

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5270558号
(P5270558)

(45) 発行日 平成25年8月21日 (2013. 8. 21)

(24) 登録日 平成25年5月17日 (2013. 5. 17)

(51) Int. Cl.

F I

GO 1 N 1/28 (2006. 01)

GO 1 N 1/28 F

GO 1 N 1/32 (2006. 01)

GO 1 N 1/28 G

HO 1 J 37/317 (2006. 01)

GO 1 N 1/32 B

HO 1 J 37/305 (2006. 01)

HO 1 J 37/317 D

HO 1 J 37/305 A

請求項の数 25 (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願2009-533597 (P2009-533597)
 (86) (22) 出願日 平成19年10月22日 (2007. 10. 22)
 (65) 公表番号 特表2010-507782 (P2010-507782A)
 (43) 公表日 平成22年3月11日 (2010. 3. 11)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2007/082163
 (87) 国際公開番号 W02008/049133
 (87) 国際公開日 平成20年4月24日 (2008. 4. 24)
 審査請求日 平成22年8月19日 (2010. 8. 19)
 (31) 優先権主張番号 60/853, 183
 (32) 優先日 平成18年10月20日 (2006. 10. 20)
 (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 9 7 1 2 4, ヒ
 ルズバラ, ノースイースト・ドーソンクリ
 ーク・ドライブ 5 3 5 0
 (74) 代理人 100103171
 弁理士 雨貝 正彦
 (72) 発明者 ジェフ・ブラックウッド
 アメリカ合衆国 オレゴン州 9 7 2 0 6
 - 1 8 2 3 ポートランド エスイー 7
 5番アベニュー 3 2 0 3
 (72) 発明者 スターシー・ストーン
 アメリカ合衆国 オレゴン州 9 7 0 0 6
 ビーバートン ソーサ・プレイス 7 9
 5

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 S / T E M のサンプルを作成する方法およびサンプル構造

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

薄化されるサンプルをイオン・ビーム・システムに搭載する工程と、

ほぼ直角のイオン・ビームをラスタ・パターンでサンプル・セクションの外側から内側に向かって所望のサンプル面まで走査し、次いで前記サンプル・セクションの外側まで戻す工程を含んでおり、前記サンプル・セクションの第 1 の側面が所望の深さまで薄くなるまで続く一連の走査によってサンプル・セクションを薄化するミリング・パターンで、前記イオン・ビームを前記サンプル・セクションの前記第 1 の側面に向けることによって前記サンプル・セクションを薄化する工程と、

ほぼ直角のイオン・ビームをラスタ・パターンでサンプル・セクションの外側から内側に向かって所望のサンプル面まで走査し、次いで前記サンプル・セクションの外側まで戻す工程を含んでおり、前記サンプル・セクションの第 2 の側面が所望の深さまで薄くなるまで続く一連の走査によってサンプル・セクションを薄化するミリング・パターンで前記イオン・ビームを前記サンプル・セクションの反対側の前記第 2 の側面に向けることによって前記サンプル・セクションを薄化する工程と、

を含む T E M 分析用にサンプル・セクションを薄化する方法。

【請求項 2】

前記ビームをラスタ・パターンで前記サンプル・セクションの外側から内側に向かって前記所望のサンプル面まで走査し、次いで前記サンプル・セクションの外側まで戻す工程が、前記所望のサンプル面と平行な x 方向および前記所望のサンプル面に垂直な y 方向を

10

20

有するラスト・パターンで前記ビームを走査する工程を含み、前記ラスト・パターンが、前記ビームを前記 x 方向に前後に走査し、次いで前記所望のサンプル面に向かって前方に前記ビームを進ませ、前記 y 方向において前記サンプルにより近づくにつれて、走査速度を減少させる工程を含み、このビームを進ませる工程が、前記所望のサンプル面に達するまで続く、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前方への走査の時間が、前記ビームが前記所望のサンプル面に近づくにつれてより長くなる、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

ビーム滞留時間が、前記ビームが前記所望のサンプル面に近づくにつれて増大する、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。

10

【請求項 5】

前記ミリング・パターンでの各走査の終りに前記イオン・ビームを前記サンプル面から離れるように走査する工程、および新しい走査を始める工程をさらに含む、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記ビームの複数回の走査を用いて前記サンプル面の前記所望のミリング深さに達する、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

熱または帯電の蓄積が、イオン・ビームの走査の間に消散できる、請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の方法。

20

【請求項 8】

前記複数回のビームの走査が、ビーム角度、エネルギー、電流、電流密度、または直径を変化させることなくなされる、請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

前記サンプル・セクションを薄化する工程が、薄化された部分の底部および側面でより厚い材料を残したまま、前記サンプルの中央部を薄化する工程を含む、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

前記薄化された中央部が、幅約 3 μm 、深さ約 4 μm 、および厚さ約 70 nm 未満である、請求項 9 に記載の方法。

30

【請求項 11】

前記薄化する工程中に前記サンプル・セクションを撮像する工程と、所望のサンプルの厚さに達したか判定するために自動計測ソフトウェアを使用する工程とをさらに含む、請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

基板から微小なサンプルを抽出する方法において、

基板上で抽出されるサンプル・セクションを定める工程と、

ほぼ直角のイオン・ビームを基板表面に向ける工程であって、ビームを矩形の領域内で走査して、抽出される前記サンプル・セクションに隣接する予め定められた深さを有する第 1 の矩形の穴を形成する、ほぼ直角のイオン・ビームを基板表面に向ける工程と、

40

前記ビームを前記基板表面に向ける工程であって、前記ビームを矩形の領域内で走査して、抽出される前記サンプル・セクションに隣接するが、前記第 1 の矩形の穴からは前記サンプル・セクションの反対側にある予め定められた深さを有する第 2 の矩形の穴を形成し、それにより前記 2 つの矩形部の間の残りの材料が、抽出される前記サンプル・セクションを含む薄い垂直なウェハを形成するようにする、前記ビームを前記基板表面に向ける工程と、

前記残りの材料の下部を切断するために、前記イオン・ビームを前記残りの材料に直角でない角度で向ける工程と、

前記サンプルを 180 度だけ回転する工程と、

50

前記基板から前記サンプル・セクションの底部を取り除くために、前記サンプル・セクションの反対側から前記イオン・ビームを前記残りの材料に直角でない角度で向ける工程と、

前記サンプル・セクションの両側に前記サンプル・セクションを基板に接続する材料のタブを残して、前記サンプル・セクションの側部を取り除くためにイオン・ビームを残りの材料に直角でない角度で向ける工程と、

一連の走査で前記サンプル・セクションを薄化するミリング・パターンでほぼ直角のイオン・ビームを前記サンプル・セクションの第1の側面に向けることによって前記サンプル・セクションを薄くする工程であって、それぞれの走査が、前記ビームをラスタ・パターンで前記サンプル・セクションの外側から内側に向かって所望のサンプル面まで走査する工程、および次いで前記サンプル・セクションの前記外側まで戻す工程を含み、前記一連の走査が、前記サンプル・セクションの前記第1の側面の所望の深さまで薄くなるまで続く前記サンプル・セクションを薄化する工程と、

10

一連の走査で前記サンプル・セクションを薄化するミリング・パターンでほぼ直角のイオン・ビームを前記サンプル・セクションの反対側の第2の側面に向けることによって前記サンプル・セクションを薄化する工程であって、それぞれの走査が、前記ビームをラスタ・パターンで前記サンプル・セクションの外側から内側に向かって所望のサンプル面まで走査する工程、および次いで前記サンプル・セクションの前記外側まで戻す工程を含み、前記一連の走査が、前記サンプル・セクションの前記第2の側面が、所望の深さまで薄くなるまで続く前記サンプル・セクションを薄化する工程と、

20

前記サンプルを切り離すために、前記サンプル・セクションを前記基板に接続する前記サンプル・セクションの両側の材料の前記タブを切り離す工程と、

前記基板から前記サンプルを除去する工程と

を含む方法。

【請求項13】

前記ビームをラスタ・パターンで前記サンプル・セクションの前記外側から内側に向かって前記所望のサンプル面まで走査し、前記サンプル・セクションの前記外側まで戻す工程とが、前記所望のサンプル面と平行なx方向および前記所望のサンプル面に垂直なy方向を有するラスタ・パターンで前記ビームを走査する工程を含み、前記ラスタ・パターンが、前記ビームを前記x方向に前後に走査し、前記所望のサンプル面に向かって前方に前記ビームを進ませ、前記y方向において前記サンプルにより近づくにつれて、走査速度を減少させる工程とを含み、このビームを進ませる工程が、前記所望のサンプル面に達するまで続く、請求項12に記載の方法。

30

【請求項14】

前方への走査の時間が、前記ビームが前記所望のサンプル面に近づくにつれてより長くなる、請求項13に記載の方法。

【請求項15】

ビーム滞留時間が、前記ビームが前記所望のサンプル面に近づくにつれて増大する、請求項13または14に記載の方法。

【請求項16】

40

前記ミリング・パターンでの各走査の終りに前記イオン・ビームを前記サンプル面から離れるように走査する工程、および新しい走査を始める工程をさらに含む、請求項13～15のいずれかに記載の方法。

【請求項17】

前記ビームの複数回の走査を用いて前記サンプル面の前記所望のミリング深さに達する、請求項16に記載の方法。

【請求項18】

熱または帯電の蓄積が、イオン・ビームの走査の間に消散できる、請求項12～17のいずれかに記載の方法。

【請求項19】

50

前記複数回のビームの走査が、ビーム角度、エネルギー、電流、電流密度、または直径を変化させることなくなされる、請求項 1 2 ~ 1 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 2 0】

前記サンプル・セクションを薄化する工程が、薄化された部分の底部および側面により厚い材料を残したまま、前記サンプルの中央部を薄化する工程を含む、請求項 1 2 ~ 1 9 のいずれかに記載の方法。

【請求項 2 1】

前記薄化された中央部が、幅約 3 μm 、深さ約 4 μm 、および厚さ約 7 0 nm 未満である、請求項 2 0 に記載の方法。

【請求項 2 2】

前記薄化する工程中に前記サンプル・セクションを撮像する工程と、所望のサンプルの厚さに達したか判定するために自動計測ソフトウェアを使用する工程とをさらに含む、請求項 1 2 ~ 2 1 のいずれかに記載の方法。

【請求項 2 3】

前記サンプル・セクションの前記第 1 の側面および前記第 2 の側面を薄化する工程後に、サンプル部位を撮像する工程と、

前記薄化されたサンプル・セクションの厚さを決定するために、画像を処理するために自動化した計測ソフトウェアを使用する工程と、

前記画像の分析が、前記サンプル・セクションが所望の厚さより厚いと判定した場合には、前記サンプル・セクションを薄化するために、前記イオン・ビームを前記第 1 の側面および第 2 の側面に再び向ける工程と

これら工程を前記所望の厚さに達するまで繰り返す工程と

をさらに含む、請求項 1 ~ 2 2 のいずれかに記載の方法。

【請求項 2 4】

すべての工程が、人間の介入なしで自動的に行われる、請求項 1 ~ 2 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 2 5】

T E M 分析用にサンプル・セクションを薄くするシステムであって、

前記サンプル・セクションを支持するサンプルステージと、

前記サンプル・セクションをミリングするために、イオン・ビームを生成するイオン・ビーム源と、

請求項 1 ~ 2 4 のいずれかに記載の方法を実施するために、前記イオン・ビーム源および前記ステージを制御するようにプログラムされる制御部と

を備えるシステム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本出願は、2 0 0 6 年 1 0 月 2 0 日出願の米国特許仮出願第 6 0 / 8 5 3 , 1 8 3 号に基づく優先権を主張するものである。

【0 0 0 2】

本発明は、透過型電子顕微鏡および走査型透過電子顕微鏡用のサンプル調製および分析方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 3】

集積回路の作製などの半導体製造は、一般にフォトリソグラフィの使用を伴う。回路形成中の半導体基板、通常シリコン・ウェハは、放射で露光されると溶解度を変化させるフォトレジストなどの材料でコーティングされる。放射源と半導体基板の間に配置されるマスクまたはレチクルなどのリソグラフィ・ツールは、影を落とし、基板のどの領域が放射で露光されるか制御する。露光後、フォトレジストは露光された領域または露光されていない領域から除去され、その後のエッチングまたは拡散プロセス中にウェハの各部を保護

10

20

30

40

50

するフォトリソグリのパターン層をウェハ上に残す。

【0004】

フォトリソグラフィ・プロセスは、しばしば「チップ」と称される複数の集積回路デバイスまたは電気機械デバイスをウェハそれぞれの上に形成することを可能にする。次いでウェハは、単一の集積回路デバイスまたは電気機械デバイスをそれぞれ含む個々のダイに分割される。最終的に、これらダイは、さらなる工程にかけられ、個々の集積回路チップまたは電気機械デバイスにパッケージ化される。

【0005】

製造プロセス中には、露出および焦点が変動するので、リソグラフィ・プロセスによって現像されるパターンを継続的に監視または測定し、パターンの寸法が許容範囲内であるかどうか判定することが必要になる。しばしばプロセス制御と称されるそうした監視の重要性は、パターンの大きさが小さくなるにつれて、特に最小特徴部分・サイズがリソグラフィ・プロセスによって利用可能な解像度の限界に近づくにつれて、かなり増している。かつてなく高いデバイス密度を達成するために、ますます小さい特徴部分・サイズが要求されている。これには、相互接続ラインの幅および間隔、コンタクト・ホールの間隔および直径、ならびに様々な特徴部分の角およびエッジなどの表面形状が含まれる。ウェハの特徴部分は、3次元構造であり、完全な特徴付けでは、ラインまたはトレンチの上部幅など、表面の寸法だけでなく、特徴部分の全面的な3次元の外形 (profile) を描写しなければならない。プロセス・エンジニアは、製造プロセスを微調整するためにそのような表面特徴部分の限界寸法 (CD: critical dimensions) を正確に測定し、所望のデバイスの形状が得られることを確実にしなければならない。

【0006】

典型的には、CD測定は、走査型電子顕微鏡 (SEM) などの機器を用いて行われる。走査型電子顕微鏡 (SEM) では、1次電子ビームが、観察される表面を走査する微細スポットに集束される。2次電子は、1次ビームが表面に当たると表面から放出される。この2次電子が検出され、画像が形成され、この画像の各点の輝度は、ビームが、表面上の対応するスポットに当たる際に検出される2次電子の個数によって決定される。しかし、特徴部分がますます小さくなり続けると、測定される特徴部分が、通常のSEMによってもたらされる解像度に対して小さくなりすぎる時点が訪れる。

【0007】

透過型電子顕微鏡 (TEM) により、観察者は、ナノメートル程度で極めて小さい特徴部分を見ることが可能になる。材料の表面を撮像するだけのSEMと対照的に、TEMは、サンプルの内部構造の分析も可能にする。TEMでは、幅広のビームがサンプルに当たり、サンプルを通して透過される電子は、サンプルの画像を形成するように集束される。サンプルは、1次ビーム中の多くの電子がサンプルを通して移動し反対側の部位に抜け出ることを可能にするために、十分に薄くななければならない。サンプルは、薄片とも称され、典型的には厚さ100nm未満である。

【0008】

走査型透過電子顕微鏡 (STEM) では、1次電子ビームは微細スポットに集束され、このスポットはサンプル表面にわたって走査される。ワーク・ピース (work piece) を通って透過される電子は、サンプルの向こう側で電子検出器によって収集され、画像上の各点の強度は、1次ビームが、対応する表面上の点に当たる際に収集される電子の個数に対応する。

【0009】

サンプルは、(TEMとSTEMのいずれにしても) 透過型電子顕微鏡法を用いて観測するため、薄くしなければならないので、サンプルの調製は、繊細な手間のかかる作業であり得る。「TEM」という用語は、本明細書では、TEMまたはSTEMを指し、TEM用のサンプルを調製することに言及することは、STEM上で観測するためにサンプルを調製することも含むと理解されたい。本明細書で使用される「S/TEM」という用語も、TEMおよびSTEMの両方を指す。

【 0 0 1 0 】

T E Mの試験片を調製することについては、いくつかの技法が知られている。これら技法は、劈開、化学研磨、機械研磨、または幅広のビームの低エネルギー・イオン・ミリング、あるいは上記の1つまたは複数の組み合わせを含んでよい。これら技法の欠点は、これら技法が特定部位に特化したもの (s i t e - s p e c i f i c) でないことであり、出発材料をますます小さい断片に薄く切ることがしばしば必要であり、それによって原料の大部分を破壊することになる。

【 0 0 1 1 】

他の技法は、「リフト・アウト (l i f t - o u t) 」法と一般に称され、取り囲んでいる基板の部分を破壊または損傷することなくサンプルを基板またはバルク試料から切断するために集束イオン・ビームを使用する。そのような技法は、物理学または生物科学に一般的な材料と同様に、集積回路の製造に使用されるプロセスの結果を分析するのに役立つ。これら技法を使用して (例えば、断面図または平面図において) 任意の配向のサンプルを分析することができる。T E Mで直接用いるために十分に薄くサンプルを抽出する技法もあれば、観察前に追加の薄化を必要とする「チャンク」または大きいサンプルを抽出する技法もある。加えて、これら「リフト・アウト」試験片は、T E M以外の他の分析ツールによって直接分析されてもよい。サンプルがF I Bシステムの真空チャンバ内で基板から抽出される技法は、通常「原位置 (i n - s i t u) 」技法と称され (ウェハ全体がサンプルを取り除くために別のツールへ移されるときなど)、サンプルが真空チャンバの外側に取り出されるものは、「外位置 (e x - s i t u) 」技法と呼ばれる。

【 0 0 1 2 】

抽出前に十分に薄化されたサンプルはしばしば、観測するために薄い電子透過膜で覆われた金属格子 (g r i d) へ移され、その金属格子へ装着される。図 1 A は、従来技術のT E M格子 1 0 の上へ装着されたサンプルを示す。典型的なT E M格子 1 0 は、銅、ニッケルまたは金製である。寸法は変わり得るが、典型的な格子は、例えば、直径 3 . 0 5 m m であってよく、9 0 × 9 0 μ m の大きさのセル 1 4 と、幅 3 5 μ m のバー 1 3 とからなる中間部 1 2 を有する。衝突電子ビーム中の電子は、セル 1 4 を通過することはできるが、バー 1 3 によっては阻止されることになる。中間部 1 2 は、縁部 1 6 によって囲まれている。縁部の幅は、0 . 2 2 5 m m である。縁部 1 6 には、方向マーク 1 8 を除き、セルがない。薄い電子透過支持膜の厚さ 1 5 は、サンプルキャリア全体にわたって均一であり、約 2 0 n m の値である。分析されるT E M試験片は、セル 1 4 内に配置または装着される。

【 0 0 1 3 】

例えば、一般に使用される外位置のサンプル調製技法では、図 2 に示すように、タングステンなどの材料の保護層 2 2 は、電子ビームまたはイオン・ビーム蒸着を用いてサンプル表面 2 1 上の対象の領域を覆って蒸着される。次に、図 3 および図 4 に示すように、高ビーム電流 (それに呼応して大きいビーム・サイズである) を用いる集束イオン・ビームを使用して多量の材料を対象の範囲の前後部から離れるようにミリングする。ミリングされた2つの矩形部 2 4 および 2 5 の間の残りの材料は、対象の領域を含む薄い垂直のサンプル・セクション 2 0 を形成する。対象の範囲の後側でミリングされたトレンチ 2 5 は、前トレンチ 2 4 より小さい。より小さい後トレンチは、主に時間を節約するためのものであるが、より小さいトレンチはまた、出来上がったサンプルが平坦部を越えてより大きいミリングされたトレンチの中に落下し、それにより微細加工の途中で試験片を除去することが困難になり得るのも防止する。

【 0 0 1 4 】

図 5 に示すように、試験片が所望の厚さに達した後で、ステージは傾けられ、U字形の切り込み 2 6 が、サンプル・セクション 2 0 の周辺に部分的に沿ってある角度で作成され、サンプルの上部の両側で、タブ 2 8 によってサンプルは吊るされたままになる。小さいタブ 2 8 は、サンプルが十分にF I B研磨された後、最少量の材料を自由にミリングすることが可能になるので、薄い試験片の上に蓄積する再堆積アーチファクト (r e d e p o

10

20

30

40

50

s i t i o n a r t i f a c t) の可能性を低減する。次いで、サンプル・セクションは、次第により微細になるビーム・サイズを用いてさらに薄化される。最後に、タブ 28 は切断され、薄片 27 は完全に切り離される。材料の最後のタブが切り離されると、薄片 27 がトレンチの上でわずかに動いたり、倒れたりするのを観察できる。完成し分離した薄片 27 を図 6 に示す。

【 0 0 1 5 】

次いで、完成した薄片 27 を含むウェハは、F I B から除去され、マイクロマニピュレータを装備する光学顕微鏡の下に配置される。マイクロマニピュレータに取り付けられたプローブは、薄片の上に位置を定められ、薄片と接触するまで慎重に降ろされる。図 7 に示すように、静電力が、薄片 27 をプローブ先端 29 に引き付けることになる。次いで、薄片を引き付けた先端 29 は典型的には、図 8 に示すように T E M 格子 10 に動かされ、薄片が、バー 13 とバー 13 の間のセル 14 のうちの 1 つにおける格子上に配置されるまで降ろされる。

【 0 0 1 6 】

どの方法を使用するにしても、T E M 分析用のサンプルの調製は、困難であり、時間のかかるものである。T E M サンプルの調製および分析に関係している多くのステップは、手動操作の機器を用いて行われなければならない。このため、T E M サンプルをうまく調製するには、高度な訓練を受け、熟達した操作者および技能者を使用することが一般に必要とされる。その場合にも、再現性およびスループットの任意の適当な水準を満たすことはとても難しい。

【 0 0 1 7 】

サンプルの調製に F I B 法を使用することにより、T E M 分析用のサンプルを調製するために必要とされる時間が数時間だけに削減された。しかし、C D 測定は、ある具体的なプロセスを十分に特徴付けし、適格と認めるために、ウェハ上の異なる位置からの複数のサンプルをしばしば必要とする。状況次第では、例えば、所与のウェハから 15 個から 50 個の T E M サンプルから分析することが望ましいことになる。そのように多くのサンプルを既知の方法を用いて抽出し、測定しなければならないときには、1 つのウェハからのサンプルを処理するための合計時間は、数日または数週間にもなり得る。T E M 分析によって発見できる情報は、とても有益であり得るが、T E M サンプルを作成および測定するプロセス全体は、従来とても手間を要し、時間のかかるものであり、製造プロセス制御のためにこのタイプの分析を使用することは、実用的ではなかった。

【 0 0 1 8 】

さらに、既存の T E M サンプル構造は、自動化した抽出および実装に耐えるために十分には頑強でない。加えて、従来技術の方法を用いて作成される T E M の構造は、しばしば、100 nm 以下に薄くされたときに湾曲または反りの問題がある。従来技術では、反りが操作者によって観察されたときには、T E M サンプルの手動の薄化は停止される。そのような手動の観察は、自動システムにおいて望ましいものではない。

【 0 0 1 9 】

T E M サンプルの抽出および測定をより十分に自動化し、スループットおよび再現性を高め、それにより T E M 測定が、プロセス制御用の統合された計測または原位置での計測に取り入れることができる方法が必要とされている。100 nm 以下に薄化したときに反り現象の問題がなく、自動化した抽出および実装に耐えるに十分に頑強である T E M サンプルを作成する方法が必要とされている。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 2 0 】

【 特許文献 1 】 米国特許仮出願第 60 / 853 , 183 号

【 特許文献 2 】 P C T 出願 P C T / U S 07 / 82030

【 特許文献 3 】 米国特許出願第 11 / 252 , 115 号

【 発明の概要 】

【発明が解決しようとする課題】

【0021】

したがって、本発明の目的は、TEMサンプル分析用の改良された方法を提供することにある。本発明の好ましい実施形態は、TEMサンプル作成用、特に小さい形状（厚さ100nm未満）のTEM薄片用の改良された方法を提供することにある。本発明のいくつかの好ましい実施形態により、TEMサンプル作成を一部または全部自動化する方法が提供され、それによりTEMサンプルの作成および分析のプロセスを労力のより少ないものにし、TEM分析のスループットおよび再現性を高める。

【課題を解決するための手段】

【0022】

上記は以下の本発明の詳細な説明をより良く理解するために、本発明の特徴および技術的な利点をかなり幅広く概説した。本発明の追加の特徴および利点を、以下に説明することにする。当業者によれば、開示した概念および具体的な実施形態は、本発明と同じ目的を実行するための他の構造を変更または設計するための基礎として容易に利用できることが理解されよう。当業者によればそうした均等な構成は、添付した特許請求の範囲に記載の本発明の精神および範囲から逸脱しないことがやはり理解されよう。

【0023】

本発明およびその利点をより深く理解するために、次に、添付図面と併せて以下の説明に言及する。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】典型的な従来技術のTEM格子を示す図である。

【図2】従来技術による外位置サンプル調製技法の各ステップを示す図である。

【図3】従来技術による外位置サンプル調製技法の各ステップを示す図である。

【図4】従来技術による外位置サンプル調製技法の各ステップを示す図である。

【図5】従来技術による外位置サンプル調製技法の各ステップを示す図である。

【図6】従来技術による完成し分離した薄片の顕微鏡写真である。

【図7】従来技術によるプローブおよび静電気引力を用いた薄片の移送を示す図である。

【図8】従来技術によるプローブおよび静電気引力を用いた薄片の移送を示す図である。

【図9】本発明の好ましい実施形態による1つまたは複数の薄片を作成するステップを示す流れ図である。

【図10】高精度の位置決めマーク（fiducial）がミリングされ、保護層が薄片位置を覆って蒸着された後の図11のプロセスによる薄片部位を示す図である。

【図11】低精度の位置決めマークがミリングされた後の図11のプロセスによる薄片部位を示す図である。

【図12】バルク・ミリングが完了した後の図11のプロセスによる薄片部位を示す図である。

【図13】バルク・ミリングが完了した後の本発明による薄片・サンプルの高解像度の顕微鏡写真を示す図である。

【図14】図11のプロセスによって作成される薄片を示す図である。

【図15】図11のプロセスによって作成される薄片を示す図である。

【図16】本発明による薄片の高解像度の顕微鏡写真を示す図である。

【図17A】一方のビームが、薄片を薄化するために使用される一方、他方のビームが、ミリングのエンドポイントを見出すために薄片を撮像する場合のデュアル・ビーム・システムを示す図である。

【図17B】エンドポイントを見出すために、1つのビームがミリングおよび撮像することを可能にするために、サンプルを回転する場合の単一のビーム・システムを示す図である。

【図17C】ミリングのエンドポイントを見出すために、本発明により、撮像され得るミリング・プロセスおよび画像処理中の薄片部位を示す図である。

10

20

30

40

50

【図 18】TEM サンプルを薄化するために使用される、本発明によるミリング・パターンを示す図である。

【図 19A】TEM サンプルの断面図に関する図 18 のミリング・プロセスにおけるステップを示す図である。

【図 19B】TEM サンプルの断面図に関する図 18 のミリング・プロセスにおけるステップを示す図である。

【図 19C】TEM サンプルの断面図に関する図 18 のミリング・プロセスにおけるステップを示す図である。

【図 20】本発明により、より薄い中央の「窓」が作製された薄片・サンプルの高解像度の顕微鏡写真である。

10

【発明を実施するための形態】

【0025】

本発明の好ましい実施形態により、薄片 (lamella) 作成用の改良された方法が提供される。好ましい実施形態は、部位 (site) 間のばらつきがごく少ない S/TEM 測定のために厚さ 50 ~ 100 nm の S/TEM のサンプルを作成することができる。このプロセスは、幅 10 μm × 深さ ~ 5 μm × 厚さ ~ 500 nm の薄片であり、最終目標厚さ (50 ~ 100 nm) で最終的に薄化される窓 (window) が 3 μm × 3 μm のものを製作できる。本発明によって製作される S/TEM のサンプルは、100 nm 以下に薄化したときに反り現象の問題がなく、自動化した抽出および実装を耐え抜くために十分に頑強なものとなる。

20

【0026】

本発明の好ましい方法または装置は、多くの新規の態様を有しており、本発明は、様々な目的のために様々な方法または装置の中に具現化できるので、必要とされる態様すべてがすべての実施形態に存在するわけではない。また、説明した各実施形態の態様の多くは、別々に特許性があり得る。

【0027】

現在、FIB システム用の TEM 薄片作成プロセスは、薄片作成のために手動入力を対象の特徴部分 (feature) または部位を位置決めするための 1 次的方法として使用する。典型的には、所望の薄片位置が手動で位置決めされた後で、位置決めマークがすぐ近くにミリングされる。FIB 撮像は必然的にいくつかのサンプルの損傷を引き起こすので、保護層が、撮像および/またはミリングの前に、所望の薄片位置を覆うように蒸着される。この保護層は、基板上の特徴部分を見ることをより困難にさせるので、典型的には、位置決めマークを保護層の中にミリングして、ビームを向け、切断するために適所に位置決めするのを助ける。この位置決めマークは、その後の処理に使用される。次いで、この位置決めマークを手がかりに画像認識を使用してその後の薄片のミリングのための位置を見つける。この位置決めマークをミリングするために、所望の薄片部位 (サンプル部位) 近くの位置が、典型的には手動で選択され、次いで所望の位置決めマーク・パターンがその位置において自動でミリングされる。

30

【0028】

薄片部位を手動で識別し、次いで位置決めマークの位置を手動で選択する方法は、高度の精度または正確度を与えない。結果として、既知の自動薄片・ミリングの手法は、厚さ約 500 nm である薄片の粗いミリングに制限される。典型的には、さらなる薄化は、所望の薄片厚さ 100 nm 以下を達成するために手動制御される。

40

【0029】

図 9 は、本発明の好ましい実施形態による 1 つまたは複数の薄片を作成するステップを示す流れ図である。この実施形態では、機械視覚ベースの計測 (machine-vision based metrology) および画像認識、高精度の位置決めマーク、ならびに自動位置決めマーク配置を使用して薄片の配置の正確度および精度を大幅に改善させる。プロセス中の様々なステップを図 10 ~ 図 16 に示す。

【0030】

50

まず、ステップ401において、ウェハは、F E Iカンパニー（オレゴン州ヒルズバラ）すなわち本発明の譲受人から市販のC e r t u s D u a l B e a mシステムなどのF I Bシステムの中に搭載される。ステップ402において、ウェハ表面上の薄片部位は、画像認識ソフトウェアを用いて自動的に位置決めされる。適当な画像認識ソフトウェアは、例えば、マサチューセッツ州N a t i c kのC o g n e x C o r p o r a t i o nから入手可能である。画像認識ソフトウェアは、同様の特徴部分のサンプル画像によって、またはC A Dデータからの形状の情報によって所望の薄片位置を位置決めするように「トレーニング」できる。自動化したF I BまたはS E M計測を使用して薄片部位を識別する、または薄片部位を識別するのを助けることもできる。計測は、画像ベースのパターン認識、エッジ検出、A D R、重心計算、プロブ（b r o b s）などからなり得る。

10

【0031】

任意のステップ404において、薄片部位は、1時間20分の間、幅15 μm × 高さ3 μm の保護用の5 k V F I Bタングステン蒸着が施される。これにより、30 k V F I Bの部位整列ステップ（s i t e a l l i g n m e n t s t e p）および蒸着ステップ中の損傷を防ぐために十分なタングステンを部位表面上に与える。この保護層は、S E M同時計数に対する5 k V 180 p A F I B開口が4 μm 未満の場合には、直接配置されてよく、それ以外の場合には部位整列のプロセスが、この蒸着の配置をさらに精確にするために使用できる。

【0032】

ステップ406において、所望の薄片位置それぞれに対する任意の所望の位置決めマークの精密な位置が特定される。例えば、サンプル位置を撮像するためにF I BまたはS E Mを用いて、位置決めマーク位置は、操作者がマウスを使用して所望の位置決めマーク位置の周りに仮想ボックスをドラッグすることによって特定できる。次いで、自動化した計測ソフトウェアが、サンプル位置での識別可能な特徴部分（例えば、特徴部分の右端から15 nm）に対して位置決めマーク位置を精密に測定し得る。それぞれの薄片部位が位置決めされると、次いで位置決めマークは、それぞれの薄片部位で、それぞれの位置決めマークとそれぞれの薄片位置の間の空間的關係が等しくなるように特定された精密な位置で自動的にミリングされ得る。位置決めマーク位置は、ウェハ表面上のある特定の構造に対する位置決めマーク位置を特定するためにC A Dデータを用いて特定されてもよい。

20

【0033】

好ましい実施形態では、I C 3 D（商標）ソフトウェアのビジョン・ツール（v i s i o n t o o l）の使用によって精細な位置決めマークの配置が実現される。特定のパターンは、画像認識ソフトウェアによって位置決めすることができ、画像認識ソフトウェアを使用して目標構造を位置決めすることができる。次いで、一連のカリパス（エッジを突き止めるパターン認識ツール）を使用して目標構造のエッジを見つけ、目標構造の近くの精細な位置決めマークが中央にくるように精密に合わせる。I C 3 Dのシェイプ・リンク機能（s h a p e l i n k i n g c a p a b i l i t i e s）の広範な使用により、それぞれの部位の直接測定に基づいて部位の位置決めマークを確実に配置できる。

30

【0034】

好ましくは、高精度の（精細な）位置決めマークと低精度の（粗い）位置決めマークの組み合わせを使用して薄片の配置精度および正確度を最適化する。現在、薄片位置およびミリングに用いられる位置決めマークは、ミリングされた2本の線の交差点によって形成される「X」などの低精度の特徴部分だけからなる。しかし、十分な薄片を製作するのに必要な解像度では、それぞれのミリングされた線は、幅数ナノメートルになる。エッジ検出ソフトウェアを使用してそれぞれのミリングされた線の中心線、次いで具体的な基準点を決定するために使用される2本の数学的に決定された中心線の交差点を決定しなければならない。典型的には、この位置決めマークを使用するこのタイプの決定には、あまりに多くの誤差があり、多くの小さい形状の薄片の応用に必要とされる誤差範囲内で薄片位置を正確に決定することができない。

40

【0035】

50

好ましい実施形態では、典型的な低精度の位置決めマークとより高精度のマークとの組み合わせが使用される。図10に示す矩形部506などの高精度の位置決めマークにより薄片位置がよりずっと正確に決定されることが可能になる。図10に示す矩形の位置決めマーク506は、所望の薄片位置どちらの端部にも位置決めされる。高精度の位置決めマークは、以下に述べる低精度の位置決めマークより小さい。このため、高精度の位置決めマークは、バルク・ミリングに用いられる大きいFIBビームを用いて識別可能でなく、より小さいFIBビームを用いた薄片の最終的な配置にのみ用いられる。図10中の矩形の位置決めマークは、それらの上部エッジおよび底部エッジのY位置を決定するために画像分析を用いて位置決めされる。これにより、位置決めマークがFIB撮像中に損傷を受ける場合でも、正確な位置決めになる。エッジ検出ソフトウェアは、薄片の上部エッジおよび底部エッジを精密に位置決めするために上部エッジおよび底部エッジを識別さえすればよい。これら矩形の位置決めマークのためのパターン認識は、2測定ストラテジに基づいており、すなわち、位置決めマークの上部エッジおよび底部エッジが測定される。エッジ位置が位置決めされると、薄片の上部エッジおよび底部エッジと平行である中心線または軸が決定できる。サンプルがFIBを用いて撮像される際、表面は漸次、スパッタされ除かれる。上述の高精度の位置決めマークは、このFIBの損傷に非常に耐性があり、というのも測定される両エッジは、ほぼ同じ割合で変化することになり、それで薄片配置の誤差全体は非常に低くなるからである。

【0036】

図11中の大きい円などの低精度の位置決めマーク504は、およそその薄片位置を素早く見つけバルク・ミリングを行うなどの全体構造のパターン認識のために使用できる。適当な低精度の位置決めマークは、迅速なバルク材料の除去に適している低解像度（より大きいビーム・サイズ）のイオン・ビームを用いてサンプルが撮像されるときに容易に識別することができる。複数の位置決めマーク、および低精度の位置決めマークおよび高精度の位置決めマークならびに様々な位置決めマークの形（図11に示すような）の組み合わせを使用して、よりさらに正確な配向を決定することができる。

【0037】

位置決めマーク位置が決定されたら、ステップ408において、高精度の位置決めマークは、所望の位置でミリングされる。図10に示すように、最終的な薄片化プロセス中に薄片を垂直配置するために、1 nA 30 kVのFIBを用いて、小さい矩形の特徴部分506が、薄片部位（破線507によって差し示される）の各端部でミリングされる。好ましい実施形態では、適当な位置決めマークパターンにより、最終的な薄片配置が10 nmの範囲内で正確であることが可能になる。いくつかの実施形態では、この位置決めマークのサイズおよび形は、所望の薄片のサイズ、幅、または位置に応じて変わり得る。

【0038】

ステップ410において、高精度の位置決めマークがミリングされた後に、例えば、タングステンまたは白金から構成されるバルク保護層508は、ミリング・プロセス中にサンプルを損傷から保護するために薄片部位を覆って蒸着される。図11は、保護層508がウェハ表面503上の所望の薄片位置を覆って蒸着された薄片部位502を示す。表面のごく近くで情報が必要とされる場合のいくつかのサンプルについては、蒸着を行うための低エネルギーFIB（～5 keV）を用いて保護層を蒸着することは役立ち得る。高精度の位置決めマーク506は、後々の処理中に高精度の位置決めマーク506を保護するために、保護材料を用いて軽く埋め戻されることも好ましい。

【0039】

ステップ412において、バルク保護用の蒸着後、図11に示すように大きい円形の位置決めマーク504が、精細な位置決めマークの周りにミリングされる。これら低精度の位置決めマークは、およそその薄片位置の素早い再発見や薄片のバルク・ミリングのための位置の決定などの全体構造のパターン認識に用いられる。より大きいビーム・サイズが、バルク・ミリングに用いられることになるので、適当な低精度の位置決めマークは、より低い解像度の画像においても、パターン認識ソフトウェアによって容易に識別されるは

ずである。次いで、このシステムは、位置決めマークを位置決めすること、および薄片部位が位置決めマークから一定のオフセットで配置されていることを知ることによって、それぞれの所望の薄片部位に容易に再配置することができる。

【 0 0 4 0 】

ステップ 4 1 4 において、ウェハ上に他の薄片部位がある場合には、ステップ 4 1 5 において、F I B システムは、次の薄片部位の座標に移動する。その場合は、このプロセスは、ステップ 4 0 2 へ戻り、薄片・ミリング・プロセスが開始される前にステップ 4 0 2 から 4 1 4 が残りのすべての薄片部位について繰り返される。

【 0 0 4 1 】

すべての薄片部位で位置決めマークがミリングされたら、ステップ 4 1 6 において、F I B システムは、ミリングされていない薄片部位に移動する。ステップ 4 1 8 において、バルク基板のミリングを使用して薄片を粗く成形する。図 1 2 は、ステップ 4 1 8 のバルク・ミリングが完了した後の薄片部位を示す。より大きいイオン・ビーム・サイズがバルク材料の除去に適することになる。好ましい実施形態では、それぞれの薄片は、基板上の隣接する 2 つの矩形部 5 2 4、5 2 5 を切断するために F I B を用いて形成され、2 つの矩形部の間の残りの材料は対象の領域を含む薄い垂直なサンプル・セクション 5 2 7 を形成する。イオン・ビームは、基板表面に対してほぼ直角で基板に向けられることが好ましい。ビームは、抽出されるサンプル・セクションに隣接する矩形の領域内で走査され、所定の深さを有する矩形の穴 5 2 4 を形成する。ミリングされた穴は、抽出されたサンプル中の対象の特徴部分を含むのに十分に深くなくてはならない。このミリングされた穴は、以下に述べるようにサンプルの機械的剛性を増大させるために、薄化したサンプルの下部に（対象の特徴部分の下方に）バルク材料が残ってもよいほど十分に深いことが好ましい。ビームは、抽出されるサンプル・セクションに隣接する矩形の領域内で走査されるが、第 1 の矩形の穴からサンプル・セクションの反対側までは走査されない。好ましくは、2 つの矩形の穴の間の残りの材料は、抽出される薄片を含む薄い垂直なサンプル・セクションを形成する。

【 0 0 4 2 】

低精度の位置決めマーク 5 0 4 を使用して、（より迅速にサンプルを取り除くためにより大きいビーム直径を用いた）薄片のバルク・ミリングについてのビーム位置を制御できる。薄片の両側面から中に入る典型的な断面ミル・パターンが使用でき、厚さ約 2 μ m の粗薄片を残す。次いで、この薄片は、アンダーカット・ステップの準備として両側に施される断面クリーニングのためのミリングで約 8 0 0 nm までさらに薄化される。図 1 3 は、バルク・ミリングが完了した後の薄片・サンプルの高解像度の顕微鏡写真を示す。

【 0 0 4 3 】

ステップ 4 2 0 において、位置決めマークおよびバルク・ミリングがなされた後に、薄片は、アンダーカット・プロセスを受ける。好ましくは、F I B カラムは約 4 . 5 度傾けられ、薄片の底部は、1 n A の断面クリーニングでアンダーカットされる。またはサンプル・ステージが傾けられてもよい。アンダーカットの精密な位置は、精細な位置決めマークを突き止めるとともに測定するためのビジョン・ツールを用いて位置決めすることができる。より大きい F I B の傾斜が（ハードウェアの制約に従って）採用され得るが、浅い入射角のアンダーカットは、T E M サンプル作製プロセスに 2 つの利益をもたらす。第 1 に、薄片面は、大きい入射角で撮像されず、したがって G a + 注入量および損傷を低減する。第 2 に、アンダーカット・プロセスで、中間薄化ステップとしての役割を果たし、この中間薄化ステップは、いくつかの異なる基板（T I S i G e、T I S T I、M e t r o C a l、I F X D T M O、F u j i t s u c o n t a c t）について適度に狭い範囲の幅まで薄片の厚さを減じる。薄片・サンプル 5 2 7 についてのアンダーカット 6 0 2 およびサイドカット 6 0 4 が、図 1 4 に示されている。

【 0 0 4 4 】

ステップ 4 2 2 において、次いでサンプルは 1 8 0 度回転され、上記プロセスが底部を切り離すために薄片の上部エッジで繰り返される。これにより、目標構造を中心とした厚

10

20

30

40

50

さが約 500 nm である粗い薄片になる。

【0045】

ステップ 424 において、薄片の側部を切り離すために薄片の底部から上面近くまで 2 カ所切断するが、薄片はタブ 606 (図 14 に示す) によって薄片の上部での両側で吊るされたままにしておく。薄片の最終的な薄化が完了したら、プローブが薄片に取り付けられ、タブまたはヒンジが断ち切られ、それにより薄片が抽出される。あるいは、プローブは、2007 年 10 月 20 日出願の同時係属中の PCT 出願 PCT/US 07/82030 に記載されているように、薄片のヒンジを破断するために使用される。

【0046】

任意のステップ 426 において、IC3D ビジョン・ツールは、精細な位置決めマークを突き止めるために使用され、バルク・ミリング・プロセスによる任意の再堆積物および位置決めマークをミリングするプロセス中に蒸着された保護用のタングステン層を除去することができる。

【0047】

第 1 の 2 つの矩形のバルク・ミリング切断およびアンダーカットによって形成される薄片は、厚さ約 500 nm になることが好ましい。ステップ 428 において、(対象の領域を含む)薄片の中央は、好ましくは、以下に述べるミル・パターンで、FIB の傾斜 1 . 2 度の 30 pA のビームを用いて、両側面から薄化される。以下に述べるように、薄片・ミリングに通常用いられる典型的なクリーニング・ミル・パターンは、非常に薄い薄片 (100 nm 未満) の湾曲または反りを引き起こす。ミル・パターンを用いることによりサンプル面上を複数のビームが通過し、サンプルの反りを防ぐことを出願人は発見した。このミル・パターンを、薄化プロセス中の薄片の反りをなくす方法の他の実施形態とともに、以下にもっと詳細に述べる。

【0048】

最終的な薄化切断が、薄片のエッジを見つけるために (画像認識とともに) カリパスを用いて行われてよく、その上、最終的な薄片の厚さは、薄片面からのミリング位置のオフセットによって決定される。例えば、サンプルから抽出される薄片ごとに、薄片の正確な位置が位置決めマーク位置から決定されてよい。第 1 の切断は、所望のサンプルの中央から離れるように所望の薄片の半分の厚さでミリングされる。FIB または SEM 撮像を用いてトップ・ダウン方式でサンプルを見る際、自動化した計測ソフトウェアは、第 1 の切断のエッジおよび位置決めマーク位置を測定し、第 2 の切断の位置を精密に決定できる。ビーム位置を精密に制御するために高精度の位置決めマークの位置を用いて、薄片は反復可能なプロセスにおいて微細に集束された FIB を用いて厚さ 100 nm 以下まで薄化される。

【0049】

リアル・タイム・パターン認識を使用して FIB を配置するのが好ましい。リアル・タイム・パターン認識および計測を行う適当な FIB システムは、本発明の譲受人である FEI カンパニーから入手可能である Certus 3D Dual Beam システムである。

【0050】

任意のステップ 430 において、低 kV クリーニングが、傾斜 4 . 5 度の 180 pA 5 kV の FIB を用いて最終的に薄化される窓に関して行われる。出願人は、薄片のそれぞれの面上の 10 秒のクリーニング・ミルが、TEM 撮像の状態の大幅な改善をもたらすことを発見した。

【0051】

ウェハ上に他のミリングされていない薄片部位がある場合には、ステップ 432 において、FIB システムは、次のミリングされていない薄片部位の座標へ移動する。次いでプロセスはステップ 416 に戻り、ステップ 416 ~ 432 が、残りのすべてのミリングされていない薄片部位について繰り返される。

【0052】

図 9 を参照して述べた方法によって製作された最終的な薄片構造を図 1 4 ~ 図 1 6 に示す。以下に述べるように、中央の薄片「窓」6 1 0 は、厚さ 1 0 0 n m 以下まで薄くされてよく、機械的強度が増大したサンプルをもたらすために周囲の材料をより厚く残す。好ましくは、中央の窓は、幅約 3 μ m、深さ 4 μ m および厚さ 5 0 ~ 7 0 n m である。窓 6 1 0 を囲むより厚い材料（図 1 5 に参照符合 6 1 2 によって示す）は、ミリング・プロセス中に薄片が反るのを防ぐ助けもする。この「窓のある」薄片構造の機械的強度の増大は、2 0 0 7 年 1 0 月 2 0 日出願の同時係属中の P C T 出願 P C T / U S 0 7 / 8 2 0 3 0 に記載されるような外位置薄片抽出デバイスを用いるときには、やはり非常に望ましい。図 1 6 は、上述のプロセスを用いて作成された薄片の高解像度の顕微鏡写真を示す。

【 0 0 5 3 】

上述のように位置決めマークに対するミリング位置の決定に加えて、ミリング・プロセスは、トップ・ダウンのパターン認識および計測を用いてエンドポイントを見出すことができる。好ましい実施形態では、図 1 7 A 中に概略的に示すように（原寸に比例していない）、F I B ミリングは、垂直に装着された F I B カラム 7 2 0 が基板 5 0 3 をミリングして薄片 7 2 7 を作成するために使用され、S E M カラム 7 2 2 が薄片 7 2 7 を撮像するために使用されるデュアル・ビーム F I B / S E M システムにおいて行われ、それにより自動化した計測ソフトウェアが、薄片が所望の厚さまで薄化されたか判定できる。あるいは、一方のビームがミリングするために使用され、他方が撮像するために使用されるデュアル F I B システムを使用してもよい。図 1 7 B 中に概略的に示すように（原寸に比例していない）、単一の F I B カラム 7 2 0 を備えるシステムを使用してもよく、（従来技術で知られているように）同じビームがミリングおよび撮像するために使用できるようにサンプルは傾けられ、回転される。F I B がサンプルを撮像するために使用される場合には、薄片への損傷の危険があることを当業者は認識するであろう。

【 0 0 5 4 】

図 1 7 C も参照すると、最初のバルク・ミリング 7 2 4 が薄片 7 2 7 の一方の側で完了した後、第 2 のバルク・ミリング 7 2 5 のエンドポイント（end point）は、1 0 0 n m 未満の特徴部分についての断面が C D - S E M によって測定されるのと同じやり方で薄片の幅を監視することによって制御できる。

【 0 0 5 5 】

典型的には、構造の断面の幅を測定するために、S E M が、自動計測ソフトウェアと併せて使用される。電子ビームが、露光される断面にわたって走査される際に、2 次検出が用いられるのであれ、後方散乱検出が用いられるのであれ、典型的には構造のエッジでの電子強度の変化がある。構造のエッジでのコントラストに基づいてエッジ位置を特定するための、およびそれらエッジ間の距離を決定するためのアルゴリズムが使用される。

【 0 0 5 6 】

本発明の好ましい実施形態は、断面計測についてのこれら既知の技法の新規な応用を成す。最終的な薄片位置および厚さは、デュアル・ビーム・システムの F I B をサンプルの断面を露光するために用い、S E M を自動化された計測分析のためのサンプル撮像に用いる既知のスライスアンドビューテクニック（slice and view techniques）に類似したミリングおよび撮像技術に基づくことになる。したがって、パターン認識ツールおよびエッジ検出ツールなどの画像処理ツールは、薄片の厚さを精密に制御するために使用できる。これらのタイプの従来技術の「断面観察」技術は、例えば、C h i t t u r i らによる米国特許出願第 1 1 / 2 5 2 , 1 1 5 号に「Method Of Measuring Three - Dimensional Surface Roughness Of A Structure」として記載されており、この出願は、本発明の譲受人である F E I カンパニーに譲渡されている。

【 0 0 5 7 】

好ましくは、薄化はまず、薄片の一方の側で完了されることになる。最初のミリングの位置は、上述した位置決めマーク位置または他の計測を用いて制御されることになる。次いでサンプルが、集束イオン・ビームまたは走査型電子顕微鏡を用いてトップ・ダウン方

10

20

30

40

50

式で撮像されることになる。C D - S E Mと同様に、イオン・ビームまたは電子ビームが基板の表面にぶつかるときに、2次電子および後方散乱電子が放出される。これらの電子はそれぞれ、当技術分野で知られているように2次電子検出器または後方散乱電子検出器によって検出される。2次電子検出器または後方散乱電子検出器によって生成されるアナログ信号は、デジタルの輝度値に変換される。ビーム（イオンまたは電子）が薄片表面にわたって走査される際に、構造のエッジで放出電子強度の変化がある。構造のエッジのうちのいずれかでの輝度値の差またはコントラストに基づいてエッジ位置を特定し、それらエッジの間の距離を決定するためのアルゴリズムが使用される。画像の分析が（例えば、所望の薄片／サンプルの最小幅などの）ある特定の基準が満たされていないと判定する場合には、ミリングおよび画像処理のステップが繰り返される。

10

【0058】

C D - S E Mを用いる自動化した断面計測は、100nm未満のレベルで限界寸法を決定するために長く使用されてきた。結果として、この関連のプロセスは、他のあまり一般的でない技法の信頼性をはるかに超えた信頼性のレベルまで洗練されてきている。したがって、C D - S E M計測技術は、インライン・プロセス制御に対してT E Mサンプルの使用を可能にするのに十分な信頼性および反復性のレベルを与えることができる。このタイプの自動化したプロセス制御は、上述のサンプルの反りの問題のために従来技術において実用的ではなかった。しかし、本明細書に記載したミリング・アルゴリズムとサンプル構造の組み合わせを用いることによって、100nm以下のサンプルの反りは、大いに最小限度に抑えることができる。これにより、エンドポイント・プロセス（e n d - p o i n t i n g p r o c e s s）の自動化を用いることが可能になり、従来技術の時間のかかる手動の薄化をなくし、したがって特定の構造に対して、より大量の自動化した薄片作成を可能にする。

20

【0059】

本発明の好ましい実施形態を実施するための適当なデュアル・ビームF I B / S E Mは、本発明の譲受人であるF E Iカンパニーから入手可能であるC L M - 3 D D u a l B e a mシステムであろう。本発明による完全にまたは部分的に自動化した画像処理、計測および機械制御を実行するための適当なソフトウェアは、やはりF E Iカンパニーから入手可能であるI C 3 D（商標）ソフトウェアなどであり、パターン認識ツールおよびエッジ検出ツール、ならびに「ドゥ・ホワイル（d o w h i l e）」ループ機能を備えているはずである。

30

【0060】

上述のように、薄い（厚さ100nm未満の）T E Mサンプルに通常関連する湾曲または反りは、薄片の中央の窓を薄くするために新規なミリング・パターンを用いることによって最小限度に抑えることができる。従来技術による最終的な薄片の薄化は典型的には、イオン・ビームが対象の特徴部分に向かって1ラインずつ走査されるクリーン・アップ・カットまたは断面クリーニングとしばしば称されるミリング・パターンを利用する。この切断パターンの場合、ビームは、順次モードにおいて一連のラインの切断を実行する。このアイデアは、その表面をきれいにするために、ラインの切断を、露出した表面の中で徐々に進ませることである。すべてのラインは連続してミリングされ、次に移動する前に、ミリングはラインごとに完了する。次いで、ビームは、所望のサンプル面に向かって（y方向に）進み、このプロセスが繰り返される。ミリングは、1回の通過で完了し、スパッタ物質が薄片・サンプル面上に再堆積するのを大部分防ぐことになる。

40

【0061】

パターンはわずかに変わり得るが、基本的にはビームは、ほとんど連続的に切断面に接している。正確なメカニズムははっきりしないが、結末は、サンプルが約70nmより薄くなるときに、サンプルはビームから離れるように反り始める、または歪み始める。歪んだサンプルでの正確な計測はとても困難であるので、サンプルの歪みは、深刻な問題である。さらに、対象の範囲は、損傷を受ける可能性があり、その結果、対象の範囲は、さらなる分析に対して使用できなくなる。

50

【 0 0 6 2 】

図 1 8 および図 1 9 A ~ 図 1 9 C を参照すると、本発明の好ましい実施形態では、T E M サンプル 5 2 7 は、サンプルの切断面の中に（矢印 8 2 0 によって示すように）y 方向に走査速度を減少（およびしたがって、ビームがサンプルの中に進む際のより長い滞留時間 / 滞留時間の増大）させて、繰り返して走査する F I B ミリング・パターンを使用することによって薄くされる。「走査速度を減少させること」によって、出願人は、（ビームを x 方向に前後に走査する速度は、変化することができないが）ビームが所望のサンプル面に近づくにつれて各走査間の時間がより長くなることを意味する。さらに、ビームを何回か通過させてサンプル面の所望のミリング深度に達する。ミリング・ボックス 8 1 0 は、走査の正確な回数または各走査間の距離を示すものではなく、むしろラインの勾配が、ビームが最終的なサンプル面に向かって動くにつれて走査速度が減少し、および滞留時間が増大することを示すものである。同様のラスタ・パターンが従来技術において既知であるが、それら同様のラスタ・パターンは典型的には、基板に深い穴を迅速にミリングするために使用されている。しかし、出願人は、このパターンを、サンプルの反りを引き起こすことなく薄片を精密に薄くするために使用できることを発見した。典型的には、このタイプのラスタ・パターンは、主にスパッタ物質の再堆積に対する懸念のために、非常に小さい構造の精密なミリングに用いられない。深い穴をミリングするために使用されるとき、プロセスはしばしば、ミリングの進捗状況を評価するために止められる。自動化したツールでこのパターンを使用することによって、ミリングを止めることなく仕上げさせ、再堆積物は大いに最小限度に抑えられる。

【 0 0 6 3 】

ビームが矢印 8 2 0 によって示すように y 方向に動くにつれてイオン・ビームの走査速度を減少させる（したがって滞留時間を増大させる）ことによって、全ビーム電流は、ビームが所望のサンプル面 8 5 0、8 5 1 に向かって動くにつれて、連続的なビームのステップそれぞれでの x 位置ごとに増加する。これにより、より深いミリングがサンプル面 8 5 0、8 5 1 で発生する、サンプルの差別化されたミリングを可能にする。図 1 9 A ~ 図 1 9 C は、図 1 8 中の線 1 9 に沿ってミリング・プロセス中の様々な時間でのサンプル 5 2 7 の断面を示す。図 1 9 B に示すように、ミリングされたトレンチ 8 4 0 の深さは、サンプル面 8 5 0 に向かって傾いている（サンプル面に近づくにつれてより深くなる）。したがって、ミリングのスループットは増大する（サンプル面から離れた領域は、深くなるようにミリングされる必要がないので）。薄片窓 6 1 0 の底部と側面での試料バルク材料 8 6 0 の保護は、サンプルの機械的剛性をも増大させ、その取扱い特性を改善させる。

【 0 0 6 4 】

滞留時間または走査間隔を変えることに加えて、イオン・ビームを何回か通過させてサンプル面の所望のミリング深度に達することが好ましい。これら複数回のビームの通過は、ビーム角度、エネルギー、電流、電流密度または直径を変化させることなくなされることが好ましい。上述のクリーン・アップ・カットと対照的に、イオン・ビームは、サンプル面と常に接触した状態で維持されない。例えば、ビームを 5 回または 6 回通過させて最終的な T E M サンプル 5 2 7 をミリングすることができる。通過する毎に、最初の y 座標 8 2 2 から最終的な y 座標 8 2 4 まで所望の深さの一部をミリングするだけである。所望のサンプル面の深さが達成されていない場合には、再度ビームを通過させるために、（矢印 8 2 1 によって示すように y 方向に）最初の y 座標 8 2 2 までビームはサンプル面から離れて戻るように操作される。ここで、出願人は、従来技術のサンプルの反りは、ビームがサンプル面と接触する際の静電気力または熱の蓄積に起因すると考える。ビームがサンプル面と接触しないように複数回通過させることによって、任意の熱 / 帯電の蓄積は、イオン・ビームの通過と通過の間に消散できる。結果として、最終的な T E M サンプル 5 2 7 の反りは、5 0 n m の薄さのサンプルについても、大部分除かれる。

【 0 0 6 5 】

多くの実施形態では、すべての切断は、S i の F I B ミリングに典型的に用いられる滞留時間および走査間隔を有する、多くの市販の F I B 機器で容易に利用できるビーム・エ

エネルギー（例えば、数 10 keV）を用いて、単一のビーム電流、例えば 20 nA のビーム電流を用いて行うことができる。好ましいプロセス・パラメータを説明するが、当業者により、好ましいプロセス・パラメータは、サンプルのサイズおよび形ならびに基板の材料によって異なることが理解されよう。当業者は、様々な応用例においてサンプルを抜き出すための適当なプロセス・パラメータを容易に決定できるであろう。

【0066】

図 14 ~ 図 16 に示すように、（好ましくは、上述のミリング・パターンを用い、サンプルに機械的強度の増大をもたらす、より厚い周囲の材料を残して）上述のプロセスを使用して中央の薄片「窓」610 を厚さ 100 nm 以下までさらに薄くすることができる。好ましくは、中央の窓は、幅約 3 μ m、深さ約 4 μ m、および厚さ約 50 ~ 70 nm である。図 15 中の参照符合 612 によって示す窓 610 を囲んでいる、より厚い材料は、ミリング・プロセス中に薄片が反るのを防ぐのを助けもする。この「窓」の薄片構造の機械的強度の増大は、2007 年 10 月 20 日出願の同時係属中の PCT 出願 PCT/US 07/82030 で説明するように、外位置薄片抽出デバイスを用いるときにやはりとても望ましい。図 20 は、上述のミル・パターンを用いる本発明により、より薄い中央の「窓」が作製された薄片・サンプルの高解像度の顕微鏡写真である。

【0067】

代替として、状況次第では、薄片全体を 100 nm 以下の均一な厚さに薄くするために、（より薄い中央の「窓」なしで）上述のミル・パターンを使用することが望ましい可能性がある。そのような構造は、窓のある構造の機械的強度の増大を有することはないが、（側面および底で材料がより厚いので）サンプルの反りは、それでもやはり従来技術を上回って大幅に低減されることになる。

【0068】

本発明は、従来技術を上回るいくつかの重要な利点をもたらす。TEM サンプル調製用の典型的な方法を用いると、高度な訓練を受けたおよび熟達した操作者が TEM 分析に適している 1 個のサンプル・薄片を作成および抽出するのに約 3 時間かかる。トップ・ダウンの SEM または CD - SEM 分析のような現在のインライン計測技法については、ウェハにわたって 20 個もの異なる部位が測定される必要があり得る。従来技術の TEM サンプル調製の方法を用いると、20 個の異なる部位から適当な TEM サンプルを調製するためだけに約 60 分かかる。

【0069】

また、TEM サンプル調製の大半は手動で行わなければならないので、そのプロセスは、とても手間を要し、高度な熟練者の使用を必要とする（それはもちろん高い労働コストにつながる）。

【0070】

さらに、現在の手動の TEM サンプル調製方法では、サンプルにはばらつきが多い。プロセス制御用の計測技術を使用するために、サンプルができる限り均一であることが非常に望ましい。現在の方法は、TEM 薄片の最終的な薄化が手動制御されることを必要とするので、様々なサンプルの部位からの薄片について避けられないサンプルの厚さのばらつきがある。位置決めマークの配置（実際の薄片位置を決定する）などのサンプル作成プロセスにおける他の重要な要素の手動制御は、よりいっそうのばらつきをもたらし、最終的な薄片調整の精度をさらに低減する。薄片が異なる操作者によって調製されるときは、サンプル同士の間のばらつきが、よりいっそう大きくなる。

【0071】

しかし、本発明を用いると、TEM サンプル調製プロセスの大幅な改善になる。上述のように、本発明の好ましい実施形態は、部位間のばらつきが非常に少ない、厚さ 50 ~ 100 nm の STEM サンプルを作成し、抽出するために使用されている。このプロセスは、約 18 分で、部位間で 3 シグマの最終的な薄片の厚さのばらつき約 20 nm で薄片を製作する。ウェハ表面上の 20 個の異なる部位を標本抽出するために必要とされる時間は、（現在の方法の 60 時間に対して）約 6 時間まで低下する。また、このプロセスは、それ

ほど手間を要さず、高度の鍛錬または経験を有する操作者を必要としない。より多くのプロセスが自動化されているので、薄片・サンプル同士の間のはらつきは、やはり最小限度に抑えられる。

【 0 0 7 2 】

本発明によってもたらされる T E M 分析のスループットおよび再現性の増大により、半導体ウェハ上の集積回路などの対象に対する T E M ベースの計測をインライン・プロセス制御に用いられることが可能になる。例えば、本発明による T E M 分析は、迅速なフィードバックをトラブルに対応するまたはプロセスを改善するためのプロセス・エンジニアに与えるためにウェハ製造施設内で利用できる。T E M によってのみ測定され得る非常に小さい特徴部分についてのこの種のプロセス制御は、従来技術の T E M サンプル調製の方法を用いては不可能である。

10

【 0 0 7 3 】

本発明は、幅広い適用可能性を有し、述べたような、上記例に示される多くの利益をもたらすことができる。本実施形態は、具体的な応用例に応じて大きく変わることになり、すべての実施形態が、すべての利益をもたらす、本発明によって達成可能な目的のすべてに適合するわけではない。例えば、好ましい実施形態において、T E M 薄片・サンプルは、サブ・ミクロンのスポットに集束されるガリウム・イオンのビームを発生させるためのガリウム液体金属イオン源を用いて作成される。そのような集束イオン・ビーム・システムは、例えば、本発明の譲受人である F E I カンパニーから市販されている。しかし、先の説明の大半は、F I B ミリングの使用に向けられているのであるが、所望の T E M サンプルを処理するために使用されるミリング・ビームは、例えば、電子ビーム、レーザ・ビーム、または例えば液体金属イオン源もしくはプラズマ・イオン源からの集束もしくは成形イオン・ビーム、あるいは他の任意の荷電粒子ビームを含んでよい。

20

【 0 0 7 4 】

また、上述の本発明は、ダイ・トゥ・ダイ A D R またはセル・トゥ・セル A D R によって欠陥を識別できる自動欠陥レビュー (A D R) 技法を用いて使用可能である。欠陥を含む 薄片 は、ミリングの 位置決めマーク の有無に関わらず作成され、除去され得る。先の説明の大半は、半導体ウェハに向けられているのであるが、本発明は、任意の適当な基板または表面に適用されてよい。さらに、「自動 (a u t o m a t i c) 」 「自動化した、自動 (a u t o m a t e d) 」 という用語、または類似する用語が、本明細書中で使用されるときはいつでも、それら用語は、自動または自動化したプロセスまたはステップの手動開始を含むと理解されよう。添付図面は、本発明の理解に役立つものであり、別段の指示がない限り、正確な縮尺率で描かれていない。

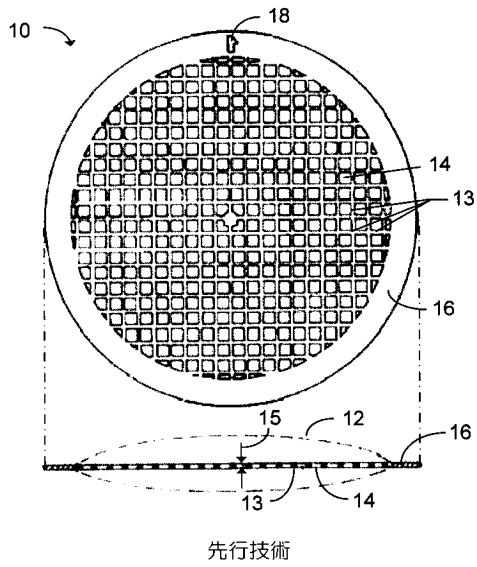
30

【 0 0 7 5 】

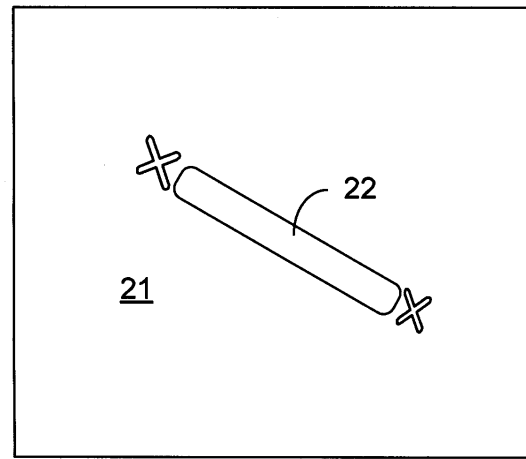
本発明および本発明の利点を詳細に説明してきたが、様々な変形、置換、および変更が、本明細書に記載した本実施形態に対して添付の特許請求の範囲によって画定される本発明の精神および範囲から逸脱することなくなされ得ることを理解されたい。さらに、本発明の範囲は、本明細書に記載したプロセス、機械、製造物、組成物、手段、方法、およびステップの具体的な実施形態に限定されるものではない。当業者が、本発明の開示から容易に理解するように、本明細書に記載した対応する実施形態と実質的に同じ機能を行いまたは実質的に同じ結果を達成する現在存在するまたは後に開発されるプロセス、機械、製造物、組成物、手段、方法、またはステップは、本発明によって利用され得る。したがって、添付の特許請求の範囲は、それらの範囲内にそうしたプロセス、機械、製造物、組成物、手段、方法、またはステップを含むものである。

40

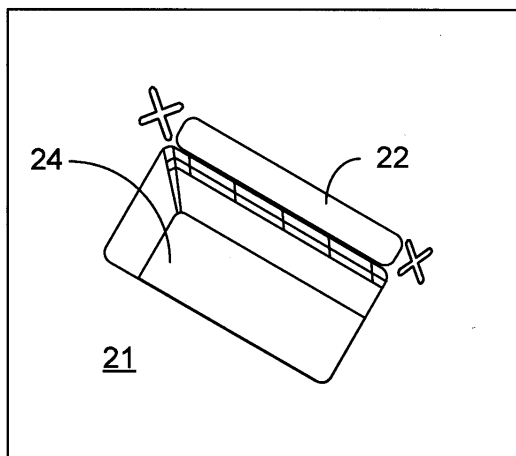
【図 1】



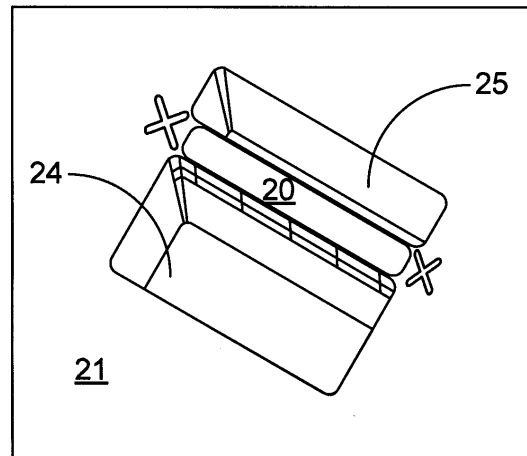
【図 2】



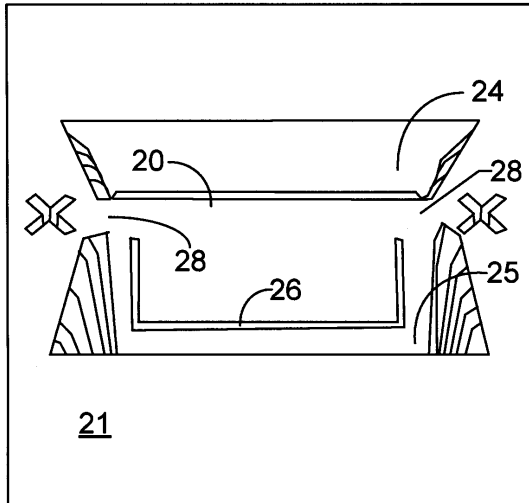
【図 3】



【図 4】

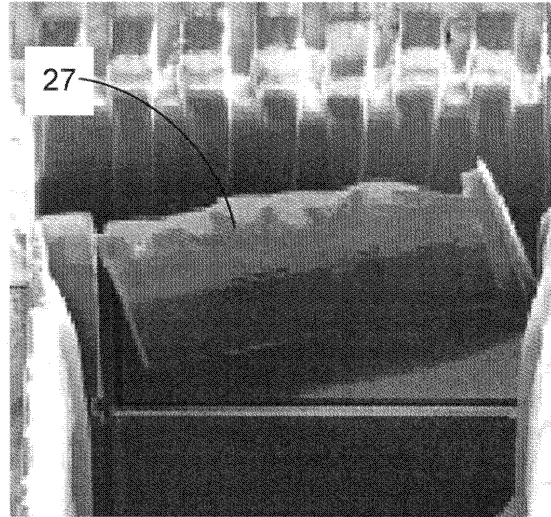


【図 5】



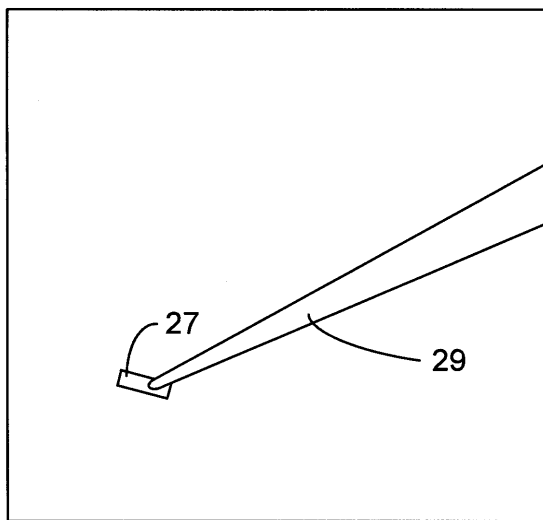
先行技術

【図 6】



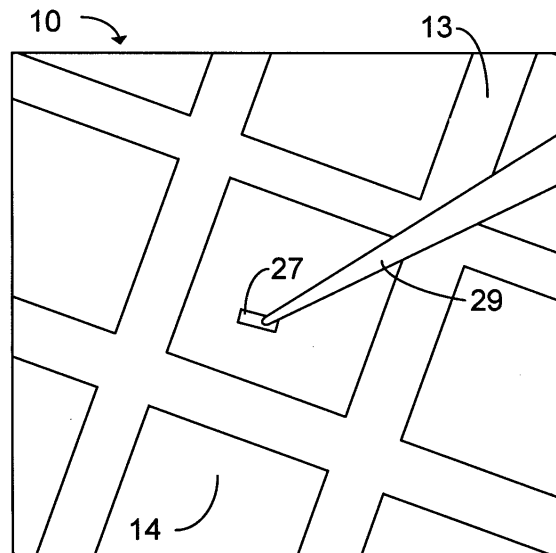
先行技術

【図 7】



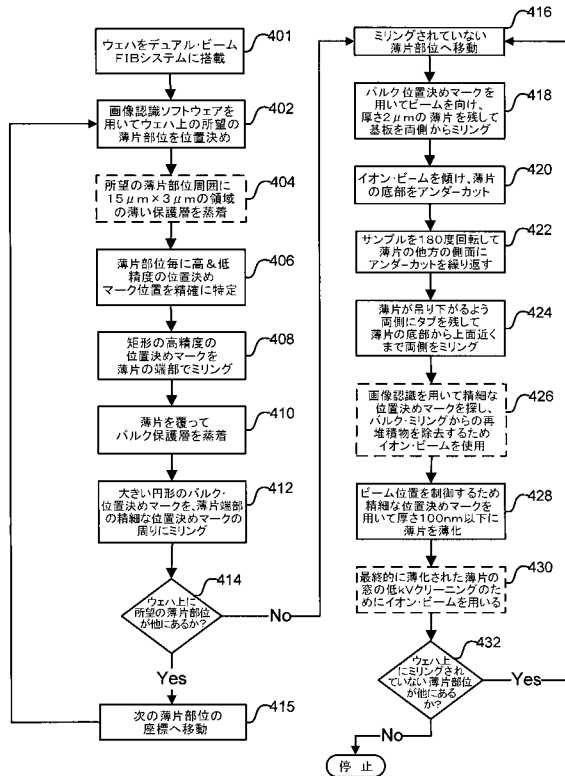
先行技術

【図 8】

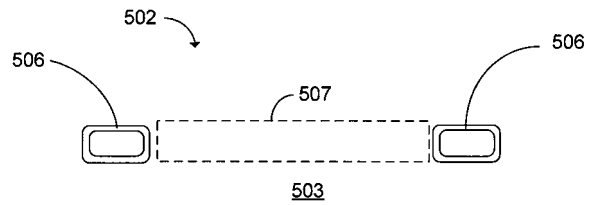


先行技術

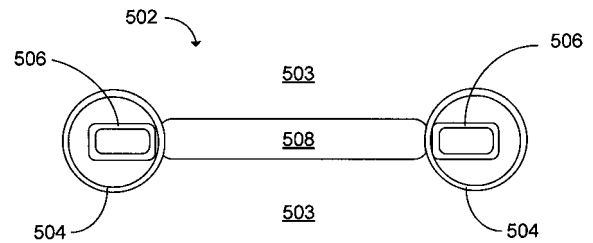
【図 9】



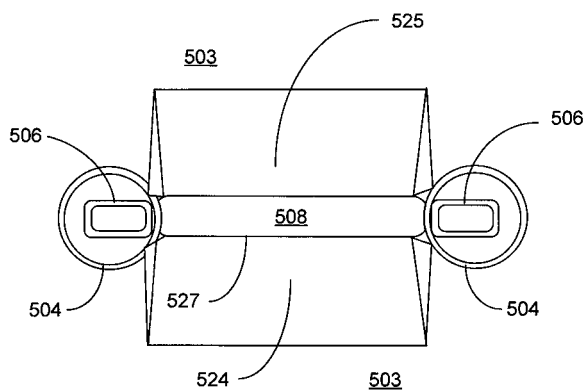
【図 10】



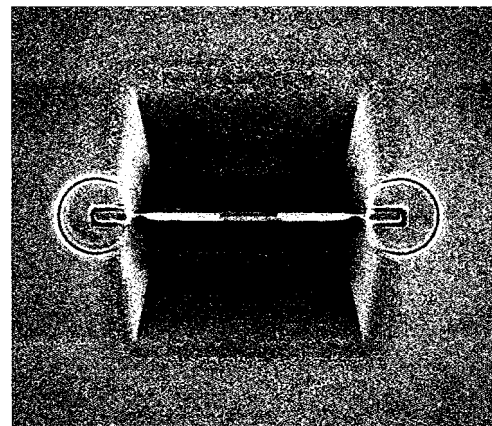
【図 11】



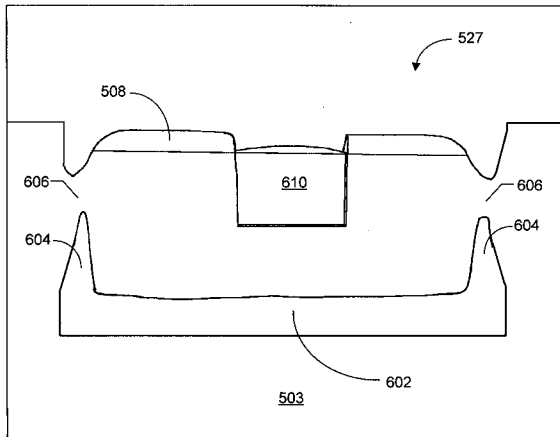
【図 12】



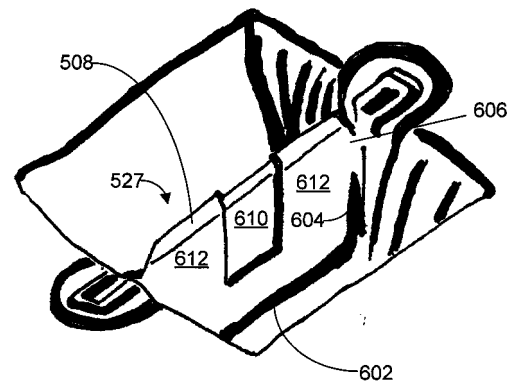
【図 13】



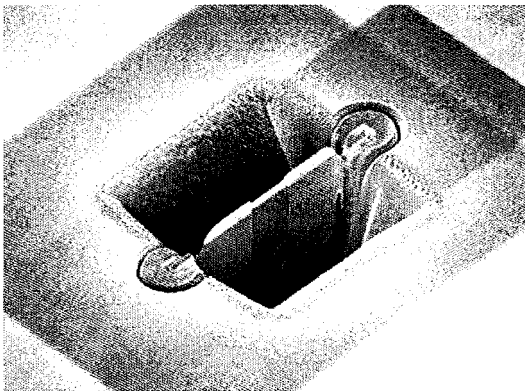
【図 14】



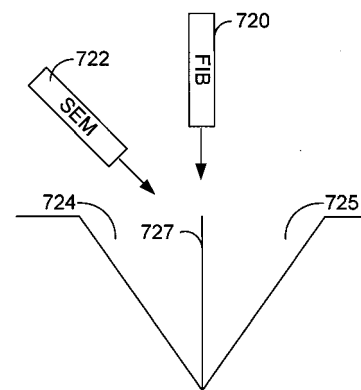
【図 15】



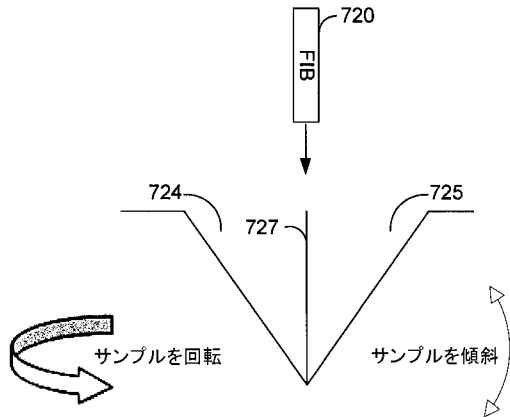
【図 16】



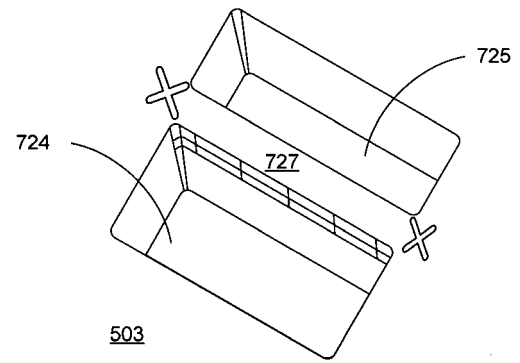
【図 17 A】



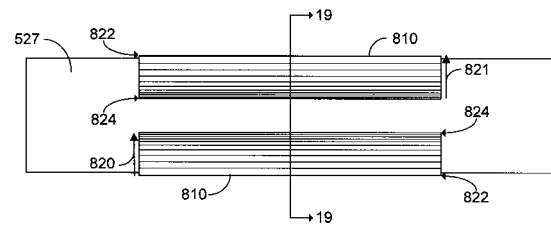
【図 17 B】



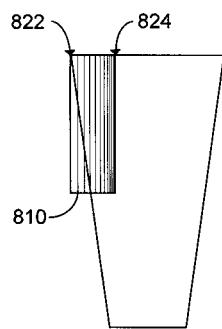
【図 17 C】



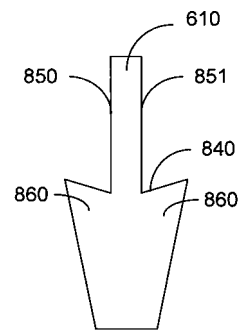
【図 18】



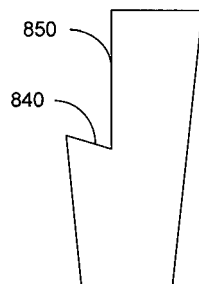
【図 19 A】



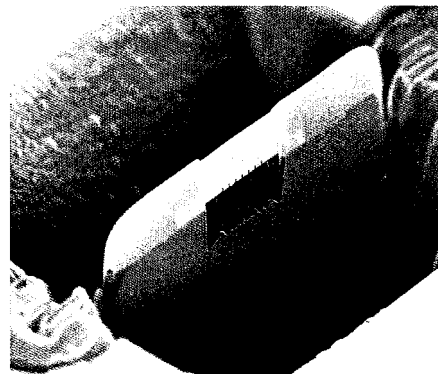
【図 19 C】



【図 19 B】



【図 20】



フロントページの続き

(72)発明者 ジェイソン・アルジャヴァック

アメリカ合衆国 オレゴン州 97231-1905 ポートランド エヌダブリュー ロジー・
トレイル 18912

審査官 土岐 和雅

(56)参考文献 特開平08-005528(JP,A)

特開平09-306411(JP,A)

特開平11-250851(JP,A)

特開昭62-174918(JP,A)

特開昭60-136315(JP,A)

特開2000-035390(JP,A)

国際公開第99/005506(WO,A1)

特表2002-503870(JP,A)

特開2002-141382(JP,A)

特開2002-148159(JP,A)

特開2004-164966(JP,A)

国際公開第2005/003736(WO,A1)

特開平06-342750(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N1/00~1/44、23/00~23/22、H01J37/20~37/36