEM-Lamellen, die aus dem Volumen präpariert werden, wurde ein spezieller lift-off Manipulator entwickelt, gebaut und getestet.

Es wurde ein Angebotskatalog erarbeitet, der anhand von Applikationsbeispielen mit verschiedensten Anforderungen (raue Oberflächen, Hochauflösung, poröse Materialien, Materialien mit verminderter Leitfähigkeit) die Kooperationsmöglichkeiten im Dresdner Raum im Rahmen des Materialforschungsverbundes aufzeigt.

### Hinweis

Alle Rechte vorbehalten, insbesondere für den Fall der Patenterteilung oder GM-Eintragung.

**Gliederung:**

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG.....</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>UNTERSUCHUNG DER VERSCHIEDENEN HERSTELLUNGSVERFAHREN VON TEM-PROBEN .....</b>	<b>7</b>
2.1	Herstellung mit mechanischer Vorpräparation.....	7
2.2	Herstellung ohne mechanische Vorpräparation .....	8
<b>3</b>	<b>ENTWICKLUNG UND TEST DER HERSTELLUNGSTECHNOLOGIEN FÜR UNTERSCHIEDLICHE ANWENDUNGSFÄLLE UND PROBENMATERIALIEN</b>	<b>11</b>
3.1	Ionenquellenentwicklung.....	11
3.2	Untersuchung des Sputterprozesses.....	15
3.3	Abscheidung einer Schutzschicht.....	17
3.4	Gasunterstütztes Ätzen .....	18
3.5	Optimierung der Strahlparameter für die Endbearbeitung.....	22
3.6	Qualität der Lamellen .....	24
<b>4</b>	<b>SIMULATION UND SOFTWAREENTWICKLUNG ZUR VERBESSERTEN PROZESSSTEUERUNG .....</b>	<b>29</b>
4.1	Simulation des Sputterprozesses .....	29
4.2	Weiterentwicklung der Software-Funktionalität.....	32
<b>5</b>	<b>APPLIKATIONSBEISPIELE - ANGEBOTSKATALOG.....</b>	<b>35</b>
5.1	Cross Sections in Glasproben .....	35
5.2	TEM Lamellen an porösen Materialien .....	37
5.3	TEM-Lamellen mit Strukturen im oberflächennahen Bereich - Beispiel CoSi <sub>2</sub> Nanostrukturen	. 40
5.4	Herstellung von TEM Lamellen an Proben mit rauen Oberflächen.....	45
5.5	Proben für Mikrosystemanwendungen .....	47
5.6	Lamellen für Hochauflösung.....	49
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>51</b>

## 1 Einleitung

Die mikrostrukturelle Untersuchung mittels Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) ist von wesentlicher Bedeutung in der Materialwissenschaft, der Mikroelektronik, der Mikrobiologie und in vielen anderen Bereichen. Zunehmend besteht das Interesse darin, Informationen über genau lokalisierte und mikroskopisch kleine Objekte oder Schichtfolgen zu erhalten. Dazu zählen Kontaktlöcher, gate-Bereiche oder Fehleranalysen in mikroelektronischen Bauelementen, funktionsbestimmende Bereiche in mikromechanischen Bauteilen, Werkstoffstrukturen (z.B. Umgebung von Einschlüssen und Mikrorissbildung, die Bauteilversagen verursacht haben), Schichtstrukturen (z.B. für Röntgenspiegel) bis hin zu ganz neuartigen Werkstoffen (z.B. Nanoröhren). Im Gegensatz zu den bisher üblichen Methoden, stellt eine Präparation von TEM-Proben mit feinfokussierten Ionenstrahlen (**F**ocused **I**on **B**eam = FIB) eine neue Qualität dar. Die Herstellung erfolgt mit hoher Präzision, ist deutlich weniger zeitaufwendig, und es können Proben aus Materialien gefertigt werden, die nach bisheriger Technologie äußerst schwierig bzw. *überhaupt nicht* zu bearbeiten waren. Im Bereich der öffentlich geförderten Forschungseinrichtungen im Freistaat Sachsen existierten zu Projektbeginn zwei Ionenfeinstrahlanlagen (hervorragend geeignet ist die Anlage im Fraunhofer-Institut EADQ Dresden) die gute technische Voraussetzungen für derartige Arbeiten bieten. Mittlerweile ist eine weitere Anlage (IFW Dresden) hinzugekommen.

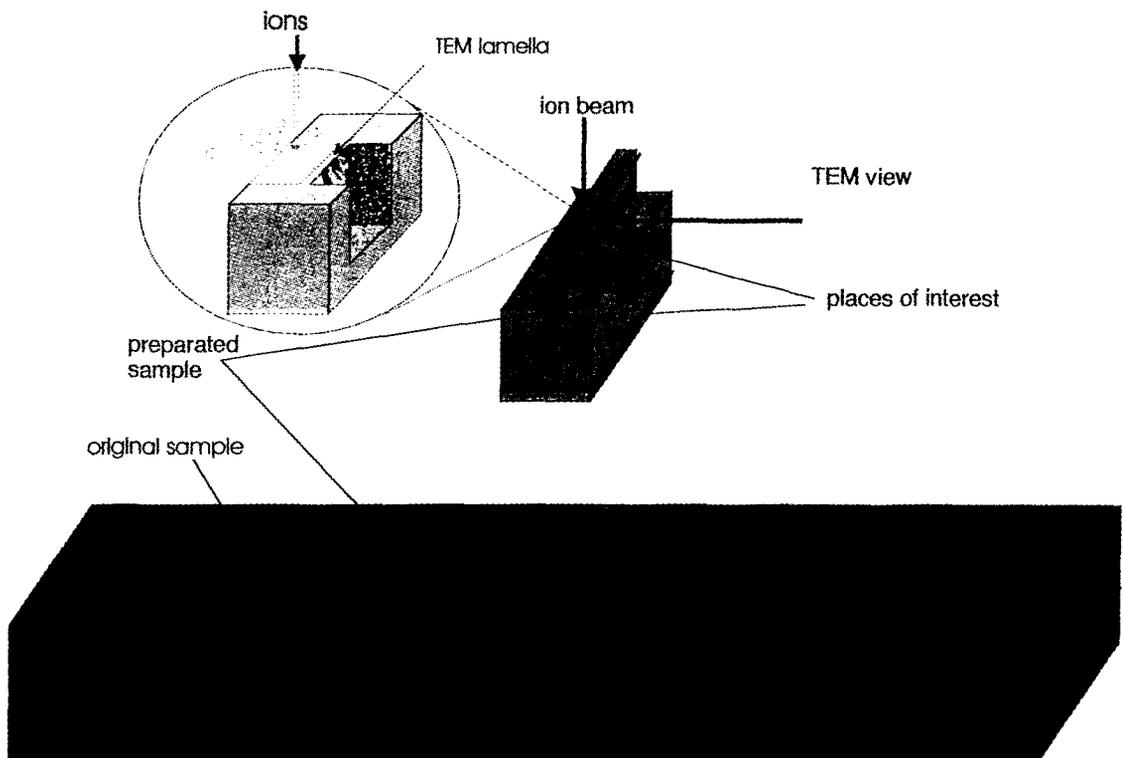
Ziel des vorliegenden Projektes war die Entwicklung einer Ionenfeinstrahl-Technologie zur TEM-Probenherstellung, die neben den Bedürfnissen der Halbleiterindustrie auch das breite Spektrum der Materialwissenschaft berücksichtigt.

## 2 Untersuchung der verschiedenen Herstellungsverfahren von TEM-Proben

### 2.1 Herstellung mit mechanischer Vorpräparation

Bisher wird nahezu ausschließlich eine mechanische Vorpräparation der TEM-Proben angewendet. Das Vorgehen dabei ist schematisch in Abb. 1 skizziert.

Diese Vorpräparation hat sich als ein kritischer Schritt erwiesen. Die durch mechanisches Sägen erreichbare minimale Stegbreite, die einerseits mechanisch stabil ist und andererseits bei einer Zielpräparation den interessierenden Bereich sicher enthält, stellt einen entscheidenden Parameter dar. Je kleiner diese Stegbreite ist, um so geringer ist der Aufwand bei dem nachfolgenden Sputterabtrag. Dabei hängt die nötige Sputterzeit mehr als proportional von der Stegbreite ab, da Oberflächenrauigkeit und ausreichende Beobachtbarkeit im TEM für wachsende Stegbreiten auch eine zunehmende Tiefe und Länge der Beobachtungsfenster erfordern. Dies verdeutlicht die Bedeutung einer guten Vorpräparation. Relativ gute Ergebnisse lassen sich für duktile Materialien wie Stahl erzielen. Hier sind auch im Falle einer Zielpräparation Stegbreiten deutlich kleiner 50  $\mu\text{m}$  erreichbar. Für sprödere Materialien wie Si besteht die Gefahr von Ausplatzungen, die sich bei Stegbreiten kleiner 50  $\mu\text{m}$  besonders nachteilig auswirken. Nach einer Prozessoptimierung wird mittlerweile die mechanische Vorpräparation auch für Si hinreichend gut beherrscht. Es gibt aber Materialien wie z.B. Diamant, bei denen eine mechanische Vorpräparation nahezu ausgeschlossen ist.

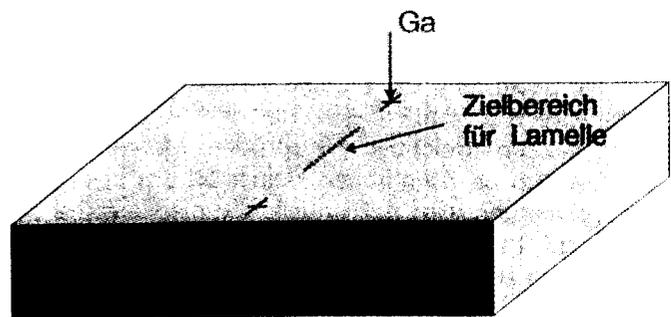


**Abb. 1:** Schema der Herstellung von TEM-Lamellen einschließlich mechanischer Vorpräparation.

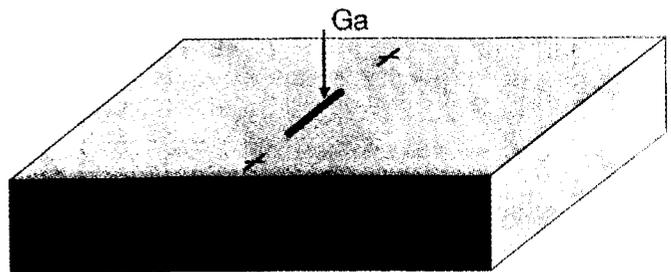
## 2.2 Herstellung ohne mechanische Vorpräparation

Eine günstige Alternative zur mechanischen Vorpräparation ist die Direktpräparation von Lamellen aus der Oberfläche von Materialien. Die zugehörigen FIB-Bearbeitungsschritte sind in Abb. 2 skizziert. Eine entscheidende Voraussetzung für die Realisierung dieser Strategie ist die sichere Manipulation der hergestellten Lamellen. Dies ist mit manueller Handhabung nicht zu realisieren. Deshalb wurde eine Vorrichtung entworfen, konstruiert und aufgebaut, die eine Manipulation mittels einer durch präzise Feintriebe in den drei Hauptkoordinatenrichtungen bewegten Glaskanüle erlaubt. Die Fixierung der Probe erfolgt durch elektrostatische Kräfte an der Spitze des Glases. Die gesamte Manipulationseinheit ist stabil mit einem Lichtmikroskop verbunden. In Abb. 3 ist eine Aufnahme dieser Vorrichtung gezeigt. Erste Versuche mit dieser Manipulationstechnik konnten erfolgreich durchgeführt werden.

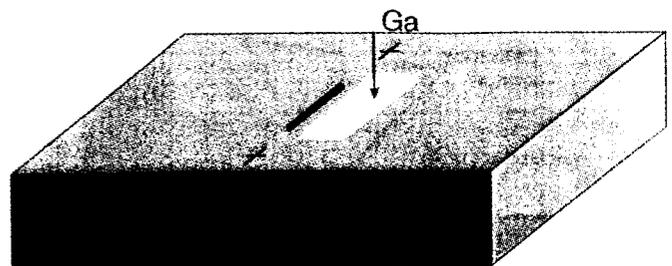
Sputtern von Markierungen in der Verlängerung des Zielgebietes



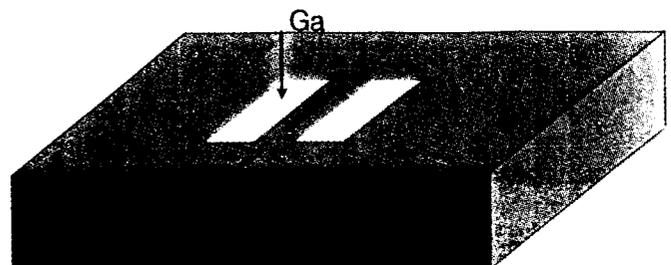
Abscheiden einer W Schutzschicht



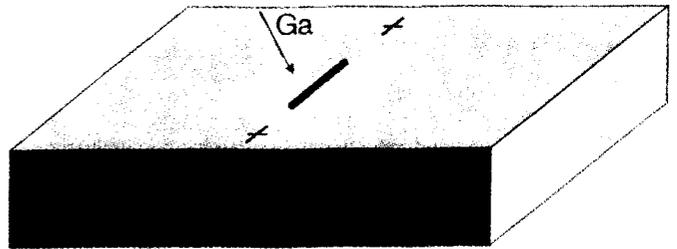
Freilegen einer Grube rechts vom Zielgebiet



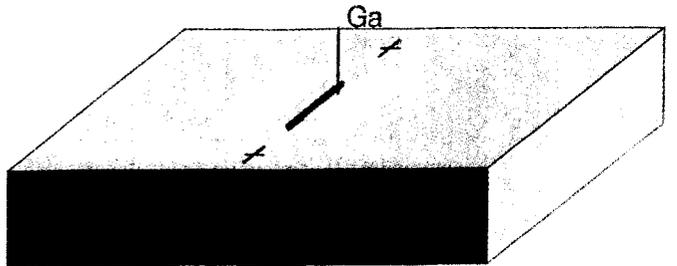
Freilegen der linken Grube



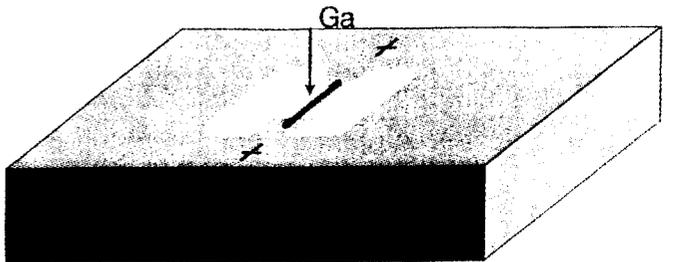
Trennen unter der Ziellamelle  
durch Verkipfung des Strahls  
gegenüber der Probe



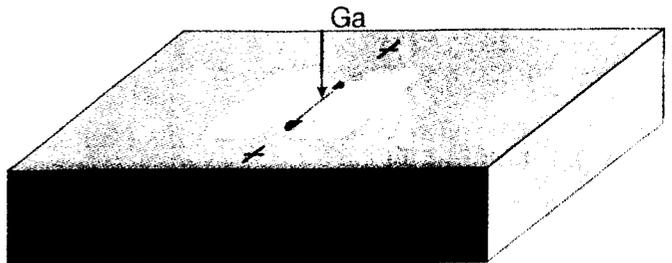
kleiner Strom:  
weiteres Abdünnen rechts



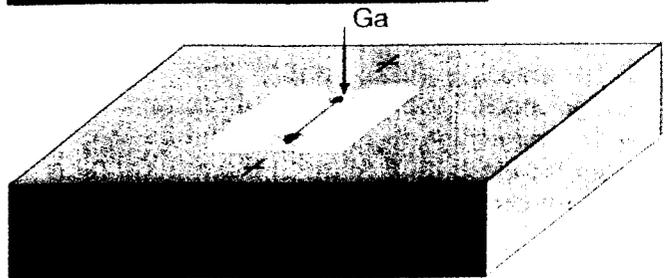
kleiner Strom:  
weites Abdünnen links



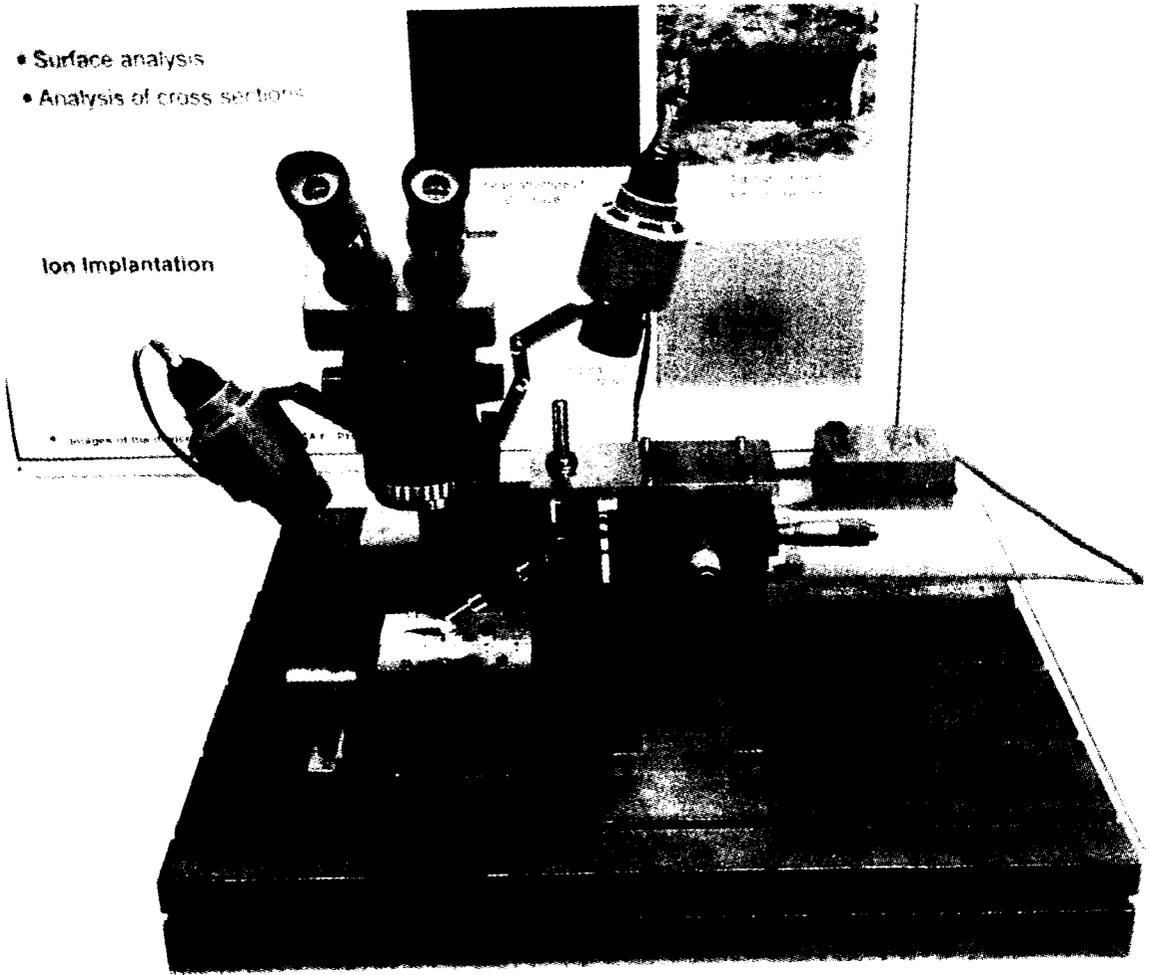
Politur bis zur gewünschten La-  
mellendicke



Trennschnitte in Vorbereitung der  
Entnahme



**Abb. 2:** Arbeitsschritte in der FIB bei der Herstellung einer TEM-Lamelle ohne mechanische Vorpräparation.



**Abb. 3:** Lift-off Einrichtung.

Die Herstellung einer kompletten Lamelle ohne mechanische Vorpräparation ist bisher noch nicht gelungen. Engpass war dabei das gegenüber der Lamellenherstellung mit Vorpräparation deutlich vergrößerte Volumen, welches durch den Ionenstrahl abzutragen ist. Mit den in der letzten Projektphase erzielten Erfolgen in der gasunterstützten Ionenbearbeitung von Diamant (siehe Abschnitt 3.4) ist dieser Engpass jedoch beseitigt, so dass demnächst Erfolge erwartet werden.

### 3 Entwicklung und Test der Herstellungstechnologien für unterschiedliche Anwendungsfälle und Probenmaterialien

#### 3.1 Ionenquellenentwicklung

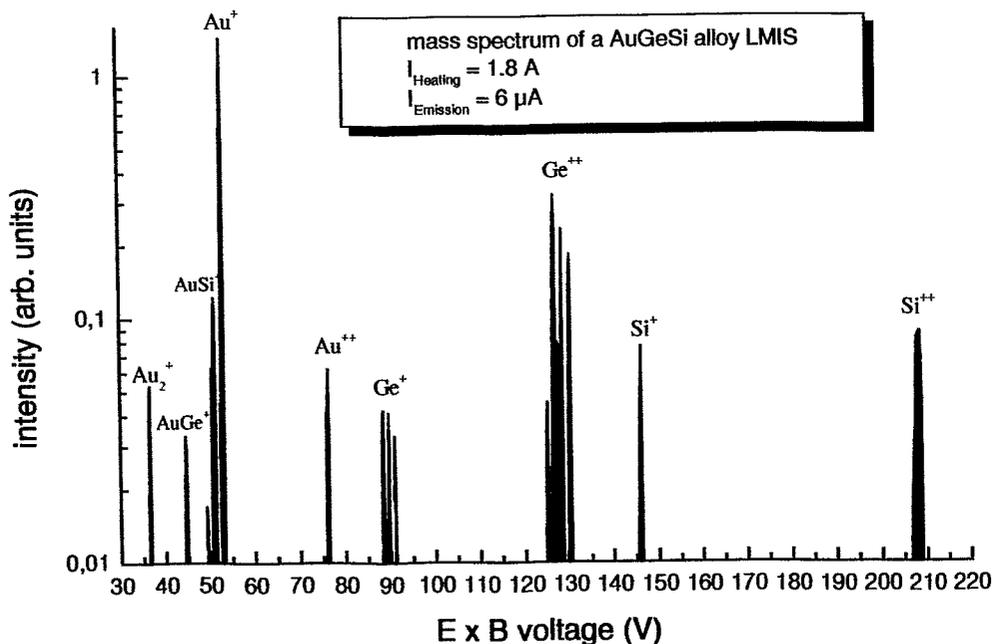
Die technischen und experimentellen Voraussetzungen für die Entwicklung und Herstellung sowie den Test von Flüssigmetall-Ionenquellen, die mit Gallium als auch mit Metalllegierungen betrieben werden können, und in der Feinstrahlanlage FIB 4400 einsetzbar sind wurden erfolgreich geschaffen.



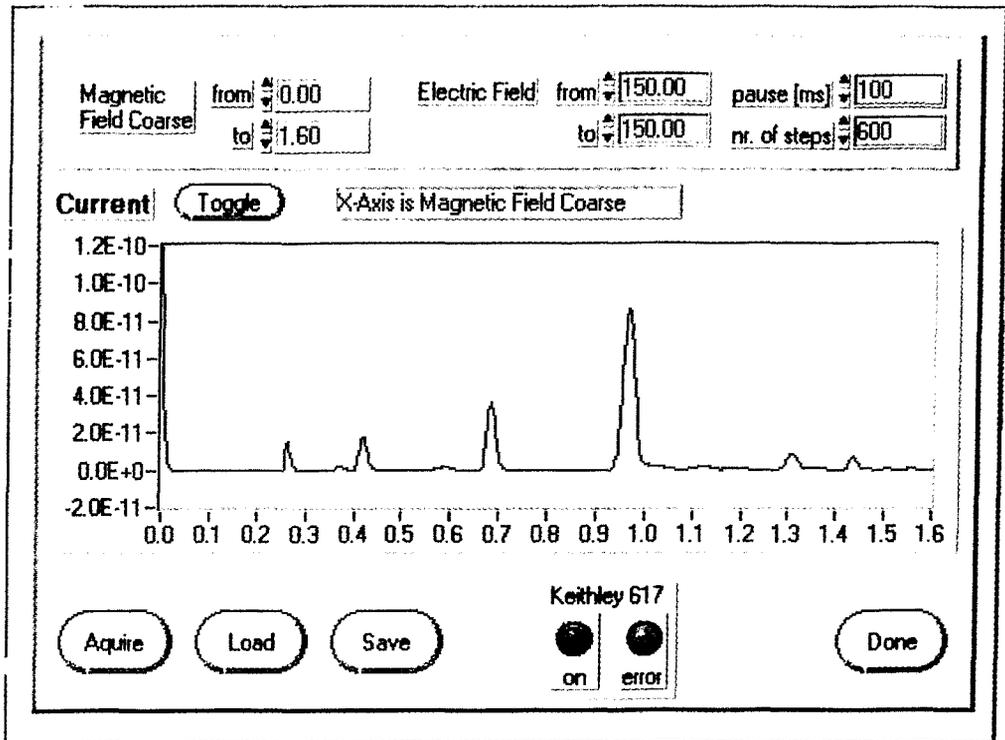
**Abb. 4:** Für den Einsatz in der FIB 4400 entwickelter Haarnadelemitter, montiert auf einen Präparationsadapter.

Eine FIB 4400 Legierungsquelle auf der Basis einer AuGeSi-Legierung wurde hergestellt. Dieser Quellentyp wurde im FZR getestet und ihre Emissionseigenschaften wurden untersucht. Ein komplettes und einsatzfähiges Quellenmodul mit einem AuGeSi-Emitter ist bereitgestellt und wird in der FIB4400 verwendet. Des Weiteren wurden mehrere Gallium – Quellenköpfe regeneriert und so deren weitere Nutzung ermöglicht. Im Einzelnen wurden folgende Arbeiten durchgeführt:

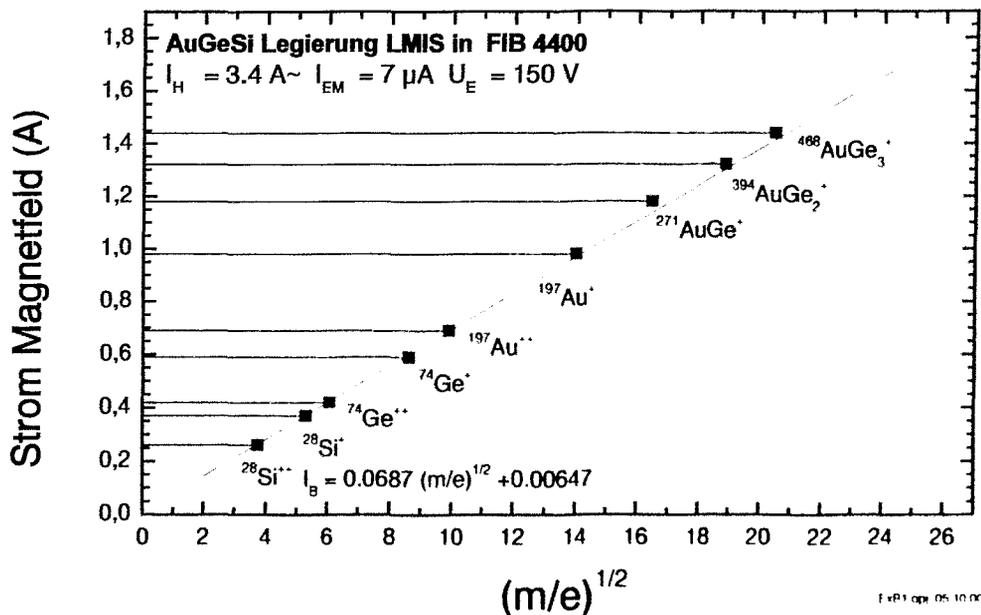
- Untersuchungen zum Emittertyp. Der Original-Emittertyp, der für Galliumionen entwickelt wurde, war ungeeignet für die Anwendung von Legierungen. In Absprache mit der Firma Orsay-Physics wurde ein geeigneter Emittertyp ausgewählt und getestet. Die neuen Emittierer sind kompatibel zur vorhandenen Experimentiertechnik im FZR.
- Entwicklung, Konstruktion und Fertigung modifizierter Ionenquellenmodule für FIB-4400 in Zusammenarbeit mit Orsay-Physics.
- Modifikation der Einrichtungen zur Präparation von Flüssigmetall-Ionenquellen im FZR für FIB-4400-Legierungsquellen.
- Erweiterung und Modernisierung des Ionenquellen-Teststandes (empfindlichere und genauere Strommessung, verbesserte Computersteuerung und Auswertung)
- Entwicklung einer Legierungs-Ionenquelle unter Verwendung der eutektischen Legierung  $\text{Au}_{77}\text{Ge}_{14}\text{Si}_9$  für die Emission von Gold-, Silizium- und Germaniumionen.
- Untersuchung der Emissionseigenschaften der  $\text{Au}_{77}\text{Ge}_{14}\text{Si}_9$ -Ionenquelle (Stabilität, Lebensdauer, I-U-Charakteristik, Massenspektrum, Energieverteilung der Ionen als Funktion der Temperatur und des Emissionsstromes, Verhalten der Quelle als Funktion der Temperatur, Heizstromabhängigkeit). Messung der Winkelverteilung der emittierten Ionen für eine Orsay Ga-LMIS. Die Untersuchungen führten zu neuartigen Erkenntnissen über die Emissionsprozesse bei Flüssigmetall-Ionenquellen die auf verschiedenen internationalen Konferenzen präsentiert sowie auch als Originalarbeiten publiziert wurden.
- Einsatz der Legierungs-Quelle in der FIB 4400 der EADQ, Bestimmung der benötigten Anlagen-Betriebsparameter (insbesondere Heizstrom)
- Bestimmung des Massenspektrums durch automatisierte Tischstrommessung bei variierendem Magnetfeld.
- Identifikation der Wien-Filter Einstellwerte für verschiedene Ionenarten und Ionisierungszustände



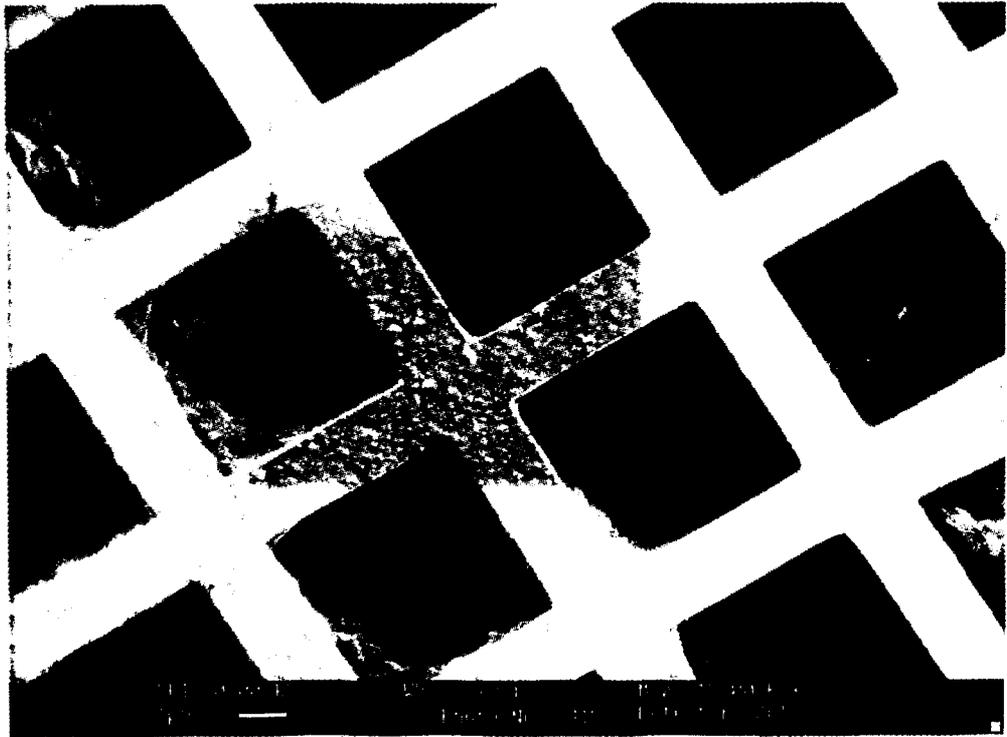
**Abb. 5:** Massenspektrum der entwickelten Gold-Germanium-Silizium Quelle.



**Abb. 6:** Massenspektrum der AuGeSi Quelle vermessen in der FIB 4400 durch automatisierte Aufzeichnung des Tischstromes bei Variation des Magnetfeldes (elektrisches Feld konstant).



**Abb. 7:** Identifikation der Ionenarten des Massenspektrums auf der Basis des Massenspektrums der Abb. 6; aufgrund der Eigenschaften des Wien-Filters wird ein linearer Zusammenhang zwischen der Wurzel der „spezifischen Masse“ der Ionen und dem das Magnetfeld erzeugenden Strom erwartet.



**Abb. 8:** Aufnahme eines Kreuzgitters mit der Legierungsquelle AuGeSi im Hochstrombetrieb (cross-over mode); Tischstrom ca. 1 nA.

B. Köhler, G. Irmer, L. Bischoff and J. Teichert

TEM Specimen Preparation by Focused Ion Beam Sputtering - Optimisation of the Process,  
European Focused Ion Beam Users Group Meeting, 2.10. 2000, Dresden  
<http://www.imec.be/6/efug/>

L. Bischoff, J. Teichert, S. Hausmann, T. Ganetsos, and G.L.R. Mair ^  
Investigation and optimization of the emission parameters of alloy liquid metal ion sources  
Int. Conf. on Ion Beam Analysis, IBA-14; Dresden July 26.-30., 1999  
Nucl Instr. Meth in Phys. Res. **B 161-163** (2000) 1128 – 1131.

L. Bischoff, J. Teichert, Th. Ganetsos and G.L.R. Mair  
Effect of temperature on the emission characteristics of liquid metal alloy ion sources  
J. Vac. Sci. and Technol. **B19** (2001) 76 – 78.

L. Bischoff, Th. Ganetsos, J. Teichert, and G.L.R. Mair  
Temperature dependence of emission spectra of liquid metal alloy ion sources  
Int. Conf. on Ion Collisions in Solids, ICACS – 18, Odense, Denmark, August 3 – 8, 1999  
Nucl Instr. Meth in Phys. Res. **B164-165** (2000) 999 - 1003

L. Bischoff, J. Teichert, Th. Ganetsos, and G.L.R. Mair  
Temperature dependence of the electric characteristics of liquid metal alloy ion sources  
J. Phys. D: Appl. Phys. **33** (2000) 692 – 695

### 3.2 Untersuchung des Sputterprozesses

Die Herstellung der TEM-Lamelle sowohl mit als auch ohne Vorpräparation beruht auf dem physikalischen Prinzip der Erosion einer Materialoberfläche durch Ionen mit hoher kinetischer Energie (Sputtern). Dabei werden Oberflächenatome durch Stöße mit den Ionen des FIB herausgeschlagen. Die Sputterausbeute (yield) ist als das Verhältnis dieser Atome je einfallendes Ion definiert. Gemessen werden kann diese Größe durch Bestimmen des Volumenverlustes oder der Verringerung der Masse der Probe. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Volumenverlustmethode genutzt, um die Sputterkoeffizienten für verschiedene Ionensorten und Targetmaterialien als Funktion der Temperatur, der Pixelverweilzeit und insbesondere des Einfallswinkels der Ionen zu bestimmen.

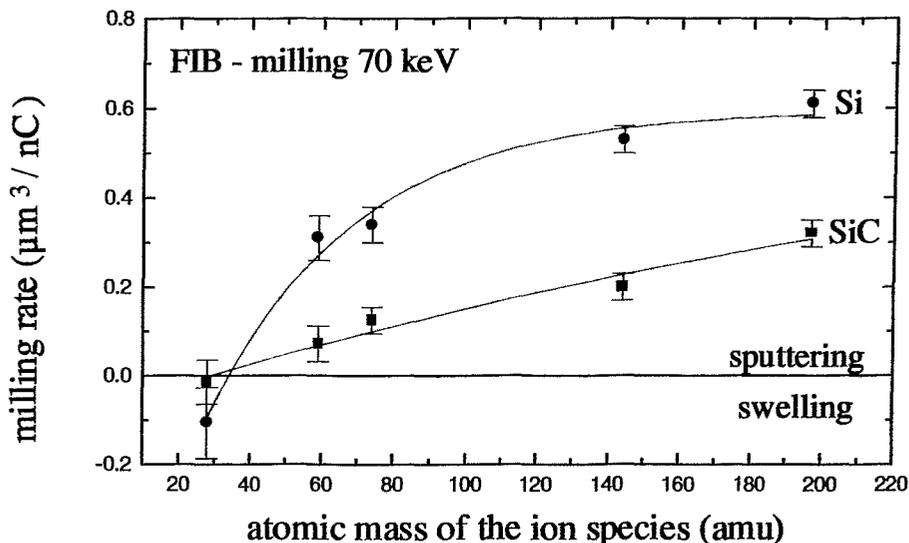
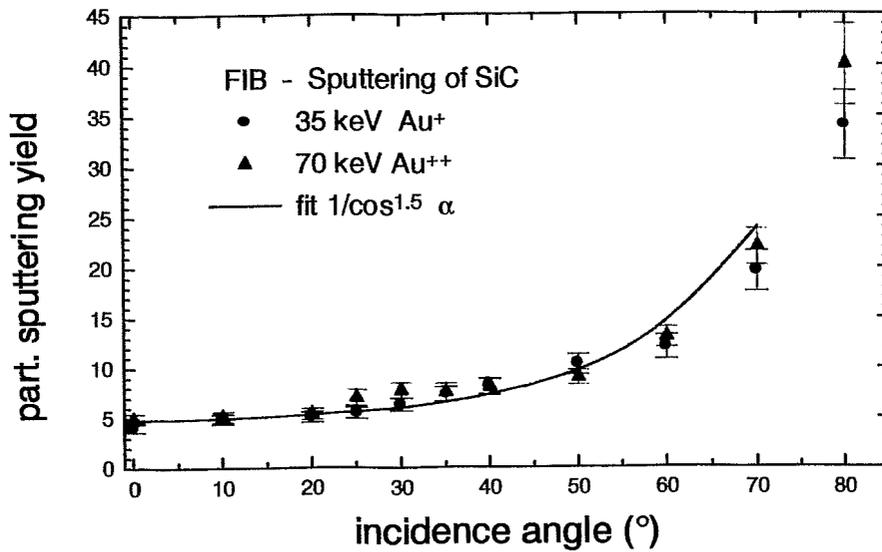


Abb. 9: Abhängigkeit der Milling Rate von der Ionenmasse für Si und SiC.

Neben dem klassischen Halbleitermaterial wurde besonders das immer mehr an Bedeutung gewinnende Siliziumcarbid (SiC) untersucht, da hierfür nur beschränkt Daten in der Literatur verfügbar sind. Der Vergleich der normierten Sputterraten (milling rate) in  $\mu\text{m}^3 / \text{nC}$  für Si und SiC in Abhängigkeit von der Ionenmasse für senkrechten Einfall ist in Abb. 9 gezeigt. Für sehr leichte Ionen wird der Materialeintrag dominant, d.h. es gelingt nicht mehr, die Oberfläche abzutragen. Die Abhängigkeit des Sputterkoeffizienten vom Einfallswinkel für Gold-Ionen der Energie 35 und 70 keV auf einer SiC Probe ist in Abb. 10 zu sehen.



**Abb. 10:** Abhängigkeit des Sputterkoeffizienten vom Einfallswinkel für Gold-Ionen der Energie 35 und 70 keV auf einer SiC Probe.

L. Bischoff and J. Teichert,  
 Focused Ion Beam Sputtering of Silicon and Related Materials,  
 Report FZR-217, 1998

L. Bischoff, J. Teichert, and V. Heera,  
 Focused Ion Beam Sputtering Investigations on SiC,  
 Proc Spring-Meeting E- MRS, June 5 – 8, 2001, Strasbourg, France

### 3.3 Abscheidung einer Schutzschicht

Für viele Anwendungen interessiert bei der TEM-Untersuchung der oberflächennahe Bereich. Hierbei ist die Lamellenherstellung besonders schwierig, da die Ausläufer der Intensitätsverteilung des Ionenstrahls (Beam-tails) immer eine Schädigung der oberflächennahen Bereiche verursachen.

Eine Vorgehensvariante, die zunächst erprobt wurde, ist die großflächige Deposition einer Schutzschicht, z.B. durch Bedampfung oder Auftrag in einer Sputteranlage. Die ersten oberflächenempfindlichen Lamellen wurden auf diese Weise hergestellt

Eine wesentliche Vereinfachung kann durch die lokale Abscheidung von Metallen aus einem Precursorgas erreicht werden. Die wichtigsten Vorteile sind:

- die Abscheidung erfolgt nur im Bereich der späteren Lamelle. Die Möglichkeit der Navigation auf der Probe bleibt erhalten,
- die Abscheidung kann in der gleichen Anlage ohne zwischenzeitliche Belüftung erfolgen,
- es sind große Schichtdicken (im  $\mu\text{m}$  Bereich) erreichbar.

In der FIB-4400 der EADQ kann Wolfram abgeschieden werden. Die ersten Versuche wurden mit den Parametern des Anlagenherstellers (Orsay Physics) vorgenommen. Es resultierten Schutzschichten ausreichender Dicke. Die Zeit für die Abscheidung einer 20  $\mu\text{m}$  langen Lamelle lag jedoch mit ca. 90 Minuten in einem Bereich, der keine effektive Bearbeitung erlaubt.

Deshalb waren Untersuchungen zur Optimierung der Abscheidung dringend geboten. Dabei ist davon auszugehen, dass die Abscheidung ein komplexer Prozess ist. Es wird eine sehr dünne Schicht des Precursorgases,  $\text{W}(\text{CO})_6$ , auf der Probenoberfläche adsorbiert. Die Moleküle in dieser Schicht werden durch den Ionenstrahl gespalten, wobei es zur Abscheidung von Wolfram kommt. Die gasförmigen Spaltprodukte werden mit dem Restgas abgesaugt.

Parameter, die die Effektivität der Abscheidung beeinflussen können, sind unter anderem:

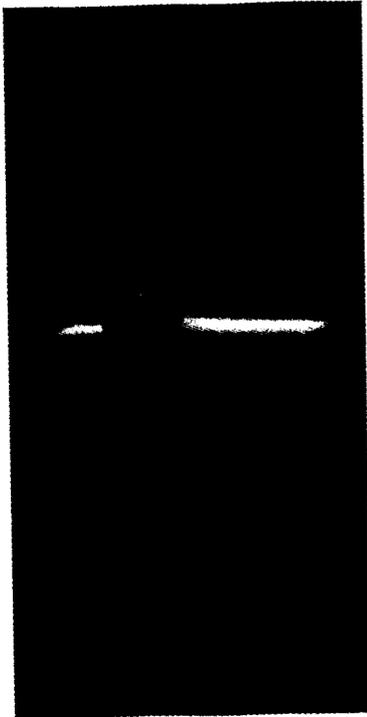
- Art des Gases und deren Adsorptionseigenschaften auf den Oberflächen,
- die Gasflussrate,
- die Gas- und Probentemperatur und
- die Ionenstromdichte und
- der zeitliche Verlauf des Scanregimes.

Im Rahmen der Möglichkeiten dieses Projektes wurden an der EADQ die Prozessparameter variiert, die sich auf die Ionenstromdichte (Ionenstrom / Ionenstrahlquerschnittsfläche bei halber Intensität) und deren zeitliche Präsenz auf der Probe auswirken. Solche Parameter sind die Länge der Scanlinie, die Scanfrequenz, die Fokussierung des Strahls und der Strahlstrom.

Durch diese Optimierungsarbeiten konnten gegenüber den Herstellerangaben deutlich günstigere Abscheidebedingungen gefunden werden:

- Strahlstrom ca. 40 pA (Tischstrom gemittelt d.h. einschließlich Blankzeiten),
- Scanfrequenz  $f = 10$  kHz,
- Linienlänge ca. 10  $\mu\text{m}$ ,
- für breite Linien eine Defokussierung um + 105 V.

Die Abb. 11 und Abb. 12 zeigen ausgewählte Linien, die mit den optimierten Parametern abgeschieden wurden.



**Abb. 11:** Abscheidung von Wolfram, Dauer 10 min, Linienlänge horizontal und vertikal je 10  $\mu\text{m}$ , Strahl fokussiert.



**Abb. 12:** Abscheidung von Wolfram, Dauer 10 min, Linienlänge horizontal 10  $\mu\text{m}$  und vertikal 20  $\mu\text{m}$ , starke Defokussierung.

### 3.4 Gasunterstütztes Ätzen

Für viele Materialien lässt sich der Materialabtrag gegenüber der reinen Sputterwirkung durch die Verwendung von Precursorgasen erhöhen. Weitgehend aus der Literatur bekannt ist der Sputtergewinn durch die Gase  $\text{Cl}_2$  und  $\text{XeF}_2$  bei typischen, in der Mikroelektronik vorkommenden Werkstoffen. In Tabelle 1 sind einige der erzielbaren Gewinne zusammengestellt. Ein Wert  $<2$  bedeutet, dass kein signifikanter Gewinn erzielt wird oder sogar geringere Abtragsraten durch eine Schutzwirkung der Adsorptionsschicht beobachtet werden.

**Tabelle 1:** Erzielbarer Sputtergewinn bei verschiedenen Gas-Substrat Kombinationen

Substrat	Cl <sub>2</sub>	XeF <sub>2</sub>
<b>Si</b>	10 .. 15 <sup>3)</sup> 7 .. 10 <sup>1)</sup> 14 <sup>2)</sup>	10 .. 100 <sup>3)</sup> 7 .. 12 <sup>1)</sup>
<b>GaAs</b>	10 .. 15 <sup>3)</sup> 10 <sup>4)</sup> 11 <sup>2)</sup>	
<b>InP</b>	4 <sup>2)</sup> 30 <sup>4)</sup>	
<b>SiO<sub>2</sub></b>	< 2 <sup>1,2)</sup>	6 .. 10 <sup>1)</sup>
<b>Al</b>	10 .. 27 <sup>4)</sup> 7 .. 10 <sup>1)</sup> 27 <sup>2)</sup>	< 2 <sup>1)</sup>
<b>Au</b>	< 2 <sup>3)</sup>	
<b>W</b>	< 2 <sup>1)</sup>	10 <sup>3)</sup> 7 .. 10 <sup>1)</sup>
<b>PMMA</b>	< 2 <sup>2)</sup>	

Im vorliegenden Projekt stehen nicht allein die Mikroelektronik-Anwendungen<sup>5</sup> mit ihren in der Tabelle 1 aufgeführten typischen Materialien im Zentrum des Interesses. Deshalb interessiert der durch Ätzgase erzielbare Gewinn an Abtragsgeschwindigkeit für eine Vielzahl von weiteren Materialien. Als besonders interessantes Substrat für eigene Versuche wurde Diamant gewählt. Hier erscheint eine übliche FIB-Lamellenproduktion wegen der Notwendigkeit mechanischer Schnitte ausgesprochen schwierig. Es sind keine Literaturangaben bezüglich dem Abtragsgewinn von Diamant durch Gaseinsatz verfügbar.

Mit den Standardgasen der Anlage – die Fluor und Brom-Verbindungen verwenden - , konnte auch nach ausgiebiger Parametervariation kein signifikanter Sputtergewinn erzielt werden. Es wurde ein weiteres Gas (L2) mit einem hohen H<sub>2</sub>O Anteil getestet. In der Abb. 13 sind unter verschiedenen Bedingungen hergestellte 2 x 2 µm<sup>2</sup> Gruben gezeigt. Bereits visuell ist deutlich der Gewinn sichtbar, der durch den Gaseinsatz gegenüber dem reinen Sputtern erreicht wird.

<sup>1</sup> J.D. Casey Jr et al, *Microelectronic Engineering* 24 (1994) 4350

<sup>2</sup> R.J. Young, *Microelectronic Engineering* 11 (1990), 409-412

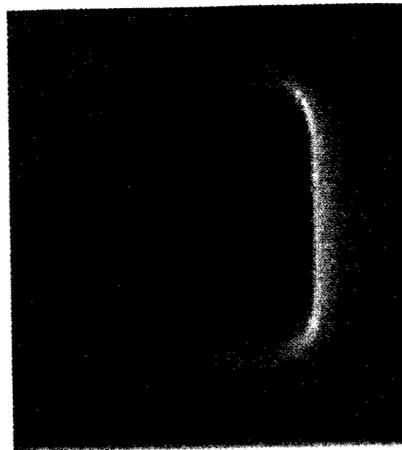
<sup>3</sup> Hersteller

<sup>4</sup> K. Gamo, S Namba J. *Vacuum Science Technology* B8 (1990)1927

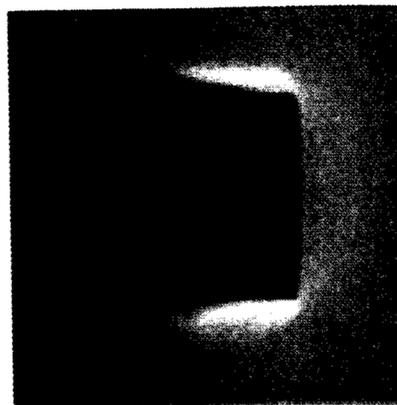
<sup>4</sup> Herstellerangabe: Orsay Physics

<sup>5</sup> bei der die FIB Technologie zur TEM-Lamellen Herstellung mittlerweile verbreitet ist

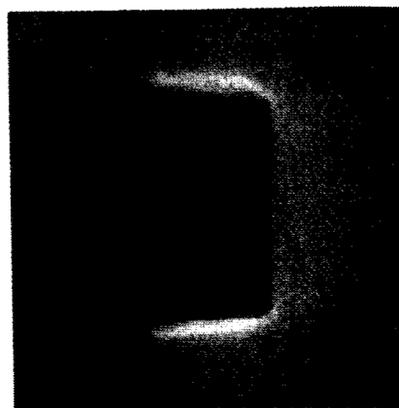
Die Abb. 14 fasst den Gewinn in Abhängigkeit von der Temperatur des Gasreservoirs zusammen. Die aufgezeigte Tendenz eines mit der Temperatur des Reservoirs ansteigenden Gewinns ist auf eine zunehmende Gasflussrate zurückzuführen. Da sich noch keinen Sättigung der Kurve andeutet, kann offensichtlich durch Anwendung noch höherer Temperaturen auch ein Gewinn deutlich größer als drei erzielt werden.



reine Sputterwirkung (ohne Gas)



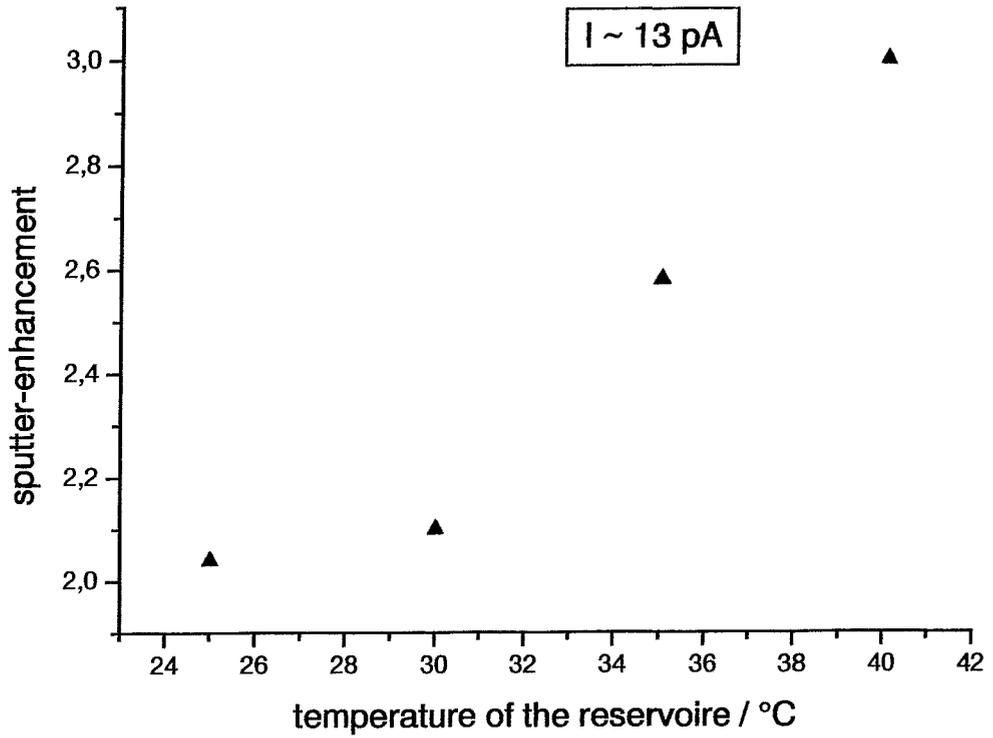
L2: bei 25°C



L2 bei 30°C



**Abb. 13:** REM-Aufnahmen von  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  Ätzgruben in Diamant hergestellt ohne und mit Ätzgasunterstützung; Variation der Gasflussrate über die Temperatur des Gasreservoirs.



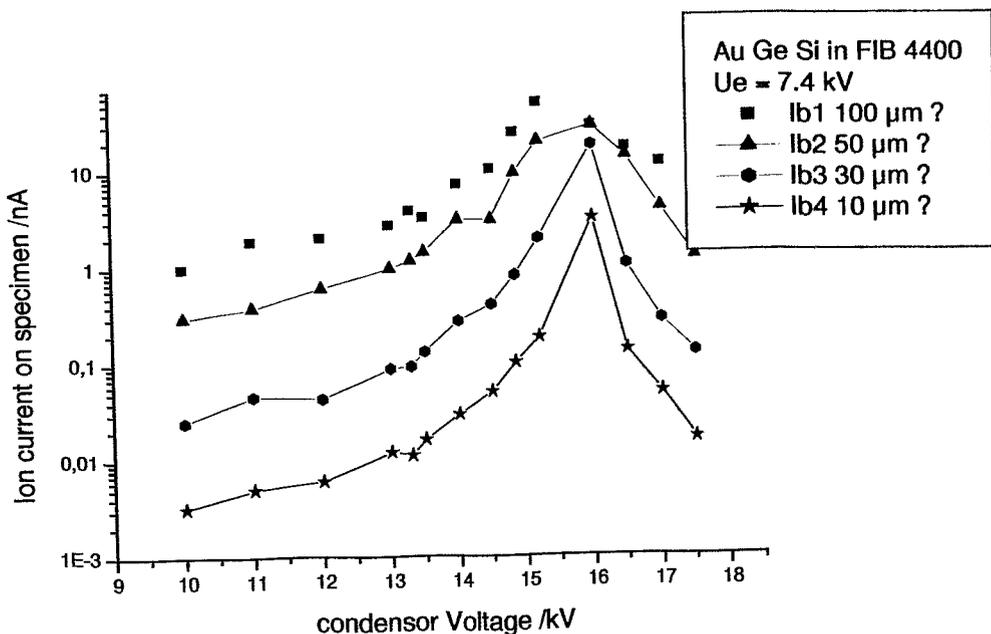
**Abb. 14:** relative Abtragsrate =  
 Abtragsrate mit Gasunterstützung / Abtragsrate ohne Gasunterstützung  
 Ionenstrahl: Ga, E = 30 keV, I ~ 13 pA.

### 3.5 Optimierung der Strahlparameter für die Endbearbeitung

Strahlparameter, wie die Fokusschärfe (Halbwertsbreite der Intensitätsverteilung des Ionenstrahls) und die Ionenenergie bestimmen wesentlich die Qualität der Lamelle in Bezug auf:

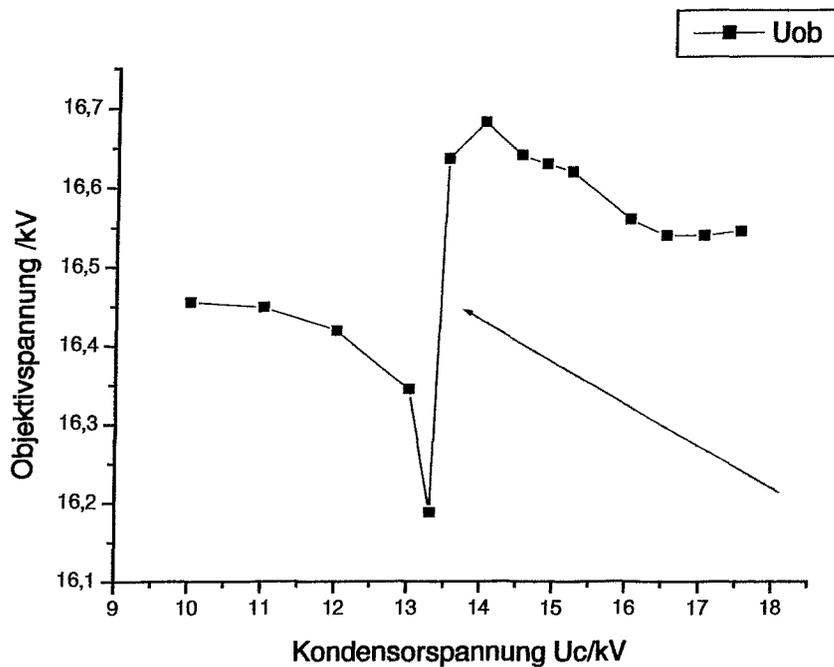
- die Dicke der amorphen Schicht beidseitig der Lamelle und
- die Tiefe der implantierten Schicht, d.h. die Eindringtiefe der Ionen des FIB Strahls.

Eine wesentliche zusätzliche Möglichkeit, die sich durch die Existenz eines Wien-Filters in der Anlage der EADQ und die Entwicklung von Legierungsquellen innerhalb des Projekt ergibt, ist die Möglichkeit auch die **Ionenart** des **Strahls** zu ändern. Einzigartig ist hierbei, dass eine Kontamination der Lamellenoberfläche durch Strahlionen vollständig vermieden werden kann. Dies ist z.B. bei Einsatz von Si-Ionen an einer Si-Probe gegeben. Dieser Aspekt ist wichtig, da Kontamination ebenso wie Amorphisierung der Oberflächen die Qualität der TEM-Abbildung vermindern kann. Für die entwickelte AuGeSi-Quelle wurden die wichtigsten Maschinenparameter experimentell bestimmt.



**Abb. 15:** Legierungsquelle AuGeSi; Ionenstrom in Abhängigkeit von der Kondensorspannung und Blendengröße.

Abb. 15 zeigt den Einfluss der Kondensorlinienspannung (im Weiteren als Kondensorspannung bezeichnet) auf den Tisch-Ionenstrom in Abhängigkeit von Größe der verwendeten Blenden. Zu jeder Kondensorspannung gehört eine Objektivlinienspannung (im Weiteren als Objektivspannung bezeichnet), bei der sich der Fokus auf der Probenoberfläche befindet. Für die größte Blende ist dieser Zusammenhang in Abb. 16 exemplarisch wiedergegeben.



**Abb. 16:** Zur Fokussierung benötigte Objektivspannung in Abhängigkeit von der angelegten Kondensorspannung. Mit einem Pfeil ist der Bereich gekennzeichnet, in dem der Fokus der Kondensorlinse allein zwischen Probe und Objektivlinse liegt. Damit ist es nicht möglich mit positiven Objektivspannungen einen Fokuspunkt auf der Probe zu erreichen.

Es ergeben sich wichtige Schlussfolgerungen für die Systemparameter (die numerischen Werte sind nur für die Extraktionsspannung  $U_e = 7.4$  kV exakt gültig)

- Bei  $U_c = 13.3$  kV bildet die Kondensorlinse den Strahl allein auf die Probe ab. Für kleinere Objektivspannungen erfolgt ein Strahlbetrieb ohne „Zwischenfokus“ (cross-over) mit schärferem Ionenstrahl auf Kosten des Stromes.
- Die höchsten Ionenströme werden im cross-over Betrieb erreicht. Der gemessene Maximalstrom auf der Probe betrug ca. 50 nA. Damit lässt sich ein zügiger Materialabtrag realisieren. Allerdings lassen sich diese hohen Strahlströme nur auf Kosten der Fokusschärfe erreichen.
- Für eine Kondensorspannung von  $U_c = 16$  kV liegt der cross-over in der Blende. Damit ergeben sich auch für kleine Blendenöffnungen hohe Ströme. Werden noch höhere Kondensorspannungen  $U > 16$  kV gewählt, sinkt der Strom naturgemäß wieder ab.

### 3.6 Qualität der Lamellen

Die Qualitätskriterien für TEM-Lamellen hängen von der Anwendung ab.

Für Untersuchungen bei **geringer Auflösung** ist eine gleichmäßige Dicke über den gesamten interessierenden Bereich besonders wichtig. Dieser Bereich hat in der Regel eine Länge von 10  $\mu\text{m}$  und eine Höhe (applikationsabhängig) von einigen  $\mu\text{m}$ .

Für **Hochauflösung** ist hingegen besonders wichtig:

- die Verwerfungsfreiheit (geringe Welligkeit infolge von ursprünglich vorhandenen inneren Spannungen).
- ein möglichst dünner Bereich der Lamellenoberfläche, der durch Amorphisierung und Dotierung mit Projektil-Ionen verändert ist.
- eine sehr geringe Dicke der Lamellen, möglichst weit unter 100 nm.

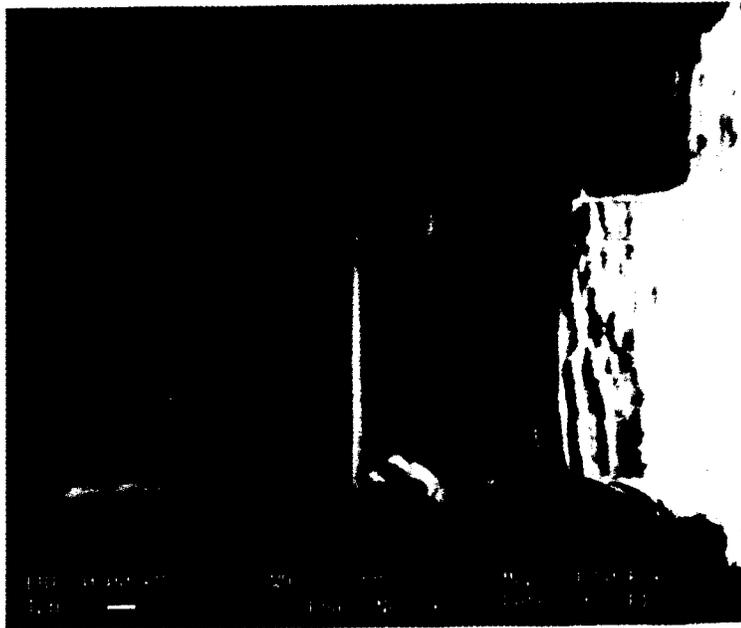
#### Lamellendicke und Gleichmäßigkeit

Es hat sich bei der Herstellung von Lamellen mehrfach gezeigt, dass unmittelbar vor Fertigstellung eine deutliche Durchbiegung der Lamelle auftritt (siehe z.B. Abb. 17 und Abb. 19). Offensichtlich existieren in diesen Fällen Druckspannungen in der Oberfläche, die sich nach Überwindung der Membran-Knickspannung infolge sukzessiver Abdünnung durch die beobachtete Durchbiegung entlasten.

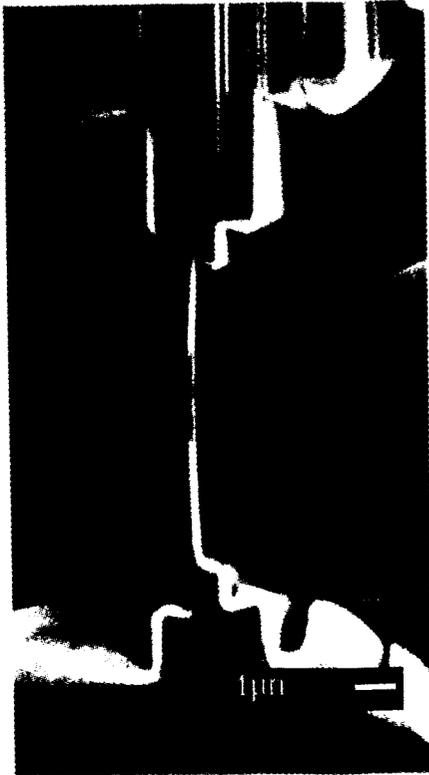
Die hierdurch verursachten Qualitätsbeeinträchtigungen der Lamelle können von einer zu großen Dicke (eine weitere Abdünnung ist nicht möglich) über eine sehr ungleichmäßigen Dicke bis hin zu deren völliger Unbrauchbarkeit reichen. Die entwickelte Strategie, welche hier zumindest teilweise Abhilfe schaffen kann, besteht in der Aufhebung der Einspannung der entstehenden Membran. Hierzu wurde – wiederum mit dem Ionenstrahl – einseitig der Kontakt der Lamelle zu dem umgebenden Material aufgetrennt. Infolge der Spannungsentlastung konnte eine deutliche Verminderung der Durchbiegung erreicht werden. Die Abb. 18 zeigt dies für die in Abb. 17 dargestellte stark gebogene Lamelle.



**Abb. 17:** Lamelle kurz vor der Fertigstellung mit starker Durchbiegung (weitere Bearbeitung nicht erfolgversprechend).



**Abb. 18:** Probe wie Abb. 17 nach einem einseitigen FIB-Trennschnitt im oberen Lamellenbereich zur Entlastung es resultiert eine deutliche Verringerung der Durchbiegung infolge Entlastung der Eigenspannungen).



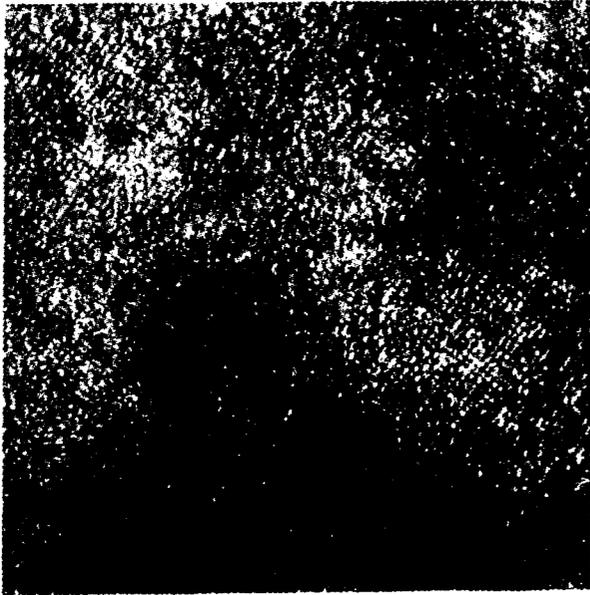
**Abb. 19:** Lamelle, bei der die Durchbiegung erst in sehr dünnem Zustand auftritt; die Lamelle ist verwendbar.

#### **Qualität für Hochauflösung:**

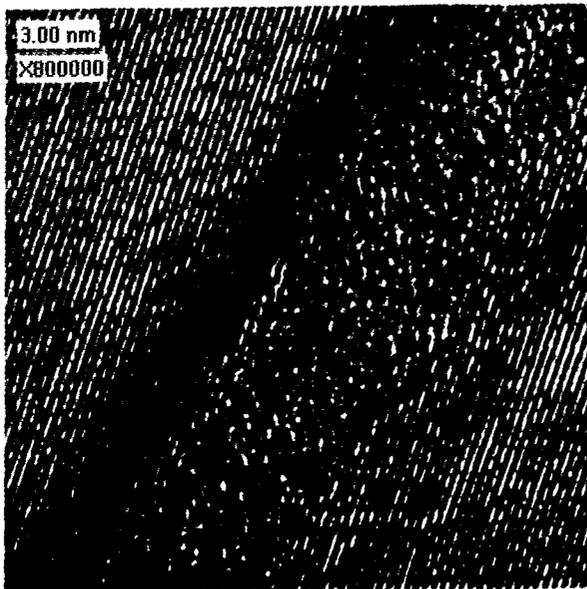
Die erreichte Qualität der hergestellten Lamellen für Hochauflösung kann am besten an entsprechenden TEM-Aufnahmen demonstriert werden. Die Abb. 20 und Abb. 21 zeigen Aufnahmen einer Si-Einkristallprobe. Es ist deutlich die atomare Struktur bzw. die Netzebenenstruktur zu erkennen. In Abb. 20 ist Netzebenenstruktur nur in einigen Bereichen sichtbar. Dies bedeutet, dass ein hoher Anteil an amorphisierten Material vorliegen muss.

Entsprechend den Simulationsuntersuchungen im Kapitel 4.1 nimmt die Amorphisierungstiefe mit der Ionenenergie der Primärionen signifikant ab. Entsprechend wurde bei einer weiteren Probe die Endbearbeitung mit nur 15 keV Primärenergie durchgeführt. Im Ergebnis dessen treten die Netzeben nunmehr deutlicher hervor (Abb. 21).

Durch den in dieser Abbildung dargestellten Ausschnitt läuft zudem eine Strukturanomalität, deren Ursprung bisher nicht vollständig aufgeklärt werden konnte.



**Abb. 20:** Hochauflösung, einige Bereiche besitzen einen hohen Anteil an amorphisiertem Material (Ionenenergie = 30 keV).



**Abb. 21:** Hochauflösung mit Abbildung der Netzebenen (Ionenenergie = 15 keV).

## 4 Simulation und Softwareentwicklung zur verbesserten Prozesssteuerung

### 4.1 Simulation des Sputterprozesses

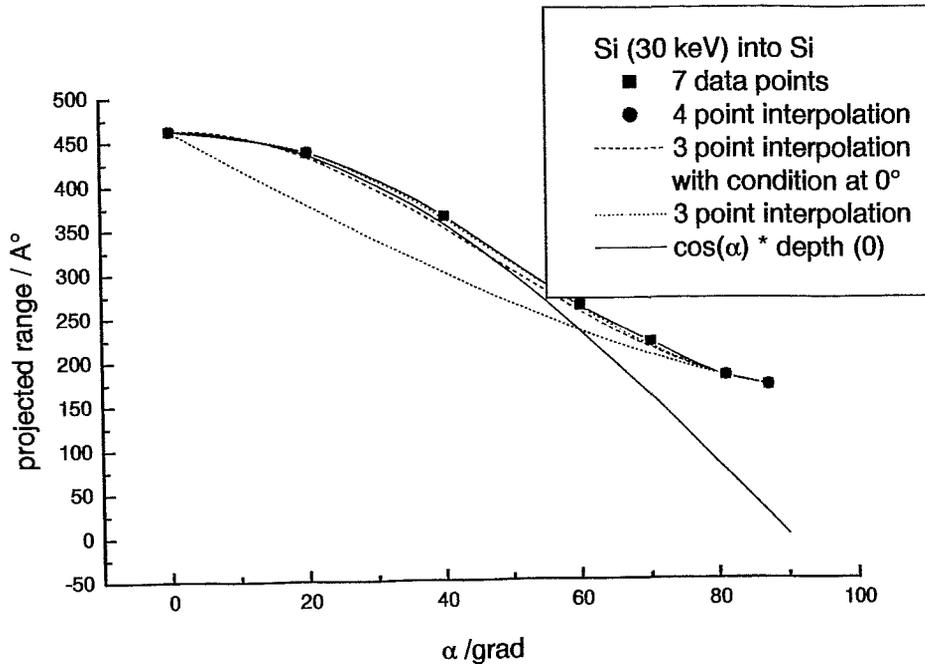
Da es mit der Möglichkeit des Einsatzes verschiedener Ionensorten nunmehr eine sehr große Zahl von Variationsmöglichkeiten bei den Strahlparametern gibt, bietet sich eine Abschätzung der unterschiedlichen Einflüsse über **Monte Carlo Simulationen** an. Es wurde das Programm SRIM-2000 von J. F. Ziegler [1] benutzt. Entsprechend den Bedingungen bei den Feinarbeiten (Polierschritte) an TEM-Lamellen wurden neben Normaleinfall insbesondere sehr flache Einfallswinkel (Einfallrichtung des Strahls gemessen von der Oberflächennormale liegt nahe 90 Grad) verwendet.

Umfangreiche Simulationen erfordern eine große Rechenzeit, so dass eine Interpolation des Verhaltens in dem Zwischenbereich sehr hilfreich ist. Die Qualität einer solchen Interpolation ist aber nicht von vornherein klar. Deshalb wird in Abb. 22 ein Satz Simulationsergebnisse mit relativ eng liegendem Winkelabstand (7 Datenpunkte) mit verschiedenen Spline-Interpolationen (nachfolgend Fit genannt) auf der Basis reduzierter Datensätze verglichen. Die Interpolation durch nur 4 „Messwerte“ bei 0°, 20°, 81° und 87° gibt einen Fit, der nahezu identisch mit dem Fit durch alle Punkte ist. Verzichtet man auf die Simulation bei 20 ° wird das Verhalten im Übergangsbereich schlecht wiedergegeben. Dies kann deutlich verbessert werden., indem die intuitiv vernünftige Randbedingung ( $d =$  projizierte Reichweite)

$$\left. \frac{\partial d(\alpha)}{\partial \alpha} \right|_{\alpha=0} = 0 \quad (*)$$

hinzugefügt wird (siehe grüne Kurve in Abb. 22). Rein geometrische Überlegungen ohne Einbeziehung von lateralen und transversalen Reichweitevariationen infolge Mehrfachstreuungseffekten („straggling“) führen auf einen cosinus-förmigen Verlauf, der die Verhältnisse offensichtlich nur in der Umgebung des senkrechten Einfalls richtig wiedergibt.

Aufgrund dieser Untersuchungen wurde im Weiteren die Interpolation durch 3 Punkte mit der Bedingung (\*) benutzt.



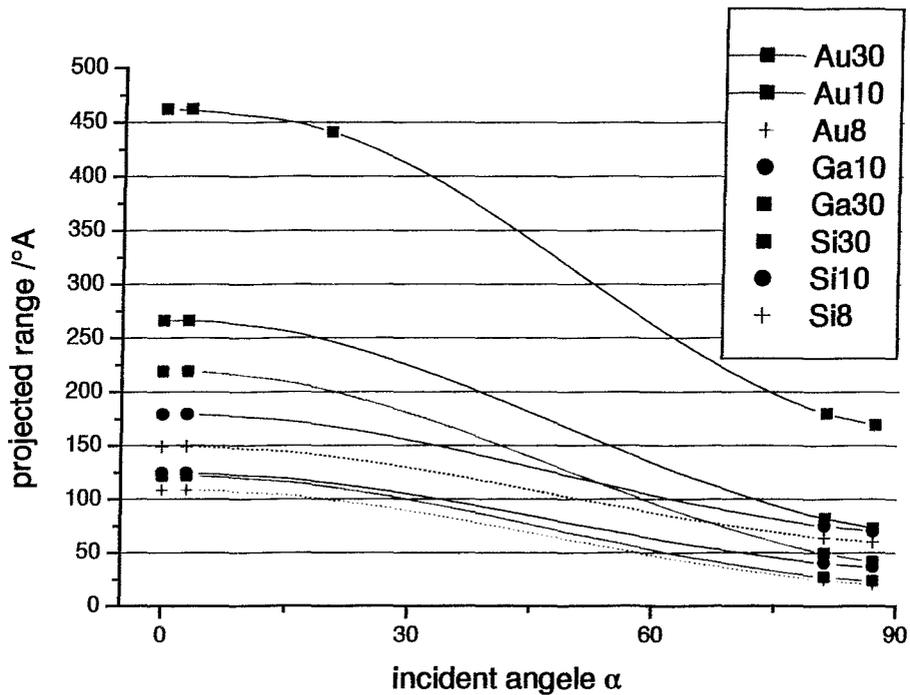
**Abb. 22:** Vergleich verschiedener Interpolationen von SRIM Ergebnissen für die projizierte Reichweite.

In Abb. 23 sind die Ergebnisse der umfangreichen Simulationen zusammenfassend dargestellt. An Schlussfolgerungen lassen sich ableiten:

- Verringerung der Energie führt (erwartungsgemäß) zu einer Verringerung der Eindringtiefe.
- Leichte Elemente besitzen bei gleicher Energie eine höhere Eindringtiefe als schwerere Elemente, erzeugen aber weniger komplexe Schädigungen (geringere nukleare Energiedeposition)

Diese für nahezu senkrechten Projektileinfall gut bekannten Ergebnisse gelten also auch für den sehr flachen Einfall. Darüber hinaus zeigt sich, dass

- flache Einfallswinkel ( $\alpha$  nahe  $90^\circ$ ) zu einer gegenüber Normaleinfall geringeren Eindringtiefe führen; die Eindringtiefe geht jedoch für  $\alpha \rightarrow 90^\circ$  nicht gegen Null (!) sondern strebt einem Grenzwert zu. Dieser Grenzwert ist offensichtlich durch das transversale "straggling" bestimmt [2].



**Abb. 23:** Eindringtiefe der Projektil-Ionen in Abhängigkeit vom Einfallswinkel und Energie; die Kurvenlegenden bezeichnen die Projektil-Ionenart und die Projektil-Energie in keV.

Eine vernünftige Annahme besteht darin, dass die Dicke der Amorphisierungsschicht in der Größenordnung der Eindringtiefe der Strahlionen liegt. Zur Verifikation dieser Annahme wurde die Amorphisierungsdicke an einer mit Ga bestrahlten Si-Probe mittels Raman-Spektroskopie experimentell bestimmt<sup>6</sup>. Unter vernünftigen Annahmen (jeweils Literaturwerte für die Lichtabsorption von amorphisiertem und kristallinem Silizium) ergab sich eine gute Übereinstimmung der beiden Werte (Parameter  $E=30$  keV,  $\alpha=87^\circ$ ):

simulierte Eindringtiefe der Ga-Ionen = 7.3 nm  
 gemessene Dicke der amorphisierte Schicht = 7.8 nm

Hiermit ist die obige Annahme weitgehend erfüllt, so dass die Ergebnisse der SRIM-Simulationen für die Ionen-Eindringtiefe allgemein als Dicke der gestörten (Amorphisierung und Dotierung) Schicht gelten können.

[1] J.F. Ziegler, J.P. Biersack and U. Littmark, *The stopping ranges of ions in solids*, Pergamon Press, New York, 1985  
 [2] T. Ishitani, H. Koike, T. Yamaguchi and T. Kamino, *J. Vac. Sci. Technol.* **B16** (4) (1998) 1907 - 1913

<sup>6</sup> Die Raman-Messungen wurden von Dr. Irmer (TU Freiberg) durchgeführt

## 4.2 Weiterentwicklung der Software-Funktionalität

Die FIB-Bedieneroberfläche, wie sie zu Beginn des Projektes vorlag, ist in Abb. 24 gezeigt. Sie erlaubte keinerlei automatisierte Bearbeitungsschritte. Deshalb war als wichtigste Voraussetzung für eine Prozessautomatisierung eine grundlegende Überarbeitung der FIB 4400 Software erforderlich. Das LabView Programm wurde modifiziert. Neben den Automatisierungswerkzeugen wurde es um eine Vielzahl weiterer nützlicher Komponenten ergänzt. Die Abb. 25 zeigt die neue Bedienoberfläche, auf der die wichtigsten Änderungen gekennzeichnet sind. Diese sind im Einzelnen

- 1: Erleichterung der präziseren Einstellung der Objektivspannung (Schärfe).
- 2: einfacher Umschalter zwischen FIB-Sputterbetrieb und FIB Beobachtungsbetrieb (Sekundärelektronenaufnahme) und zurück, wobei alle Sputterparameter erhalten bleiben.
- 3: eingefügte Stoppuhr (schaltet für eine voreingestellte Zeit auf Sputterbetrieb mit allen nötigen Parametern und danach in den vorherigen Ausgangszustand; i.d.R Strahl ausgetastet).
- 4: verbesserte Bedienung der Strahlaustastung („beam blanking“); gewünschter Zustand kann mit einer Bedienhandlung erreicht werden.
- 5: komplett hinzugefügte Möglichkeit der automatisierten Bearbeitung von durch ASCII-Files vorgebbare Schnittfolgen,  
pro Schritt (=Zeile im ASCII File) einstellbare Parameter:  
Bearbeitungsdauer, Offset in x-Richtung, Offset in y-Richtung, Länge in x-Richtung, Länge in y-Richtung, Bearbeitungsmodus, Linsenspannungen, Tisch-Fahrtkoordinaten.  
Es besteht die sowohl Möglichkeit ein komplettes Bearbeitungsfile einmalig abzuarbeiten als auch beliebig oft zu wiederholen.  
Diese neu geschaffene Betriebsart wird - in Analogie zu der Bezeichnung bei Werkzeugmaschinen - CNC Betriebsart genannt.
- 6: vollkommen neu erstellte Kopplung der FIB-Software mit der REM-Software
- 7: In dem Untermenü zum Wienfilter wurde die Möglichkeit der Tischstrommessung über ein externes Pikoamperemeter realisiert. Es kann jetzt eine Tischstromverteilung bei wahlweise variierendem Magnetfeld bzw. elektrischem Feld automatisiert aufgenommen werden. Damit ergibt sich die Möglichkeit, das Massenspektrum der Quelle automatisiert aufzunehmen und so die zu den einzelnen Elementen und Ladungszuständen gehörigen Wienfilter-Einstellungen auf einfache Weise zu bestimmen (siehe auch Kapitel 3.1)
- 8: (ohne Markierung), Abschaltung der FIB Quelle bei Überschreitung eines einstellbaren Emissionsgrenzwertes; diese Maßnahme ist eine wichtige Voraussetzung für einen automatischen Betrieb, um die Sicherheit der Anlage zu gewährleisten
- 9: (ohne Markierung) automatische Aufzeichnung der Werte für Extraktionsspannung und Strom.

Es kann nicht auf alle Veränderungen im Detail eingegangen werden. Alle verbessern die Effektivität der Arbeit mit dem FIB-System wesentlich. Neben der CNC-Automatisierung ist jedoch die Kopplung der REM-Software mit der FIB-Software hervorzuheben. Beim Übergang von der Beobachtung mit Ionenanregung zur Beobachtung mit Elektronenanregung müssen eine Reihe von Einstellungen geändert werden. Dies betrifft u.a. Helligkeit, Kontrast, Scangeschwindigkeit, Anzahl und Art der Mittelungen. Die neue Software speichert den entsprechenden Datensatz der Betriebsart die verlassen wird und stellt den zur neuen Betriebsart gehörigen, letztmalig verwendeten Datensatz ein. Damit wird ein deutlich zügigerer Wechsel zwischen FIB-Bearbeitung und REM-Beobachtung ermöglicht. Insgesamt erhöht sich die Effektivität deutlich.

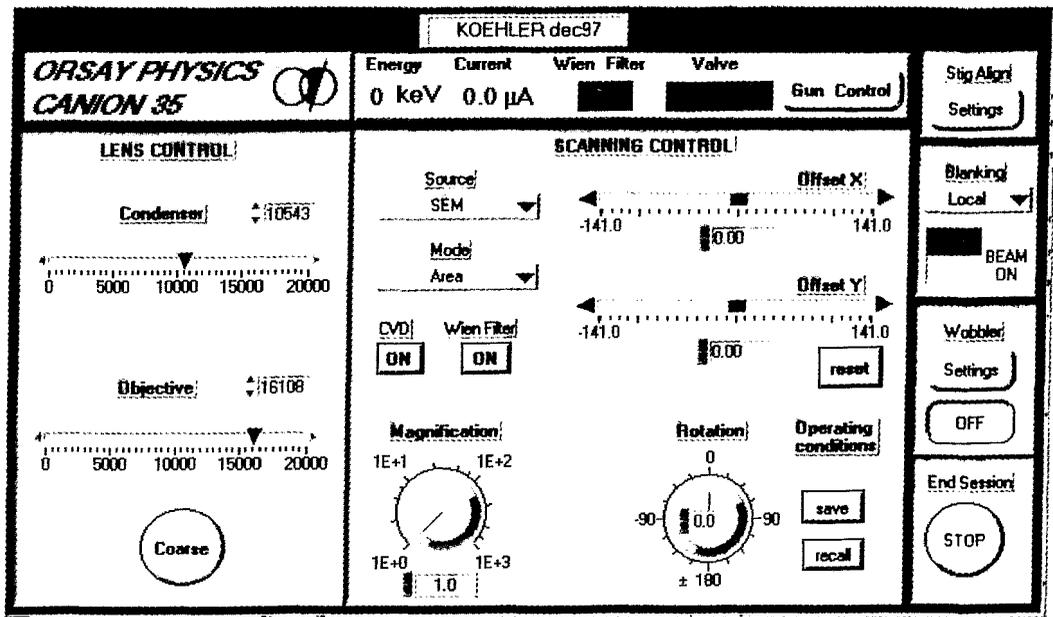


Abb. 24: Bedienoberfläche der FIB 4400 im Originalzustand.

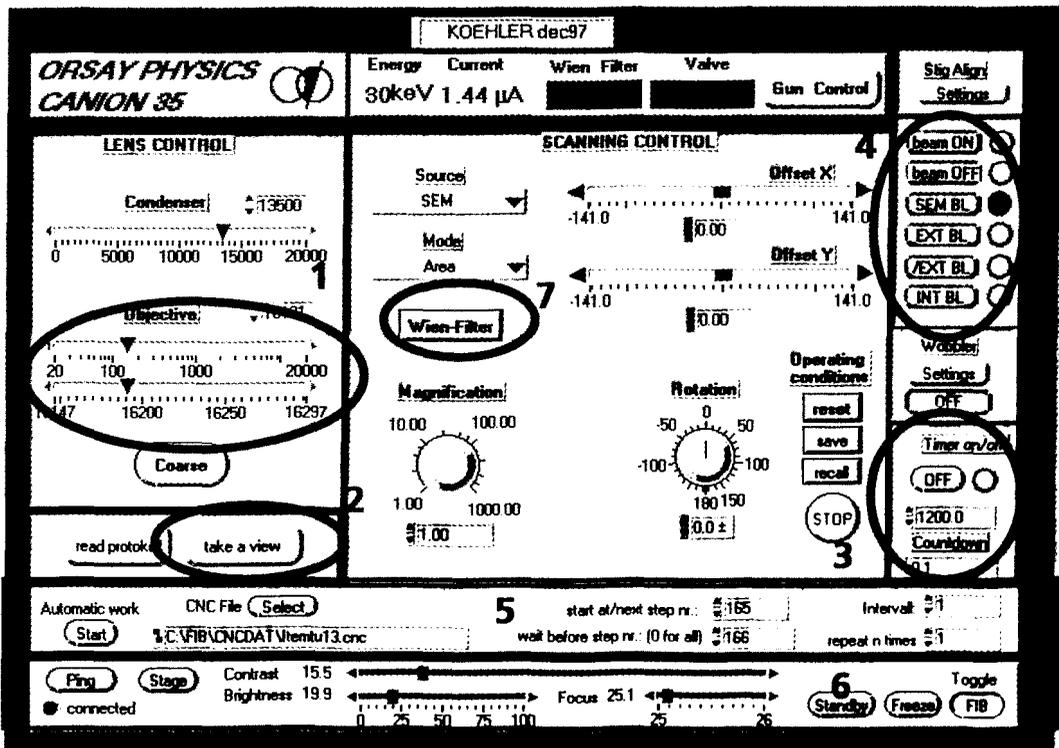


Abb. 25: geändertes Erscheinungsbild der FIB-Steuerungssoftware mit wesentlichen zusätzlichen Funktionalitäten.

Neben Muster CNC-Files für die automatisierte TEM-Lamellenherstellung wurden auch CNC Files realisiert, die der Herstellung von einem keilförmigen Volumenabtrag dienen. Letztere sind besonders nützlich für Querschnittspräparationen, da gegenüber dem normalen Vorgehen eine Einsparung in der Bearbeitungszeit von 50 % erreicht wird.

Ausgehend von aus der Literatur bekannten physikalischen Modellen des Ionenzerstäubungsprozesses und den Ergebnissen in 4.1 wurden Computerprogramme erstellt. Diese modellieren den Materialabtrag durch physikalisches Ionensputtern. In Abhängigkeit von der erforderlichen Membrangröße (Tiefe und Breite) der Materialart und Geometrie der Probe, den Prozessparametern der FIB-Anlage (Ionenart und Ionenstrom, Strahldurchmesser) wird die optimale Größe der Sputtergrube sowie die Geometriewerte und Zeiten der einzelnen Sputterschritte berechnet. Diese finden dann in entsprechenden CNC-Files Verwendung.

## 5 Applikationsbeispiele - Angebotskatalog

Der Angebotskatalog wird auf der Grundlage von Applikationsbeispielen erstellt. Dies hat den Vorteil, dass Interessenten sich anhand der aufgeführten Beispiele einen Eindruck über die Möglichkeiten der Ionenfeinstrahlbearbeitung mit der FIB 4400 der EADQ und deren im abgeschlossenen Projekt erweiterten Möglichkeiten verschaffen können. Damit können sie die Realisierbarkeit ihrer eigenen Aufgabenstellungen besser abschätzen und erhalten Anregungen für weitere Applikationen.

In Erweiterung des zunächst vorgesehenen Umfangs werden auch ausgewählte Beispiele der Herstellung von Cross-Sections als Vorstufe zur Herstellung von TEM-Lamellen mit in diese Zusammenstellung einbezogen. Einerseits stellen mittels Rasterelektronenmikroskopie abgebildete Cross Sections in einigen Fällen einen vernünftigen und preiswerten Alternative zu TEM-Untersuchungen dar. Ihre Herstellung mit der FIB erlaubt, wie bei TEM-Lamellen, einen hohen Grad an Zielgenauigkeit. Andererseits treten eine Reihe von Fragestellungen bei der Herstellung von Cross Sections in ähnlicher Weise wie bei der Herstellung von TEM-Lamellen auf, so dass entsprechende Schlussfolgerungen übertragen werden können.

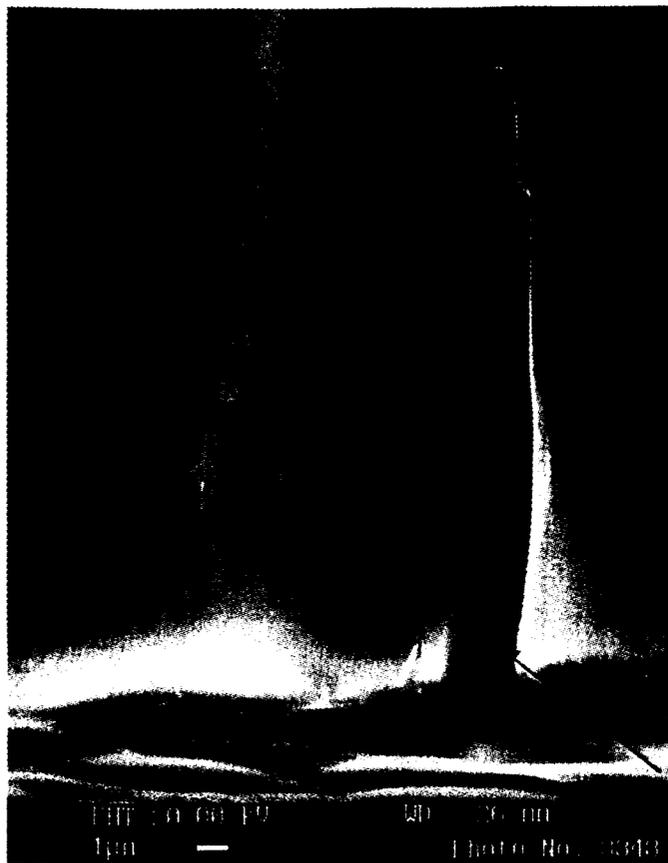
### 5.1 Cross Sections in Glasproben

An der Technischen Universität Ilmenau, Fachgebiet Glas- und Keramiktechnologie werden unter anderem Bearbeitungstechniken für spezielle Gläser entwickelt. Diese Gläser lassen sich mittels Laserbestrahlung, Temperbehandlung (Kristallisation der belichteten Gebiete und geeigneten Ätztechniken) bearbeiten. Dabei ist ein hohes Aspektverhältnis charakteristisch, so dass entsprechende Strukturen zur Herstellung mikromechanischer Bauteile (Pumpen, Ventile, Kanülen, Federn, ...) potentiell sehr gut geeignet sind. Für einen zuverlässigen praktischen Einsatz dieser Bauteile sind Oberflächenvergütungen der Gläser erforderlich, deren Qualität zu kontrollieren ist. Für diese Kontrolle sind FIB Schnitte grundsätzlich geeignet. Die Abb. 26 zeigt die Laserbearbeitete Probe und nachfolgende Abb. 27 einen vergrößerten Ausschnitt, der einen mit der FIB hergestellten Querschnitt an der Kante einer Laser Ätzgrube zeigt. In diesem Schnitt ist deutlich die Grenzfläche zwischen Schutzschicht und Substrat sichtbar. Damit wird die Schichtdicke und die Bindung der Schutzschicht auf dem Substrat mit der der FIB eigenen hohen (late-ralen) Zielgenauigkeit bestimmbar.

Dieses Anwendungsbeispiel (cross section) ist auch für die TEM-Lamellenherstellung interessant, da hieran deutlich wird, dass auch relativ schlecht leitende Materialien wie Glas, eine präzise Bearbeitung mit Ionen erlauben. Potentiell nachteilige Aufladungseffekte und damit verbundene Ablenkung der Strahl-Ionen spielen offensichtlich erst bei deutlich höheren spezifischen Widerständen als sie bei dem verwendeten Glas vorliegen, eine Rolle. Deshalb sollten sich auch TEM-Lamellen in üblicher Weise herstellen lassen.



**Abb. 26:** Rasterelektronenmikroskopische Übersichtsaufnahme einer strukturierten Glasprobe mit Schutzschicht.



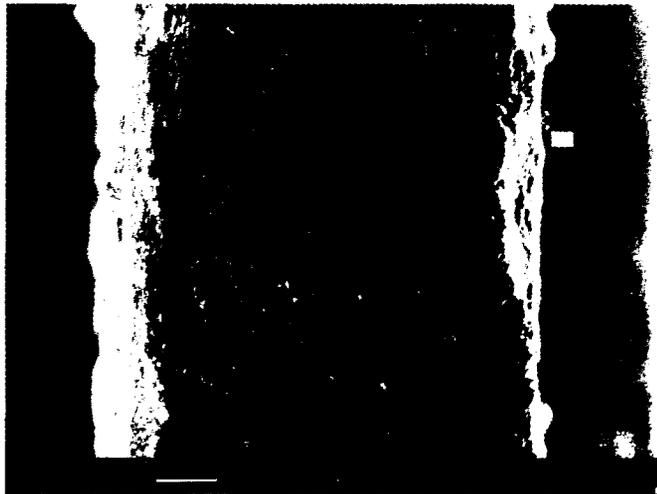
**Abb. 27:** Detail der Glasprobe mit einem durch FIB erzeugten Schnitt (Pfeil) zur Freilegung und Charakterisierung der Grenzfläche Glas-Beschichtung.

## 5.2 TEM-Lamellen an porösen Materialien

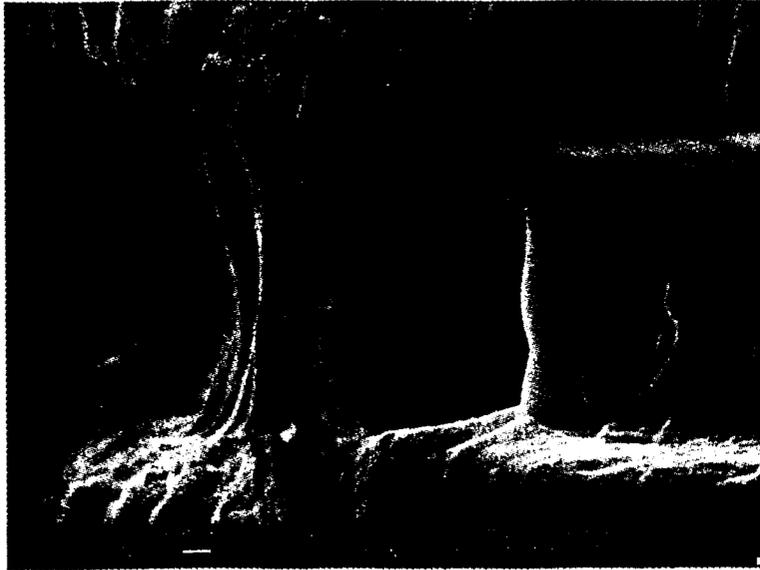
Für das IFW (Dr. Bauer) wurden Versuche an Proben mit Mehrschichtstrukturen (multilayer) zur Herstellung von Lamellen unternommen. Die Proben zeigten eine ungewöhnlich raue Oberfläche (Abb. 28). Nach der Herstellung der seitlichen Gräben wurde klar, dass eine unbekannte poröse Schicht die Probe bedeckt. In Abb. 29 ist auch zu erkennen, dass eine Verbindung dieser Deckschicht zur Unterlage nur an einigen Stellen vorhanden ist.

Das Ergebnis der Arbeiten – die TEM Lamelle – zeigt Abb. 30. Neben der benötigten Lamelle des Basismaterials wurde auch aus dem der poröse Belag eine „Lamelle“ herausgearbeitet. Dieses Beispiel zeigt sehr anschaulich, in welchem hohem Maße die Ionenfeinstrahlbearbeitung schonend mit den Proben umgeht. Bei Bedarf können auch TEM Lamellen aus stark strukturiertem und porösem Materialien herausgearbeitet werden. Dies sollte auf anderem Wege nicht oder ausgesprochen schwierig durchführbar sein.

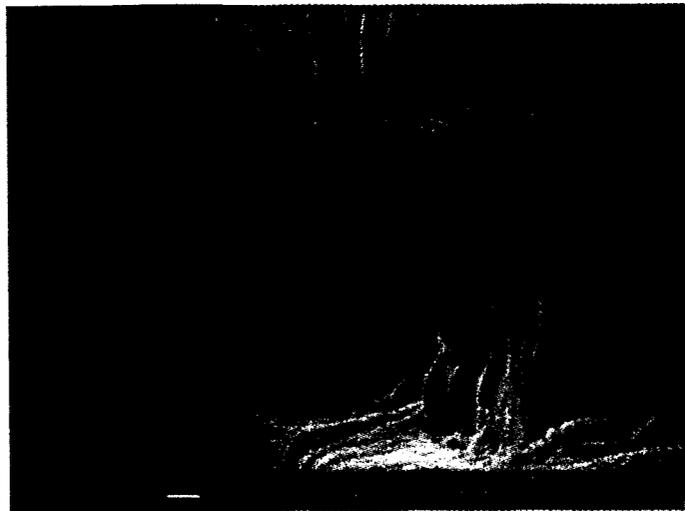
Eine Zwischenstufe der Bearbeitung (Abb. 31) zeigt, dass die vorliegende Schicht bei Bedarf auch auf einfache Weise entfernt werden kann: die vergleichsweise geringe Dosis der Ausläufer des Ionenstrahls („beam tails“) in der Umgebung der gesputterten Gruben ist für eine „Reinigung“ ausreichend. Diese kann also auch gezielt durch Bearbeitung mit kleinen Ionendosen erfolgen.



**Abb. 28:** mechanisch vorpräparierte Probe; man beachte die Rauheit der Oberflächenschicht.



**Abb. 29:** nach dem Beginn der Bearbeitung, die oberste Schicht ist porös.



**Abb. 30:** hergestellte Lamelle im Basismaterial (rechts im Bild) mit Lamellenstruktur der porösen Deckschicht (links angrenzend).



**Abb. 31:** Wirkung der Strahlausläufer (beam tails): Säuberung der Oberfläche von dem unbekanntem porösen Belag

### 5.3 TEM-Lamellen mit Strukturen im oberflächennahen Bereich - Beispiel $\text{CoSi}_2$ Nanostrukturen

Co implantiertes Silizium bildet unter geeigneten Bedingungen (Temperung) metallisch leitfähiges  $\text{CoSi}_2$ . Bei schreibender FIB-Implantation von Co in Si können auf diese Weise metallisch leitfähige Leitbahnen mit Dimensionen im sub- $\mu\text{m}$  Bereich erzeugt werden. Damit eröffnen sich eine Reihe von faszinierenden Möglichkeiten zur Herstellung von innovativen elektronischen Bauelementen.

Eine Besonderheit ionenimplantierter Proben ist, dass der zu untersuchende Bereich sehr nah an der Oberfläche liegt. Es muss daher dafür Sorge getragen werden, dass dieser Bereich bei der Fertigung der Lamelle nicht beschädigt oder sogar abgetragen wird. Eine Möglichkeit besteht in der Applikation einer Schutzschicht, die lokal oder ganzflächig aufgebracht werden kann. Untersucht wurde die Variante mit ganzflächiger Schutzschicht. Daraus ergab sich die folgende Herstellungstechnologie

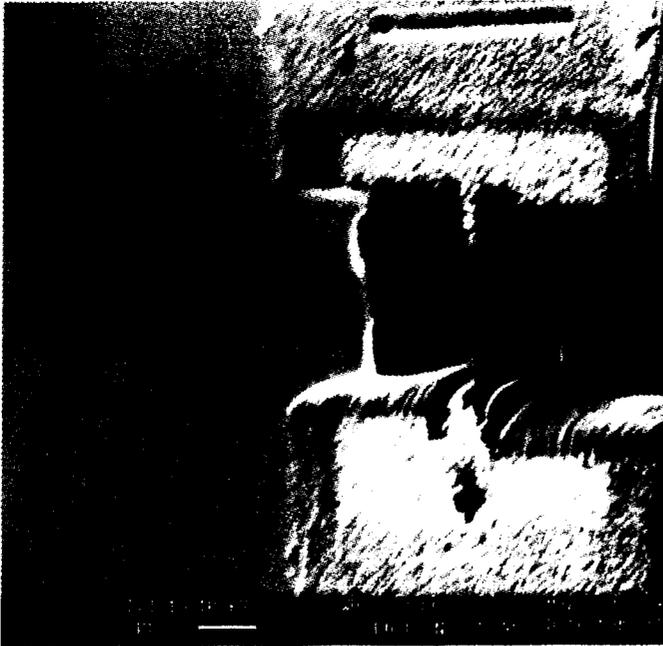
1. mechanische Vorpräparation anhand der Koordinaten des lay-outs
2. FIB-Sputtern von Markierungen
3. Aufbringen der Schutzschicht (aufgedampftes Gold)
4. FIB-Sputtern der TEM-Lamelle

In Abb. 32 ist eine TEM-Lamelle kurz vor ihrer Fertigstellung gezeigt. Die verbliebene Lamellenbreite beträgt weniger als  $1 \mu\text{m}$ .

Abb. 33 zeigt dieselbe Lamelle nach endgültiger Abdünnung. In den Bildern Abb. 34 bis Abb. 36 sind weitere Lamellen die aus dem gleichen System gefertigt wurden, abgebildet. Damit wird deutlich, dass die Herstellungstechnologie freistehender ausreichend dünner Lamellen zuverlässig beherrscht wird.



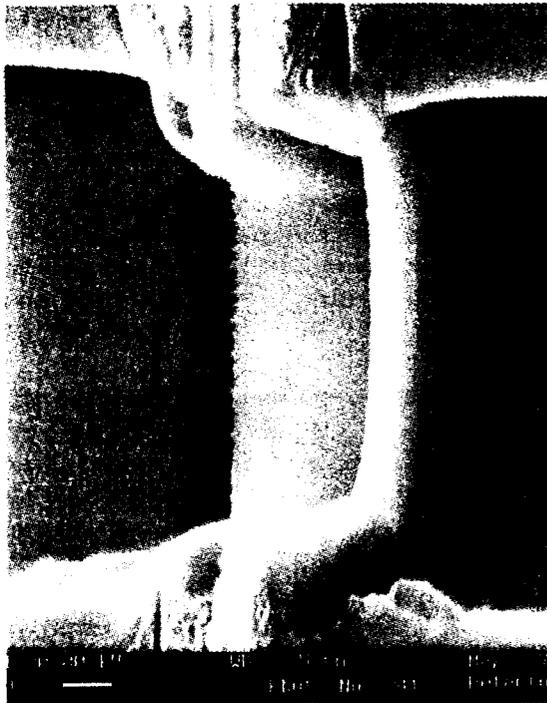
**Abb. 32:** TEM-Lamelle kurz vor ihrer Fertigstellung.



**Abb. 33:** Lamelle nach endgültiger Abdünnung.



**Abb. 34:** REM- Aufnahme einer weiteren Lamelle.



**Abb. 35:** REM-Aufnahme einer weiteren Lamelle.

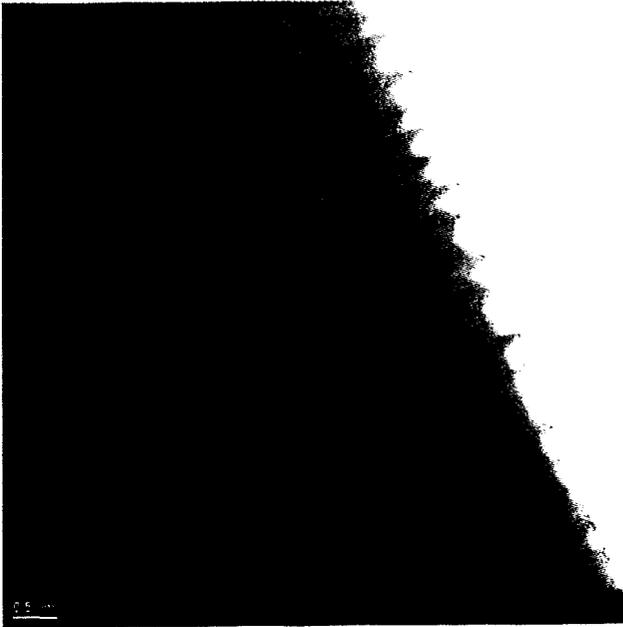


**Abb. 36:** REM-Aufnahme einer weiteren Lamelle.

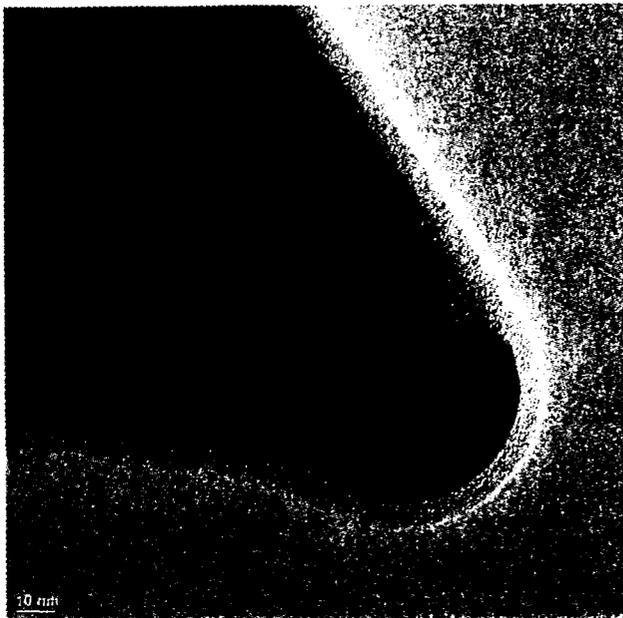
Die

Abb. 37 bis Abb. 39 zeigen TEM-Aufnahmen unterschiedlicher Vergrößerung der Lamelle entsprechend Abb. 35. Die obere Kante der Lamelle ist charakteristisch „gezahnt“. Offensichtlich haben Strahlausläufer (beam tails) bereits zuviel Material von der oberen Schicht abgetragen. EDX-Aufnahmen zur Elementanalyse bestätigten, dass weder Gold noch das ursprünglich implantierte Kobalt in der Probe zu finden war.

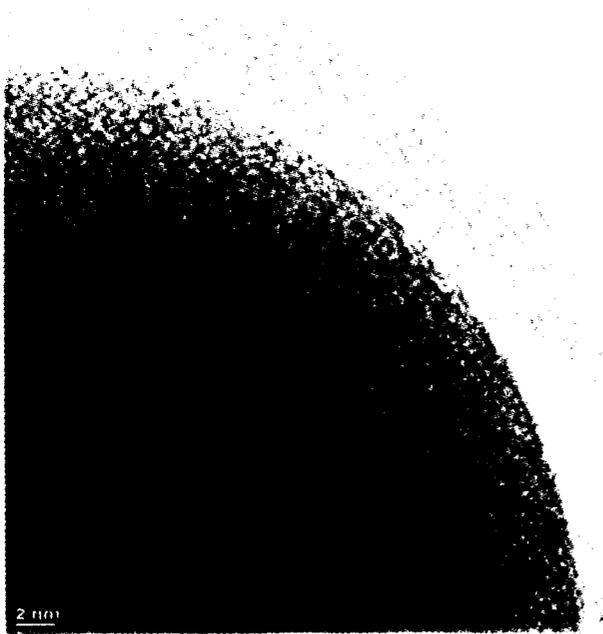
Die dunklen Stellen in den TEM-Bildern der Spitzen (Abb. 38) stellen eine Erscheinung dar, die bisher nicht ausreichend aufgeklärt werden konnte.



**Abb. 37:** TEM-Übersichtsaufnahme einer gefertigten Lamelle.



**Abb. 38:** TEM-Aufnahme (11 000-fach) des Bereiches einer der charakteristischen Spitzen.



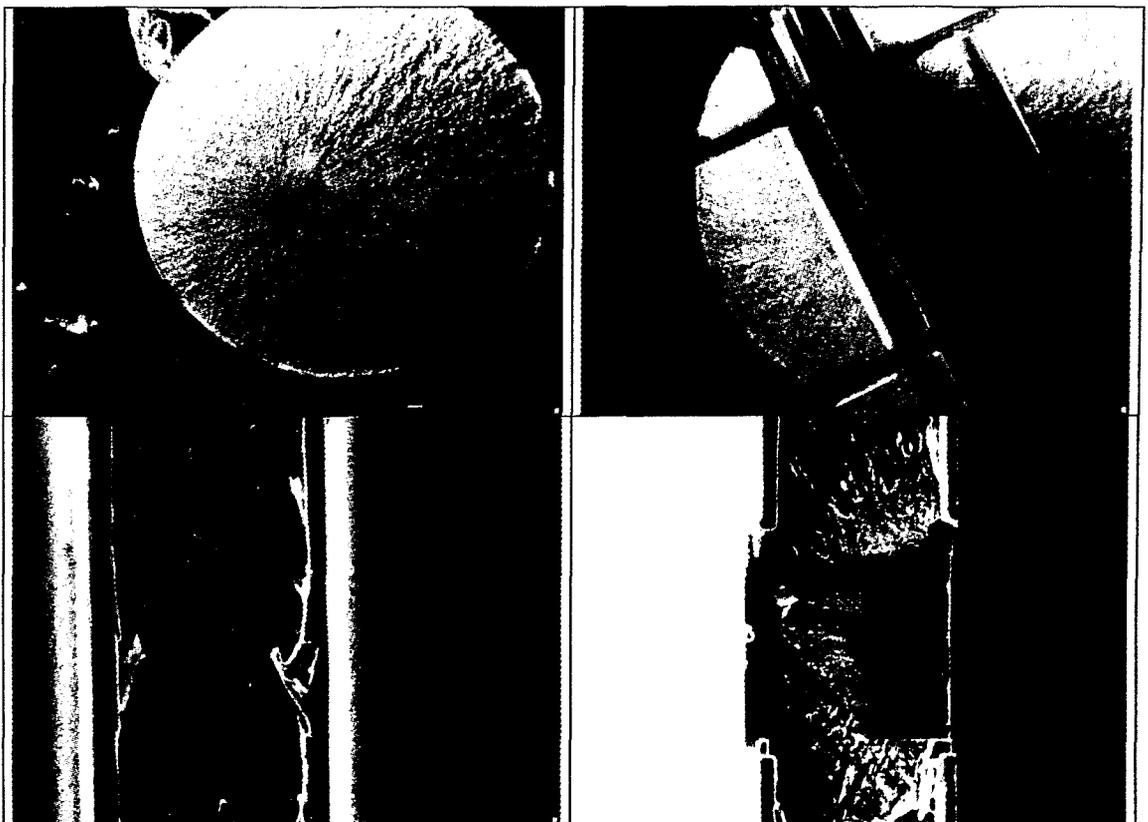
**Abb. 39:** Hochauflösung TEM (550 000 fach) des Übergansbereiches in Abb. 38.

Es muss konstatiert werden, dass die hergestellten Lamellen offensichtlich zur Untersuchung des implantierten Bereiches nahe der ursprünglichen Oberfläche (50 nm) noch nicht geeignet waren. Mit der im Laufe der Projektbearbeitung stabilisierten W-Abscheidung eröffnet sich jedoch für derartige oberflächensensible Proben nunmehr folgende erfolversprechende Herstellungstechnologie:

1. Mechanische Vorpräparation anhand der Koordinaten des Layouts.
2. Kennzeichnung der interessierenden Bereiche in der Oberfläche mittels FIB-Strahl durch geeignete Marken (z.B. Sputtern eines ausreichend tiefen Kreuzes); dies erfolgt unter REM-Kontrolle; die Marken werden in ausreichender Entfernung von dem Zielgebiet platziert um Kontaminationen durch den Ionenstrahl zu minimieren.
3. großflächige Abscheidung (Bedampfen, Sputtern) einer Schutzschicht (z.B. Au), Dicke der Schicht > 50 nm aber noch so klein, dass die Marken sichtbar bleiben.
4. lokale Abscheidung von W unter FIB Bestrahlung aus dem Precursorgas als Verstärkung der Schutzschicht.
5. FIB Grob- und Feinbearbeitung zur Lamellenherstellung. Bei großer Rauheit der Schutzschicht gegebenenfalls zwischendurch FIB-Planarisierung (siehe 5.4).

#### 5.4 Herstellung von TEM-Lamellen an Proben mit rauen Oberflächen

Im Gegensatz zu den Proben aus der Mikroelektronik, bei denen in der Regel sehr ebene Oberflächen vorkommen, ist das an den in der Materialforschung ansonsten vorkommenden Proben üblicherweise nicht der Fall. Erste Versuche im Projektverlauf aus solchen Proben brauchbare TEM-Lamellen zu erzeugen, scheiterten regelmäßig. An dieser Stelle wirkt sich die Winkelabhängigkeit der Sputterraten, die zu einem geringeren Abtrag an horizontalen Flächen (Plateau auf Erhebungen) führt, negativ aus. Die Rauheit wird mit fortschreitendem Abtrag noch erhöht. Vermutlich beruhen die in 5.3 diskutierten „Sägezähne“ auch auf diesem Effekt. Es war deshalb eine Technologievariante zu entwickeln, die diese Schwierigkeiten beseitigt. Sie wird anhand einer Bruchmechanik Probe erläutert.



**Abb. 40:** Vorbereitende Bearbeitungsfolge zur Herstellung einer TEM-Lamelle aus einer Probe mit rauer Oberfläche;  
 links oben: Gesamtansicht der Bruchfläche einer Ermüdungsprobe,  
 rechts oben: mechanische Vorpräparation,  
 links unten: vergrößerte Aufnahme des Steges der mechanisch präparierten T-Form (Stegbreite ca. 50 µm),  
 rechts unten: durch FIB eingeebneter Bereich mit dem Einschluss.

Am IFW Dresden (Dr. Güth) wurden im Rahmen eines Industrieauftrages Stahl-Proben aus dem Material 100 Cr 6 im Zugschwellversuch bis zum Bruch belastet. Der Bruch startete regelmäßig von karbidischen Einschlüssen in den Proben. Zum besseren Verständnis der Strukturveränderungen in der Frühphase des Risswachstums interessierten TEM-Untersuchungen in unmittelbarer Umgebung von derartigen Einschlüssen.

Die Abb. 40 zeigt die Folge der vorbereitenden Schritte für eine FIB-Lamellenherstellung. Links oben ist die gesamte Bruchfläche wiedergegeben. Der Anriss in der Umgebung des Einschlusses zeichnet sich in dieser REM-Übersichtsaufnahme als dunkler Bereich ab. Rechts oben ist das Ergebnis der mechanischen Vorpräparation dargestellt. Bei diesen Schritt müssen die Diamantsäge-Schnitte so präzise erfolgen, dass der Einschluss innerhalb des Steges der T-Form verbleibt. Die Vergrößerung links unten bestätigt, dass dies gelungen ist. Gleichzeitig wird auch eine Art Gratbildung sichtbar. Als wesentlicher neuer Schritt erfolgt nunmehr eine FIB-Bearbeitung, bei der die Ionenstrahlrichtung in der Papierebene liegt. Damit ist eine Einebnung der rauen Oberfläche möglich. Die Abbildung rechts unten vermittelt einen Eindruck von der Rautiefe der ursprünglichen Oberfläche. Der mittlere Bereich des Steges liegt so tief, dass er noch nicht vom glättenden Ionenstrahl erfasst wurde. Da sich die Lamelle in der unmittelbaren Nachbarschaft des Einschlusses befinden soll, ist dieser Glättungsgrad aber ausreichend.

Eine mechanische Glättung stellt eine mögliche Alternative zu der FIB Glättung dar. Allerdings erscheint es als sehr fragwürdig, ob damit die Präzision erreicht werden kann, wie sie bei der FIB Glättung unter REM-Beobachtung möglich ist.



**Abb. 41:** fertig erstellte Lamelle unmittelbar neben dem Einschluss (REM-Bild).

In Abb. 41 ist die fertig hergestellte Lamelle mittels REM abgebildet. Der Karbideinschluss ist oberhalb der Lamelle sichtbar. Man beachte, dass die Lamelle bereits für die verwendeten 30 keV Elektronen des Rasterelektronenmikroskops transparent geworden ist.

## 5.5 Proben für Mikrosystemanwendungen

Bei der Entwicklung und Herstellung von Mikrosystemen treten, ähnlich wie bei Mikroelektronischen Bauteilen, eine Reihe von Fragenstellungen auf, die mit TEM Untersuchungen an FIB präparierten Lamellen gelöst werden können. Dies betrifft beispielsweise Schichtdicken, geometrischen Eigenschaften wie Kantenwinkel aber auch Struktureigenschaften wie Korngrößen, Ausscheidungen, Texturen usw. In Zusammenarbeit zwischen EADQ (Fib-Lamellenherstellung) und dem IFW (TEM Untersuchungen) wurden für das IMS DD und seinem industriellen Auftraggeber derartige Untersuchungen durchgeführt. In der Abb. 42 ist eine Lamelle aus einem Halbfabrikat gezeigt. Die oberste Schicht im Bild besteht aus zum Schutz der Struktur aus dem Precursorgasen in der FIB abgeschiedenem Wolfram. Deutlich sichtbar und im TEM auswertbar sind darunterliegende Strukturen. Im linken Bildrand ist die Transparenz der Lamelle erkennbar.



**Abb. 42:** Für einen Kunden hergestellte Lamelle aus einem Halbfabrikat für Mikromechanik-Anwendungen.

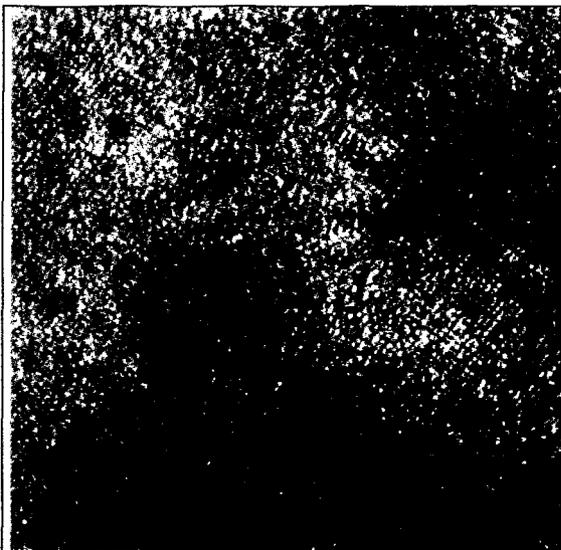
Sind in den interessierenden Strukturen Bereiche mit Elementen hoher Ordnungszahl vorhanden, so müssen die Lamellen besonders dünn ( $<100$  nm) hergestellt werden, um bei konventioneller TEM-Energie von maximal 300 keV durchstrahlbar zu sein. Die erreichte Dicke von Lamellen ist nicht genau bestimmbar. Die Draufsicht auf eine besonders stark abgedünnte Lamelle (Abb. 43) zeigt jedoch, dass die Bedingung  $d < 100$  nm sicher erreicht wird.



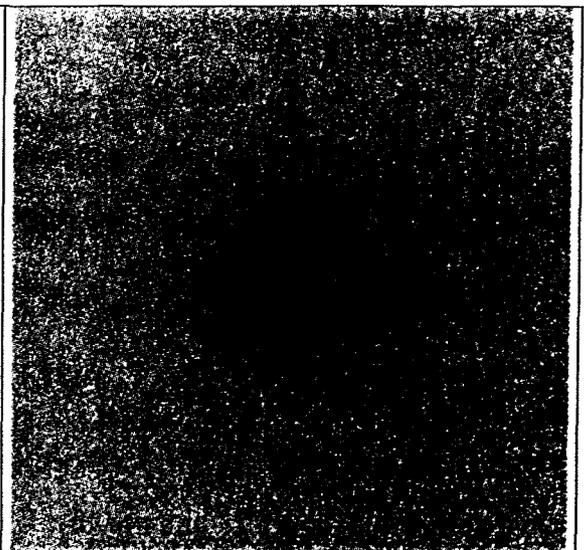
**Abb. 43:** Draufsicht auf eine Lamelle entsprechend Abb. 42; die Lamellendicke kann zu deutlich kleiner als 100 nm abgeschätzt werden, genauere Aussagen sind aufgrund der Überstrahlungseffekte an Kanten nicht möglich.

## 5.6 Lamellen für Hochauflösung

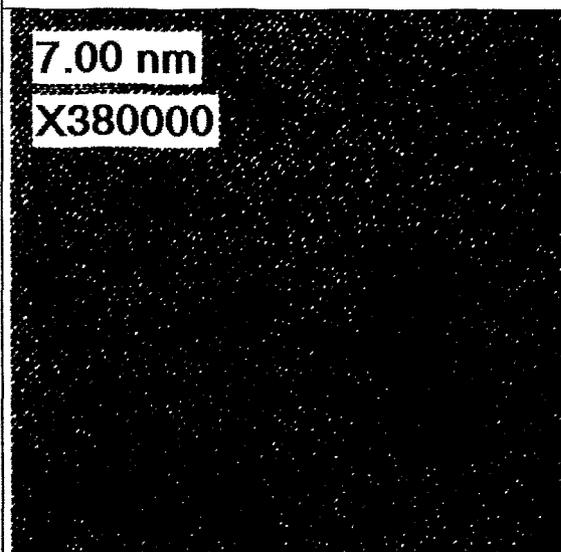
Gemeinsam mit dem Institut für Didaktik der TU Dresden (Prof. Lichte) wurde der Frage nachgegangen, ob sich die Ionenfeinstrahl-Präparationstechnik zur Herstellung von Lamellen für die Hochauflösungs-Transmissions-Elektronenmikroskopie eignet. Diese Frage konnte positiv beantwortet werden. Die Abb. 44 zeigt eine TEM-Aufnahme (hergestellt an der TU-Dresden) einer Lamelle aus einem Si-Einkristall, die mit 30 kV Ga-Ionen hergestellt wurde. Sie besitzt offensichtlich noch einen hohen Anteil an amorphisiertem Silizium, obwohl im Ortspektrum (Abb. 45) des Bildes die zur Gitterperiodizität gehörigen Reflexe bereits deutlich sichtbar sind. Der Übergang zu einer Präparation mit verminderter Ionenenergie liefert Aufnahmen, welche die Gitterperiodizität deutlich klarer zeigen (siehe Abb. 46) und damit einen ausreichend geringen Anteil an amorphisiertem Si aufweisen.



**Abb. 44:** Hochauflösende TEM-Aufnahme einer FIB abgedünnten Si-Probe.



**Abb. 45:** Ortsspektrum der Abb. 44.



**Abb. 46:** Hochauflösende TEM-Aufnahme einer Probe, die mit Ionen verminderter Energie (15 kV) hergestellt wurde.

## 6 Zusammenfassung

Aufgabe des Projektes war die Entwicklung einer neuen Technologie zur Probenpräparation für die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) auf der Basis der Ionenfeinstrahlbearbeitung. Dazu wurden Prozesse der Ionenstrahlgestützten Abtragung (Sputtern), der Abscheidung, des Probenhandling, des Ionenstrahlgestützten chemischen Ätzens sowie systemeigener Komponenten untersucht. Als Alternative zur Ga-Quelle wurde eine Flüssigmetall-Ionenquelle auf der Basis einer AuGeSi Legierung entwickelt, charakterisiert und in der FIB 4400 eingesetzt. Die dabei erarbeitete Technologie ist auch zur Regenerierung von Gallium Quellen geeignet.

Um eine automatisierte Bearbeitung bei der Herstellung von TEM-Lamellen zu ermöglichen erfolgte eine Modifikation der FIB-4400 Software. Das LabView Programm wurde entsprechend modifiziert und zusätzlich um nützliche Komponenten ergänzt. Abtragsraten auf der Basis der Volumenverlustmethode wurden experimentell bestimmt. Diese Werte dienen als Ausgangspunkt für eine weiter ausbaubare Datensammlung, die die entwickelte Prozessautomatisierung verfeinert.

Für den Transfer von TEM-Lamellen, die aus dem Volumen präpariert werden, wurde ein spezieller lift-off Manipulator entwickelt, gebaut und getestet.

<Es wurde ein Angebotskatalog erarbeitet der anhand von Applikationsbeispielen mit verschiedensten Anforderungen (raue Oberflächen, Hochauflösung, poröse Materialien, Materialien mit verminderter Leitfähigkeit) die Kooperationsmöglichkeiten im Dresdner Raum im Rahmen des Materialforschungsverbundes aufzeigt.