



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106370680 B

(45)授权公告日 2019.04.23

(21)申请号 201610806416.1

(22)申请日 2016.07.22

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106370680 A

(43)申请公布日 2017.02.01

(30)优先权数据

62/196246 2015.07.23 US

(73)专利权人 FEI公司

地址 美国俄勒冈州

(72)发明人 C·布歇-马奎 张亮 L·普兰

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 周学斌 刘春元

(51)Int.Cl.

G01N 23/22(2018.01)

G01N 23/2251(2018.01)

(56)对比文件

US 2010/0288925 A1, 2010.11.18,

EP 2056332 A1, 2009.05.06,

M.Hayashida et al..High-precision alignment of electron tomography tilt series using markers formed in helium-ion microscope.《Micron》.2013, 第50卷第29-34页.

M.Hayashida et al..High-precision alignment of electron tomography tilt series using markers formed in helium-ion microscope.《Micron》.2013, 第50卷第29-34页.

M.K.Miller et al..Strategies for fabricating atom probe specimens with a dual beam FIB.《ultramicroscopy》.2005, 第102卷(第4期), 第287-298页.

审查员 周晓晴

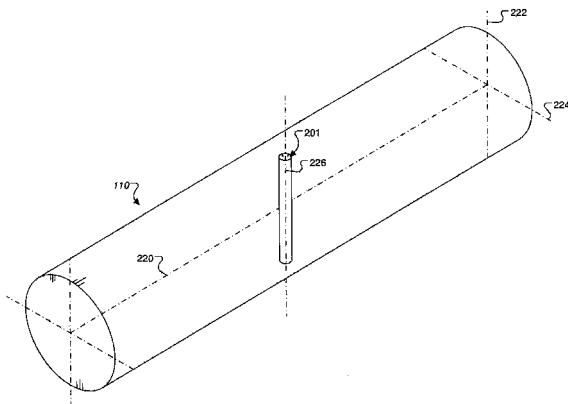
权利要求书3页 说明书14页 附图13页

(54)发明名称

用于TEM/STEM层析成像倾斜系列采集和对准的基准形成

(57)摘要

B 提供了通过使用带电粒子束来创建基准孔并且使用基准孔来改善样品定位、层析成像数据集的采集、对准、重建以及可视化以改善层析成像的方法。一些版本在铣削样品的过程期间用离子束来创建基准孔。其它的版本在采集层析成像数据系列之前使用电子束在TEM内原位创建基准孔。在一些版本中，围绕感兴趣区域战略性地制作、定位多组基准孔。基准孔可用于在采集期间正确地定位感兴趣的特征，并且之后有助于更好地对准倾斜系列，以及改善最终重建的准确度和分辨率。操作员或软件可以用层析成像特征追踪技术来识别待追踪的孔。



1. 一种柱形样品的层析成像分析方法,包括:

(a) 将样品处的一个或多个带电粒子束进行引导,以便将所述样品成形为柱;

(b) 将所述样品定位在第一位置中,并且在所述样品处对处于停顿操作模式的带电粒子束之一进行引导,以便创建第一基准孔,所述第一基准孔纵长地穿透到所述样品的一侧中达到大于或等于所述柱的半径的80%的深度,并且与所述柱的纵轴或该纵轴的平行线形成从30°至90°的范围内的角度;

(c) 在创建所述第一基准孔之后,为了倾斜系列层析成像数据扫描而对所述样品进行定位;

(d) 进行所述样品的倾斜系列层析成像数据扫描;并且

(e) 基于所述第一基准孔在所述层析成像数据扫描中的位置,改善从所述层析成像数据扫描获得的层析成像数据的准确度。

2. 根据权利要求1所述的方法,进一步包括将所述样品定位在第二位置中,并且在所述样品处对所述带电粒子束之一进行引导,以便在所述样品中创建第二基准孔,并且其中基于所述第一和第二基准孔在所述层析成像数据扫描中的位置来改善所述层析成像数据的准确度。

3. 根据权利要求2所述的方法,其中成形用于层析成像的样品包括使用聚焦离子束形成样品柱,所述样品柱包括样品中的感兴趣区域,并且其中所述第一和第二基准孔被定位在所述感兴趣区域的外面,并且进一步包括将所述样品定位在第三位置中并使用所述带电粒子束之一来创建第三基准孔,并且将所述样品定位在第四位置中并采用所述带电粒子束之一来创建第四基准孔,所述第三和第四基准孔被定位在所述感兴趣区域的外面,与所述第一和第二基准孔相对。

4. 根据权利要求2所述的方法,其中所述第一和第二基准孔被定位在正交的方向。

5. 根据权利要求1所述的方法,其中在进行倾斜系列层析成像数据扫描的透射电子显微镜中原位执行创建所述第一基准孔。

6. 根据权利要求1所述的方法,其中形成所述第一基准孔,将所述样品保持在倾斜的层析成像保持器中,并且在所述倾斜的样品保持器中通过透射电子显微镜执行倾斜系列层析成像数据扫描。

7. 根据权利要求1所述的方法,其中所述第一基准孔是从所述柱的弯曲外表面至少到所述柱的纵轴径向穿透到所述样品中的孔。

8. 根据权利要求7所述的方法,进一步包括将所述样品定位在第二位置中,并且在所述样品处对所述带电粒子束之一进行引导,以便在所述样品中创建第二基准孔,并且其中所述第一和第二孔在它们相应的方向上完全穿过所述样品。

9. 根据权利要求8所述的方法,其中沿着一个公共平面形成所述第一和第二孔。

10. 根据权利要求1所述的方法,其中成形用于层析成像的所述样品包括使用聚焦离子束形成样品柱,所述样品柱包括样品中的感兴趣区域,并且通过绕所述柱形的纵轴倾斜样品而进行倾斜系列层析成像数据扫描,并且使用透射电子显微镜基本上垂直于所述柱形的纵轴进行扫描。

11. 根据权利要求1所述的方法,其中改善所述层析成像数据的准确度包括通过识别所述第一基准孔改善层析成像重建,以便改善数据集相对于仅依赖于互相关对准的对准。

12. 根据权利要求1所述的方法,其中改善所述层析成像数据的准确度包括识别所述第一基准孔,同时将所述样品定位在所述倾斜系列层析成像数据扫描的连续数据扫描中。

13. 根据权利要求1所述的方法,其中改善所述层析成像数据的准确度包括在所述层析成像数据集的对准期间将所述第一基准孔识别为特征追踪技术的目标,以及

将所述第一基准孔识别为特征追踪技术的目标包括识别或向特征追踪软件提供在所述第一基准孔与所述柱的纵轴或所述纵轴的平行线之间形成的角度。

14. 一种分析样品的方法,包括:

(a) 提供圆锥形或柱形的样品;

(b) 在带电粒子束系统中将样品维持在第一位置处,同时在所述样品处对带电粒子束进行引导,以便创建第一基准孔,所述第一基准孔纵向地穿到所述样品的一侧中达到大于或等于所述样品的半径的80%的深度,并且与所述样品的纵轴或该纵轴的平行线形成从30°至90°的范围内的角度;

(c) 在创建所述第一基准孔之后,将所述样品定位在用于倾斜系列层析成像数据扫描的显微镜中;

(d) 采用所述显微镜进行所述样品的倾斜系列层析成像数据扫描;并且

(e) 基于第一基准孔在所述层析成像数据扫描中的位置来对准从所述层析成像数据扫描获得的数据。

15. 根据权利要求14所述的方法,其中在所述样品处对带电粒子束进行引导以便创建第一基准孔包括将电子束朝向所述样品进行引导。

16. 根据权利要求15所述的方法,其中用显微镜进行所述样品的倾斜系列层析成像数据扫描包括采用电子显微镜进行所述样品的倾斜系列层析成像数据扫描。

17. 根据权利要求14所述的方法,进一步包括将所述样品在所述带电粒子束显微镜中定位在第二位置中,并且在所述样品处对所述带电粒子束进行引导以创建第二基准孔,并且其中进一步基于所述第二基准孔的位置来改善所述层析成像数据的准确度。

18. 根据权利要求15所述的方法,其中所述样品是柱,所述柱具有小于200nm的厚度并且包括感兴趣区域,并且其中所述第一和第二基准孔是朝向所述感兴趣区域的第一末端提供的孔,并且进一步包括朝向与所述第一末端相对的所述感兴趣区域的第二末端通过所述样品形成第三和第四基准孔,并且其中进一步基于所述第三和第四基准孔的位置来改善所述层析成像数据的准确度。

19. 根据权利要求14所述的方法,其中所述样品被形成为圆柱形的柱形,并且通过绕所述柱形的纵轴倾斜所述样品并且用显微镜基本上垂直于所述柱形的纵轴扫描而进行所述倾斜系列层析成像数据扫描。

20. 根据权利要求14所述的方法,进一步包括根据层析成像数据扫描重建所述样品的3D体积,

其中在重建过程的对准步骤期间执行对准来自所述层析成像数据的数据,所述对准步骤包括将所述第一基准孔识别为待追踪的特征,以及

使用特征追踪算法并且通过识别或向特征追踪软件提供在所述第一基准孔与所述样品的纵轴或所述纵轴的平行线之间形成的角度来执行将所述第一基准孔识别为待追踪的特征。

21. 根据权利要求14所述的方法,进一步包括识别所述第一基准孔,同时将所述样品定位用于所述倾斜系列层析成像数据扫描中的连续扫描,以便更好地定位所述样品。

22. 一种形成层析成像的方法,包括:

提供柱形样品;

在形成所述柱形样品之后,在所述柱形样品中形成基准孔,所述基准孔纵长地穿透到所述样品的一侧中达到大于或等于所述柱形样品的半径的80%的深度,并且与所述柱形样品的纵轴或该纵轴的平行线形成从30°至90°的范围内的角度;

使用显微镜进行所述柱形样品的倾斜系列层析成像数据扫描;并且

基于基准孔在所述层析成像数据扫描中的位置,对准所述层析成像数据扫描中的数据。

23. 根据权利要求22所述的方法,其中在所述柱形样品中形成基准孔包括使用带电粒子束在所述柱中形成孔。

24. 根据权利要求22所述的方法,其中对准所述层析成像数据扫描中的数据包括对准一个水平内的扫描。

25. 根据权利要求22所述的方法,其中对准所述层析成像数据扫描中的数据包括对准来自不同水平的图像。

## 用于TEM/STEM层析成像倾斜系列采集和对准的基准形成

[0001] 本申请要求享有于2015年7月23日提交的美国临时申请62/196,246的优先权，该美国临时申请通过参考被结合在本文中。

### 技术领域

[0002] 本发明涉及一种用于在样品中创建供随着层析成像过程特别是在带电粒子显微镜层析成像中使用的基准结构的过程。

### 【0003】发明背景

[0004] 现代层析成像是通过组合感兴趣物体的2D投影来形成三维物体的数据模型的过程，所述感兴趣物体的2D投影典型地通过使用任何类型的穿透粒子或波而获得。层析成像是一种快速发展的成像技术，在各种领域中具有广泛的应用，诸如但不局限于医学、牙科学、生物学、环境、毒理学、矿物学和电子学。层析成像过程使用各种工具（诸如X射线系统、透射电子显微镜（TEM）、扫描透射电子显微镜（STEM）和/或原子探针显微镜（APM））来获得各种类型的信息，例如诸如样品的原子结构和化学分析。典型地，通过背投影在不同角度处通过样品采集的一系列2D图像来获得3D层析成像数据集，或者在APM的情况下通过从撞击位置敏感探测器的一系列场蒸发原子重建体积来获得3D层析成像数据集。

[0005] TEM和STEM允许观察者看到纳米级的极小特征，并且允许分析样品的内部结构。为了方便起见，提到TEM和STEM将用术语“S/TEM”指示，并且提到制备用于S/TEM的样品将被理解为包括制备用于在TEM或STEM中观察的样品。样品必须足够薄，以允许射束中的许多电子行进通过样品并且在相对侧上离开。薄S/TEM材料和电子样品经常被视为薄切片，被称为从块状样品材料切下的“薄片”。这种薄片典型地小于100–200nm厚，但是对于一些应用，薄片必须是相当较薄。在S/TEM层析成像中，电子束通过薄片并且当递增地倾斜显微镜台时采集图像。在该过程期间，样本围绕设定的轴旋转，以允许感兴趣的特征保留在视场中。然后，获得原始结构的三维重建。当薄片被倾斜时，射束（显微镜的光轴）和薄片表面之间的角度减小，并且穿过样本的射束路径长度增加，限制了可以使用的倾斜角度，并且在重建的体积中产生了不期望有的“缺少的楔效应”。该缺少的信息限制了重建体积的分辨率，并且如果从它们的侧面（常规地沿着它们的z轴）观察的话，产生了看起来伸长的体积。

[0006] 一些近来的S/TEM层析成像技术使用柱形样品，它们名义上是圆柱形并且包含期望通过电子层析成像进行检查的兴趣区域（ROI）。“柱”或者“柱形的”指任何层析成像样品，使得位于垂直于柱的纵轴的平面中的射束可以从任何方向穿过样品。柱或柱形样品典型地是大致圆形对称的（圆柱形的或圆锥形的）。柱形样品和旋转保持器一起使用提供了两种优势：它们允许全旋转，以消除缺少的楔伪影，并且当围绕柱的纵轴进行旋转时（例如，对于电子能量损失光谱学（EELS）研究是期望的），它们提供在所有旋转角度处具有恒定的投影厚度的样品。

[0007] 在生命科学中，已经证明将类似金颗粒的基准添加到样品的技术对于改善在截面类型样品上的3D重建的质量是有用的（大多是因为采集期间，样品在射束下局部变形）。

[0008] 在用于材料科学样品和半导体设备样品的S/TEM层析成像的当前方法中，柱样品

倾斜系列的对准主要依赖于通过倾斜系列的图像对之间的互相关。在重建阶段期间，也已经由比利时和德国的研究小组 (IMEC, EMAT, Antwerp大学, IFW Dresden) 使用离散代数重建技术 (DART) 层析成像进行了对准。而且，对准来自在柱样品上采集的STEM层析成像的+/-90度倾斜系列的当前过程尚未变为例程，并且主要由操作员手动地进行，对于超过互相关的对准，具有低重复性和很少的专用软件特征。

## 发明内容

- [0009] 本发明的目的是改进柱形样品的层析成像。
- [0010] 提供了方法以使用带电粒子束创建基准孔，并且在对于这种类型的样本的层析成像数据集的采集、对准、重建和可视化期间，使用基准孔来改善样品定位。
- [0011] (a) 提供圆锥形的或柱形的样品用于通过层析成像进行检查；
- [0012] (b) 将带电粒子束系统中的样品定位在第一位置中，并且在样品处对带电粒子束进行引导以创建第一基准，并且优选至少两个基准。第一个基准处于任何定向，并且第二个基准在围绕其纵轴旋转柱形样本90度之后。
- [0013] (c) 在创建第一基准之后，将样品定位在显微镜中用于进行一系列层析成像数据采集；
- [0014] (d) 用显微镜进行样品的一系列层析成像数据采集；
- [0015] (e) 基于第一基准在层析成像数据采集中的位置，对准层析成像数据扫描中的数据。
- [0016] 前面已经相当宽泛地概述了本发明的特征和技术优势，以便可以更好地理解随后的本发明的详细描述。之后将描述本发明的附加特征和优势。本领域技术人员应领会的是，公开的概念和特定实施例可以很容易被用作为了修改或设计用于执行本发明的相同目的的其它结构的基础。本领域技术人员也应当意识到，这种等同的构造不脱离如附属的权利要求书所阐述的本发明的精神和范围。

## 附图说明

- [0017] 为了透彻的理解本发明及其优势，现在结合附图参考以下的描述，在所述附图中：
- [0018] 图1示出了处于初始定向以便从大块基底制备用于TEM分析的样品的FIB系统。
- [0019] 图2A-B示出了根据一些实施例的被修改以形成基准孔的柱样品的连续透视图。
- [0020] 图2C-H示出了根据各种配置具有基准孔的不同布置的样品柱。
- [0021] 图2I示出了根据其它实施例的具有倾斜基准孔的柱样品的透视图。
- [0022] 图2J示出了图2I的柱样品的纵视图。
- [0023] 图3A是根据一些实施例的创建并采用基准孔的过程的流程图。
- [0024] 图3B是根据其它的实施例的使用离子束创建基准孔的过程的流程图。
- [0025] 图3C是用于创建并使用基准孔来改善针对一系列层析成像数据采集的样品柱位置准确度的过程的流程图。
- [0026] 图3D是用于创建并使用基准孔来改善针对一系列层析成像数据采集的重建的过程的流程图。
- [0027] 图4A是用于使用基准孔来改善层析成像数据采集中的数据准确度的更详细的过

程的流程图。

[0028] 图4B是用于改善连续的层析成像数据采集之间的样品位置准确度的更详细的过程的流程图。

[0029] 图 4C是用于使用基准孔的特征追踪执行层析成像重建的更详细的过程的流程图。

[0030] 图5是采用来执行本文中根据一些实施例的方法的TEM设备的示意图。

## 具体实施方式

[0031] 在一些实施例中,在铣削样品薄片或样品柱的过程期间,使用离子束创建基准孔。其它的实施例在采集层析成像数据系列或倾斜系列之前用TEM电子束原位创建基准孔。优选制作两组孔,但是可以创建至少一个到非常多的基准孔,基准孔的布置优选地被设计成在将它重建到3D体积中之前,对于层析成像过程期间或者在对准倾斜系列之后是有帮助的。孔可以相对于样品纵轴成直角,或者以其它的角度创建。在一些版本中,多组基准孔被制作、战略上地围绕感兴趣区域定位。孔优选完全穿过样品,但是一些版本可以提供至任何期望深度的孔。

[0032] 在采集期间,基准孔可以被采用来正确地保持感兴趣特征的位置,并且随后有助于更好地对准倾斜系列,并且改善最终重建的准确度和分辨率。当操作员试图采集未以完美笔直的方式被安装到倾斜的样品保持器的柱上的倾斜系列时,样品旋转导致旋进运动,由于样品相对于旋转的样品保持器或倾斜的样品保持器倾斜,该旋进运动示出为x,y和z方向的移位。根据本发明的基准孔有助于在层析成像采集期间校正这种问题。

[0033] 一些实施例通过将处于STEM停顿(dwell)或停放模式的射束以0度倾斜和90度倾斜放置成高于或低于感兴趣的特征,创建射束诱导的基准孔来形成基准孔的正交组,所述基准孔是全程通过柱样品的正交孔。其它的实施例用离子束形成基准孔,优选样品在其中最初被铣削的离子束设备,其中以正交的组或者其它的期望配置设置孔。这样的基准孔被用于通过倾斜系列追踪样品。基准孔后来在对准过程期间也是有用的,以改善对准的质量以及因此改善最终重建的质量。在一些实施例中,操作员或系统软件使用层析成像特征追踪技术来识别待追踪的孔。一些方法可以为处于不同深度的基准孔横截面测量或提供精确的尺寸,以便能够在样品上进行更好的3D计量。

[0034] 根据本发明,创建并且使用基准孔优选地不要求对用于矿物或者半导体样品的定制备协议做出显著的改变,并且优选地在TEM中观察研究中的结构之前不打乱研究中的结构。此外,本文中的技术可以在未使用传统的电子显微镜基准(诸如金颗粒)的情况下并且在无其它的湿污染物被添加到样品的情况下用于改善层析成像特征。本文中所描述的基准孔也可以填充有期望的材料或粒子,以增强例如准确度或计量。在某些情况下,带电粒子创建的基准孔可以和其它科学领域中的层析成像样品(诸如生物样品)一起应用。在倾斜系列的采集期间,被观察的并且通过柱存在的结构可以是非常重复的(尤其对于电子样品而言),并且取决于在样品的FIB铣削期间选取的切割定向,当样品倾斜时,可能难以使用常规的技术将感兴趣的特征保持在视场的中心。根据本文中的技术创建不同的基准通过改善在所述柱样品上执行的采集以及数据系列的对准的质量而有助于缓解这些问题。

[0035] 根据一些实施例,使用聚焦离子束或者其它的方法制备适合于S/TEM分析的柱、圆

锥或者其它的样品部分,以用于层析成像分析。使用FIB技术从大块材料上切下包含感兴趣区域(ROI)的样品。图1中示出了从大块材料切下样品的一个已知的示例,并且该示例在于2015年2月20日提交的,并且标题为“Fabrication of a Malleable Lamella for Correlative Atomic-Resolution Tomographic Analyses”美国专利申请No.14/627,770中进行了进一步描述,该申请要求于2014年3月5日提交的美国临时申请61/948,516的优先权,以上申请的内容均通过引用并入本文中。

[0036] 参考图1,块状样品材料108被加载到工具的样品台106上,该工具优选地为双射束FIB/STEM系统。台106可以提供多个运动轴,包括平移、旋转和倾斜,使得在薄片形成过程的每个步骤处可以实现样品的最佳定向。FIB柱102被示出处于用于在块状样品材料上执行初始铣削以创建用于S/TEM分析的样品柱的定向中。在该实施例中,基底108被定位成使其顶表面垂直于从FIB柱102发射的聚焦离子束104。任选地,保护层107被沉积在感兴趣区域上,例如通过射束诱导的铂、钨或者二氧化硅或碳的沉积,以保护感兴趣区域并且减少离子铣削人工因素(artifact)。可替换地或者除了先前描述的射束诱导的沉积之外,在将样品载入聚焦离子束系统之前,可以将保护性的覆盖层沉积到样品的表面上。具有处于该定向的基底108和FIB柱102执行大多数的粗糙的离子束铣削以创建柱110。由于离子束104的聚焦(即,收敛的圆锥形状)和路径,这种垂直铣削导致柱110从顶部到底部锥形化。也就是说,柱110在顶部比它在底部要细。在该实施例中,柱110在边界114处保持牢固地附接到基底108。对于其中在宽度或长度大于几十个微米的基底中形成柱110的情况,在柱可以被用在S/TEM中之前,必须从基底108去除柱110并且被减薄至电子透明。此外,当用垂直定向的离子束104铣削时,从基底108去除的材料可以被重新沉积到柱110的面上,以形成不期望的异质材料层112。类似地,使用高能聚焦离子束在基底中形成柱在FIB铣削的表面材料处导致元件111的薄混合层,并且样品用于离子铣削,典型地是镓、氩或者氪。层111和112的存在降低了S/TEM分析的质量,并且在柱110可以与S/TEM一起使用之前必须将层111和112去除或者抛光。

[0037] FIB系统可以被重新定位在倾斜的定向中以用于使用过度倾斜、抛光和/或根切(undercutting)对样品柱进行后处理。过度倾斜是从柱110的侧面去除锥形以便使柱110的面基本平行的过程。抛光是从柱110去除由先前的初始铣削累积在柱110上的(多个)层111和112的过程。根切是在边界114或接近边界114处从基底108局部或者全部分离柱110的过程。样品台106或FIB柱102绕柱110的长轴旋转一个角度。也就是说,样品台106或FIB柱102相对于由柱110的长轴定义的并且垂直于基底108的顶表面的平面旋转一个角度116。换言之,样品台106或FIB柱102绕着垂直于图1的薄片并且位于图1示出的柱110的横截面内的轴旋转,优选地靠近柱110的横截面中心。尽管描绘创建了圆柱形的柱状样品,但这不是限制,并且可以使用其它的形状。优选的可替换形状是关于纵轴对称的,诸如圆锥或者锥形柱。在不同的版本中可以采用其它的形状,诸如传统的薄片形状,其中薄片的尺寸和形状允许采集一些类型的倾斜系列。另外,虽然传统的矩形薄片不允许采集全+/-90度的倾斜系列,但是在一些应用中,可以使用极薄的矩形薄片,以允许采集+/-85度的倾斜系列。注意到虽然为了准确全+/-90度的倾斜系列是优选的,但可以采用本文中的技术以在使用小于全倾斜系列的系统的情况下发挥优势。例如,可以使用+/- 85度,+/- 80度,+/-75度,+/- 70度,+/- 65度或者+/-60度,并且可以采用本文中的技术以在几乎任何功能性的层析成像数据

扫描场景中发挥优势,其中传统的基准点是不期望的并且可以创建孔。事实上,由本文的技术提供的改善的准确度对具有有限的范围(诸如 $+/- 60$ 度)的扫描是有利的。

[0038] 为完成形成用于层析成像的期望的样品形状,或者在形成这种形状之后,使用自动化的纳米操纵器将样品转移到倾斜的样品保持器或者旋转的样品保持器,并且以已知的方式使用离子或电子束诱导的沉积过程或者使用机械机构或粘合材料将样品焊接到底座(mount)。除了前面提到的聚焦离子束铣削方法之外,可以由任何已知的常规技术形成样品柱110,包括但不限于机械成形以及宽射束离子铣削。样品可以被离子束沉积或用于某些应用的其它技术覆盖。通常,下面描述的过程将采用一系列的连续环形铣削并且以适当的方式将薄片成形为圆柱形的柱样本110。其它的版本可以将薄片成形为具有针形尖端,其中感兴趣区域被定位成朝向针尖。任何适当的FIB铣削过程可以被用于形成针形的样品。在Giannuzzi等人的“Repetitive Circumferential Milling for Sample Preparation”的美国专利No.7,442,924中显示并公开了一个示例,该专利被转让给本发明的受让者,其通过参考全部被并入本文中。

[0039] 图2A-B示出了根据一些实施例的被修改以形成基准孔的样品柱110的连续透视图。在图2A中,描绘的样品柱110被示出为被定位或者被保持成其纵轴220垂直于带电粒子束,带电离子束可以是离子束或者电子束,诸如一些版本中的TEM电子束。根据下面讨论的方法,如同所描述的,将带电粒子束沿着期望基准孔的中心轴226进行引导以创建第一基准孔201。在图2B中,样品110被示出为附接到旋转的样品保持器510,并且和横轴222一起旋转 $90^\circ$ ,先前被描述成垂直地定向,现在水平地定向,并且先前水平的横轴224现在相对于带电粒子束路径方向而垂直地定向,该带电粒子束路径方向在图中是垂直的。另一组基准孔203和204被显示成形成在感兴趣区域122的相对末端处。现在将进一步参考图3A-B的处理流程图和图2A-B来描述用于形成所描绘的基准孔201-204的优选过程。注意到虽然描述的柱被理想化地示出为圆柱体,实际上柱经常具有不均匀或者粗糙的表面,并且经常是针形的,具有圆末端而非优选的圆柱形的。这样,除非另外指明,如在本文中使用的词语柱、柱状的、圆锥或者圆锥形的不应当被限制为完美的圆柱体或者圆锥,并且不应当被限制为表面光滑的形状。另外,虽然期望柱、针或者圆锥样品是围绕中心轴旋转对称的,但是这种术语不应当被解释为要求完美的对称,这是因为不均匀、局部不对称、粗糙和歪斜经常存在于样品柱和其他的形状中。

[0040] 图3A是根据一些实施例的创建并采用基准孔的处理的流程图,在基准孔在其中将被检查的样品保持器中在原位创建基准孔。参考图3A,处理在方框300处开始,这里选用聚焦离子束铣削在样品中形成薄片,如在图1的示例中所讨论的。接下来在方框302处,过程围绕感兴趣的样品区域进行铣削,以形成感兴趣区域在其中将被检查的柱保持。形成样品柱的过程是已知的,并且对于涉及的特定样品类型,可以通过适当的方法进行。在样品柱形成之前或者期间,方框304处的过程将柱转移到层析成像保持器或者旋转底座,这可以通过已知的方法诸如离子束将柱焊接到纳米操纵器并且将其转移而实现,或者如果可使用的话,离子束将柱直接焊接到层析成像保持器。在该过程的某点处,将样品柱110切割或者以其他方式从基底108去除。将样品柱和薄片安装到层析成像保持器或倾斜保持器的过程是已知的,并且这里将不再进一步讨论。方框304包括将样品柱110定位成纵轴220垂直于带电粒子束。其它的版本可以提供与垂直偏移的某种角度。在一些版本中,带电粒子束可以是与

将被用于层析成像扫描的射束相同的射束,但是在其它的版本诸如图3B的版本中,离子束创建基准孔。在方框304处定位样品可以涉及将样品从离子束铣削设备移动至TEM,尽管其它实施例可以采用包括离子束和TEM的双射束设备,并且在方框304处仅将样品柱110重新定位在样品室内。

[0041] 在方框306处,过程将处于停顿模式的带电粒子束引导至样品上以创建第一基准孔201。如果TEM电子束被使用并设置在停顿模式中,则射束能量优选被设定到最高设定值,诸如200 KeV,但是不同的样品类型可以使用不同的射束能量。也可以根据样品类型来调节射束电流,但是对于优选的硅半导体样品,射束电流可以被设定为5nA。射束被引导到样品柱110上足够长,以创建期望深度或者通过柱的整个厚度的孔。穿过整个厚度典型地花费大约20秒到1分钟的时间,但是可以根据包括柱厚度的许多因素来变化,其可以从细柱(15 nm及以下)改变到较粗的柱或者围绕感兴趣区域可以为大约200nm厚或更厚的其它薄片。根据如下面进一步讨论的应用以及孔形成技术孔可以在尺寸方面变化。方框306处的过程可以任选地在相同的定向处创建另一个孔,但是在沿着柱的不同纵向位置(诸如第一孔201和第三孔203)被描绘在图2B中的感兴趣区域的任一侧上。如果创建了这种附加孔,则在此步骤中,可以纵向地调节样品柱位置,或者可以被旋转,如在方框308处所描述的,以创建第二基准孔202,并且然后纵向地调节以及重复步骤以创建第三孔203和第四孔204。如所示,孔优选地旋转分开90°并且通过一个公共面(也就是说,它们沿着柱处于相同的纵向位置处),但是在一些实施例中可以改变这些因素中的两个。另外,虽然描述了圆柱形孔,但实际的孔经常甚至不是基本圆柱形的,而是靠近表面或者靠近其上应用带电粒子束以形成孔的表面具有较大的直径。根据本文的过程所形成的孔在孔内壁中也经常具有粗糙度和不规则。

[0042] 在旋转之后,过程在方框310处创建类似于第一基准孔的第二基准孔。孔可以在深度上不同,具有相同的深度,或者完全穿过待检查的柱110或其它薄片的宽度。可以创建不同组的孔,包括处于不垂直于样品柱纵轴的角度处的孔,诸如例如在图2I和2J中示出的那些。在一些版本中,可以在期望的位置和对样品柱纵轴220以及横轴222和224的角度处创建仅一个孔。

[0043] 在完成基准孔的组(优选两个孔,或者两个孔的两组,每个总共四个孔)的情况下,过程进行到方框312,在那里它进行一系列层析成像数据采集,将具有样品柱110的保持器在每个连续采集之间进行旋转。优选围绕一个限定的轴诸如样品柱纵轴220进行旋转,然而这不是限制,并且可以使用末端-末端旋转,以及多轴旋转,经常成组的采集,首先绕第一期望轴旋转,并且随后绕第二期望轴旋转。优选用TEM进行扫描,但是在一些情况下可以用STEM进行扫描。因为TEM水平的层析成像扫描是本领域已知的,这里不再进一步对它们进行描述。

[0044] 在系列扫描之后或期间,在方框314处,过程使用第一和第二基准孔的位置改进样品定位、采集、对准、重建或者层析成像数据集的可视化,如下面进一步描述的。可以在层析成像过程的许多部分中进行这种改进,但是尤其是当重复结构存在于感兴趣区域中时,在重建过程期间通过倾斜系列改进互相关的可靠度在改进对准中是特别有用的。注意到尽管这里的流程图中描述了第一和第二基准孔,但是本发明的各种实施例可以在任何描述的过程中采用更多或更少的基准孔。例如,一种优选的版本使用四个基准孔,其布置成如在图2B中所描绘的那样。其它的版本可以使用更多的基准孔或者仅使用一个孔。本文的过程进一

步能够将以由带电粒子束创建的孔形式的基准放置成跨越典型的TEM基准(诸如金球体)不能被放置为跨越样品柱内部的位置。这对于诸如硅或者其它半导体之类的样品是特别有利的,否则这对于TEM水平下的基准放置提供很少的机会。

[0045] 图3B是根据其它实施例的使用离子束创建基准孔的过程的流程图,其用样品柱或其它薄片在其中被铣削的离子束设备创建基准孔。该过程类似于在方框300处用离子束铣削样品中的薄片的先前的过程。接下来在方框301处,过程围绕感兴趣的样品区域进行铣削以形成样品柱、圆锥、针或者其它的期望形状。接下来在方框303处,过程准备用离子束通过将样品相对于射束倾斜到第一位置而创建基准孔。在一些离子束设备中,射束位置也可以被倾斜。在一些实施例中,该过程方框将涉及从样品基底去除样品柱110并将它焊接或固定到纳米操纵器或者其它工具或倾斜的样品保持器。在其它的版本中,仍然附接到基底108的样品柱110被相对于离子束路径104而重新定位,以创建期望的位置和定向(例如,当期望不垂直于样品柱纵轴的基准孔时,可以使用这样的过程)。接下来在方框305处,将离子束引导到样品柱110上以创建第一基准孔201。在采用或不采用气体的情况下,根据用于样品材料的适当方法可以进行铣削。优选穿过样品形成第一孔,但是可以使用其它的基准孔深度,并且在获得期望的孔之后,停用离子束失活或使其无效。如在图3A的过程中,在旋转之前,如果期望的话,可以在相同的旋转角度处创建另外的基准孔(诸如孔203)或者过程可以直接进行到方框307,在那里它将样品旋转至期望的第二位置以创建第二基准孔202。在方框309处,过程类似地在样品处对离子束进行引导以产生第二基准孔202。在这之后,可以在其它的纵向位置处(优选在来自孔202的兴趣区域的相对侧处)形成其它的基准孔,例如诸如图2B的孔204。接下来,对于层析成像倾斜系列采集过程,过程将样品定位或转移,该过程继续进行并且本文中描述了采用基准孔来改进样品定位、采集、对准、重建或者层析成像数据集的可视化。

[0046] 注意到对于较大的图案,如果期望大孔,则所描述过程的离子束可以在小图案中移动以创建比射束宽度大的孔,或者可以调节射束宽度。在一些离子束设备中,形成的基准孔在表面处具有较大的直径,即使射束处于停顿模式中。对于较大的期望孔宽度,可以类似地修改图3A的过程。对于特定的样品类型,可以通过先前的实验测量或者表征孔的宽度,并且随后用于改进层析成像过程中的3D 计量。进一步地,尽管本文中讨论的示例过程采用了处于空状态的基准孔,但是孔可以填充有期望的材料或填充有基准标记物(例如诸如具有已知尺寸的金球体)以帮助计量。这样的过程将包括将具有已知尺寸的基准标记物放入基准孔内的步骤。

[0047] 因为完成的孔可以既用于为了层析成像扫描序列而精确地定位样品,又用于所采集数据的改进的处理,所以根据各种考虑而选择孔的数量和位置。图2C-H示出了根据各种配置的具有不同的基准孔布置的样品柱,以便提供来说明根据发明的各种方法可以如何使用基准孔的非限定性的示例。现在参考其它的基准孔配置,本发明的不同实施例可以是孔的许多不同配置,这取决于各种因素,诸如待检查的样品的形状和尺寸,感兴趣区域的形状和尺寸,层析成像扫描设备的可扫描区域尺寸,期望的分辨率以及涉及的特定材料,以列举在确定可以由本文的过程形成多少孔以及将为这些孔提供什么样的配置时可以考虑的一组非限定因素。

[0048] 图2C示出了在基准孔201和202的平面上获得的投影横截面图。这是基准孔的优选

配置,该配置具有通过样品柱110直径的所有方式。图中间的黑点仅指示描绘的圆形横截面的中心。在该版本中,第二组孔203和204被形成在距基准孔201和202不同的纵向位置处,诸如在图2B中描绘的用于不同组基准孔的纵向位置。在图2B的版本中,基准孔203和204被旋转地与孔201和202对准。然而,在图2C的示例中,从孔201和202偏移优选偏移45°(如由虚线示出的孔203和204所描绘的)旋转地形成基准孔203和204,它们被投影到平面上与孔201和202相比较。这种技术可以被用于沿着以本文中描述的各种配置中的任何配置的样品柱110在不同的位置处形成角度偏移的基准孔组,并且未专门给出其它配置作为示例。

[0049] 图2D示出了一种可替换的实施例,其中孔201和202不完全跨样品柱的整个直径而穿透样品柱110。而是,它们穿过多于一半的直径,但是不完全通过达至样品柱110的相对边缘。在大多数实施例中,期望使基准孔穿透到至少柱的中心,以便提供层析成像扫描数据中的参考数据,从而准确地对准柱中心处的特征,所述特征通常包含感兴趣区域122中的感兴趣的细节。

[0050] 图2E示出了另一种非优选的示例实施例,其中基准孔不穿过柱110的中心,而是可以是不同的或者可以是相同的偏移的偏移预定量。注意到在一些实施例中,偏移的基准孔也可以不穿过所有的路径至样品柱110的相对边缘。

[0051] 图2F示出了另一种横截面图,其中基准孔201和202不穿透所有的路径至柱110的中心,而是靠近中心,例如诸如深度为柱的径向尺寸的80%或90%。基准孔可以穿透至任何期望的深度,并且不同的孔可以具有不同的深度,诸如一个孔深度在80%以及一个孔深度在90%,或者一个孔深度在85%以及一个孔深度在95%。这种配置可以是期望的,例如当基准孔被用于纵向地定位在厚样品柱中的感兴趣区域的里面时,例如其中感兴趣区域比柱厚度小得多,并且定位在柱的中心处。另外,这种配置可以有助于通过提供在一些显微照片中心可见的间隙而改善各个采集的互相关校准。

[0052] 图2G示出了另一个横截面图,其中基准孔201穿过多于一半的样品柱110,而基准孔202穿过不到一半。图2H示出了另一个横截面图,其中特定的纵向位置处的孔组包括四个基准孔,每个从相邻的孔偏移90°,具有通过进一步旋转样品柱110并且引导射束(不论是离子还是其它的带电粒子束)而创建的额外孔205和206以创建新的基准孔。尽管在该实施例中示出了四个基准孔,其它的版本可以在样品柱110上的相同纵向位置处具有更多的基准孔,诸如5、6、7或8个。而且,尽管在该实施例中基准孔被示出为穿透大部分路径至设备的中心,但这不是限制,并且所讨论的基准孔配置可以提供处于任何深度的孔,包括浅得多或深的孔,例如在本文描述的任何实施例中,诸如孔半径或直径的10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%或者90%。通过首先测量射束在样品上的穿透比率(rate),并且然后从该比率计算时间长度以便将射束应用到样品上达期望的深度,可以创建具有目标深度的基准孔。

[0053] 图2I示出了根据其它实施例的具有倾斜的基准孔的柱样品的透视图。图2J示出了图2I的柱样品的纵视图。在该版本中,未垂直于样品柱或者其它样品(诸如圆锥、针、传统的薄片、楔或者期望进行层析成像采集的任何形状的样品)的纵轴对基准孔钻孔。在与图2B中使用的垂直平面示例呈一定角度处创建如在图中描绘的基准孔201和202,该角度在图2A的侧视图中更加容易看到。同样在该实施例中,两套基准孔被提供在感兴趣区域122的任一末端处,但这不是限制,可以采用更多或更少的组。诸如在图1中描绘的配置,例如在样品仍然附接到倾斜的样品保持器中的基板上时当期望形成孔时,这里描绘的配置是有用的。这样,

样品保持器和离子束可以被倾斜得尽可能远,以允许射束穿透样品柱110的侧面,但是配置可以不允许直接的垂直接近,这是因为射束将被其中已形成样品柱的基板的存在所阻挡。在这种情况下,期望角度尽可能的陡峭,也就是说,期望尽可能地接近90°。其它的版本可以使用与纵轴更浅或更陡的角度,例如30°、40°、45°、50°、60°、70°、80°,或者从平行于纵轴到垂直于纵轴的任何角度。在一些不常见的情况下,可以期望沿着纵轴或者平行于纵轴但朝向样品柱的选定侧面偏移的基准孔。进一步地,可以采用这种纵向基准孔,并结合本文中所描述的其它倾斜的或者垂直的孔。应当理解,虽然已经讨论了基准孔的若干种不同配置,但这不是限制,并且在本文描述的过程中可以使用其它的基准孔布置。

[0054] 图3C是用于创建并使用基准孔为一系列层析成像数据采集改善样品柱定位准确度的过程的流程图。类似于前面的两个过程,通过在方框320处使用聚焦离子束铣削在样品中形成薄片而开始该过程。方框320至330同样地继续进行关于图3A描述的用于创建基准孔的步骤。替代地,可以采用图3B的过程。接下来,在方框332处,过程为优选在如已描述的TEM中进行一系列高分辨率成像而定位样品。在方框332处,过程进行系列中的一个单次扫描,并且将作为结果的扫描数据保存到存储器中。接下来,在方框334处,为了下一次采集,过程通过所采用的倾斜的样品保持器或旋转的样品保持器的角度旋转而使柱旋转,角度旋转的量由特定过程使用的采集之间的期望的角度间隔确定。在旋转之后,方框334也基于第一和第二基准孔中的至少一个的观察位置来调节样品柱的位置。这种调节需要倾斜的样品保持器在比仅旋转方向更多的方向上是可移动的,并且可以校正旋进运动、过度旋转、旋转不足,或者其它不期望的位置不准确以将感兴趣区域放置在期望的位置中以用于层析成像扫描系列中的下一次扫描,如下面关于图4B进一步描述的。在方框334之后,过程返回到方框332并且进行下一次的扫描和序列。使用第一和第二潜在孔重复这些步骤以在每个连续的旋转运动中更加准确地定位样品柱110。不同的系统可以使操作员或者采用的视觉观察系统能够定位样品以仅观察样品柱的一个窄角度视图,这在一些情况下在任何时间可能仅能够观察一个孔开口。优选地,可用的观察角度将示出沿着样品柱110的弯曲表面至少90°的视图,这意味着至少一个孔开口对于方框334处的调节过程将始终是可见的。对于其中提供了较小观察视图的系统,可以需要多于四个孔开口,以便在每次旋转之后准确地追踪柱的位置。例如,一些版本可以在围绕样品柱110的圆周的相同的角度间隔处包括六个基准孔,其径向地穿透几乎一半进入样品柱 110内,诸如30%或40%通过样品柱的整个宽度。进一步指出的是,尽管样品外部的视觉或图像观察被用在该示例中,但是其它的版本可以使用X射线或初级较低分辨率扫描,或者甚至所采用的仅用于定位的目的的全分辨率层析成像扫描以在方框334处的每次连续旋转之后校正位置误差。

[0055] 图3D是用于创建并使用基准孔来改善一系列层析成像数据采集的重建的过程的流程图。所描绘的过程同样类似于图3A的过程从方框350到360进行,这形成样品柱110和基准孔。基准孔可以代替地由图3B的过程或者其它适当的过程形成。当形成了基准孔时,过程进行到方框362,在那里它进行样品柱的一系列层析成像数据采集。系列扫描可以包括在第一扫描之前并且在每次旋转或重新定位之后采用基准孔来校正样品位置,这同样已知为追踪过程,如关于图3C所描述的。当完成了层析成像数据扫描时,过程进行到方框364,在那里它进行层析成像重建倾斜系列,重建所采集的数据的3D体积。为了获得最好的重建,采用了使用基准孔作为被追踪的特征的特征追踪技术,从而增强对准过程的准确性。特征追踪可

以发生在重建之前的扫描的互相关对准中，并且也可以作为重建和可视化的一部分而发生，如下面进一步描述的。

[0056] 图4A是针对方框314的更详细过程的流程图，其包括使用基准孔改善层析成像数据扫描中的数据的准确度。在描绘的版本中，在方框314处开始子过程，并且继续进行到方框402，在那里开始对准来自倾斜系列的各个图像。方框402根据已知的技术进行层析成像投影的初始互相关。接下来在方框404处，过程识别并校正基准孔的任何移位，优选地通过经由投影数据上的图案识别来识别孔，或者通过操作员手动地标记孔或者查找相邻的采集之间或者可以是不相邻的相应图像对之间的孔移位。扫描数据被调节以校正移位并且相对于它们周围的扫描将基准孔放置在正确的定向和位置中。之后，在方框406处，过程进行最后的扫描互相关以将可能已经错误地与非等同特征相关的特征进行相关。这种错误现象可以尤其发生在例如具有重复结构的样品（诸如在那里出现重复的接点（诸如相邻的晶体管）的半导体样品）的扫描中。在最后的互相关之后，过程进行到方框408，在那里软件使用层析成像重建技术来重建3D体积，优选地是通过进行扫描的FFT，组合 FFT以及组合数据的3D逆FFT。在该步骤，可视化技术也可以被应用到数据。

[0057] 图4B是用于改善样品在连续的层析成像数据扫描之间的位置准确度的过程方框334的更详细阐述的流程图。当然，在系列中的第一次扫描之前，这种技术可以被用于准确地定位方框，并且可以进一步用于在系列第一次扫描的期望角位置中进行预扫描，其中基准孔被用于实现针对第一次扫描位置的期望对准，并且然后重复第一次扫描。旋进移动的物理校正仅典型地被用于其中样品保持器具有用于在比仅旋转维度更多的维度中进行调节的机构的系统。旋进移动典型地导致此时柱样品未笔直地沿着层析成像保持器的纵轴被焊接。旋转的样品保持器具有控制器，其配置成控制适当的移动机构以在每次扫描之间稍微地调整倾斜纵轴，并且在垂直于轴的两个方向上调节轴底部的位置，可以用于在每次扫描之间进行这种调节，以补偿弯曲地焊接到保持器的样品。位置调节过程优选在系统控制器的控制下自动进行，但是可以和操作员合作进行。子过程在方框412处开始，在方框412处它视觉上检查孔相对于样品柱110的先前图像的位置。过程可以使用TEM的视觉观察系统，或者也可以提供层析成像扫描数据的视觉输出，使得基于第一和第二基准孔中的至少一个的观察位置将获得的层析成像扫描用于在旋转之后调节样品柱的位置。该方框可以涉及视觉观察或者自动的图像处理。它可以包括操作员在视觉观察图像或端口中视觉地观察或者标记一个或多个基准孔开口的位置，或者可以包括在样品的先前获取的扫描或预扫描中视觉地或自动地观察或者标记一个或多个基准孔的位置。

[0058] 接下来在方框414处，在系列中的第一次扫描的情况下，过程识别并校正由角旋转引起的任何旋进移位或者旋进未对准。接下来在方框416处，过程识别并校正过度旋转、旋转不足或者其它不期望的位置不准确，以将感兴趣区域放置在用于层析成像扫描系列中的下一次扫描的期望位置。可以自动地进行孔的观察，并且软件基于指定的起始位置，并且基于角度旋转的量计算旋转之后第一或第二基准孔开口应当被观察的确切位置，并且计算期望的位置和旋转后的实际观察位置之间的距离。类似地，操作员可以通过观察一个或多个基准孔开口的位置而进行这种步骤。一些版本可以例如能够使操作员在旋转开始之前选择孔开口，并且系统可以使用图像识别技术来识别孔开口，并且然后在渐增旋转之后在数学上计算其期望的位置，并且将这种期望的位置投影到操作员的观察屏上，使得在方框416

处,操作员可以视觉地检测孔开口的期望位置和实际位置之间的差异。进一步注意到,尽管在该示例中使用了样品外部的视觉或者图像观察,但是其它的版本可以使用X射线或者初步较低分辨率层析成像扫描,或者甚至仅为了定位的目的而采用全分辨率层析成像扫描,以在方框416处在每次连续旋转之后校正位置误差,或者用于在方框414处进行调节。所注意的是,为了更精细的调节,可以重复在方框414和416中进行的观察和校正,例如在旋转校正之后,在另一旋进校正之前,可以进行旋进移动校正,以校正由旋转调节创建的任何进一步的误差。最后,在方框418处,过程继续到下一个扫描。

[0059] 图4C是用于使用基准孔的特征追踪执行层析成像重建的过程方框364的更详细的过程步骤的流程图。在层析成像系统中提供特征追踪技术,诸如由本发明的受让者FEI公司所提供的那些。子过程 364始于方框420,在那里操作员或软件手动地或自动地将基准孔识别为要被追踪的特征。这样的步骤可以包括为特征追踪软件识别或提供孔的实际角度,诸如垂直于纵轴。可以在一个或多个单独的扫描投影上或者在数据的初步重建上进行识别。接下来,过程进行到方框422,在那里软件计算或者建模被识别的基准孔的轨迹,以识别它们在投影的扫描数据中的理想位置。接着在方框424处,过程使用理想的位置来识别并校正系列中的每个倾斜扫描中的图像移位、倾斜角度和失真。这种特征可以和本文中描述的互相关技术结合起来进行。最后,在方框426处,使用如所讨论的适当技术,过程执行层析成像重建。

[0060] 图5是根据一些实施例的用于执行层析成像的TEM设备500的示意图。如描绘的,粒子源504沿着光轴502产生电子束。电子具有可选择的能量,典型地处于80-300keV之间,然而也可以使用例如400 keV-1MeV的较高能量或者例如50 keV的较低能量。电子束被聚光器系统506操纵以形成撞击到样品110上的平行光束,用倾斜的样品保持器510定位样品。倾斜的样品保持器510(“倾斜的样品保持器”,“旋转的样品保持器”,“层析成像保持器”)可以相对于光轴定位样品,并且在垂直于光轴的平面内使样品移位,并且关于垂直于光轴的倾斜轴514使样品倾斜。物镜512形成样品的放大图像。投影系统522在相机系统524上形成样品的放大图像,从而揭示例如0.1nm的样品细节。探测器可以采用例如CCD或CMOS相机的形式。

[0061] 为了对准轴上的光学部件,TEM包括大量的偏转器,其示意性地被示出为528-1至528-6,尽管可以包括其它地方上的其它偏转器。倾斜的样品保持器510和相机系统524由控制器526控制,控制器被装备成将倾斜系列转化为3D层析照片并且在屏幕525上可视化层析照片。注意为了可视化,可以采用专用的软件,诸如由本发明的受让者FEI公司提供的Tecnai™层析成像软件套件。

[0062] 为了在图中描绘的电子显微镜上执行本文中描述的各种方法,控制器526必须被编程以在存储器中储存经由相机系统524获取的图像,同时控制样品保持器510倾斜或者绕倾斜轴514以受控的倾斜速度旋转。另外,样品台应当能够在大角度(典型地为-80到+80度)上倾斜样品,以便获得足够的数据来组建样品的3D图像。控制器能够控制样品相对于光轴的位置,以便将感兴趣的体积保持在光轴上。这通过相应地控制偏转器(例如偏转器528-3至528-5)或者通过控制样品保持器510通过相对于固定的光轴机械地移动样品而进行。

[0063] 尽管获取了针对倾斜系列的图像,但是样品的位置必须被校正,使得感兴趣的体积停留在视图和焦点中。这典型地要求沿着光轴定位在1μm内(停留在焦点中)以及垂直于光轴振动水平处于小于一个像素(向后投影到样品)(典型地小于1nm)的相机帧时间内。注

意通过对准形成倾斜系列的图像来校正帧之间的位置偏差，只要感兴趣的体积被保持在视图中即可。能够进行这样的x/y/z定位的样品保持器是已知的，典型地使用了压电致动器以实现所需的刚性、速度和准确度。与用于使样品绕倾斜轴平滑地旋转的大角度倾斜马达组合，如同例如在编号为7,884,326的美国专利中描述的，可以被用于组建适当的样品保持器。倾斜的样品保持器也可以是一个轴上旋转层析成像保持器，诸如Fischione型号2050，其接受柱形的和圆锥形的样本，并且在倾斜的保持器中无普通的“缺少楔”特征的情况下也允许进行360°图像采集。轴上旋转层析成像保持器的特征是样品柱被插入其中的圆柱形的样本筒，能够接受FIB制备的样本。包含样本的样品柱被夹入安装在保持器主体内的样本筒内。在一些版本中，TEM可以包括测角仪，其通过一定范围的运动被倾斜，以帮助获取全部的层析成像倾斜系列。尽管示出了该特定的TEM设计，但这不是限制，并且可以采用任何具有层析成像能力的适当TEM或STEM作为本文中方法的一部分。另外，一些实施例可以使用双射束系统，包括用TEM或STEM的铣削离子束，尽管其它的版本可以使用两个独立的设备，并且将样品转移在样品保持器中。

[0064] 在一些实施例中，可以使用包含图像识别软件的双射束系统，诸如可购自马萨诸塞州的Natick的Cognex公司的软件，以便自动地识别感兴趣的区域，并且然后系统可以手动地或者自动地提取样品并且根据本发明在那里创建基准孔。例如，系统可以自动地在包括多个设备的半导体晶片上定位相似的特征，并且获得位于不同的(或相同的)设备上的那些特征的样品，根据本文中的技术在每个样品中创建基准孔。

[0065] 本文中描述的特征的组合不应当被解释为限定性的，并且本文中的特征可以被用在根据本发明的任何工作组合或子组合中。该描述因此应当被解释为在美国专利法和任何相关的外国专利法之下来提供书面支持，用于本文中的特征的任何工作组合或子组合。

[0066] 本发明的一些实施例提供了一种柱形样品的层析成像分析的方法，包括：

[0067] 在样品处引导一个或多个带电粒子束以将所述样品成形为用于层析成像的柱形；

[0068] 将所述样品定位在第一位置中，并且在样品处对处于停顿操作模式的所述带电粒子束中的一个进行引导以在所述样品中创建第一基准孔；

[0069] 在创建所述第一基准孔之后，针对进行一系列层析成像数据扫描而定位所述样品；

[0070] 进行所述样品的一系列层析成像数据扫描；以及

[0071] 基于所述第一基准孔在所述层析成像数据扫描中的位置来改善所述层析成像数据扫描中层析成像数据的准确度。

[0072] 在一些实施例中，所述方法进一步包括将所述样品定位在第二位置中，并且在所述样品处对所述带电粒子束中的一个进行引导以在所述样品中创建第二基准孔，并且其中基于所述第一和第二基准孔在所述层析成像数据扫描中的位置来改善所述层析成像数据的准确度。

[0073] 在一些实施例中，使用于层析成像的样品成形包括使用聚焦离子束以形成样品柱，其包括样品中的感兴趣区域，以及其中所述第一和第二基准孔被定位在感兴趣区域的外面，并且进一步包括将所述样品定位在第三位置中并且用所述带电粒子束中的一个来创建第三基准孔，以及将所述样品定位在第四位置中并且用所述带电粒子束中的一个来创建第四基准孔，所述第三和第四基准孔被定位在感兴趣区域的外面，与所述第一和第二基准

孔相对。

[0074] 在一些实施例中,所述第一和第二基准孔被定向在正交的方向。

[0075] 在一些实施例中,在进行系列层析成像数据采集的透射电子显微镜中原位执行创建所述第一基准孔。

[0076] 在一些实施例中,将所述样品保持在倾斜的层析成像保持器中形成所述第一基准孔,并且通过透射电子显微镜在倾斜的样品保持器中执行所述系列层析成像数据采集。

[0077] 在一些实施例中,创建所述第一基准孔包括沿着第一方向穿过至少一半的样品创建第一孔。

[0078] 在一些实施例中,所述方法进一步包括将所述样品定位在第二位置,并且在所述样品处对所述带电粒子束中的一个进行引导以在所述样品中创建第二基准孔,并且其中所述第一和第二孔在它们相应的方向上完全穿过所述样品。

[0079] 在一些实施例中,沿着公共平面形成所述第一和第二孔。

[0080] 在一些实施例中,使用于层析成像的所述样品成形包括使用聚焦离子束以形成样品柱,所述样品柱包括样品中的感兴趣区域,以及通过绕所述柱形的纵轴倾斜所述样品并且用透射电子显微镜大约垂直于所述柱形的纵轴进行扫描来进行系列层析成像数据扫描,并且用透射电子显微镜大约垂直于所述柱形的纵轴进行扫描。

[0081] 在一些实施例中,改善所述层析成像数据的准确度包括通过识别所述第一基准孔以改善数据集相对于仅依赖于互相关对准的对准来改善层析成像重建。

[0082] 在一些实施例中,改善所述层析成像数据的准确度包括识别所述第一基准孔,同时将所述样品定位在系列层析成像数据采集的连续层析成像数据采集中。

[0083] 在一些实施例中,改善所述层析成像数据的准确度包括在所述层析成像数据集的对准期间将所述第一基准孔识别为用于特征追踪技术的目标特征。

[0084] 本发明的一些实施例提供了一种分析样品的方法,包括:

[0085] 提供圆锥形或柱形的样品以用于通过层析成像进行检查;

[0086] 将所述带电粒子束系统中的样品定位在第一位置中,并且在所述样品处对带电粒子束进行引导以创建第一基准;

[0087] 在创建所述第一基准之后,将所述样品定位在用于一系列层析成像数据扫描的显微镜中;

[0088] 用所述显微镜进行所述样品的一系列层析成像数据扫描;以及

[0089] 基于所述第一基准在所述层析成像数据扫描中的位置来对准所述层析成像数据采集中的数据。

[0090] 在一些实施例中,在所述样品处对带电粒子束进行引导以创建第一基准包括引导电子束朝向所述样品。

[0091] 在一些实施例中,用显微镜进行样品的一系列层析成像数据扫描包括用电子显微镜进行所述样品的一系列层析成像数据采集。

[0092] 在一些实施例中,所述方法进一步包括将所述样品定位在带电粒子束显微镜第二位置中,并且在所述样品处对带电粒子束进行引导以创建第二基准,并且其中进一步基于所述第二基准的位置来改善所述层析成像数据的准确度。

[0093] 在一些实施例中,在所述样品处对带电粒子束进行引导以创建第一基准包括引导

带电粒子束以在样品中形成第一孔。

[0094] 在一些实施例中,所述样品是柱,所述柱具有的厚度小于200nm并且包括感兴趣区域,并且其中所述第一和第二基准是朝向感兴趣区域的第一末端提供的孔,并且进一步包括朝向与感兴趣区域的所述第一末端相对的第二末端通过所述样品形成第三和第四基准孔,并且其中进一步基于所述第三和第四基准孔的位置来改善所述层析成像数据的准确度。

[0095] 在一些实施例中,所述样品被形成为圆柱形的柱形,以及通过绕所述柱形的纵轴倾斜所述样品并且用显微镜大约垂直于所述柱形的纵轴扫描来进行系列层析成像数据扫描。

[0096] 在一些实施例中,对准来自所述层析成像数据的数据包括在重建过程的对准期间通过用特征追踪算法将所述第一基准识别为待追踪的特征来改善层析成像重建。

[0097] 在一些实施例中,所述方法进一步包括识别所述第一基准孔,同时将所述样品定位在系列层析成像数据采集的连续基准孔中以更好地定位所述样品。

[0098] 一些实施例提供一种形成层析成像的方法,包括:

[0099] 提供柱形样品;

[0100] 在形成所述柱形样品之后,在所述柱形样品上形成基准;

[0101] 用显微镜进行所述样品的一系列层析成像数据扫描;以及

[0102] 基于基准在所述层析成像数据扫描中的位置来对准所述层析成像数据扫描中的数据。

[0103] 在一些实施例中,在所述柱形样品上形成基准包括使用带电粒子束在所述柱中形成孔。

[0104] 在一些实施例中,对准所述层析成像数据扫描中的数据包括对准一个水平内的扫描。

[0105] 在一些实施例中,对准所述层析成像数据扫描中的数据包括对准来自不同水平的图像。

[0106] 尽管已经详细地描述了本发明及其优势,但是应当理解,在不脱离如附属的权利要求书所定义的本发明的精神和范围的情况下,在本文中可以进行各种改变、替换以及更改。而且,不打算将本申请的范围限制到在说明书中描述的过程、机器、制造、物质组成、装置、方法和步骤的特定实施例。如本领域普通技术人员将很容易从本发明的公开中领会到的,根据本发明,可以利用现存的或者以后发展的过程、机器、制造、物质组成、装置、方法或步骤来基本上执行与本文中所描述的相应实施例相同的功能或者基本上达到相同的结果。因此,所附权利要求书打算包含在这样的过程、机器、制造、物质组成、装置、方法或步骤的范围之内。

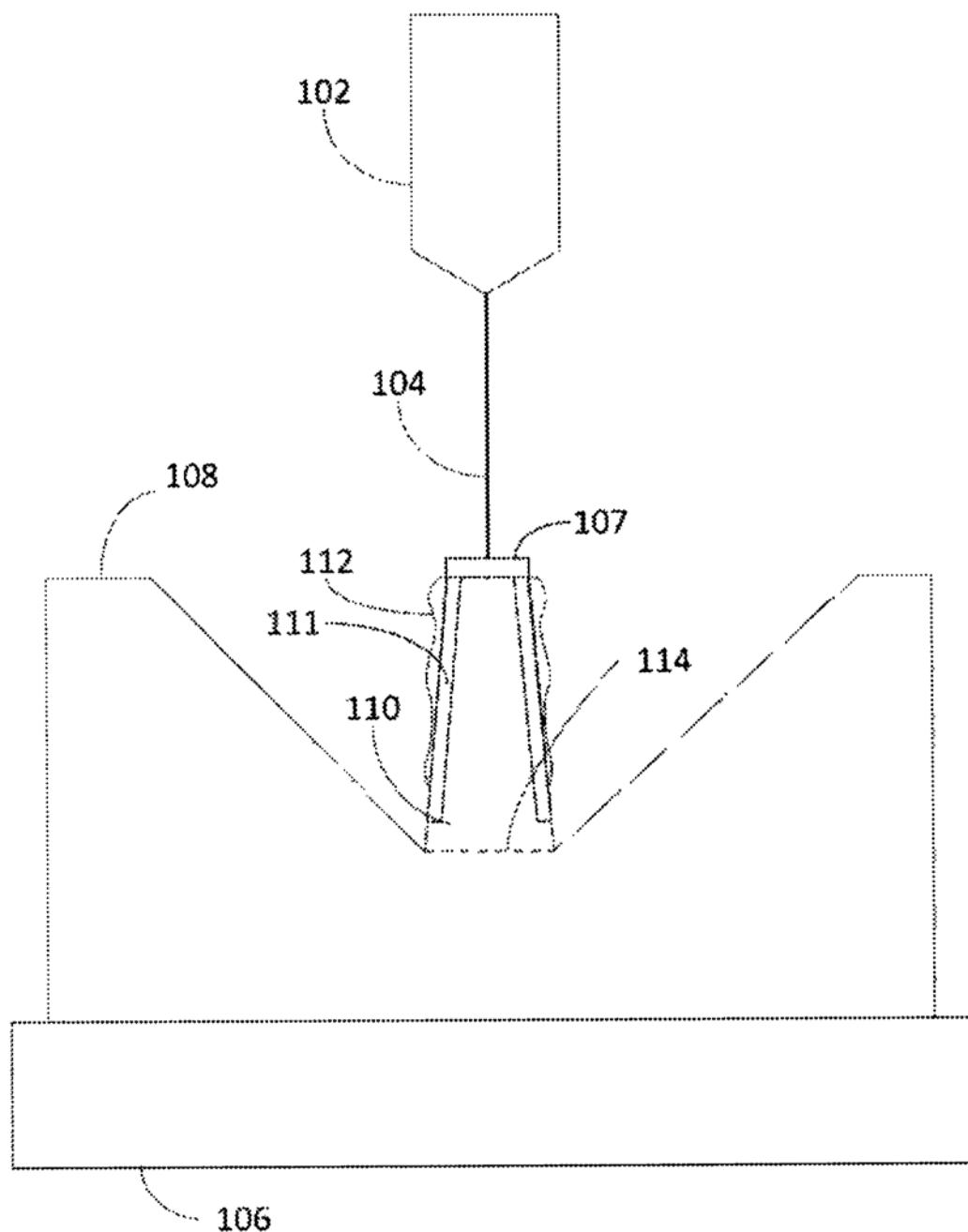


图1

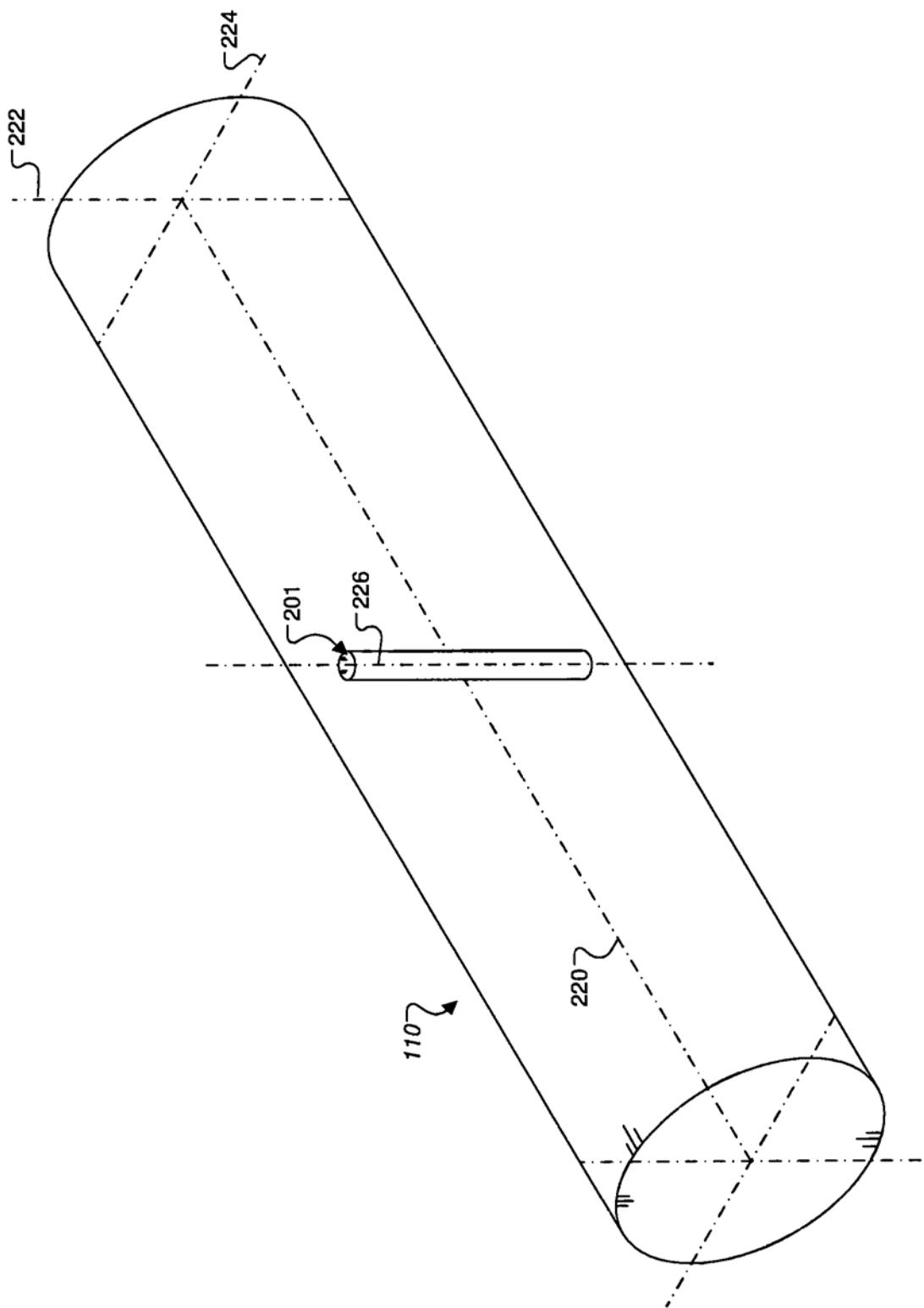


图2A

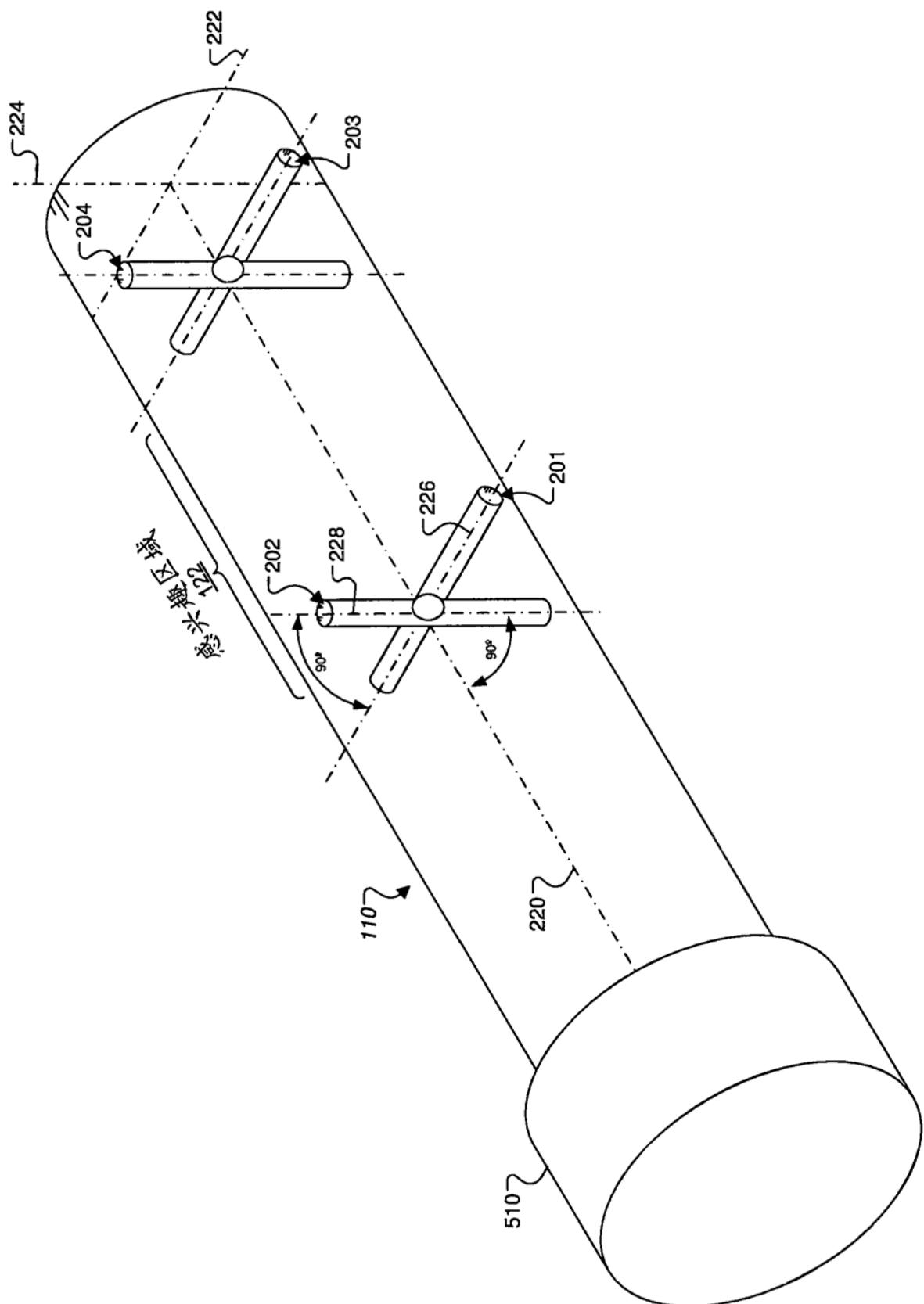


图2B

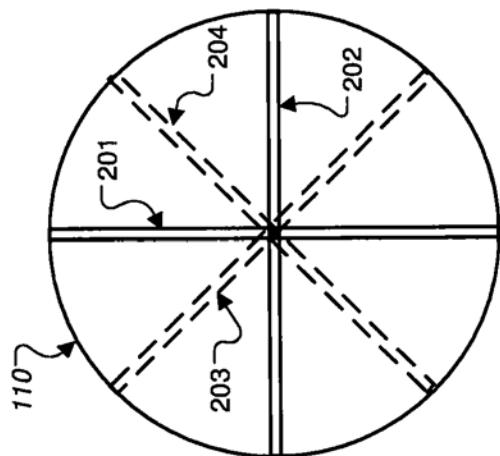


图2C

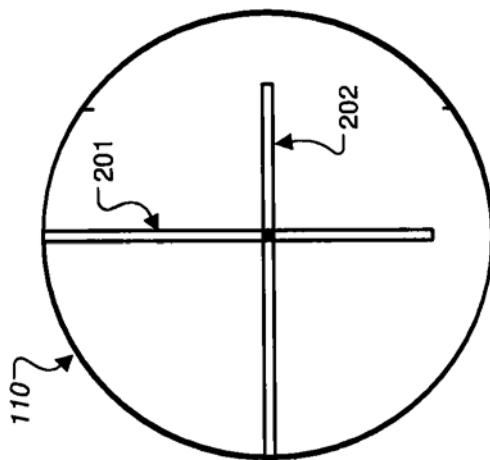


图2D

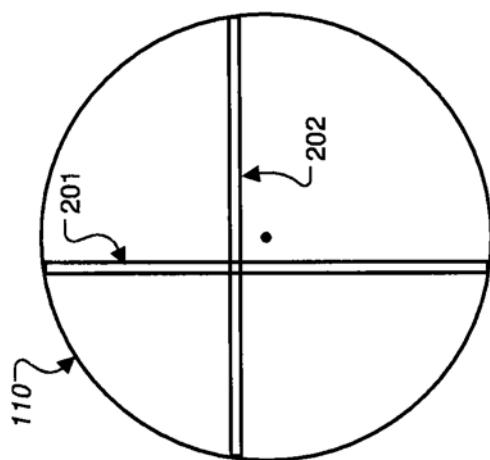


图2E

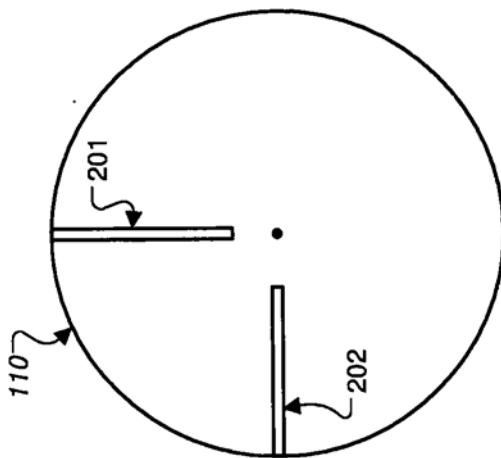


图2F

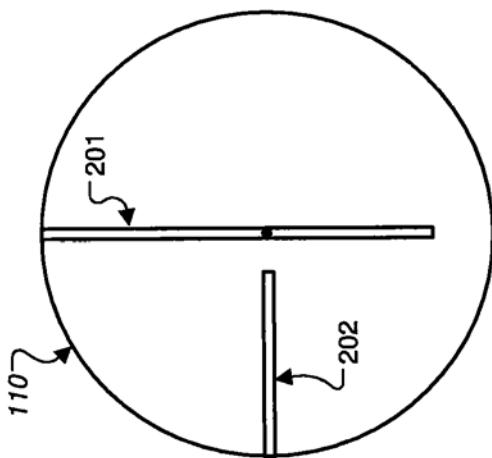


图2G

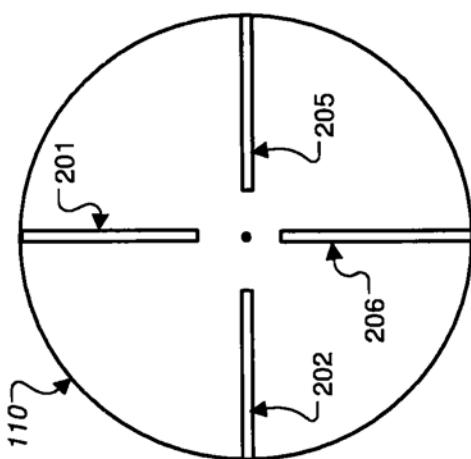


图2H

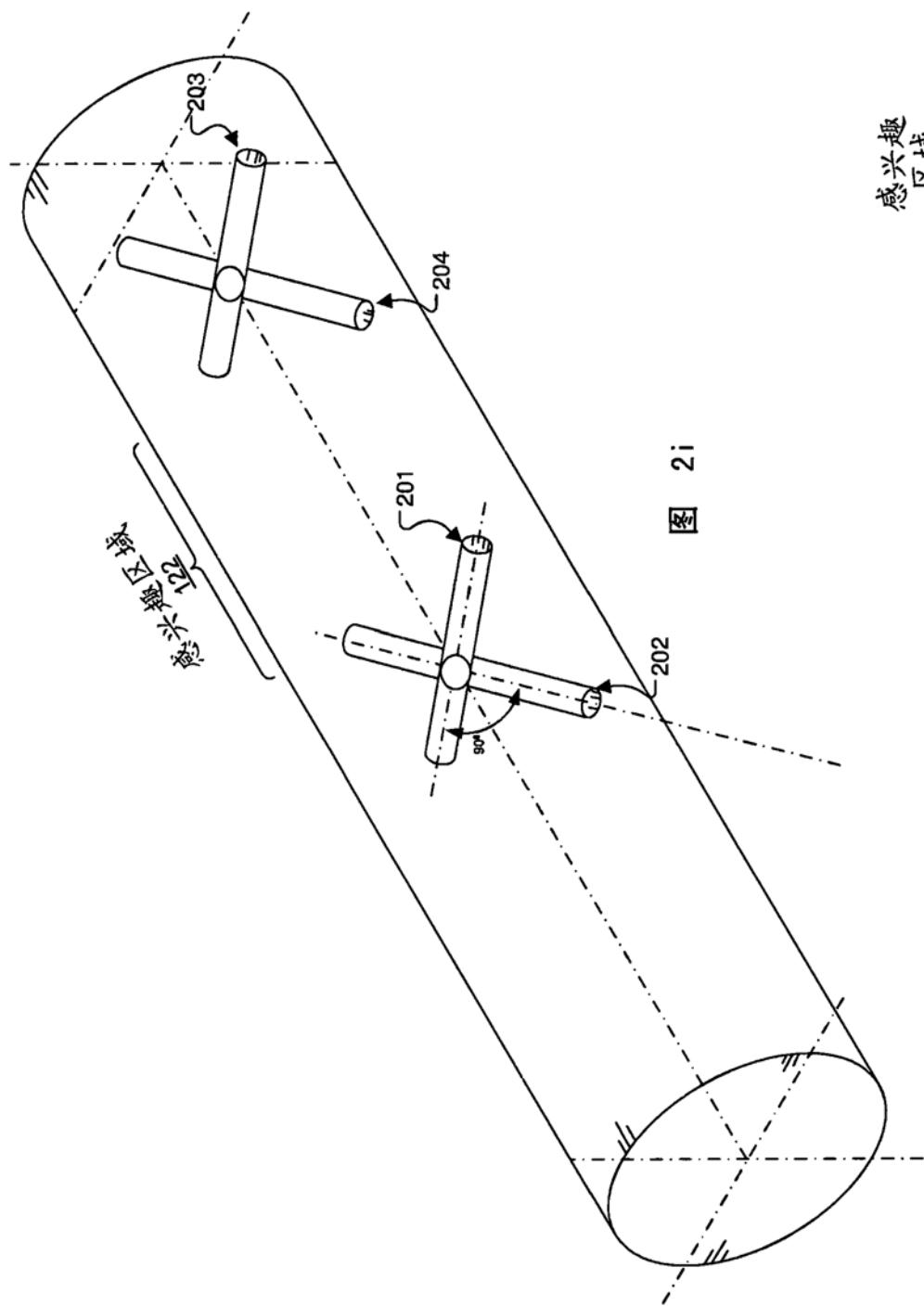


图 2i

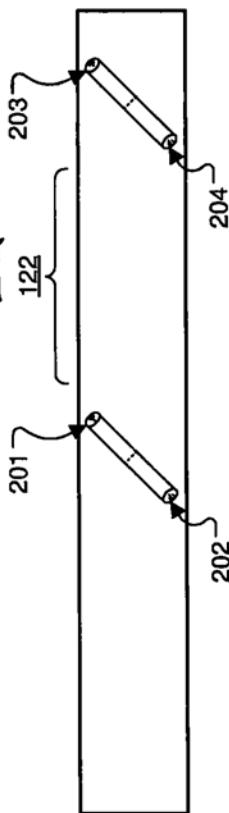


图 2j

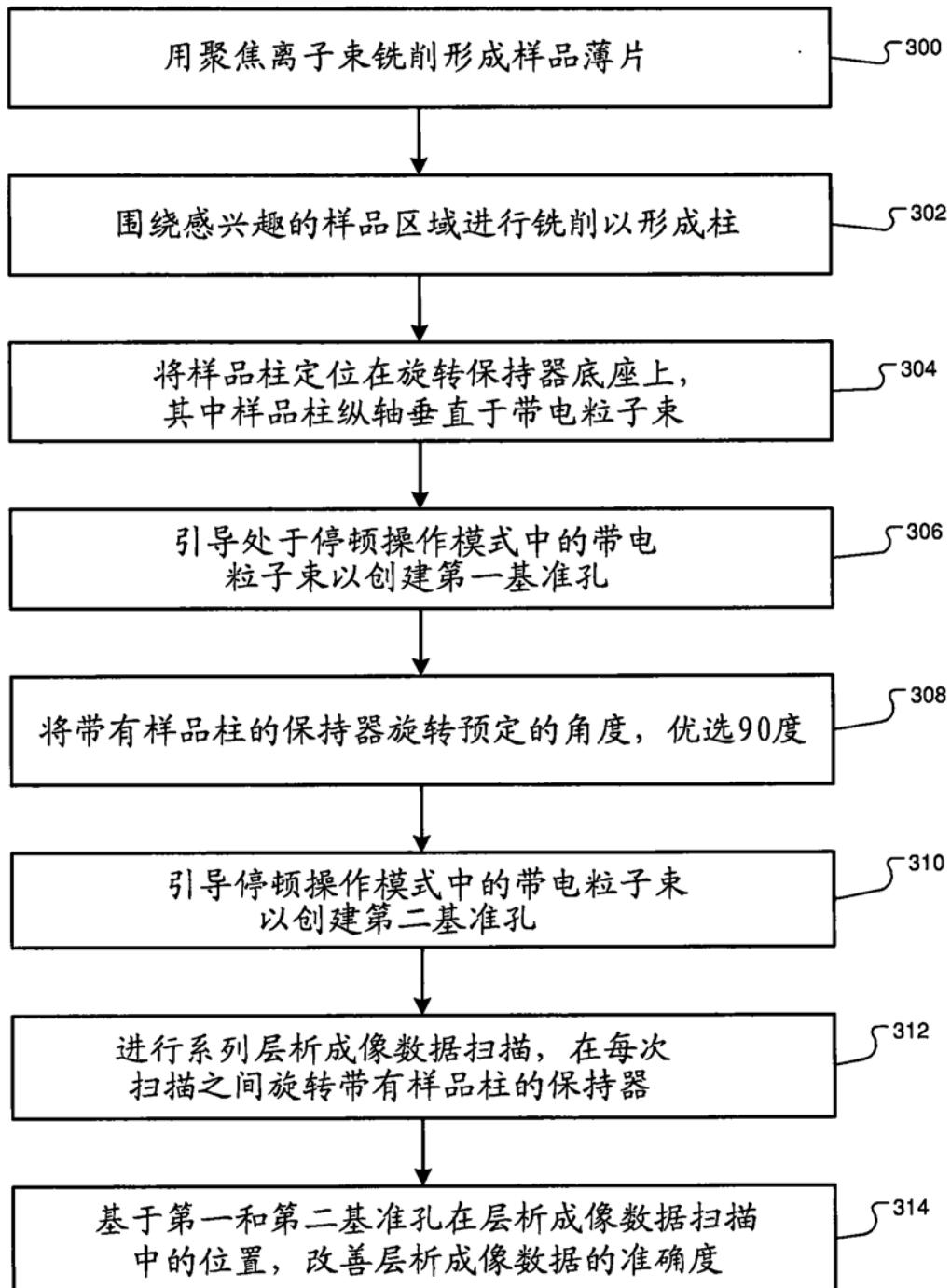


图3A

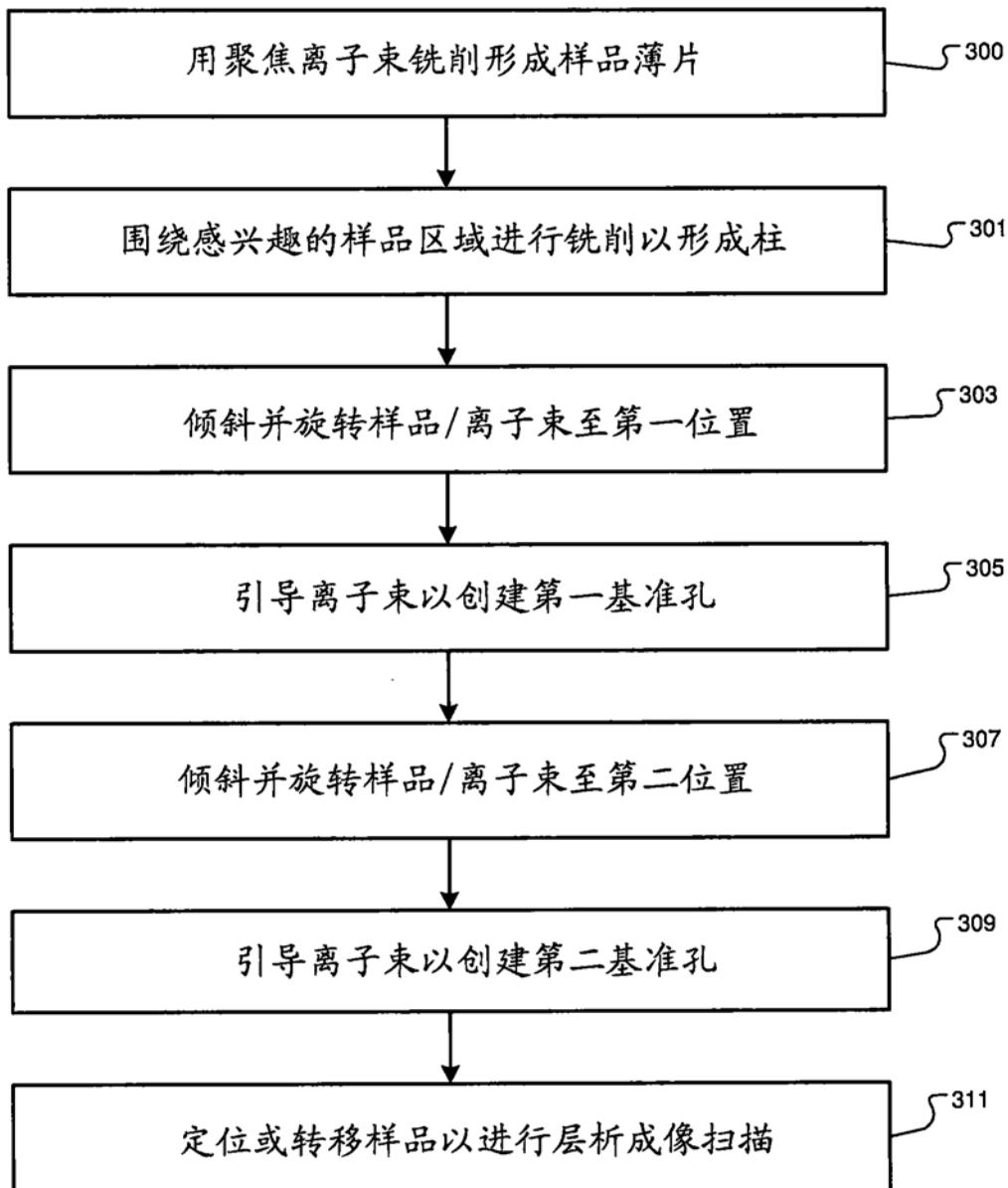


图3B

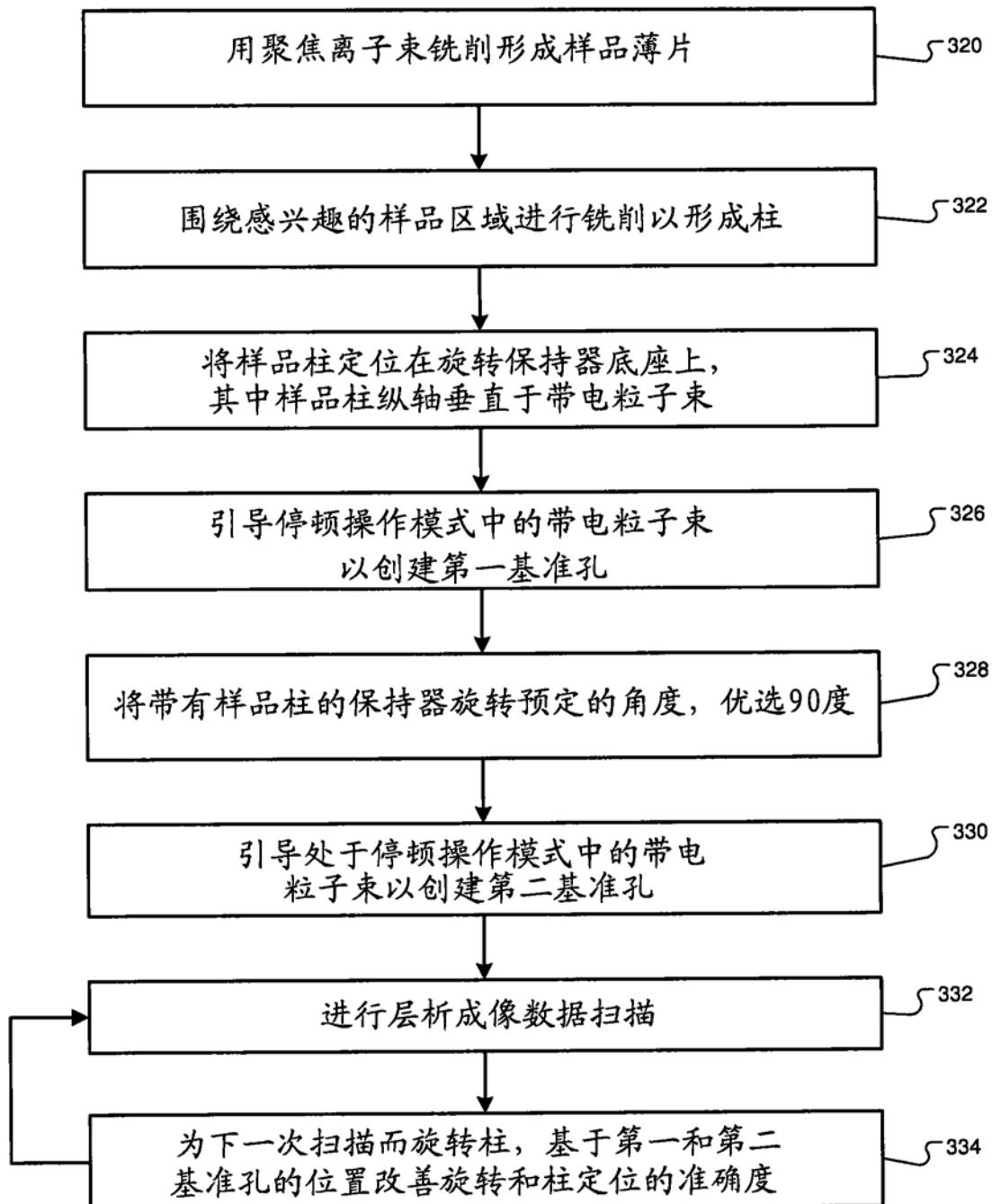


图3C

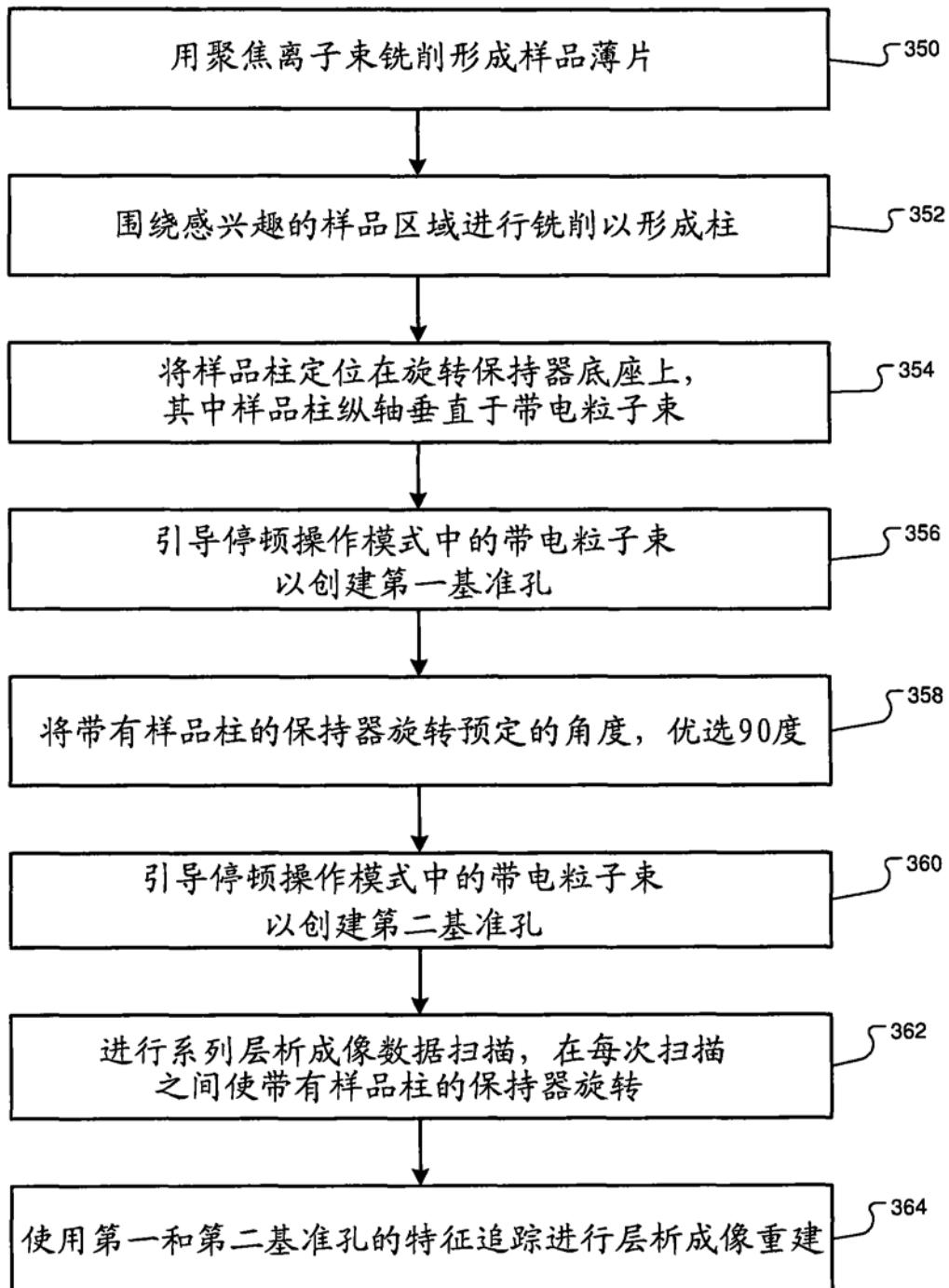


图3D

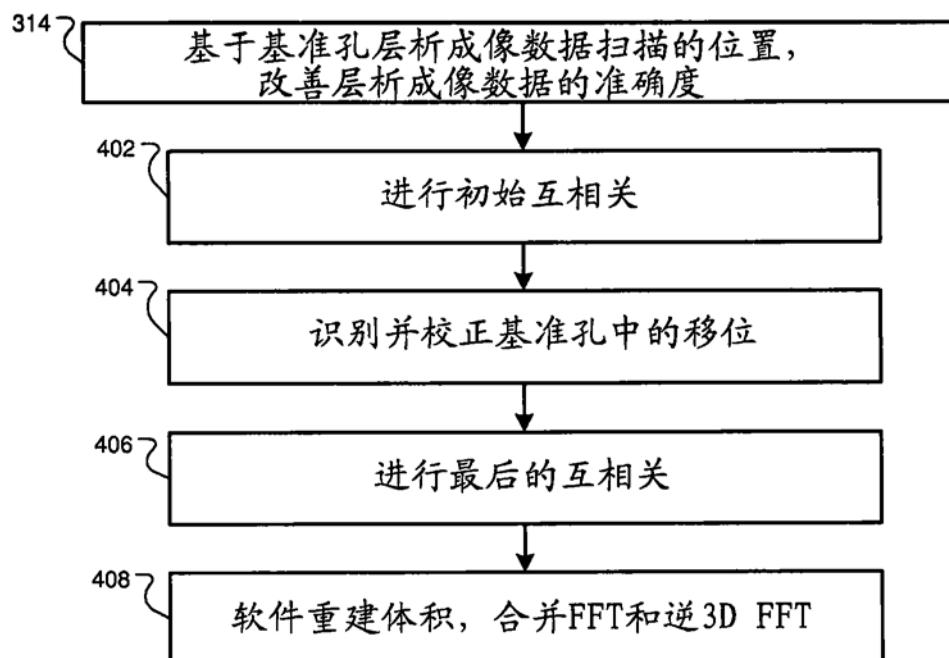


图4A

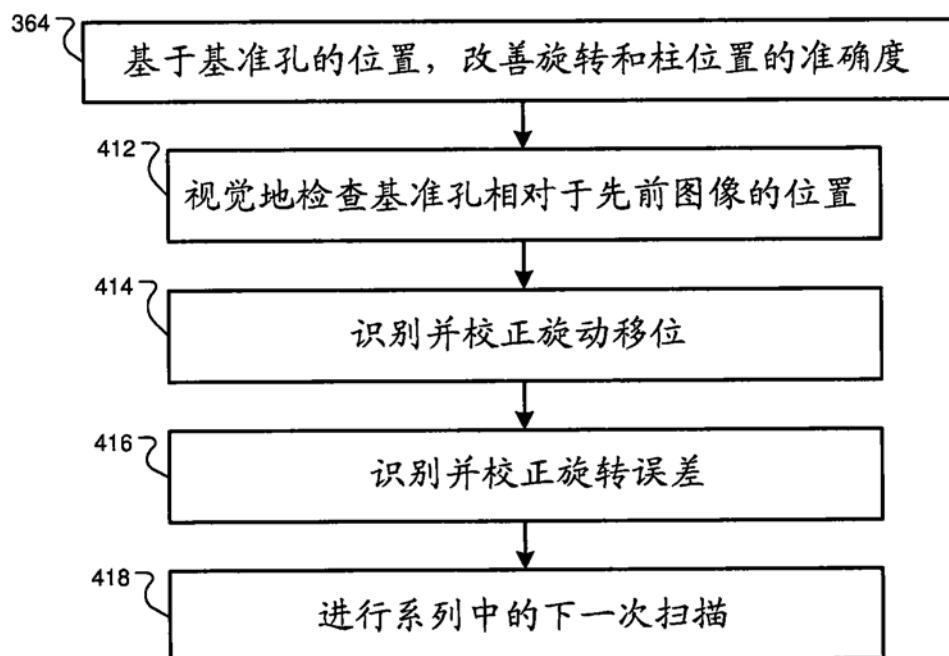


图4B

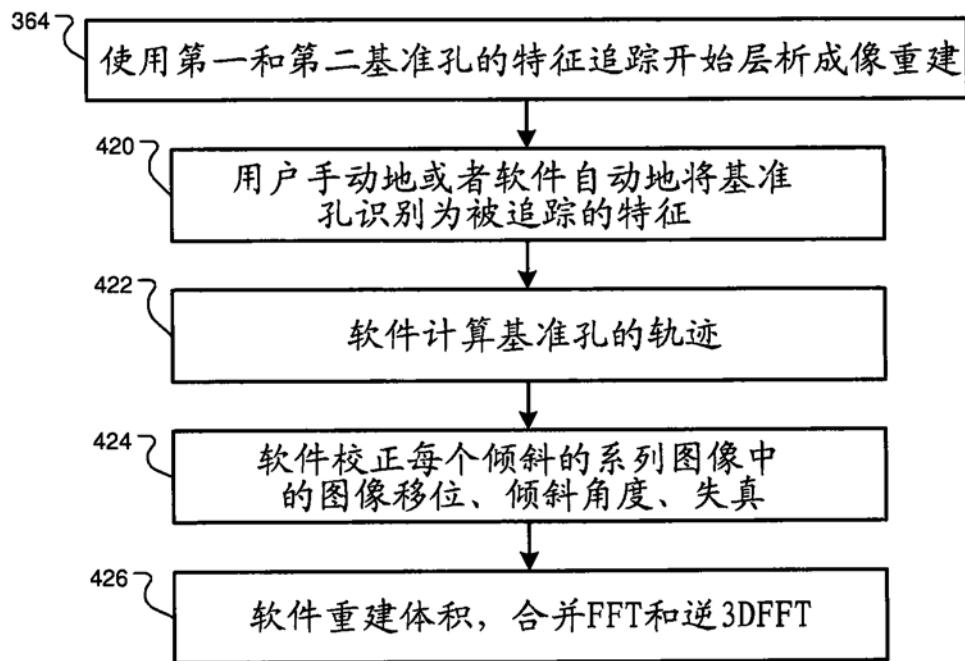


图4C

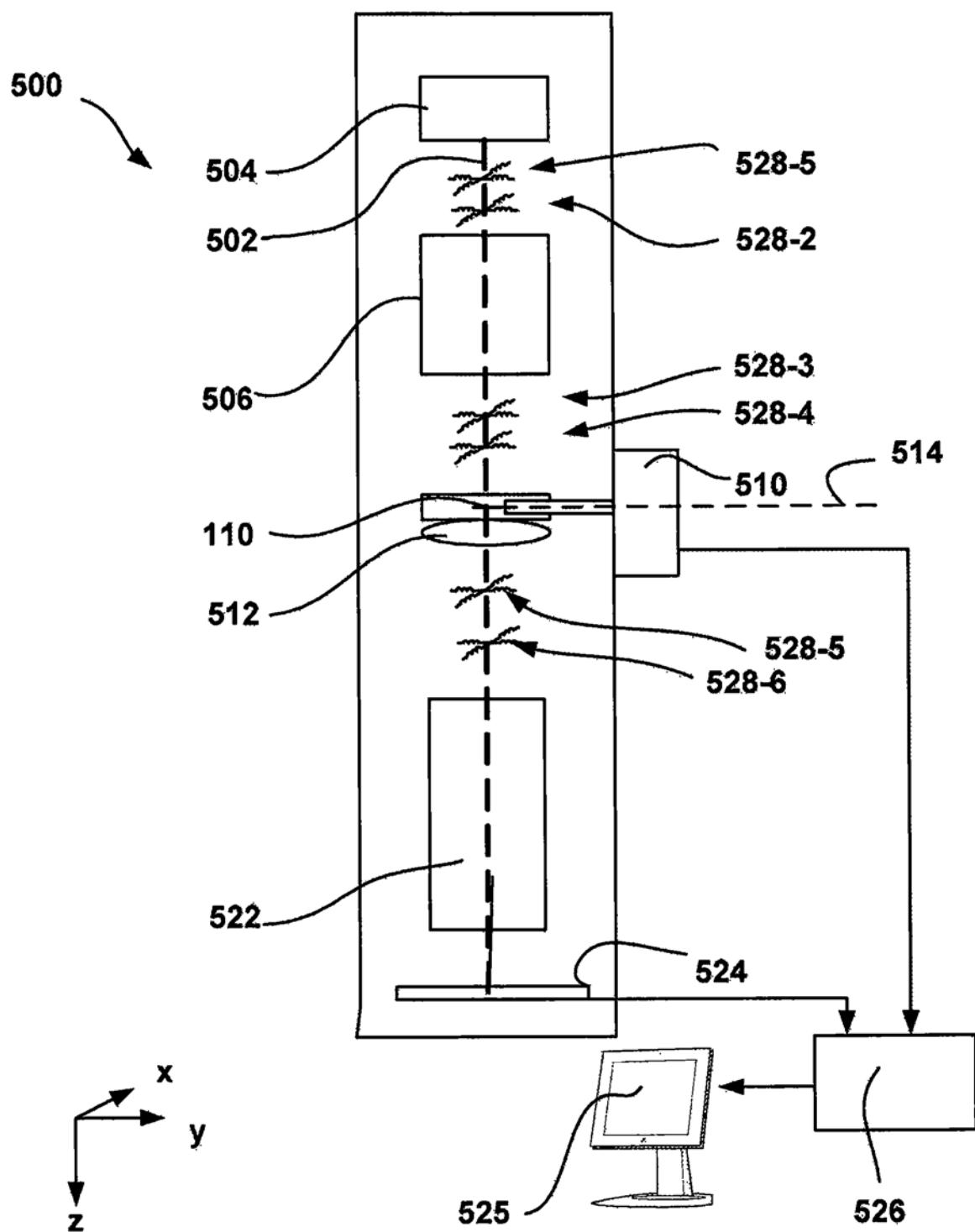


图5