

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6359351号
(P6359351)

(45) 発行日 平成30年7月18日(2018.7.18)

(24) 登録日 平成30年6月29日(2018.6.29)

(51) Int. Cl.		F I		
GO 1 N	1/28	(2006.01)	GO 1 N	1/28 F
HO 1 J	37/317	(2006.01)	GO 1 N	1/28 G
			HO 1 J	37/317 D

請求項の数 26 外国語出願 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2014-122959 (P2014-122959)
 (22) 出願日 平成26年6月16日 (2014.6.16)
 (65) 公開番号 特開2015-38469 (P2015-38469A)
 (43) 公開日 平成27年2月26日 (2015.2.26)
 審査請求日 平成29年5月29日 (2017.5.29)
 (31) 優先権主張番号 13/930, 911
 (32) 優先日 平成25年6月28日 (2013.6.28)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 501419107
 エフ・イー・アイ・カンパニー
 アメリカ合衆国オレゴン州97124, ヒルズバラ, ノースイースト・ドーソンクリーク・ドライブ5350
 (74) 代理人 100103171
 弁理士 雨貝 正彦
 (72) 発明者 リチャード・ジェイ・ヤング
 アメリカ合衆国 97006 オレゴン州
 ビーバートン エスタブリュー ペニン
 シュラ・コート 16515

審査官 福田 裕司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 平面視試料の調製

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

平面視TEM試料を形成する方法であって、
 試料ステージ平面を有する試料ステージ上に加工物を配置するステップであり、前記加工物が、第1の向きに配向された薄片領域を含む、ステップと、

前記加工物から試料が実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して前記加工物から前記試料をミリングするステップと、

前記試料にプローブを取り付けるステップであり、前記プローブが、シャフト軸を有するシャフトを含み、前記シャフト軸が、前記試料ステージ平面に対してあるシャフト角で配向され、前記シャフト角が、前記試料ステージ平面に対して垂直ではない、ステップと

10

、
 前記シャフト軸を軸に前記プローブをある回転角で回転させるステップであり、この回転によって前記試料が、前記薄片領域が第2の向きに配向するように回転する、ステップと、

前記試料を、前記試料がミリングされた前記加工物に取り付け、もしくは前記加工物上に置くステップと、

前記試料を前記イオン・ビームを使用して薄くして、前記薄片領域に沿った配向を有する薄片を形成するステップと

を含む方法。

【請求項2】

20

前記シャフト角が45度、前記回転角が180度である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記試料に前記プローブを取り付ける前記ステップが、イオン・ビーム堆積法によって前記試料に前記プローブを取り付けるステップを含む、請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】

前記試料に前記プローブを取り付ける前記ステップが、接着剤によって前記試料に前記プローブを取り付けるステップを含む、請求項1または2に記載の方法。

【請求項5】

イオン・ビームを使用して前記加工物から前記試料をミリングする前記ステップが、集束イオン・ビームを使用して前記加工物から前記試料をミリングするステップを含む、請求項1から4のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項6】

前記試料をミリングする前記ステップが、前記ミリングした試料の1つの面が前記薄片領域に対して実質的に直角になるように、前記試料をミリングするステップをさらに含む、請求項1から5のいずれか一項に記載の方法。

【請求項7】

前記試料を、前記加工物に取り付ける前記ステップが、前記加工物上および前記試料上に少なくとも1つの堆積物を形成するステップをさらに含み、前記堆積物が、前記試料を、前記加工物に取り付ける、請求項1から6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項8】

20

前記試料を、前記加工物に取り付け、または前記加工物上に置くステップが、前記加工物の表面に凹んだエリアをミリングするステップであり、前記凹んだエリアが、前記試料の少なくとも一部分を収容するのに適したサイズを有する、ステップと、前記凹んだエリア内に前記試料の少なくとも一部分が配置されるように前記試料を置くステップとをさらに含む、請求項1から7のいずれか一項に記載の方法。

【請求項9】

前記イオン・ビームを使用したイオン・ビーム堆積法によって前記少なくとも1つの堆積物を形成するステップをさらに含む、請求項7に記載の方法。

【請求項10】

前記シャフト軸を軸に前記プローブをある回転角で回転させる前記ステップによって、前記試料ステージ平面と前記薄片領域とが実質的に直角になるように前記試料が回転する、請求項1から9のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項11】

ミリングする前記ステップの前は、前記薄片領域が前記試料ステージ平面に対して実質的に平行である、請求項10に記載の方法。

【請求項12】

前記試料を前記イオン・ビームを使用して薄くして、薄片を形成する前記ステップに続いて、

前記試料から前記薄片が実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して前記試料から前記薄片をミリングするステップと、

40

前記薄片を透過型電子顕微鏡(TEM)グリッドに取り付けるステップと、

前記透過型電子顕微鏡(TEM)グリッドに取り付けられている間に前記薄片を観察するステップと

をさらに含む、請求項1から11のいずれか一項に記載の方法。

【請求項13】

前記試料から前記薄片をミリングする前記ステップの前に、前記試料がその上に取り付けられたまたは前記試料がその上に置かれた前記加工物を、前記加工物から前記試料をミリングするのに使用されなかった別の機器へ移すステップをさらに含む、請求項12に記載の方法。

【請求項14】

50

試料を処理する装置であって、
 イオン・ビーム・カラムと、
 試料ステージ平面を有する試料ステージであり、少なくとも2次元空間内で移動することができ、垂直軸を軸に回転することができる試料ステージと、
 シャフト軸を軸に回転可能なプローブであり、前記シャフト軸が、前記試料ステージ平面に対してあるシャフト角で配向されており、前記シャフト角が、前記試料ステージ平面に対して垂直ではないプローブと、
 コントローラとを備え、前記コントローラが、
 前記試料ステージ上で加工物を支持するステップであり、前記加工物が薄片領域を含む、ステップ、
 前記加工物から試料が実質的に切り離されるように、前記イオン・ビーム・カラムからのイオン・ビームを使用して前記加工物から試料をミリングするステップ、
 前記試料に前記プローブを取り付けるステップ、
 前記シャフト軸を軸に前記プローブをある回転角で回転させるステップ、
 前記試料を、前記試料がミリングされた前記加工物に取り付け、もしくは前記加工物上に置くステップ、および
 前記試料を前記イオン・ビーム・カラムを使用して薄くして、前記薄片領域に沿った配向を有する薄片を形成するステップ
 を前記イオン・ビーム・カラム、前記試料ステージ、前記プローブに実行させる、
 装置。

10

20

【請求項15】

前記イオン・ビーム・カラムが集束イオン・ビーム・カラムである、請求項14に記載の装置。

【請求項16】

前記プローブが前記試料ステージに対して45度に配向されている、請求項14または15に記載の装置。

【請求項17】

前記回転角が180度である、請求項16に記載の装置。

【請求項18】

前記プローブが、前記イオン・ビーム・カラムによって形成された堆積物によって前記試料に取り付けられる、請求項14から17のいずれか一項に記載の装置。

30

【請求項19】

前記プローブが、接着剤によって前記試料に取り付けられる、請求項14から17のいずれか一項に記載の装置。

【請求項20】

前記コントローラによって、ミリングされた前記試料の1つの面が前記薄片領域に対して実質的に直角になるように、前記イオン・ビームが前記試料をミリングする、請求項14から19のいずれか一項に記載の装置。

【請求項21】

前記加工物上および前記試料上に形成された少なくとも1つの堆積物によって、前記試料が、前記加工物に取り付けられる、請求項14から20のいずれか一項に記載の装置。

40

【請求項22】

前記試料が、前記加工物の表面における前記イオン・ビームによってミリングされた凹んだエリア内に取り付けられまたは置かれる、請求項14から21のいずれか一項に記載の装置。

【請求項23】

前記プローブが、前記シャフト軸を軸に、前記試料ステージ平面と前記薄片領域とが実質的に直角になるように回転する、請求項14から22のいずれか一項に記載の装置。

【請求項24】

ミリングの前は、前記薄片領域が前記試料ステージ平面に対して実質的に平行である、

50

請求項 2 3 に記載の装置。

【請求項 2 5】

前記イオン・ビームを使用したイオン・ビーム堆積法によって前記少なくとも 1 つの堆積物を形成することをさらに含む、請求項 2 1 に記載の装置。

【請求項 2 6】

前記試料を前記イオン・ビームを使用して薄くして、薄片を形成するステップに続いて、

前記試料から前記薄片が実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して前記試料から前記薄片をミリングする追加のステップと、

前記薄片を透過型電子顕微鏡 (TEM) グリッドに取り付ける追加のステップと、

前記透過型電子顕微鏡 (TEM) グリッドに取り付けられている間に前記薄片を観察する追加のステップと

を前記イオン・ビーム・カラム、前記試料ステージ、前記プローブに実行させる前記コントローラをさらに備える、請求項 1 4 から 2 5 のいずれか一項に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、荷電粒子ビーム・システムで観察する試料の調製に関する。

【背景技術】

【0002】

走査イオン顕微鏡法、電子顕微鏡法などの荷電粒子ビーム顕微鏡法は、光学顕微鏡法よりもかなり高い分解能および大きな焦点深度を提供する。走査電子顕微鏡 (SEM) では、1 次電子ビームを微小なスポットに集束させ、観察しようとする表面をそのスポットで走査する。表面に 1 次電子ビームが衝突すると、その表面から 2 次電子が放出される。その 2 次電子を検出し、画像を形成する。このとき、画像のそれぞれの点の輝度は、その表面の対応するスポットにビームが衝突したときに検出された 2 次電子の数によって決定される。走査イオン顕微鏡法 (SIM) は、走査電子顕微鏡法と似ているが、表面を走査し、2 次電子を追いつく目的にイオン・ビームが使用される。

【0003】

透過型電子顕微鏡 (TEM) では、幅の広い電子ビームが試料に衝突し、試料を透過した電子を集束させて試料の画像を形成する。1 次ビーム中の電子の多くが試料を透過し、反対側から出てくることを可能にするため、試料は十分に薄くなければならない。試料の厚さは通常、100 nm 未満である。

【0004】

透過型走査電子顕微鏡 (STEM) では、1 次電子ビームを微小なスポットに集束させ、そのスポットで試料表面を走査する。加工物を透過した電子を、試料の向こう側に置かれた電子検出器によって集める。画像のそれぞれの点の強度は、その表面の対応する点に 1 次ビームが衝突したときに集められた電子の数に対応する。

【0005】

透過型電子顕微鏡 (TEM または STEM) で観察するためには試料が非常に薄くなければならないため、試料の調製は、繊細で時間のかかる作業となりうる。本明細書で使用する用語「TEM 試料」は TEM または STEM 用の試料を指し、TEM 用の試料を調製すると言うときには、STEM で観察するための試料を調製することも含まれると理解されるべきである。TEM 試料を調製する 1 つの方法は、イオン・ビームを使用して加工物基板から試料を切り出す方法である。加工物から試料を完全に切り離す前または切り離した後に、試料にプローブを取り付ける。プローブは、例えば静電気、FIB 堆積法または接着剤によって取り付けることができる。プローブに取り付けられた試料を、試料が抜き取られた加工物から引き離し、通常、FIB 堆積法、静電気または接着剤を使用して TEM グリッドに取り付ける。

【0006】

10

20

30

40

50

図1は、部分的に円形の3mmのリングを含む通常のTEMグリッド100を示す。いくつかの用途では、試料104は、イオン・ビーム堆積法または接着剤によってTEMグリッドのフィンガ(finger)106に取り付けられる。試料は、フィンガ106から、TEM(図示せず)内で、電子ビームが、試料104を通り抜けて試料の下の検出器に至る障害物のない経路を有するように延びる。TEMグリッドは通常、TEM内の試料ホルダ上に、TEMグリッドの平面が電子ビームに対して直角になるように水平に取り付けられ、試料が観察される。

【0007】

いくつかのデュアル・ビーム・システムは、試料を抜き取る目的に使用することができるイオン・ビームと、SEMまたはSTEM観察に使用することができる電子ビームとを含む。いくつかのデュアル・ビーム・システムでは、FIBが、垂直線から、52度などのある角度だけ傾けられており、電子ビーム・カラムが垂直に配置されている。他のシステムでは、電子ビーム・カラムが傾けられており、FIBが垂直に配置されているかまたはやはり傾けられている。その上に試料が装着されたステージは通常、傾けることができ、いくつかのシステムではステージを最大約60度まで傾けることができる。

【0008】

加工物上で試料がどのような向きにあるかによって、TEM試料を、「平面視(plan view)」試料または「断面視(cross-sectional view)」試料に大まかに分類することができる。試料の観察しようとする面が加工物の表面に対して平行である場合、その試料は「平面視」試料と呼ばれる。観察しようとする面が加工物表面に対して直角である場合、その試料は「断面視」試料と呼ばれる。

【0009】

図2は、通常のプロセスを使用して加工物202から部分的に抜き取られた断面視TEM試料200を示す。イオン・ビーム204が、抜き取る試料の両側面にトレンチ206および208を切り、薄い薄片(ラメラ、lamella)210を残す。薄片210は、電子ビームによって観察する主表面212を有する。次いで、加工物202をイオン・ビームに対して傾け、試料200の側辺および底辺を切断することにより、試料200を切り離す。試料200を切り離す前または切り離した後に、プローブ216が試料200の頂部に付着し、試料をTEMグリッドへ運ぶ。図2は、1つの側辺のタブ218によってつながった、ほぼ完全に切り離された試料200を示している。図2は、タブ218を切断しようとしているイオン・ビーム204を示している。

【0010】

図2に示されているように、主表面212は垂直に配置されている。通常、薄片を運んでも薄片の向きは変化せず、そのため、試料200がTEM試料ホルダまで運ばれたときも薄片の主表面は依然として垂直のままである。図3に示されているように、TEMグリッド100の平面は通常、垂直に配置され、そのため、主表面212がグリッドの平面に対して平行に延びるような形で試料200をTEMグリッドに取り付けることができ、グリッドの構造は、グリッドがTEM内に装着されたときに電子の透過を妨害しない。イオン・ビームを使用して、抜き取った試料をイオン・ビーム堆積法によりTEMグリッドに取り付けることができる。取り付けした後、イオン・ビームを使用して試料200の面を薄くすることもできる。図3は、試料ステージ304上のグリッド支持体302内のTEMグリッド100に取り付けられている試料200を示す。試料200は、イオン・ビーム204およびノズル312からの堆積前駆体ガス310を使用してグリッドに取り付けられる。図4は、イオン・ビーム204に対して試料200が実質的に直角になり、その結果、イオン・ビームによって試料200を薄くすることができるように、ステージ304を回転させ、傾けた様子を示している。

【0011】

図5は、試料の面504を観察するために平面視試料502が抜き取られている加工物500を示す。反対方向からの2回の交差イオン・ビーム切削506Aおよび506Bによって試料502の下側を切削し、次いでイオン・ビームが側面508Aおよび508B

10

20

30

40

50

を切削して、試料502を含む加工物500の一部を実質的に取り除く。試料502の頂部にプローブ510が取り付けられている。したがって、抜き取られた試料の向きは水平である。垂直に配置されたTEMグリッドに対して水平に試料が取り付けられた場合、試料はグリッドの平面に対して垂直に延び、グリッドはTEMの電子ビームを妨げることになる。水平に配置されたTEMグリッドに試料が装着された場合、観察する面504は上を向く。その場合、薄くするために、TEMグリッドを真空室から取り出し、TEMグリッドを裏返して試料502の裏側を露出させることなしに、従来のFIBシステムで平面視試料502の裏側を薄くすることは困難であろう。

【0012】

平面視TEM試料502の向きのこの問題はこれまで、平面視試料を取り付けるためにTEMグリッドを水平に配置することができ、次いで、薄くするために試料の裏側をイオン・ビームに対して垂直に提供することができるようにステージを180度裏返し、回転させることができる、「フリップ・ステージ (flip stage)」を使用することによって解決されてきた。フリップ・ステージは例えば、Asselbergs他の「Method for the manufacture and transmissive irradiation of a sample, and particle-optical system」という名称の米国特許第6,963,068号明細書に記載されており、従来のステージでは利用できない自由度を提供する。このようなフリップ・ステージは高価であり、全てのFIBシステムで使用できるわけではない。

【0013】

また、平面視試料を、外位置 (ex-situ) リフトアウト (lift out) に適したものにすることも望ましい。外位置リフトアウトは、薄い薄片をウェーハ内に残し、次いで、別のベンチトップ (bench-top) ・システム内においてガラス針などの抜き取りデバイスを使用して薄片を抜き取ることを含む。現在、完全なウェーハまたは類似の基板から外位置リフトアウト用の平面視試料を抜き取る方法はない。平面視試料の向きが、ウェーハの表面に対して実質的に水平な向きから、ウェーハの表面に対して実質的に垂直な向きに変化するように、平面視試料の向きを変化させる方法が求められている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0014】

【特許文献1】米国特許第6,963,068号明細書

【特許文献2】米国特許第5,851,413号明細書

【特許文献3】米国特許第5,435,850号明細書

【特許文献4】米国特許第7,615,745号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0015】

本発明の目的は、荷電粒子ビーム試料の向きを変える方法および装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0016】

この方法の実施形態は、試料ステージ平面を有する試料ステージ上に第1の加工物を配置するステップを含み、第1の加工物は、第1の向きを向いた薄片面を含む。試料は、第1の加工物から実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して第1の加工物からミリングされる。プローブが試料に取り付けられ、このプローブは、シャフト軸を有するシャフトを含み、シャフト軸は、試料ステージ平面に対してあるシャフト角で配向され、シャフト角は、試料ステージ平面に対して垂直ではない。シャフト軸を軸にプローブをある回転角で回転させて、薄片面が第2の向きを向くようにする。試料は、試料がそこからミリングされた加工物である第1の加工物に取り付けられ、もしくは第1の加工物上に置かれるか、または試料がそこからミリングされなかった加工物である第2の加工物に取

10

20

30

40

50

り付けられ、もしくは第2の加工物上に置かれる。試料をイオン・ビームを使用して薄くして、薄片面に沿った配向の薄片を形成する。

【0017】

装置の諸実施形態は、イオン・ビーム・カラム、試料ステージ、プローブおよびコントローラを含む。試料ステージは、試料ステージ平面を含み、少なくとも2次元空間内で移動することができ、垂直軸を軸に回転することができる。プローブは、シャフト軸を軸に回転可能である。シャフト軸は、試料ステージ平面に対してあるシャフト角で配向されている。シャフト角は、試料ステージ平面に対して垂直ではない。コントローラは、イオン・ビーム・カラム、試料ステージ、プローブに、試料ステージ上で第1の加工物を支持するステップであり、第1の加工物が薄片面を含むステップと、試料が第1の加工物から実質的に切り離されるように、イオン・ビーム・カラムからのイオン・ビームを使用して第1の加工物から試料をミリングするステップと、試料にプローブを取り付けるステップと、シャフト軸を軸にプローブをある回転角で回転させるステップと、試料を、試料がそこからミリングされた加工物である第1の加工物に取り付け、もしくは第1の加工物上に置く、または試料がそこからミリングされなかった加工物である第2の加工物に取り付け、もしくは第2の加工物上に置くステップと、試料をイオン・ビーム・カラムを使用して薄くして、薄片面に沿った配向の薄片を形成するステップとを実行させる。

10

【0018】

以上では、以下の本発明の詳細な説明をより十分に理解できるように、本発明の特徴および技術上の利点をかなり広く概説した。以下では、本発明の追加の特徴および利点を説明する。開示される着想および特定の実施形態を、本発明の同じ目的を達成するために他の構造体を変更または設計するベースとして容易に利用することができることを当業者は理解すべきである。さらに、このような等価の構造体は、添付の特許請求の範囲に記載された本発明の趣旨および範囲を逸脱しないことを当業者は理解すべきである。

20

【0019】

次に、本発明および本発明の利点のより完全な理解のため、添付図面とともに解釈される以下の説明を参照する。

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図1】試料が取り付けられた通常のTEMグリッドを示す図である。

30

【図2】加工物から抜き取られている断面TEM試料を示す図である。

【図3】図1のTEMグリッド上に装着されている図2の断面TEM試料を示す図である。

【図4】イオン・ビームを使用して試料を薄くするために傾け回転させた図3の試料およびグリッドを示す図である。

【図5】加工物から抜き取られているTEM試料を示す図である。

【図6】本発明を実施する目的に使用される典型的なデュアル・ビーム・システムを示す図である。

【図7】本発明の好ましい一実施形態のステップを示す流れ図である。

【図8】加工物803内に形成された平面視試料800を示す図である。

40

【図9】試料800に取り付けられたプローブ802を示す図である。

【図10】加工物803から取り出された、プローブ802をゼロでない回転角で回転させる前の試料800を示す図である。

【図11】加工物803から取り出し、プローブ802をゼロでない回転角で回転させた後の試料800を示す図である。

【図12】プローブ802をゼロでない回転角で回転させた後に加工物803上の取付け位置に配置された試料800を示す図である。

【図13】薄片1302を形成するために加工物803上の取付け位置においてイオン・ビーム618によって薄くされた試料800を示す画像である。

【発明を実施するための形態】

50

【0021】

本開示は、外位置リフトアウト用の平面視試料を調製する新規の方法に関する。一実施形態では、本発明が、TEMまたはSTEMで観察するための平面視試料の調製を容易にする。この方法は、フリップ・ステージを必要とすることなく、また、TEMグリッドを真空室から取り出し、TEMグリッドの向きを変化させる必要なしに試料を抜き取り、取り付け、薄くすることができるような方式で、平面視試料を抜き取り、TEMグリッド上に装着する方法を提供する。さらに、試料の向きを変えることで、試料に対する他の分析操作または処理操作を容易にすることができる。

【0022】

図6は、本発明を実施するのに適した典型的なイオン・ビーム・システムである集束イオン・ビーム(FIB)システム610を示す。FIBシステム610は、上部ネック部612を有する排気されたエンベロープを含み、上部ネック部612内には、液体金属イオン源614または他のイオン源および集束カラム616が位置する。マルチカスプ(multicusp)源、他のプラズマ源などの他のタイプのイオン源および成形ビーム・カラムなどの他の光学カラム、ならびに電子ビーム・システムおよびレーザ・システムを使用することもできる。

【0023】

液体金属イオン源614を出たイオン・ビーム618は、イオン・ビーム集束カラム616を通過し、偏向板620として概略的に示された静電偏向手段間を通り抜けて、下室626内のステージ624上に配置された例えば半導体デバイスを含む加工物622に向かって進む。半導体デバイスから試料を抜き取り、TEM試料ホルダへ移動させることができるように、ステージ624はさらに、1つまたは複数のTEM試料ホルダを支持することができる。ステージ624は、水平面(XおよびY軸)内で移動し、垂直に(Z軸)移動することができることが好ましい。ステージ624は、約60度傾斜すること、およびZ軸を軸に回転することもできる。システム・コントローラ619が、FIBシステム610のさまざまな部分の動作を制御する。従来のユーザ・インタフェース(図示せず)にコマンドを入力することにより、ユーザは、システム・コントローラ619を介して、イオン・ビーム618で所望の通りに走査するよう制御することができる。あるいは、システム・コントローラ619は、プログラムされた命令に従って、FIBシステム610を制御することができる。

【0024】

例えば、ユーザは、ポインティング・デバイスを使用して表示画面上で関心の領域の輪郭を描くことができ、次いでシステムは、後述するステップを自動的に実行して試料を抜き取ることができる。いくつかの実施形態では、FIBシステム610が、関心の領域を自動的に識別するCognex Corporation、Natick、Massachusettsから市販されているソフトウェアなどの画像認識ソフトウェアを含み、システムは、本発明に従って試料を手動でまたは自動的に抜き取ることができる。例えば、システムは、複数のデバイスを含む半導体ウェーハ上の類似した特徴部分を自動的に位置特定し、異なる(または同じ)デバイス上のそれらの特徴部分の試料を採取することができる。

【0025】

上部ネック部612を排気するためにイオン・ポンプ628が使用される。下室626は、真空コントローラ632の制御の下、ターボ分子および機械ポンピング・システム630によって排気される。この真空システムは、下室626に、約 1×10^{-7} トル(1.3×10^{-7} ミリバール)から 5×10^{-4} トル(6.7×10^{-4} ミリバール)の間の真空を提供する。エッチング支援ガス、エッチング遅延ガスまたは堆積前駆体ガスを使用する場合、室のバックグラウンド圧力は典型的には約 1×10^{-5} トル(1.3×10^{-5} ミリバール)まで上昇することがある。

【0026】

液体金属イオン源614と、約1keVから60keVのイオン・ビーム618を形成

10

20

30

40

50

しそれを試料に向かって導くイオン・ビーム集束カラム616内の適当な電極とに高電圧電源634が接続されている。パターン発生器638によって提供される所定のパターンに従って動作する偏向コントローラおよび増幅器636が偏向板620に結合されており、それによって、対応するパターンを加工物622の上面に描くようにイオン・ビーム618を手動または自動で制御することができる。いくつかのシステムでは、当技術分野ではよく知られているように、偏向板が、最後のレンズの前に配置される。イオン・ビーム集束カラム616内のビーム・ブランキング (blanking) 電極 (図示せず) は、ブランキング・コントローラ (図示せず) がブランキング電極にブランキング電圧を印加したときに、イオン・ビーム618を、ターゲット622ではなくブランキング絞り (図示せず) に衝突させる。

10

【0027】

液体金属イオン源614は、典型的には、ガリウムの金属イオン・ビームを提供する。イオン・ミリング、強化されたエッチング、材料堆積によって加工物622を改変するため、または加工物622を画像化するために、このイオン源を典型的には、加工物622の位置における幅が1/10マイクロメートル未満のビームに集束させることができる。2次イオンまたは2次電子の放出を検出する目的に使用されるエバーハート・ソーンリー (Everhart Thornley) 検出器、マルチチャンネル・プレートなどの荷電粒子検出器640がビデオ回路642に接続されており、ビデオ回路642は、ビデオ・モニタ644に駆動信号を供給し、コントローラ619から偏向信号を受け取る。

20

【0028】

下室626内における荷電粒子検出器640の位置は実施形態によって変更することができる。例えば、荷電粒子検出器640はイオン・ビームと同軸とすることができ、イオン・ビームが通り抜けることを可能にする穴を含むことができる。他の実施形態では、最終レンズを通過させ、次いで集めるために軸から逸らした2次粒子を集めることができる。任意選択で、FIBシステム610は、走査電子顕微鏡 (SEM) 641およびその電源および制御装置645を備える。

【0029】

ガス蒸気を導入し加工物622に向かって導くためにガス送達システム646が下室626内へ延びている。本発明の譲受人に譲渡された Casella 他 の「Gas Delivery Systems for Particle Beam Processing」という名称の米国特許第5,851,413号明細書は適当なガス送達システム646を記載している。別のガス送達システムが、やはり本発明の譲受人に譲渡された Rasmussen の「Gas Injection System」という名称の米国特許第5,435,850号明細書に記載されている。例えば、エッチングを強化するためにヨウ素を送達することができ、または金属を堆積させるために金属有機化合物を送達することができる。

30

【0030】

本発明の譲受人である FEI Company、Hillsboro、Oregon の Easy Lift (商標) Nano Manipulator System、Omni probe, Inc.、Dallas、Texas、の Auto Probe 200 (商標)、Kleindiek Nanotechnik、Reutlingen、Germany の Model MM3A などのマイクロマニピュレータ (micromanipulator) 647は、真空室内の物体を正確に移動させることができる。真空室内に配置された部分649のX、Y、Zおよび制御を提供するため、マイクロマニピュレータ647は、真空室の外側に配置された精密電動機648を備えることができる。小さな物体を操作するため、マイクロマニピュレータ647に別のエンド・エフェクタを取り付けることができる。後述した実施形態では、このエンド・エフェクタが細いプローブ650である。この細いプローブ650を、システム・コントローラ619に電氣的に接続して、試料とプローブの間の引力を制御するための電荷をプローブ650に供給することができる。

40

50

【 0 0 3 1 】

X Yステージ624上に加熱または冷却されることもある加工物622を挿入するため、および内部ガス供給リザーバが使用される場合には内部ガス供給リザーバの整備作業のために、扉660が開かれる。システムが真空状態にある場合に開かないように、この扉はインタロックされる。イオン・ビーム618にエネルギーを与え集束させるため、高電圧電源は、イオン・ビーム集束カラム616内の電極に適当な加速電圧を印加する。イオン・ビーム618が加工物622に当たると、材料がスパッタリングされる。すなわち試料から材料が物理的に追い出される。あるいは、イオン・ビーム618が前駆体ガスを分解して、材料を堆積させることもできる。集束イオン・ビーム・システムは例えば、本出願の譲受人であるF E I Company、Hillsboro、Oregonから市販されている。適当なハードウェアの一例を以上に示したが、本発明は、特定のタイプのハードウェアで実現することに限定されない。

10

【 0 0 3 2 】

図7は、平面視TEM試料を調製する好ましい方法のステップを示す。この方法は開始ブロック702から始まる。ステップ704で、イオン・ビーム、好ましくは集束イオン・ビームが加工物における平面視試料をミリングして、試料を加工物から実質的にまたは完全に切り離す。図8は、加工物803中に形成された平面視試料800を示す。平面視試料800は、試料ステージ801の平面および/または加工物803の上面に対して実質的に平行な薄片面814を含む。この方法に従って形成された薄片は薄片面814に沿って配向される。本発明の好ましい一実施形態では、ミリングした試料の少なくとも1つの面816が薄片面814に対して実質的に直角になるように、試料800はミリングされる。

20

【 0 0 3 3 】

ステップ706で、シャフト軸804を有するプローブ802を試料800に取り付ける。プローブ802は、イオン・ビーム堆積法によって試料800に取り付けることができる。あるいは、接着剤または当業者に知られている他の手段によってプローブ802を試料800に取り付けることもできる。プローブ・シャフト802はマイクロマニピュレータ810に取り付けられており、マイクロマニピュレータ810は、プローブ802を3次元空間内で移動させることができ、シャフト軸804を軸に回転させることができる。プローブ802は、傾けられていない向きに試料ステージがあるときの試料ステージの平面に対して固定された角度812を維持することが好ましい。角度812は、試料ステージ平面801（または加工物803の上面）に対して垂直ではない。角度812は、試料ステージ平面（または加工物803の上面）に対して45度であることが好ましい。プローブ先端の平らなエリアが、傾けられていない向きにある試料ステージの平面に対して平行になるように、プローブ802の先端は、角度812と同じ角度に切られていることが好ましい。プローブは、図9に示されているように試料800に取り付ける。プローブ800は例えば、試料およびプローブに対して、タングステンなどの金属の焦束イオン・ビーム堆積法を使用して取り付けることができる。プローブ802を試料800に取り付けるためには、例えばその全体が参照によって本明細書に組み込まれるSchampers他の米国特許第7,615,745号明細書に記載されているようにして、試料800の上面にプローブ先端を近づけ、イオン・ビーム堆積法によってプローブ先端を試料800に取り付けることが好ましい。イオン・ビームを導いて接触点の周辺エリアを走査しているときに、プローブ802の先端と試料800の間隙間に向かって、タングステンヘキサカルボニル(W(CO)₆)などの前駆体ガスを導く。このイオン・ビームは、前駆体ガスの分解を誘起して材料を堆積させるために使用され、この材料は、プローブの先端と試料の間隙間を埋め、プローブ802の先端を試料800を接続する。代替実施形態では、試料800の上面にプローブ800を接触させ、イオン・ビーム堆積法、接着剤の使用、試料800とプローブ802の間隙間（例えば静電力、ファンデルワールス力など）または当技術分野で知られている他の適当な手段によってプローブ802を試料800に取り付ける。

30

40

50

【 0 0 3 4 】

ステップ708で、シャフト軸804を軸にプローブ802をゼロでないある回転角で回転させる。プローブ802を回転させたときに試料800が回転するだけの空間ができるように、試料800を加工物803からある距離だけ持ち上げる必要があることがある。図10は、加工物803から取り出された、プローブ802を回転させる前の試料800を示す。図11は、加工物803から取り出し、プローブ802をゼロでない回転角で回転させた後の試料800を示す。プローブ802のこの回転によって、試料800の向きを、加工物803の上面および試料ステージ平面801に対して薄片面814が実質的に直角になるような向きに変える。加工物803の上面および試料ステージ平面801に対して薄片面814が実質的に直角になるように試料800の向きを変えると、断面視試料と同じように試料800を処理することができる。好ましい一実施形態では、プローブと試料ステージ平面の間の角度812が45度、回転角が180度である。すなわち、シャフト軸812を軸にプローブを180度回転させることによって、薄片面814の向きが、試料ステージ平面に対して実質的に平行な向きから、試料ステージ平面に対して実質的に直角な向きに変化する。

10

【 0 0 3 5 】

ステップ710で、図12に示されているように、好ましくは同じ加工物表面の取付け位置に試料800を移動させる。代替実施形態では、別の加工物上の取付け位置に試料800を移動させる。加工物表面803の取付け位置と言うときには、それが、同じ加工物上の取付け位置または別の加工物上の取付け位置を指していることを理解すべきである。試料800を取付け位置へ移すには、プローブ802を移動させるかまたは試料ステージを移動させることができる。取付け位置は、後続の処理のために試料800の面816を加工物表面803のすぐ近くに近づけるかまたは加工物表面803に直接に接触させ、取り付ける加工物表面803の位置である。次いで、ステップ712で、加工物表面803に試料800を、好ましくはイオン・ビーム堆積法を使用して取り付ける。前駆体ガスの中を通してイオン・ビームを導いて、1つまたは複数の堆積物902～904を形成する。堆積物902～904は試料800と加工物表面803の両方に付着し、それによって試料800を加工物表面803に固定する。代替実施形態では、加工物表面803に試料800を置き、接着剤の使用、試料800と加工物表面803の間の引力（例えば静電力、ファンデルワールス力など）または当技術分野で知られている他の適当な手段によって試料800をその場に保持する。いくつかの実施形態では、試料800の降着をより確実にするために、試料800に実質的に合致する凹んだエリアが、加工物表面803の取付け位置にミリングされる。加工物表面803の取付け位置に試料800を取り付けた後、好ましくはFIBを使用して接続を断ち切ることによって、プローブ802を試料800から分離することができる。

20

30

【 0 0 3 6 】

ステップ714で、加工物803の表面の取付け位置において、試料800をイオン・ビーム618によって薄くして、図13に示されているような薄片1302を形成する。薄片面814の位置を迅速に検出するため、および薄片1302を形成するために実行するイオン・ビーム・ミリングの量を適切に決定するために、基準マーク1304を使用することができる。薄片1302の向きは、加工物803の上面および試料ステージ平面801に対して実質的に直角である。したがって、薄片1302の向きは、断面試料から形成された薄片の向きと同じである。十分に薄くし処理した後、薄片1302を試料800から切り離し、S/TEM機器で観察するためにTEMグリッド上に置くことができる。

40

【 0 0 3 7 】

本発明のいくつかの実施形態によれば、平面視TEM試料を形成する方法は、試料ステージ平面を有する試料ステージ上に第1の加工物を配置するステップであり、第1の加工物が、第1の向きに配向された薄片面を含むステップと、第1の加工物から試料が実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して第1の加工物から試料をミリングするステップと、試料にプローブを取り付けるステップであり、プローブが、シャフト軸を有

50

するシャフトを含み、シャフト軸が、試料ステージ平面に対してあるシャフト角で配向され、シャフト角が、試料ステージ平面に対して垂直ではないステップと、シャフト軸を軸にプローブをある回転角で回転させるステップであり、この回転によって試料が、薄片面が第2の向きに配向するように回転するステップと、試料を、試料がそこからミリングされた加工物である第1の加工物に取り付け、もしくは第1の加工物上に置く、または試料がそこからミリングされなかった加工物である第2の加工物に取り付け、もしくは第2の加工物上に置くステップと、試料をイオン・ビームを使用して薄くして、薄片面に沿った配向の薄片を形成するステップとを含む。

【0038】

いくつかの実施形態では、シャフト角が45度、回転角が180度である。いくつかの実施形態では、試料にプローブを取り付けるステップが、イオン・ビーム堆積法によって試料にプローブを取り付けるステップを含む。いくつかの実施形態では、試料にプローブを取り付けるステップが、接着剤によって試料にプローブを取り付けるステップを含む。いくつかの実施形態では、イオン・ビームを使用して第1の加工物から試料をミリングするステップが、集束イオン・ビームを使用して第1の加工物から試料をミリングするステップを含む。

10

【0039】

いくつかの実施形態では、試料をミリングするステップが、ミリングした試料の1つの面が薄片面に対して実質的に直角になるように、試料をミリングするステップをさらに含む。いくつかの実施形態では、試料を、第1の加工物または第2の加工物に取り付けるステップが、加工物上および試料上に少なくとも1つの堆積物を形成するステップをさらに含む、この堆積物が、試料を、第1の加工物または第2の加工物に取り付ける。いくつかの実施形態では、この方法が、イオン・ビームを使用したイオン・ビーム堆積法によって少なくとも1つの堆積物を形成するステップをさらに含む。

20

【0040】

いくつかの実施形態では、試料を、第1の加工物もしくは第2の加工物に取り付け、または第1の加工物もしくは第2の加工物上に置くステップが、第1の加工物もしくは第2の加工物の表面に凹んだエリアをミリングするステップであり、この凹んだエリアが、試料の少なくとも一部分を受け取るのに適したサイズを有する、ステップと、凹んだエリアの内部に試料の少なくとも一部分が配置されるように試料を置くステップとをさらに含む。いくつかの実施形態では、シャフト軸を軸にプローブをある回転角で回転させるステップによって、試料ステージ平面と薄片面とが実質的に直角になるように試料が回転する。いくつかの実施形態では、ミリングするステップの前は、薄片面が試料ステージ平面に対して実質的に平行である。

30

【0041】

いくつかの実施形態では、この方法が、試料から薄片が実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して試料から薄片をミリングするステップと、薄片を透過型電子顕微鏡(TEM)グリッドに取り付けるステップと、透過型電子顕微鏡(TEM)グリッドに取り付けられている間に薄片を観察するステップとをさらに含む。いくつかの実施形態では、この方法が、試料から薄片をミリングするステップの前に、試料がその上に取り付けられたまたは試料がその上に置かれた加工物を第2のデバイスへ移すステップをさらに含む、第2のデバイスは、加工物から試料をミリングするのに使用されなかったデバイスである。

40

【0042】

本発明のいくつかの実施形態によれば、試料を処理する装置は、イオン・ビーム・コラムと、試料ステージ平面を有する試料ステージであり、少なくとも2次元空間内で移動することができ、垂直軸を軸に回転することができる試料ステージと、シャフト軸を軸に回転可能なプローブであり、シャフト軸が、試料ステージ平面に対してあるシャフト角で配向されており、シャフト角が、試料ステージ平面に対して垂直ではないプローブと、コントローラとを備え、このコントローラは、イオン・ビーム・コラム、試料ステージ、プロ

50

ープに、試料ステージ上で第1の加工物を支持するステップであり、第1の加工物から試料が実質的に切り離されるように、第1の加工物が薄片面を含むステップ、イオン・ビーム・カラムからのイオン・ビームを使用して第1の加工物から試料をミリングするステップ、試料にプローブを取り付けるステップ、シャフト軸を軸にプローブをある回転角で回転させるステップ、試料を、試料がそこからミリングされた加工物である第1の加工物に取り付け、もしくは第1の加工物上に置く、または試料がそこからミリングされなかった加工物である第2の加工物に取り付け、もしくは第2の加工物上に置くステップ、および試料をイオン・ビーム・カラムを使用して薄くして、薄片面に沿った配向の薄片を形成するステップを実行させる。

【0043】

いくつかの実施形態では、イオン・ビーム・カラムが集束イオン・ビーム・カラムである。いくつかの実施形態では、プローブの向きが試料ステージに対して45度である。いくつかの実施形態では、回転角が180度である。いくつかの実施形態では、プローブが、イオン・ビーム・カラムによって形成された堆積物によって試料に取り付けられる。いくつかの実施形態では、プローブが、接着剤によって試料に取り付けられる。

【0044】

いくつかの実施形態では、コントローラによって、ミリングした試料の1つの面が薄片面に対して実質的に直角になるように、イオン・ビームが試料をミリングする。いくつかの実施形態では、加工物上および試料上に形成された少なくとも1つの堆積物によって、試料は、第1の加工物または第2の加工物に取り付けられる。いくつかの実施形態では、この装置は、イオン・ビームを使用したイオン・ビーム堆積法によって少なくとも1つの堆積物を形成することをさらに含む。

【0045】

いくつかの実施形態では、試料は、第1の加工物もしくは第2の加工物の表面におけるイオン・ビームによってミリングされた凹んだエリア内に取り付けられまたは置かれる。いくつかの実施形態では、プローブが、シャフト軸を軸に、試料ステージ平面と薄片面とが実質的に直角になるように回転する。いくつかの実施形態では、ミリング前は、薄片面が試料ステージ平面に対して実質的に平行である。

【0046】

いくつかの実施形態では、この装置は、コントローラをさらに備え、このコントローラは、試料から薄片が実質的に切り離されるように、イオン・ビームを使用して試料から薄片をミリングする追加のステップと、薄片を透過型電子顕微鏡(TEM)グリッドに取り付ける追加のステップと、透過型電子顕微鏡(TEM)グリッドに取り付けられている間に薄片を観察する追加のステップとをイオン・ビーム・カラム、試料ステージ、プローブに実行させる。

【0047】

プローブの底面は平らであることが好ましいが、いくつかの実施形態ではこの平らな表面を省くことができることも当業者は理解するであろう。プローブに対して試料が固定されている限り、プローブを回転させると試料の向きが変わり、この向きが変わる角度は、回転の程度およびプローブ軸とステージ平面の間の角度によって決まる。したがって、丸いプローブ先端、ステージ平面に対してプローブ先端が平行でないプローブ先端角度または任意の他のプローブ先端形状が本発明の範囲に含まれる。

【0048】

本発明および本発明の利点を詳細に説明したが、添付の特許請求の範囲によって定義された本発明の趣旨および範囲から逸脱することなく、本明細書に、さまざまな変更、置換および改変を加えることができることを理解すべきである。例えば、記載した角度および配向は、垂直線に対してある角度に配向するイオン・ビームを使用するシステムに対して有効である。垂直に配向されたイオン・ビーム・カラムまたは他の角度に配置されたイオン・ビーム・カラムに対しては、当業者であれば、上で説明した例を容易に変更して、本発明の適当な実施形態を提供することができる。本発明は、TEM試料の調製に対して有

10

20

30

40

50

用であるだけでなく、SEM観察もしくは光学顕微鏡観察、または微小な試験体に対する任意の荷電粒子ビーム操作、レーザ操作もしくは他の操作に対しても使用することができる。

【0049】

さらに、本出願の範囲が、本明細書に記載されたプロセス、機械、製造、組成物、手段、方法およびステップの特定の実施形態に限定されることは意図されていない。当業者なら本発明の開示から容易に理解するように、本明細書に記載された対応する実施形態と実質的に同じ機能を実行し、または実質的に同じ結果を達成する既存のまたは今後開発されるプロセス、機械、製造、組成物、手段、方法またはステップを、本発明に従って利用することができる。したがって、添付の特許請求の範囲は、その範囲内に、このようなプロセス、機械、製造、組成物、手段、方法またはステップを含むことが意図されている。

10

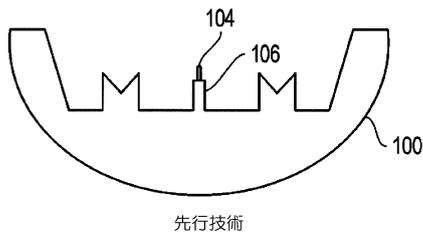
【符号の説明】

【0050】

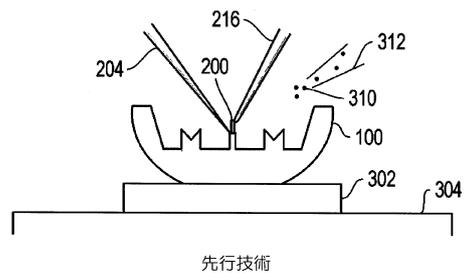
- 610 集束イオン・ビーム(FIB)システム
- 614 液体金属イオン源
- 616 集束カラム
- 618 イオン・ビーム
- 619 システム・コントローラ
- 622 加工物
- 624 ステージ
- 640 荷電粒子検出器
- 641 走査電子顕微鏡(SEM)

20

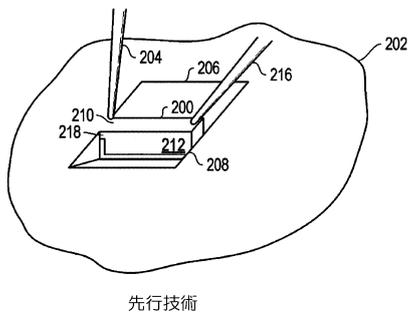
【図1】



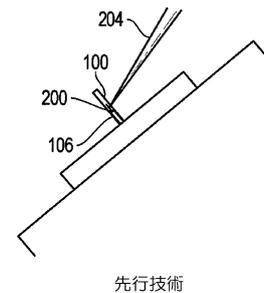
【図3】



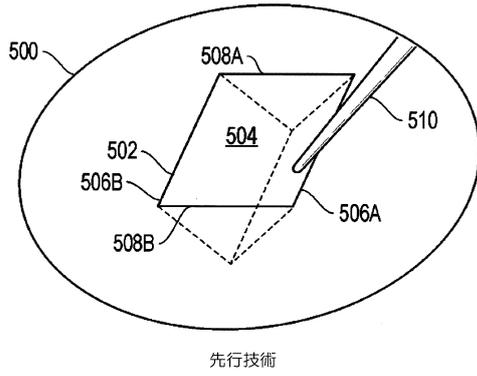
【図2】



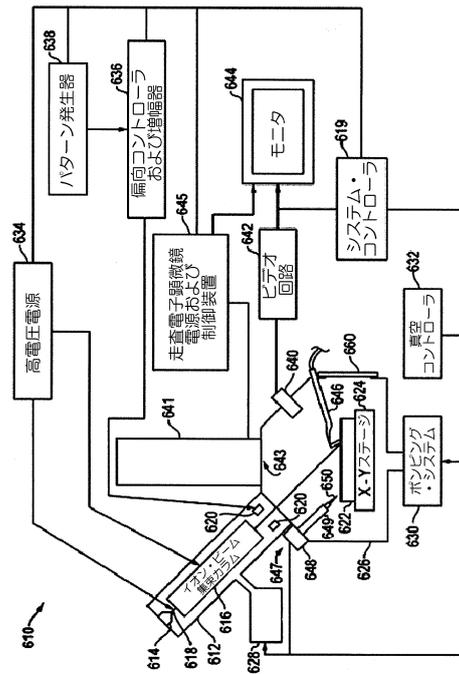
【図4】



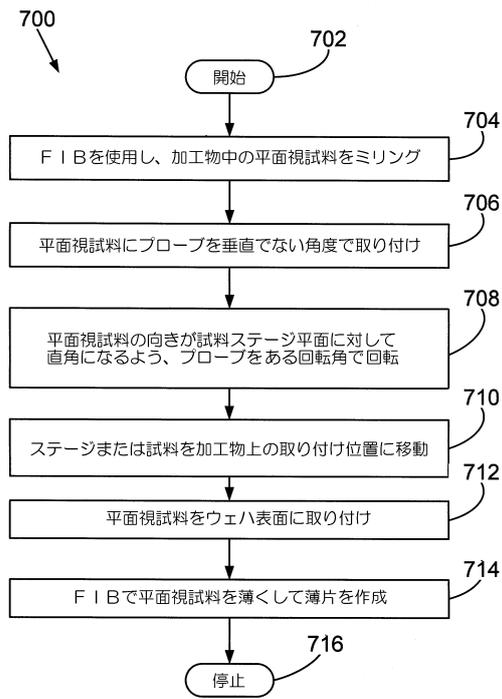
【 図 5 】



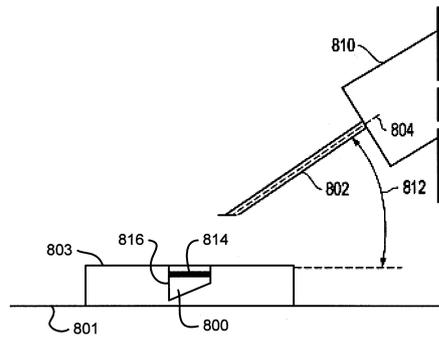
【 図 6 】



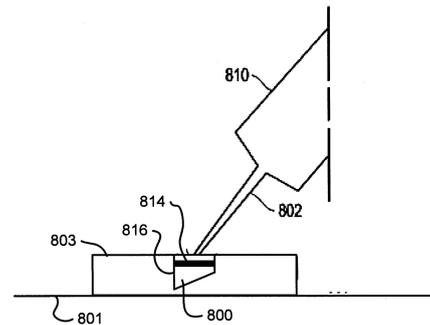
【 図 7 】



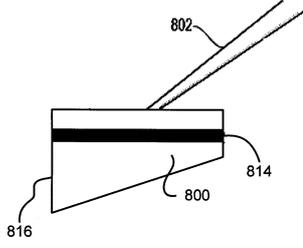
【 図 8 】



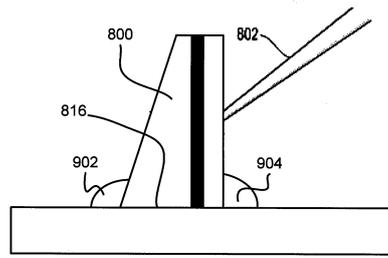
【 図 9 】



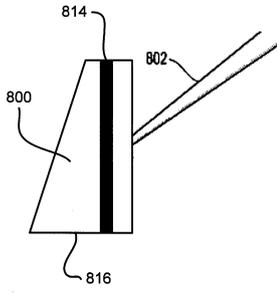
【図 10】



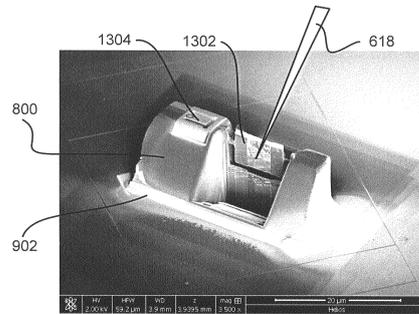
【図 12】



【図 11】



【図 13】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2008-026312(JP,A)
特表2010-507783(JP,A)
特開2009-216534(JP,A)
国際公開第2007/082380(WO,A1)
実開昭52-074193(JP,U)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 1/28
H01J 37/317